



HAL
open science

Initiation et propagation des fissures dans une roche argileuse sous pression de gaz : étude expérimentale et numérique.

Romain Rodrigues De Amorim

► **To cite this version:**

Romain Rodrigues De Amorim. Initiation et propagation des fissures dans une roche argileuse sous pression de gaz : étude expérimentale et numérique.. Génie civil. Université de Pau et des Pays de l'Adour - Laboratoire SIAME, 2023. Français. NNT : . tel-04517469

HAL Id: tel-04517469

<https://hal.science/tel-04517469>

Submitted on 22 Mar 2024

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.

THESE

UNIVERSITE DE PAU ET DES PAYS DE L'ADOUR
Ecole Doctorale des Sciences Exactes et de leurs Applications

par

Romain Rodrigues de Amorim

pour l'obtention du grade de
DOCTEUR
Spécialité Génie Civil

Initiation et propagation des fissures dans
une roche argileuse sous pression de gaz :
étude expérimentale et numérique
en vue d'une soutenance le 20 Septembre 2023

Composition du jury :

Frédéric Collin	Rapporteur
Philippe Cosenza	Rapporteur
Siavash Ghabezloo	Examineur
Séverine Levasseur	Examinatrice
Jianfu Shao	Examineur
Stefano Dal Pont	Directeur de thèse
Christian Laborderie	Directeur de thèse
Matthieu Briffaut	Encadrant de thèse
Olivier Maurel	Encadrant de thèse
Rémi de la Vaissière	Encadrant de thèse

*When the spirits are low, when the day appears dark, when work becomes monotonous,
when hope hardly seems worth having, just mount a bicycle and go out for a spin down
the road, without thought on anything but the ride you are taking.*

Sir Arthur Conan Doyle

Remerciement

J'aimerais commencer par remercier l'Andra, le SIAME et le 3SR pour avoir monté ce projet de thèse : j'ai ainsi pu retourner vivre 2 ans dans mon Aquitaine natale pour renouer avec le cyclisme et mes amis perdus de vue au cours de mes voyages avant de rejoindre ma femme au pied de ce beau Vercors qui m'a fait face à chaque réveil.

Christian, Stefano, Olivier, Matthieu et Rémi, merci de m'avoir aiguillé durant ces trois années pour transformer un titre et, surtout, une idée en un manuscrit.

Cette thèse, c'est aussi une centaine d'échantillons qui n'auraient jamais pu être réalisés sans l'aide exceptionnelle d'Olivier M., d'Olivier N. et de Youssef : un grand, un immense merci.

Je ne peux que souligner le travail extraordinaire réalisé par Jeremy sur l'amélioration du modèle Cast3M et sa disponibilité pour réussir notre collaboration. Il n'est pas possible de parler Cast3M sans remercier Christian pour son aide.

En trois années, nombreux sont ceux qui ont apporté leur pierre à l'édifice, c'est pourquoi j'aimerais remercier :

- l'Andra et, notamment, Jean , Christophe et Claude ;
- le SIAME et, notamment, Jérémy, Céline, Olivier, Sofia, Inès, Alex et Youssef (parti à l'Andra entre-temps) ;
- le 3SR et, notamment, Nicolas, Pascal, Luc (venu à Grenoble pour prendre la pluie), Menes , Chiara , Julia et Antoine.

Je voudrais adresser quelques mots à mes compagnons d'infortune, Matthieu, Louis et Guilhem, qui ont signés pour la même aventure en même temps. Il est toujours bon de pouvoir partager ses malheurs de numéricien et ses bonheurs d'expérimentateur (ou l'inverse ?) avec ceux qui le vivent aussi.

Pour profiter pleinement de sa thèse, il faut aussi savoir profiter pleinement de la vie : merci au Guidon Bayonnais, à l'USVC (mon club de toujours), à l'ASSM et au RCE de m'avoir fait prendre le soleil, le vent, la pluie, la boue, la grêle et la neige.

Je souhaite, bien évidemment, remercier ma famille et mes amis, Pauline, Yoann, Maxime, Paul, Valentin et Amélie, qui me se demandent souvent si je cesserais un jour d'avoir les réductions étudiantes mais qui continuent de me soutenir pour en profiter.

Je remercie mille fois Maëva, devenue mon épouse au cours de cette aventure, d'avoir toujours été présente.

Résumé

Dans le cadre du projet Cigéo pour le stockage des déchets radioactifs en couche géologique profonde, l'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs a mené de nombreuses études pour caractériser le comportement de l'argilite soumise à une augmentation de la pression liée à une production de gaz par corrosion et radiolyse au sein des alvéoles de stockage. Dans cette thèse, l'initiation et la propagation des fissures ainsi créées sont étudiées expérimentalement à l'échelle centimétrique afin de développer un modèle numérique continu simulant le gonflement et la fissuration à l'aide de la poro-élasticité et de l'endommagement, et ainsi d'améliorer les représentations existantes du matériau. Le modèle s'appuie sur une formulation poro-élastique endommageable précédemment développée pour la modélisation de l'auto-colmatage.

Pour observer le chemin de propagation des fissures générées par l'augmentation de pression à l'échelle d'un échantillon, le choix s'est porté sur la tomographie à rayons X. Cette technologie, permettant de voir à l'intérieur de matériaux opaques, nécessite des temps d'acquisition longs au regard de la vitesse de propagation de la fracture. A partir d'une étude numérique discrète basée sur la mécanique linéaire de la rupture, un protocole expérimental inédit basé sur un apport de rigidité orthoradiale a été développé pour obtenir une maîtrise optimale de la fissuration et permettre son observation.

Une première campagne expérimentale, sans tomographie, a mis en avant les effets de l'orientation du litage, du degré de saturation et du fluide utilisé sur l'initiation de la fissure et la résistance de l'argilite. Une deuxième campagne expérimentale, avec tomographie, a permis d'étudier la propagation d'une fissure, l'impact des inclusions de pyrite et l'hétérogénéité du matériau.

Le passage à un modèle poro-élastique avec un chargement mécanique fluide a notamment nécessité l'ajout d'un couplage fort endommagement-perméabilité. Les essais de la première campagne ont alors été simulés de la resaturation jusqu'à la fracturation.

Abstract

The French National Agency for Radioactive Waste Management (Andra) has carried out numerous studies within the framework of the Cigéo project for the storage of radioactive waste in a deep geological repository. One of these studies is to characterise the behaviour of the argillite subjected to an increase in pressure linked to the production of gas by corrosion and radiolysis within the storage repository. In this thesis, the initiation and propagation of the cracks thus created are studied experimentally at the centimetre scale in order to complete a continuous numerical model simulating swelling and cracking using poro-elasticity, and to improve existing representations of the material. The model is based on a formulation that also allows self-sealing to be modelled.

In order to observe the propagation path of cracks generated by the pressure increase on a sample scale, X-ray tomography was chosen. This technology, which allows us to see inside opaque materials, requires long acquisition times compared to the velocity of fracture propagation. Using a discrete numerical study based on linear fracture mechanics, a novel experimental protocol based on an orthoradial stiffness addition was developed to achieve optimal control of cracking and to allow its observation.

A first experimental campaign, without tomography, highlighted the effects of the orientation of the bedding, the degree of saturation and the injected fluid on the initiation of the crack and the strength of the argillite. A second experimental campaign, with tomography, made it possible to study the propagation of a crack, the impact of pyrite inclusions and the heterogeneity of the material.

The transition to a poro-elastic model with fluid mechanical loading required the addition of a strong damage-permeability coupling. The tests of the first campaign were then simulated from resaturation to fracturing.

Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	xi
Introduction générale	1
1 Étude bibliographique - État de l'art	3
1 Introduction	5
2 Stockage des déchets radioactifs	5
2.1 Les différents types de déchets radioactifs en France	5
2.2 Le stockage en couche géologique profonde dans le monde	6
2.3 Les laboratoires souterrains dans le monde	10
3 Argilite du Callovo-Oxfordien	11
3.1 Composition	12
3.2 Porosité et perméabilité	14
3.3 Teneur en eau et gonflement	15
3.4 Module d'Young et énergie de fissuration	17
4 Fracturation hydraulique - Injection d'un fluide sous pression	18
4.1 Initiation des fissures	18
4.1.1 Débit d'injection	19
4.1.2 Viscosité dynamique	19
4.1.3 Gaz de fracturation et changements d'état	21
4.2 Propagation des fissures	23
5 Modélisation de la fracturation	25
5.1 Mécanique linéaire de la rupture	25
5.2 Mécanique de l'endommagement	27
6 Méthodes numériques	27
6.1 Éléments finis - <i>X-FEM</i>	27
6.1.1 Remaillage	27
6.1.2 Éléments finis étendus - <i>X-FEM</i>	28
6.2 Éléments cohésifs - <i>CZM</i>	29
6.3 Champ de phase - <i>Phase-Field</i>	29

6.4	Éléments discrets - <i>DEM</i>	29
6.5	Choix final	30
7	Modélisation de l'auto-colmatage	30
2	Développement d'un protocole expérimental de fissuration maîtrisée	33
1	Introduction	35
2	Vérification du modèle numérique	36
3	Démonstration numérique de faisabilité	38
3.1	Chemin de fissuration principal	38
3.2	Choix d'une géométrie d'entaille pour l'obtention une fissuration stabilisée	40
3.3	Sélection d'un système <i>réel</i> d'apport de rigidité	41
4	Mise en place du protocole final	43
4.1	Diamètre de l'échantillon	43
4.2	Caractéristiques de la coque composite	45
4.2.1	Module d'Young	45
4.2.2	Épaisseur optimale	47
4.3	Modélisation d'un essai complet d'injection hors tomographe	48
4.3.1	Emplacement des jauges d'acquisition	48
4.3.2	Fissuration perpendiculaire à l'entaille	49
5	Préparation des échantillons	49
6	Validation expérimentale hors tomographe	53
7	Conclusion	55
3	Fracturation de l'argilite du Callovo-Oxfordien	57
1	Introduction	59
2	Étude de l'initiation des fissures	59
2.1	Paramètres d'étude	59
2.2	Protocoles d'analyse	59
2.3	Pression d'initiation des fissures	61
2.4	Facteur d'intensité de contrainte critique	63
2.5	Énergie critique de fissuration	63
2.6	Contre-étude sur la ténacité	65
3	Étude de l'impact des inclusions sur la fissuration	66
3.1	Étude de la fissuration sous tomographie à rayons X	66
3.2	Analyse statistique sur les inclusions	68
3.2.1	Labellisation, décompte et études des inclusions	68
3.2.2	Régression logistique	73
3.3	Analyse 3D des inclusions et des ouvertures	74
3.3.1	Échantillon T55-4 - Sr=99% - Entaille perpendiculaire au litage	74
3.3.2	Échantillon T99-1 - Sr=99% - Entaille parallèle au litage	76
4	Conclusion	77

4	Simulations numériques des essais d'injection	81
1	Introduction	83
2	Principes du modèle de gonflement - fissuration	83
3	Équations du modèle	86
3.1	Propriétés de l'argilite du Callovo-Oxfordien	86
3.2	Déformations de retrait-gonflement de l'argilite	87
3.3	Déformations plastiques	88
3.4	Endommagement	89
3.5	Perméabilité	90
4	Validation du modèle	90
4.1	Propagation d'une fracture hydraulique	91
4.2	Propagation d'une fracture hydraulique avec défaut	92
5	Simulations d'essais d'injection - Chemin de fissuration	93
5.1	Cas 1 - $S_r = 99\%$ - Pas de litage	95
5.2	Cas 2 - $S_r = 99\%$ - Litage parallèle à l'entaille	95
5.3	Cas 3 - $S_r = 99\%$ - Litage perpendiculaire à l'entaille	96
6	Conclusion	97
	Conclusions et perspectives	99
A	Fractographie - Analyse statistique des faciès de rupture	101
1	Introduction	101
2	Analyses fractographiques	104
2.1	Échantillon T55-3 - $S_r=99\%$ - Entaille parallèle au litage	104
2.2	Échantillon T55-4 - $S_r=99\%$ - Entaille perpendiculaire au litage	105
B	Résultats des essais d'injection	109
1	Saturation à 85%	109
1.1	Injection à l'huile	109
1.2	Injection à l'azote	110
2	Saturation à 92%	111
2.1	Injection à l'huile	111
2.2	Injection à l'azote	114
3	Saturation à 99%	117
3.1	Injection à l'huile	117
3.2	Injection à l'azote	120
C	Relevés de fissuration	123
1	Saturation à 85%	123
1.1	Injection à l'huile	123
1.2	Injection à l'azote	123
2	Saturation à 92%	124
2.1	Injection à l'huile	124
2.2	Injection à l'azote	125

3	Saturation à 99%	126
3.1	Injection à l'huile	126
3.2	Injection à l'azote	127

Table des figures

1.1	Avancement des projets de stockage dans le monde en mai 2021, extrait de andra.fr	6
1.2	Implantation d'Onkalo dans son environnement, extrait de [81]	7
1.3	Implantation de Forsmark dans son environnement	8
1.4	Planning de Cigéo, extrait de andra.fr	9
1.5	Schéma de principe de Cigéo, extrait de andra.fr	9
1.6	Plan du laboratoire souterrain de Bure, extrait de andra.fr	11
1.7	Coupe géologique de l'est du bassin parisien, extrait de agbp.fr	12
1.8	Stratigraphie de la couche du Callovo-Oxfordien, extrait de [118]	13
1.9	Composition de la couche de COx, résultats non publiés	14
1.10	Distribution minérale dans le COx (a) à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) parallèlement au litage (b) à l'aide d'un MEB perpendiculairement au litage (c) à l'aide d'un tomographe à rayons X, extrait de [94]	15
1.11	Distribution de tailles de pore du COx, extrait de [9]	16
1.12	Évolution des propriétés dans la couche de COx, résultats non publiés	16
1.13	Évolution des déformations au cours de la désaturation-resaturation, extrait de [122]	17
1.14	Variations du module d'Young, extrait de [26]	18
1.15	Chute brutale de pression lors d'un essai de fracturation hydraulique, extrait de [54].	19
1.16	Pression de fracturation selon la vitesse d'injection, extrait de [4]	20
1.17	Emplacements du point critique pour différentes molécules	22
1.18	Comparaison des courbes pression-quantité de moles selon l'équation de Peng-Robinson pour l'azote et l'hydrogène (EQUA.1.2) et l'équation des gaz parfaits	23
1.19	Exemple de montage pour les émissions acoustiques, extrait de [50]	24
1.20	Exemples de résultats de fracturation sur cubes de PMMA, extrait de [5]	24
1.21	Les différents modes de rupture : I - Ouverture, II - Cisaillement plan et III - Cisaillement anti-plan	25
1.22	Contour pour une intégrale-J aux abords d'une entaille en deux dimensions	26
1.23	Exemple de remaillage avec un raffinement du maillage autour de la fissure selon l'algorithme de Lepp-Delaunay, extrait de [11]	28

1.24	Les nœuds encerclés sont enrichis par la discontinuité alors les nœuds entourés d'un carré sont enrichis par les modes asymptotiques en fond de fissure, extrait de [77]	28
1.25	Principe des éléments cohésifs entre les mailles, extrait de [60]	29
1.26	Principe des éléments discrets avec a) la géométrie 3D b) l'effort normal c) l'effort tangent, extrait de [90]	30
1.27	Représentation de l'EDZ, extrait de [62]	31
1.28	Comparaison des déformations RGA réelles [87] et calculées par les modèles de Biot et de H. Wang	32
1.29	Principe du modèle, extrait de [110]	32
2.1	Schéma de l'essai P.I.E.D., extrait de [14]	35
2.2	Données d'essai, extrait de [1]	36
2.3	Comparaison des valeurs d'essais d'[1] avec celles calculées à l'aide de la procédure $G-\Theta$	37
2.4	Déformées et contraintes pour la force maximale $F=155N$	37
2.5	Géométrie, maillage et conditions aux limites des cas d'études	39
2.6	Courbes pression-longueur de fissure avec des conditions initiales en déplacement équivalentes à $\sigma_{radial} = 10$ MPa et $\sigma_{vertical} = 30$ MPa	39
2.7	Effet de la longueur d'une entaille épaisse de 0.4 mm sur la courbe pression-longueur de fissure	40
2.8	Effet de l'épaisseur d'une entaille longue de 5 mm sur la courbe pression-longueur de fissure	41
2.9	Principe des solutions industrielles d'apport de rigidité	42
2.10	Comparaison des courbes pression-longueur de fissure pour les solutions retenues	43
2.11	Maillage 3D sous Cast3M d'un échantillon cylindrique 40 mm \times 40 mm : le COx en bleu et la coque composite en rouge	44
2.12	Comparaison des courbes pression-longueur de fissure pour deux tailles d'échantillons	45
2.13	Photographies (a) d'une coque composite sans COx et (b) du montage expérimental pour déterminer le module d'Young dans le sens des fibres	46
2.14	Comparaison des courbes force-déplacement vertical expérimentales avec la modélisation numérique	46
2.15	Courbes pression-longueur de fissure pour différentes épaisseurs de coque	47
2.16	Effets de l'emplacement des jauges sur l'observation de la fissuration	48
2.17	Comparaison des simulations d'injections pour les direction de fissuration envisagées	49
2.18	Étape 1 de la préparation des échantillons	50
2.19	Étapes 3 et 4 de la préparation des échantillons	51
2.20	Étapes 6 et 7 de la préparation des échantillons	51
2.21	Étape 9 de la préparation des échantillons	52

2.22	Évolution de la variation de masse au cours de la resaturation dans une enceinte à HR 99% et comparaison avec une simulation de resaturation basée sur les travaux de [110] - Étape 10 de la préparation des échantillons	52
2.23	Évolution de la teneur en eau au cours de la préparation des échantillon de l'étape 1 à 8	53
2.24	Comparaison des essais et simulations sur échantillons sans coque composite	54
2.25	Comparaison des essais et simulations sur échantillons avec coque composite	55
3.1	Schématisation du premier protocole d'analyse	60
3.2	Relevés de fissuration <i>post-essai</i> avec les géométries numériques associées pour le second protocole d'analyse	61
3.3	Évolution de la pression d'amorce de fissuration selon le degré de saturation S_r et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure	62
3.4	Évolution du facteur d'intensité de contrainte critique selon le degré de saturation et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure	63
3.5	Évolution de l'énergie critique de fissuration selon le degré de saturation S_r et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure	64
3.6	Évolution de l'énergie critique de fissuration selon le degré de saturation S_r et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure	65
3.7	Injection <i>par palier</i> - Phase de vérification et d'essai pré-campagne expérimentale	67
3.8	Soustraction des images à 35 bars par les images à 0 bars sur l'échantillon K11-X - En bleu la diminution de densité et en rouge l'augmentation de densité	68
3.9	Extraction des inclusions de pyrite et attribution d'identifiants - T4-5	69
3.10	Répartition des inclusions de pyrite selon leur volume	70
3.11	Répartition des inclusions sur leur rapport de forme	70
3.12	Répartition des inclusions de pyrite selon leur longueur	71
3.13	Répartition des inclusions de pyrite selon leur diamètre minimum	71
3.14	Répartition angulaire des inclusions par rapport à l'entaille	72
3.15	Répartition angulaire des inclusions par rapport à la fissure principale	72
3.16	Régressions logistiques univariées sur les données moyennes des inclusions	74
3.17	Photographies et coupe tomographique de l'échantillon T55-4	75
3.18	T55-4 - Seuillage de l'image 3D pour extraire l'entaille, la fissure (gris-blanc) et les inclusions (turquoise)	75
3.19	T55-4 - Observation de l'inclusion la plus proche de la fissure	76
3.20	Seuillage de l'échantillon T99-1 et observation de deux inclusions proches du chemin de fissuration	77
4.1	Organigramme de programmation du modèle - Partie 1	84
4.2	Organigramme de programmation du modèle - Partie 2	85
4.3	Algorithme de calcul des déformations RGA (ϵ_{RGA}) à l'étape i	87

4.4	Géométrie et conditions au limite, extrait de [67]	91
4.5	Comparaison de l'endommagement au cours du temps entre la littérature [67] et le modèle	92
4.6	Comparaison de la longueur de fissuration au cours du temps entre la solution analytique, la littérature [67] et le modèle	93
4.7	Géométrie et conditions au limite, extrait de [67]	93
4.8	Comparaison des chemins de fissuration entre la littérature [67] et le modèle, extrait de [67]	94
4.9	Maillage utilisé pour les trois cas de simulations	95
4.10	Évolution de l'endommagement et de la pression (Pa) au cours du temps	96
4.11	Évolution de l'endommagement et de la pression (Pa) au cours du temps	97
4.12	Évolution de la variation d'endommagement et de la pression (Pa) au cours du temps	98
A.1	Exemples de surface de rupture, extrait de [10]	102
A.2	Corrélations spatiales des pentes locales dont longueur de corrélation ξ était représentée par une ligne verticale, extrait de [1]	102
A.3	Relation entre ξ et l_{pz} , extrait de [1]	103
A.4	Exemple de dispersion locale de K_{IC} , extrait de [10]	103
A.5	Comparaison des résultats issus de la fractographie avec les valeurs obtenus par essais mécaniques, figure réalisée par <i>Tortoise</i>	104
A.6	Profilométrie de l'échantillon T55-3 et emplacements des surfaces réduites	105
A.7	Profilométrie et résultats de la surface noire présentée en FIG. A.6	106
A.8	Profilométrie et résultats de la surface rouge présentée en FIG. A.6	107
A.9	Profilométrie et résultats de la surface verte présentée en FIG. A.6	108
B.1	Données de l'essai pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	109
B.2	Données de l'essai pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	110
B.3	Données de l'essai pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	110
B.4	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	111
B.5	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	111
B.6	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	112
B.7	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	112
B.8	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	113
B.9	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	113

B.10	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage	114
B.11	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage	114
B.12	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage	115
B.13	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	115
B.14	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	116
B.15	Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	116
B.16	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	117
B.17	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	117
B.18	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	118
B.19	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	118
B.20	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	119
B.21	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	119
B.22	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage	120
B.23	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	120
B.24	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	121
B.25	Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	121
C.1	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	123
C.2	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage - 1 faciès manquant !	124
C.3	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	124
C.4	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	125

C.5	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage	125
C.6	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage	126
C.7	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage	126
C.8	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage	127
C.9	Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage	127

Liste des tableaux

1.1	Principaux laboratoires souterrains pour le stockage de déchets radioactifs dans le monde, extrait en partie de andra.fr	10
1.2	Pression de fracturation selon la vitesse d'injection	20
1.3	Pression de fracturation selon la viscosité du fluide injecté	21
2.1	Comparaison des solutions industrielles d'apport de rigidité	42
2.2	Tableau récapitulatif des coques modélisées	47
2.3	Matrice des essais pour la validation du protocole expérimental	54
3.1	Matrice des échantillons selon les paramètres des essais	60
3.2	Composantes et résultats des régressions statistiques complémentaires	73
4.1	Variables nécessaires au modèle présenté en FIG. 4.1 et 4.2	84
A.1	Comparaison des résultats des 3 zones et de la zone complète	104

Introduction générale

Contexte et objectifs

Dans le cadre du projet Cigéo pour le stockage des déchets radioactifs en couche géologique profonde, l'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs a mené de nombreuses études pour caractériser le comportement de l'argilite du Callovo-Oxfordien soumise à une augmentation de la pression liée à une production de gaz par corrosion et radiolyse au sein des alvéoles de stockage. Cette thèse comporte deux objectifs liés :

1. Étudier expérimentalement la fissuration lors d'une injection sous pression. Si caractériser l'initiation d'une fissure est relativement simple, observer sa propagation en temps réel dans un matériau opaque n'est pas évidente ;
2. Améliorer, avec les données expérimentales, un modèle numérique développé au cours d'une précédente thèse sur l'auto-colmatage de l'argilite [110] réalisée au sein de la même équipe.

Cette thèse en partenariat avec l'Andra, le SIAME et le 3SR a été divisée en deux périodes : 2 ans dans les locaux du SIAME à Anglet et 1 an dans ceux du 3SR à Grenoble où se trouve le tomographe à rayons X. C'est à Anglet qu'a été développé, à l'aide de simulations numériques avec un modèle de mécanique de la rupture, un protocole expérimental inédit basé sur un apport de rigidité orthoradiale permettant d'observer la fissuration. Le dernier semestre a permis de réaliser les essais d'initiation de la fissuration. A Grenoble, au cours du premier semestre, une dizaine d'essais d'injection à l'huile et à l'azote ont été réalisés dans un tomographe à rayons X, permettant ainsi une étude poussée à partir des images 3D. Une collaboration avec Jeremy Rabone, qui a repris et amélioré le modèle numérique d'auto-colmatage de Hui Wang, a démarré pour intégrer les observations et les résultats expérimentaux au modèle de gonflement - fissuration et ainsi permettre de reproduire le chemin de fissuration de plusieurs des essais de cette thèse.

Structure de la thèse

Cette thèse est découpée en quatre chapitres, dans un ordre à la fois chronologique et nécessaire pour leur compréhension, auxquels s'ajoute une annexe technique.

- Le CHAP. 1 reprend la problématique des déchets radioactifs et de leur stockage, notamment en France dans une couche d'argilite du Callovo-Oxfordien. Diffé-

rents travaux sur des essais d'injections, aussi appelés *fracturation hydraulique*, y sont aussi discutés. Plusieurs modélisations numériques de ce type d'essais sont présentées ;

- Le CHAP. 2 présente 18 mois de développement d'un protocole expérimental permettant d'observer la propagation de la fissure dans un tomographe à rayons X. De l'idée de départ aux validations expérimentales, en passant par les simulations numériques et le choix d'une solution réelle : toutes les étapes du protocole y sont expliquées ;
- Le CHAP. 3 reprend les deux campagnes expérimentales de cette thèse : celle, hors tomographe, réalisée au SIAME et celle, dans le tomographe, réalisée au 3SR ;
- Le CHAP. 4 présente le modèle numérique, développée par l'équipe du SIAME sous Cast3M, dans lequel les résultats du CHAP.3 ont été implémentés et qui a été utilisé pour reproduire plusieurs chemin des fissurations ;
- L'ANN. A décrit le principe de la fractographie, ou *analyse statistique des faciès de rupture*, ainsi que les résultats de deux analyses réalisées par un prestataire externe dont la solution technique est brevetée. Ces données permettent une contre-étude des valeurs de fracturation obtenues au CHAP. 3.

Chapitre 1

Étude bibliographique - État de l'art

*La science d'aujourd'hui détruit l'ignorance d'hier et elle
fera figure d'ignorance au regard de la science de demain.
Jean d'Ormesson*

Sommaire

1	Introduction	5
2	Stockage des déchets radioactifs	5
2.1	Les différents types de déchets radioactifs en France	5
2.2	Le stockage en couche géologique profonde dans le monde	6
2.3	Les laboratoires souterrains dans le monde	10
3	Argilite du Callovo-Oxfordien	11
3.1	Composition	12
3.2	Porosité et perméabilité	14
3.3	Teneur en eau et gonflement	15
3.4	Module d'Young et énergie de fissuration	17
4	Fracturation hydraulique - Injection d'un fluide sous pression	18
4.1	Initiation des fissures	18
4.1.1	Débit d'injection	19
4.1.2	Viscosité dynamique	19
4.1.3	Gaz de fracturation et changements d'état	21
4.2	Propagation des fissures	23

5	Modélisation de la fracturation	25
5.1	Mécanique linéaire de la rupture	25
5.2	Mécanique de l'endommagement	27
6	Méthodes numériques	27
6.1	Éléments finis - <i>X-FEM</i>	27
6.1.1	Remaillage	27
6.1.2	Éléments finis étendus - <i>X-FEM</i>	28
6.2	Éléments cohésifs - <i>CZM</i>	29
6.3	Champ de phase - <i>Phase-Field</i>	29
6.4	Éléments discrets - <i>DEM</i>	29
6.5	Choix final	30
7	Modélisation de l'auto-colmatage	30

1 Introduction

Ce chapitre permet de découvrir la problématique des déchets radioactifs ainsi que les différentes propositions et études de stockage dans le monde. Les propriétés de l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx), présente sur le site du laboratoire souterrain et le site de stockage de l'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs (Andra), sont présentées. Les différents travaux sur la fracturation et l'étude des fissures sont commentées. Enfin, le modèle numérique développé précédemment par l'équipe du SIAME est exposé ainsi que différentes approches pour modéliser la fracturation.

2 Stockage des déchets radioactifs

2.1 Les différents types de déchets radioactifs en France

En France, les déchets nucléaires proviennent de 5 domaines distincts : les centrales nucléaires pour 60.1%, la recherche pour 26.9%, la défense pour 8.9%, les industries et le secteur médical pour les 4.1% restants. Tous ces déchets sont étudiés selon deux critères : leur niveau de radioactivités (4 paliers) et la demi-vie de l'élément principal (plus ou moins de 31 ans). Ils sont alors classés dans les 5 catégories ci-dessous :

- Déchets de très faible activité (TFA) qui sont constitués principalement des gravats et ferrailles issus du démantèlement d'installations nucléaires ;
- Déchets de faible et moyenne activité à vie courte (FMA-VC) qui sont constitués principalement par les équipements de travail et de maintenance tels que des gants ou des outils ;
- Déchets de faible activité à vie longue (FA-VL) qui sont constitués par d'anciens déchets de centrales de première générations ou des objets du début du XX^{ième} siècle tel que les fontaines à radium pour rendre l'eau potable radioactive ;
- Déchets de moyenne activité à vie longue (MA-VL) qui sont constitués principalement des déchets de centrales nucléaires liés au retraitement des combustibles et au fonctionnement ;
- Déchets de haute activité (HA) qui sont constitués principalement par les résidus de retraitements.

Actuellement l'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs (Andra) gère 1 700 000 m³ de déchets mais la répartition entre les 5 catégories n'est pas équitable : FMA-VC représente quasiment 1 000 000 m³, TFA prend presque 600 000 m³, FA-VL descend à presque 100 000 m³, MA-VL ne prend que 42 900 m³ et HA 0.2% du volume total soit 4 190 m³. En termes de niveau de radioactivité, l'ordre est inversé car HA représente 94.9% et MA-VL 4.9% : 99.8% de la radioactivité se concentrent dans 3.1% du volume des déchets.

Les TFA et FMA-VC ont été envoyés de 1969 à 1994 dans le centre de stockage de la Manche à La Hague, maintenant ils sont envoyés dans le centre de stockage de l'Aube (FMA-VC) et le centre industriel de regroupement, d'entreposage et de stockage de l'Aube (TFA). L'Andra étudie actuellement un centre de stockage à faible profondeur

pour les FA-VL et un centre de stockage en couche géologique profonde pour les MA-VL et HA (c'est le projet Cigéo). En attendant le stockage de ces 3 catégories, les déchets sont entreposés selon des règles de sûreté strictes.

2.2 Le stockage en couche géologique profonde dans le monde

Dans l'Union Européenne, le 19 juillet 2011, la directive 2011/70/Euratom a déclaré : « les déchets radioactifs, y compris le combustible usé considéré comme déchet, doivent être confinés et isolés durablement des êtres humains et de la biosphère. [...] L'entreposage de déchets radioactifs, y compris à long terme, n'est qu'une solution provisoire qui ne saurait constituer une alternative au stockage. ». L'Agence internationale de l'énergie atomique (AIEA) et l'Agence pour l'énergie nucléaire (AEN) de l'Organisation de coopération et de développement économiques (OCDE) présentent les mêmes volontés. Tous s'accordent sur le stockage en couche géologie profonde pour les déchets MA-VL et HA. La FIG. 1.1 montre l'avancement des projets de stockage dans le monde où la Finlande, la Suède et la France y présentent les solutions les plus avancées.

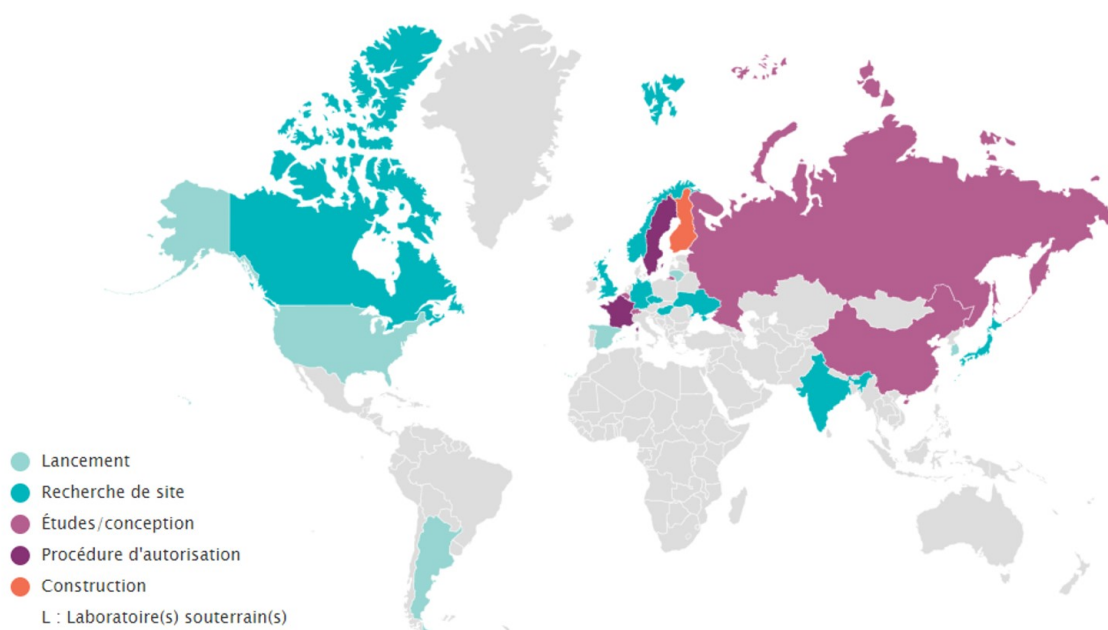


FIGURE 1.1 – Avancement des projets de stockage dans le monde en mai 2021, extrait de andra.fr

Finlande

Le projet de stockage souterrain finlandais, nommé Onkalo, est le plus avancé au monde : le massif granitique d'Olkiluoto a été sélectionné en 2000 après 17 ans d'études.

De 1993 à 2000, quatre sites ont été examinés selon des critères géologiques et environnementaux ainsi que sur l'opinion de la population locale vis-à-vis du projet. Un permis de construire a été délivré en novembre 2015 pour l'infrastructure présentée en FIG. 1.2. La construction a démarré en 2016 pour une mise en exploitation dès 2023.

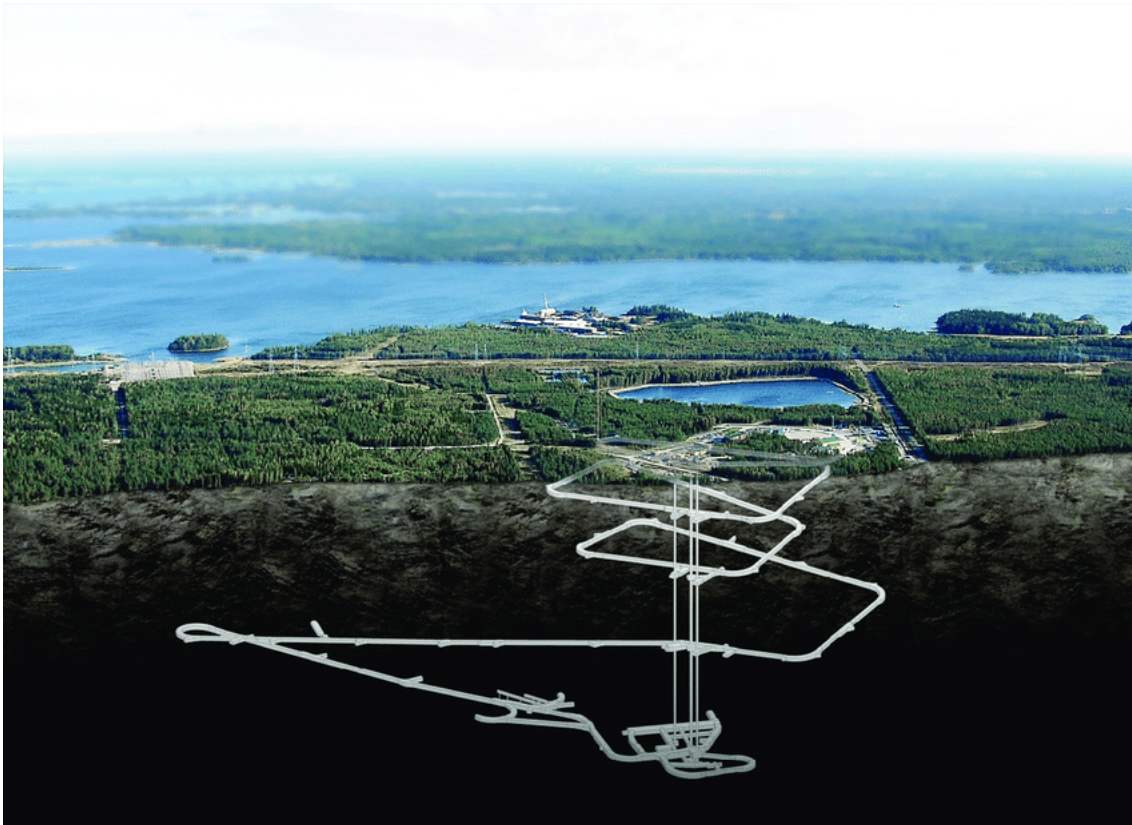


FIGURE 1.2 – Implantation d'Onkalo dans son environnement, extrait de [81]

Suède

Après 40 ans de recherche, en janvier 2022, le gouvernement suédois a validé le choix d'implanter le stockage à Forsmark, au 130 kilomètres au nord de Stockholm, grâce à son emplacement et au soutien local. Les déchets seront placés dans tubes en cuivre avant d'être placés 500 m sous la surface dans du granite. Après 70 ans d'exploitation, le site sera scellé par de la bentonite pour rester sécurisé pendant 100 000 ans. Les premiers colis *tests* arriveront dès 2023 pour une mise en service en 2025. L'installation, présentée FIG. 1.3, ressemble fortement à Onkalo.

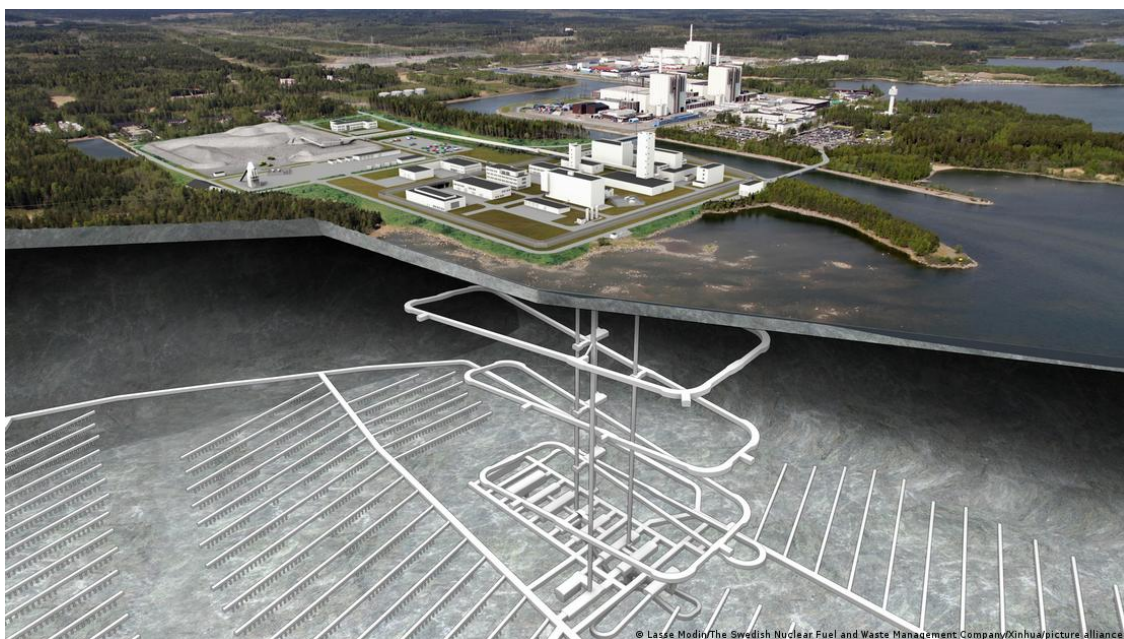


FIGURE 1.3 – Implantation de Forsmark dans son environnement

France

Le 16 janvier 2023, après plus de 30 ans de recherche, l'Andra a déposé la demande d'autorisation de création (DAC) de Cigéo, le projet de stockage géologique français, à Bure. Le 22 juin 2023, l'Autorité de sûreté nucléaire (ASN) a déclaré recevable la DAC : l'instruction technique du dossier est donc en cours. Sous réserve d'une réponse favorable, la construction devrait démarrer en 2027 comme défini par le planning présenté FIG. 1.4. Le stockage sera réversible jusqu'à la fermeture définitive en 2150, dès lors aucune action humaine ne sera nécessaire pour assurer le confinement des déchets pendant plusieurs centaines de milliers d'année même si le site restera sous surveillance.

Le stockage sera divisé en deux parties pour les déchets MA-VL et HA, voire FIG. 1.5. Les alvéoles de stockage seront creusées dans une couche d'argilite du Callovo-Oxfordien (COx) environ 500 m sous la surface. Due à la forte présence d'argile, le milieu présente une très faible perméabilité et excellente capacité d'absorption et de rétention pour limiter la propagation des radionucléides.

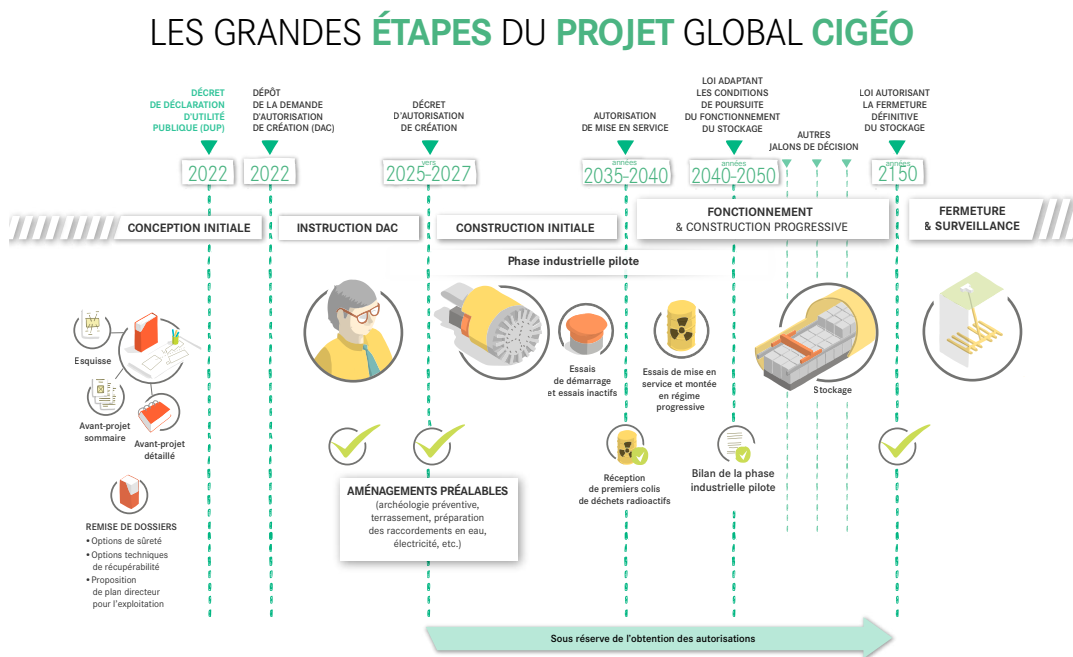


FIGURE 1.4 – Planning de Cigéo, extrait de andra.fr

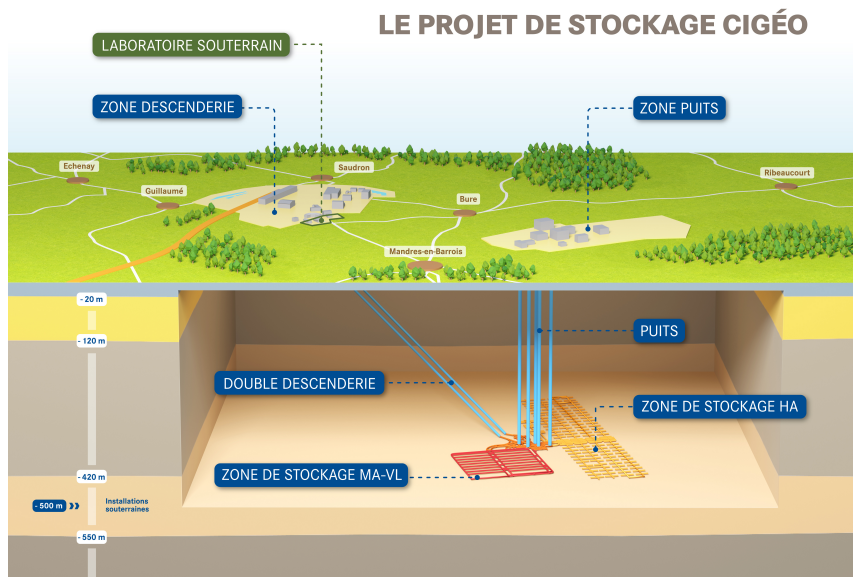


FIGURE 1.5 – Schéma de principe de Cigéo, extrait de andra.fr

2.3 Les laboratoires souterrains dans le monde

Si de nombreux pays n'ont pas encore sélectionné d'emplacement définitif pour leur stockage, de plus en plus d'entre-eux accélèrent leurs recherches grâce à des laboratoires souterrains. Le TAB. 1.1 présente les principaux d'entre-eux avec la nature du massif qui a été retenu. Ces laboratoires permettent de caractériser au mieux le milieu environnant mais aussi de mener des essais de creusement et de soutènement des tunnels à échelle réelle.

En France, l'Andra a démarré la construction du laboratoire souterrain de Bure en 2000, 9 ans après la loi 91-1381 du 30 décembre 1991 sur la gestion des déchets radioactifs dite loi Bataille. Ce laboratoire permet des expérimentations en conditions réelles à plus de 500 m sous la surface : ces essais concernent non seulement le CO_x mais aussi le creusement et le soutènement des tunnels comme le montre la FIG. 1.6. Ce site ne sera pas agrandi pour devenir le site de stockage final. Tous les essais de cette thèse sont réalisés sur des carottes d'argilite directement extraite du laboratoire.

Pays	Laboratoire	Emplacement	Profondeur (m)	Géologie
Belgique	HADES	Mol	225	Argile
Canada	AECL - Fermé 2003	Manitoba	400	Granite
Chine	En cours de construction	Gobi		Granite
Corée du Sud	KAERI	Daejon	120	Granite
Etats-Unis	Yucca Mountain	Nevada	350	Ignimbrite
Finlande	Onkalo	Olkiluoto	400	Granite
France	Bure	Meuse/Haute-Marne	550	Argile
Japon	Honorobe	Hokkaido	500	Sédiment
	Mizunami	Honshu	500/1000	Granite
Russie	Construction prévue	Jelesnogorsk		Granite
Suède	Aspö	Osthammar	500	Granite
Suisse	Mont Terri	Opaline	300	Argile
	Grimsel	Juchlistock	450	Granite

TABLE 1.1 – Principaux laboratoires souterrains pour le stockage de déchets radioactifs dans le monde, extrait en partie de andra.fr

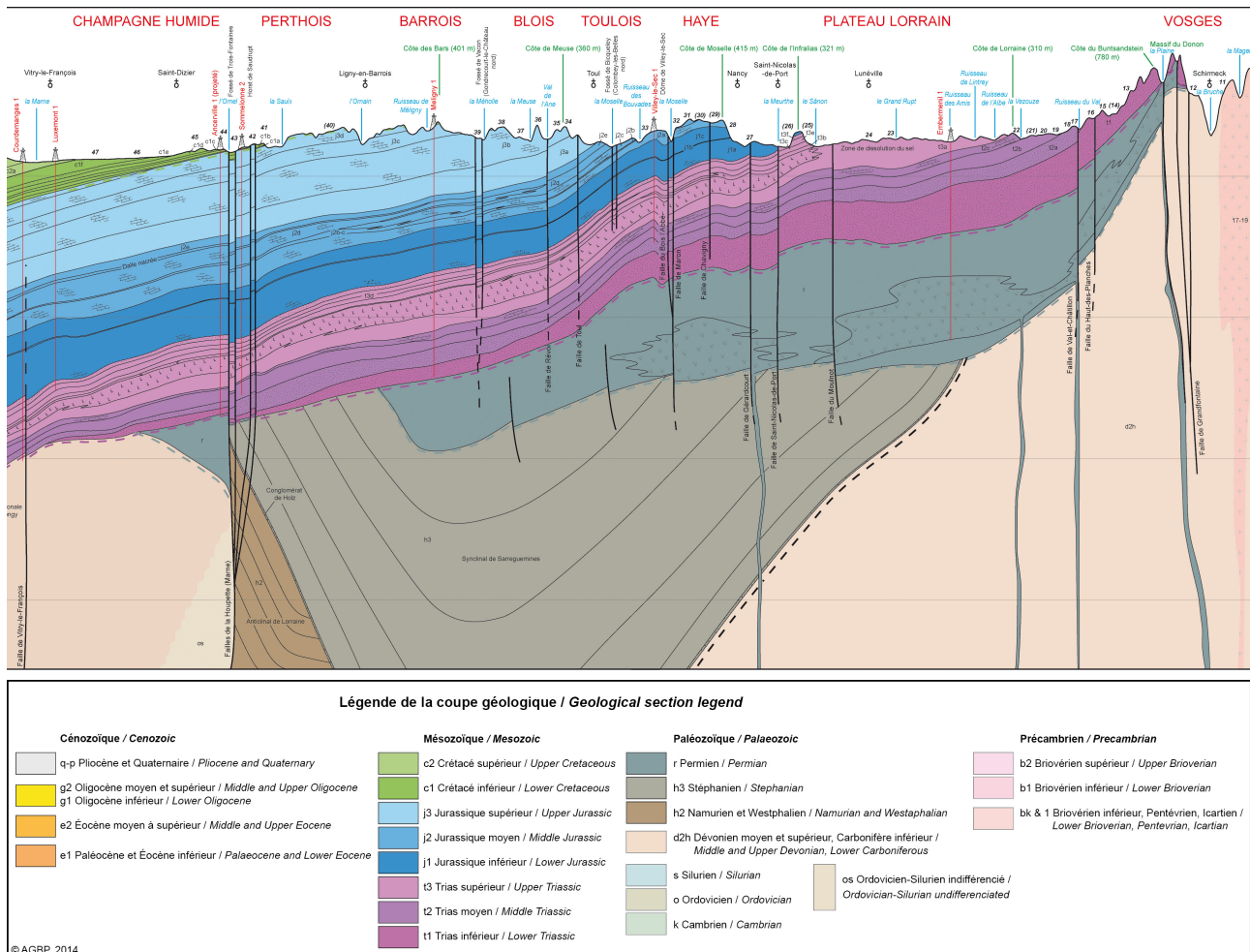


FIGURE 1.7 – Coupe géologique de l'est du bassin parisien, extrait de agbp.fr

3.1 Composition

La couche du Callovo-Oxfordien, présentée en FIG. 1.8, fait une épaisseur d'environ 160 m pour une profondeur allant de 403 m (limite SNC) à 561 m (limite LS0). La couche est divisible en trois parties selon leur composition minéralogique :

- L'unité argileuse (UA) est la plus riche en minéraux argileux et la plus épaisse, elle présente aussi une bonne homogénéité verticale ;
- Unité de transition (UT) ;
- Unité silto-carbonatée (USC) est la plus riche en carbonates et alterne marnes et sitites carbonatées, elle marque le début de l'Oxfordien Moyen.

Les FIG. 1.9 et 1.10 présentent, respectivement, la distribution des minéraux dans la couche du Callovo-Oxfordien et au sein d'un échantillon extrait dans l'UA.

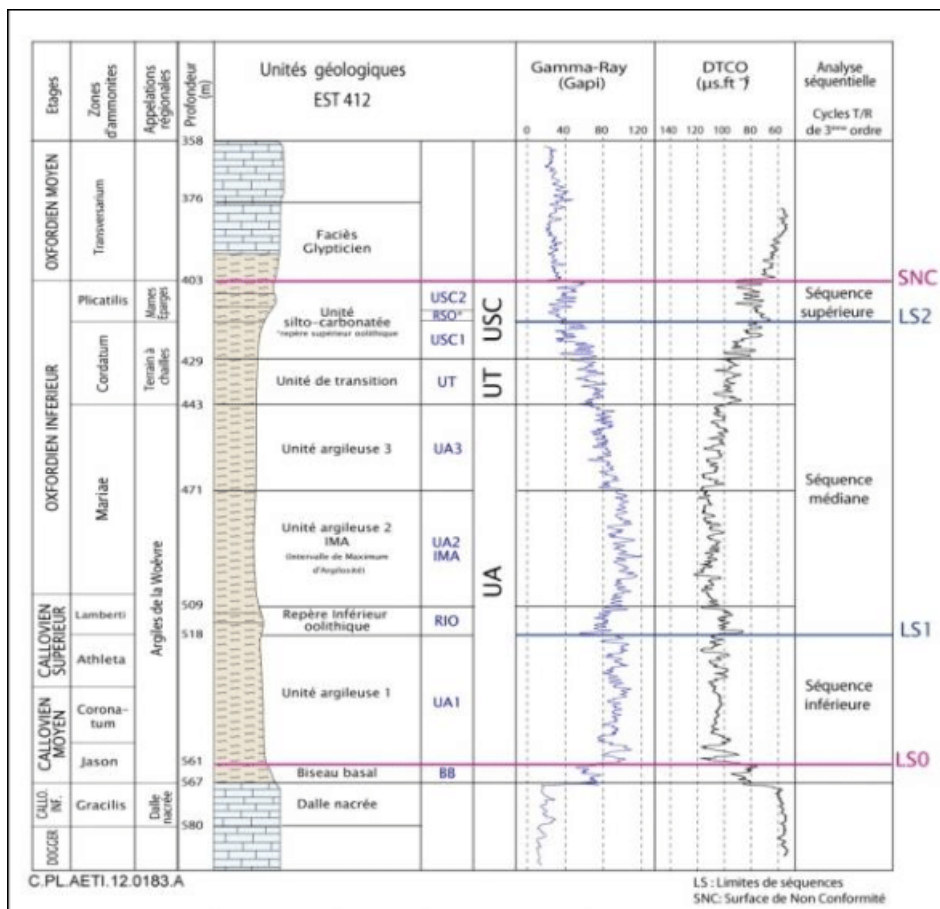


FIGURE 1.8 – Stratigraphie de la couche du Callovo-Oxfordien, extrait de [118]

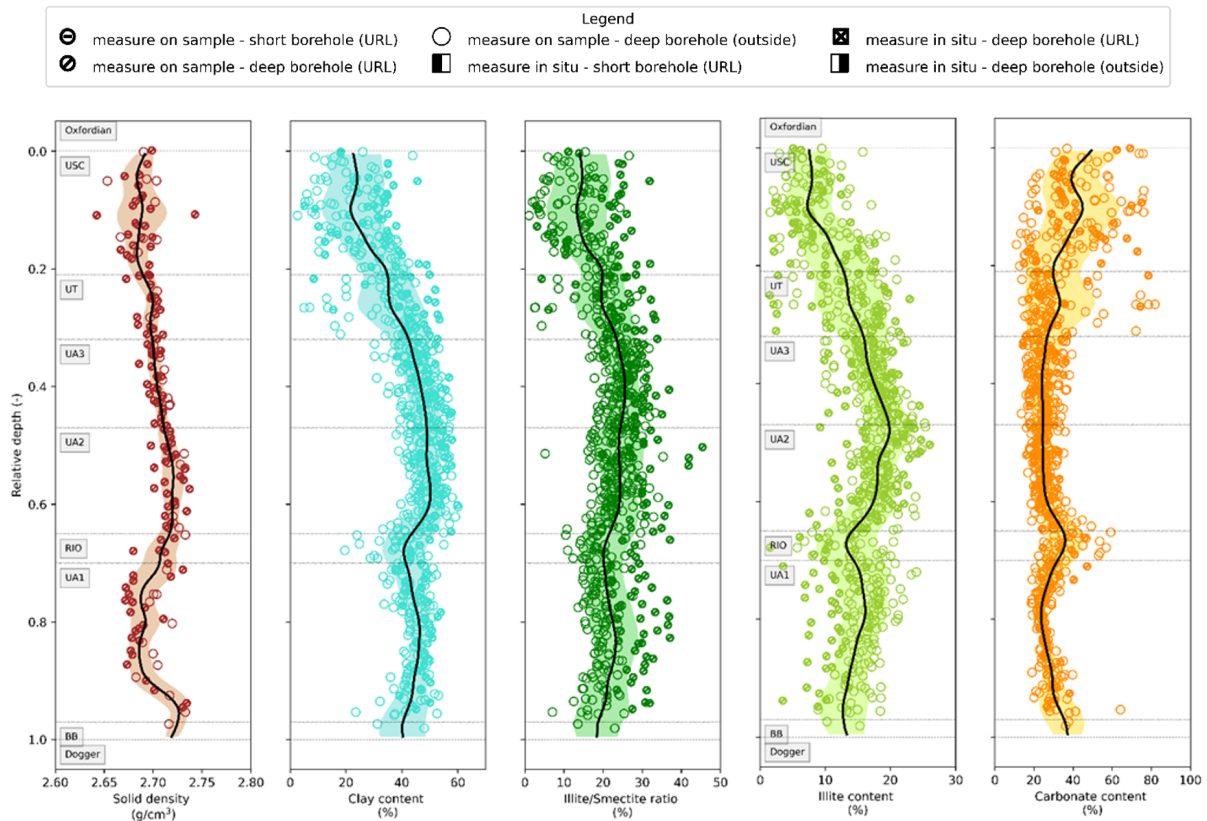


FIGURE 1.9 – Composition de la couche de CO_x, résultats non publiés

3.2 Porosité et perméabilité

La porosité, n , est définie comme le rapport entre le volume de vide V_v et le volume total V_t . Dans l'unité UA, la porosité varie entre 14% et 20% avec une valeur d'environ 18% aux abords du laboratoire souterrain [117]. La distribution de pore dans l'argilite est présentée en FIG. 1.11.

La faible porosité couplée à la très petite taille des pores procure au CO_x a une très faible perméabilité à l'eau comprise en moyenne entre $5 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ et 10^{-20} m^2 comme le montre la FIG. 1.12. Certaines valeurs, beaucoup plus grandes, proviennent probablement d'un endommagement des carottes lors des manipulations et des préparations des cylindres creux utilisés pour les essais de perméabilité à l'azote.

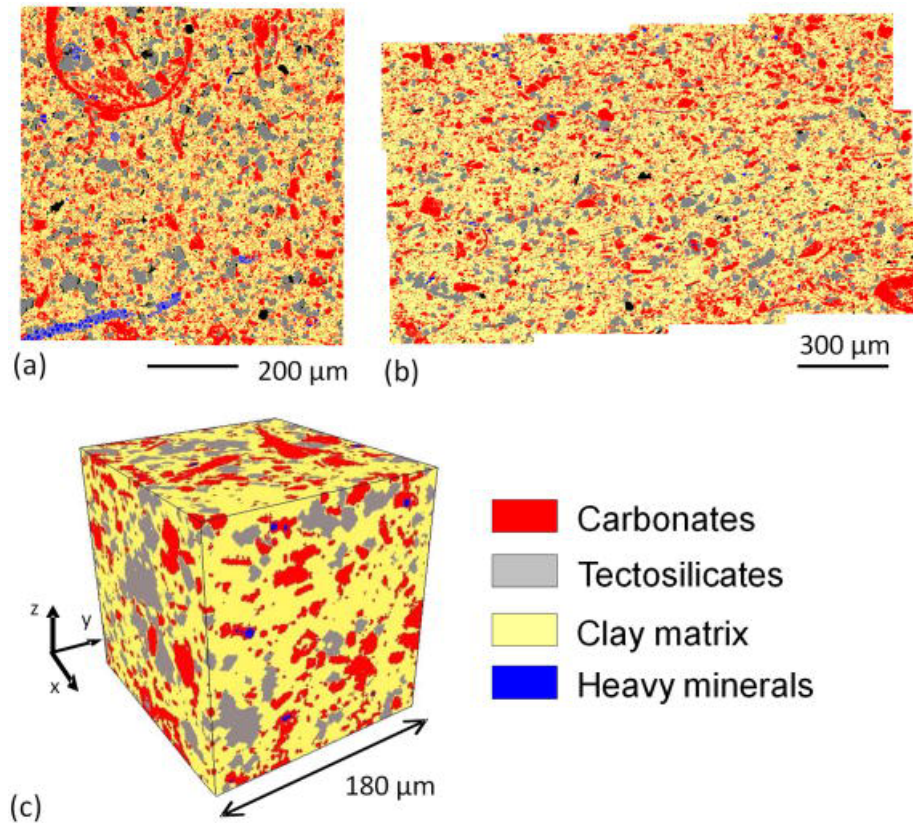


FIGURE 1.10 – Distribution minérale dans le COx (a) à l’aide d’un microscope électronique à balayage (MEB) parallèlement au litage (b) à l’aide d’un MEB perpendiculairement au litage (c) à l’aide d’un tomographe à rayons X, extrait de [94]

3.3 Teneur en eau et gonflement

La teneur en eau dans l’USC varie énormément, de 1% à 9%, pour de très petites variations de profondeur. À l’inverse, l’unité de transition est assez constante avec des teneurs allant de 5% à 9%. La teneur de l’UA diminue, en moyenne, de 8% à 2% quand la profondeur augmente. À la profondeur du laboratoire souterrain, à 490 m, la teneur en eau du COx varie entre 5% et 9%, comme le montre la FIG. 1.12.

Lors de l’excavation des tunnels, de nombreuses fissures apparaissent et peuvent permettre à l’eau de s’écouler librement dans ce qui est appelée *Excavation Damage Zone* (EDZ). Cette zone, comme définie par C.-F. Tsang *et al.* [104], est la zone de la roche hôte où les perturbations hydromécaniques et géochimiques induites par le creusement entraînent des variations significatives des propriétés hydrauliques et de transport de solutés. Compte tenu des évolutions physico-chimiques, l’EDZ n’est pas le résultat d’une caractéristique intrinsèque de la roche. À partir de maintenant, dans ce manuscrit, nous utilisons le terme EDZ dans un sens plus large : au sens de la création d’un réseau de fissures autour des ouvrages, voir la FIG. 1.27) pour un schéma de l’EDZ. Lors du creusement des puits et des tunnels, les conditions de pression autour des ouvertures sont

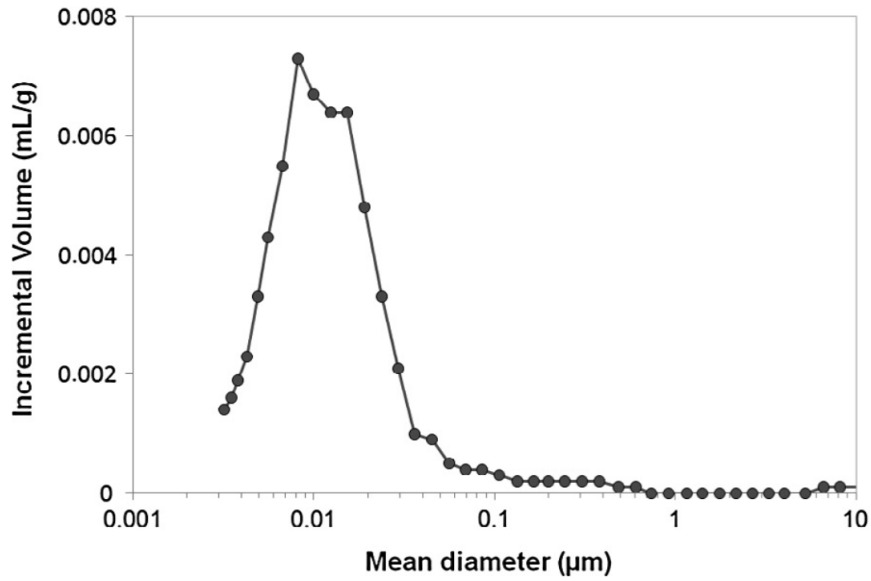


FIGURE 1.11 – Distribution de tailles de pore du COx, extrait de [9]

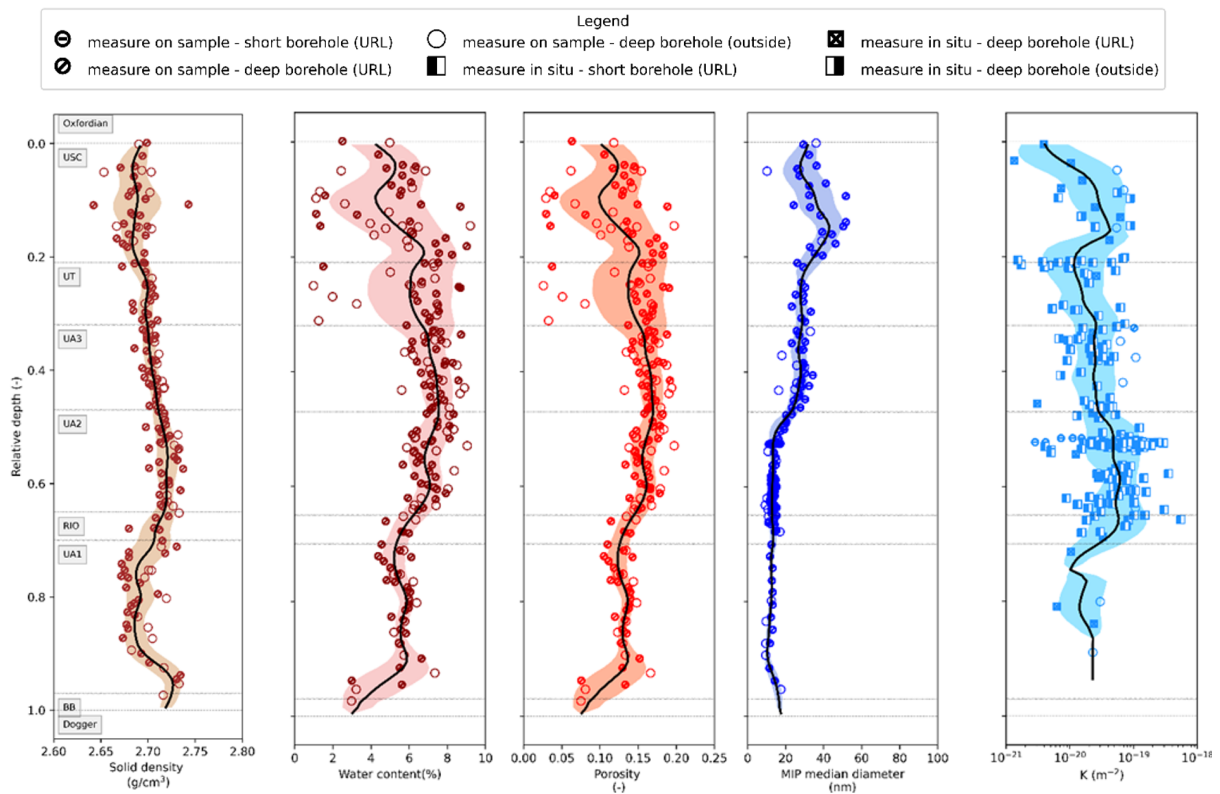


FIGURE 1.12 – Évolution des propriétés dans la couche de COx, résultats non publiés

fortement modifiées avec une diminution des contraintes radiales et une augmentation des contraintes orthoradiales : ce qui entraîne la création d'une zone de roche endom-

magée. Son épaisseur est influencée par les dimensions de l'ouverture, la technologie de creusement utilisée mais aussi la ventilation. Sa perméabilité est augmentée de plusieurs ordres de grandeurs comparée à celle de la roche intacte mais, grâce à la présence de minéraux argileux gonflants au sein de la matrice argileuse, l'argilite dans l'EDZ est capable de revenir à sa perméabilité initiale ; c'est l'auto-cicatrisation. Après le remblaiement et le scellement des ouvertures, l'eau va naturellement revenir et resaturer le milieu. Les matériaux de remblai vont alors appliquer une pression sur les murs des tunnels en gonflant et comme le COx va lui aussi gonfler, les fissures vont se refermer. En présence d'eau, le COx gonfle [101, 102], comme le montre la FIG. 1.13, et peut reboucher les fissures [32, 62] pour assurer l'étanchéité du milieu lors de la fermeture du stockage et de la resaturation progressive.

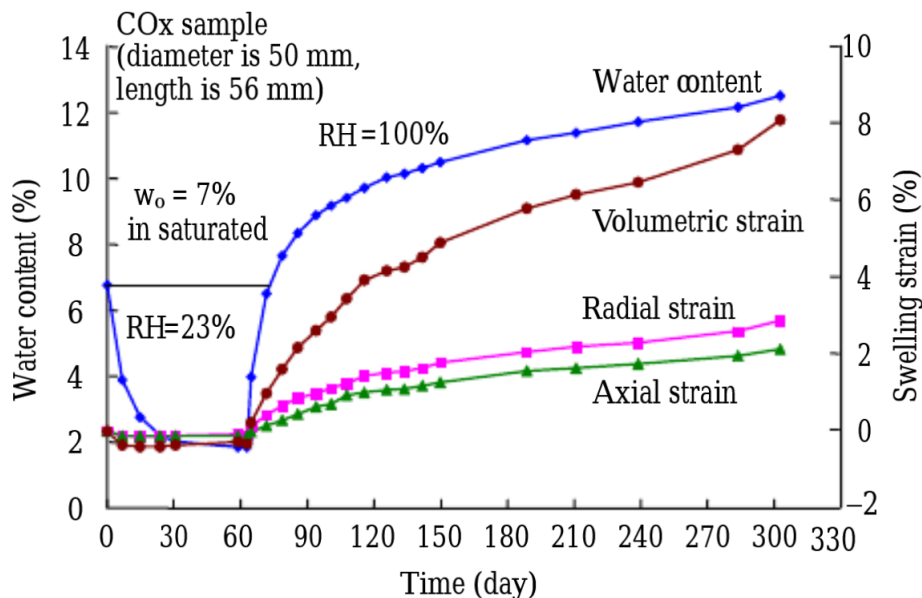
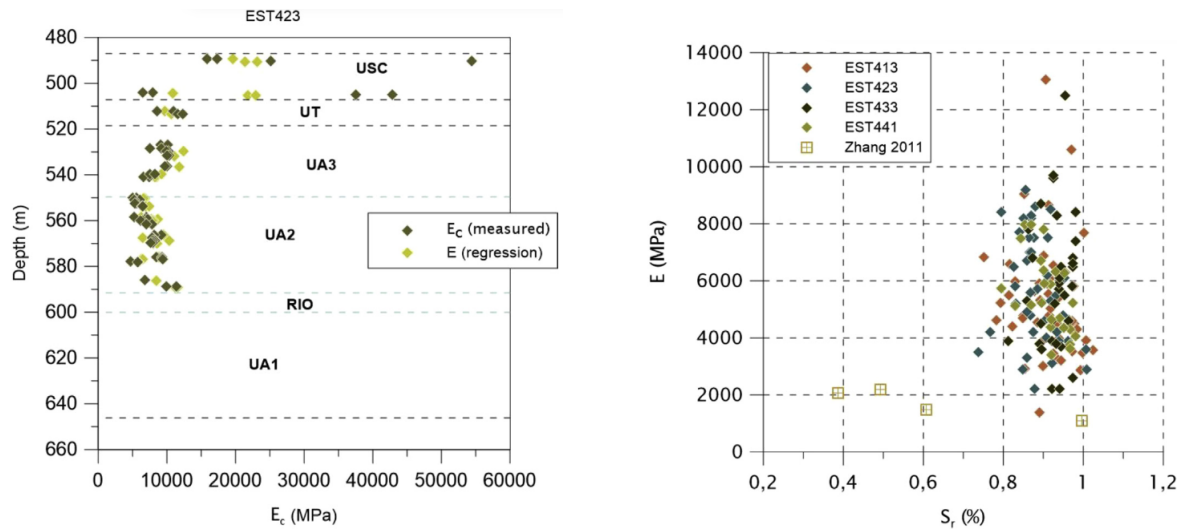


FIGURE 1.13 – Évolution des déformations au cours de la désaturation-resaturation, extrait de [122]

3.4 Module d'Young et énergie de fissuration

Le module d'Young de la couche Callovo-Oxfordienne diminue fortement en passant de l'USC à l'UT selon la FIG. 1.14. Il continue de diminuer dans le première tiers de l'UA avant de se stabiliser, tout comme la minéralogie (voire FIG. 1.9). Il apparaît que la saturation n'a pas de lien direct avec le module d'Young, la variabilité du milieu ayant un impact plus important [120].

M. Abdulmajid, dans sa thèse [1], a mesuré l'énergie de fissuration critique G_c du COx lors d'essais *Traction Double Cantilever Beam* (TDCB) sur des tronçons de cellules T1. Il a mis en évidence les effets de l'orientation θ du litage par rapport à l'entaille et de la teneur en eau w comme présenté dans l'EQUA. 1.1 où $G_{c0} = 25 \text{ J/m}^2$.



(a) Variations du module d'Young selon la profondeur et la minéralogie du forage EST423

(b) Variations du module d'Young selon la saturation des carottes

FIGURE 1.14 – Variations du module d'Young, extrait de [26]

$$G_c(\theta, w) = (G_{c0} - 2 \times w) \sqrt{\cos^2(\theta) + 1.44 \times \sin^2(\theta)} \quad (1.1)$$

4 Fracturation hydraulique - Injection d'un fluide sous pression

La fracturation hydraulique consiste à injecter un fluide de fracturation dans un forage jusqu'à ce que la pression du fluide dépasse les contraintes *in situ* et la résistance du milieu. A l'origine, cette technologie a été développée pour l'industrie minière et pétrolière [51] afin d'évaluer les champs de contraintes et la résistance des roches environnantes mais elle a été depuis utilisée pour la géothermie profonde [19], le stockage de dioxyde de carbone [43], le déclenchement de tremblements de terre [129] ou la caractérisation des champs de contraintes pour la recherche de site de stockage de déchets nucléaires en couche géologique profonde [63].

4.1 Initiation des fissures

Lors de la fracturation hydraulique, l'initiation des fractures est caractérisée par une chute brutale de la pression du fluide injecté telle que sur la FIG. 1.15. Cette chute a lieu dès lors que la fissuration s'amorce : la pression associée à ce moment est appelée pression de fracturation, ou *breakdown pressure*. La fracturation, dans les essais classiquement

réalisés, est un phénomène instable qui se traduit par une très forte chute de pression associée à un allongement extrêmement rapide de la fissure. Des travaux ont été réalisés pour déterminer l'impact du fluide de fracturation sur la pression de fracturation selon deux paramètres : le débit d'injection et la viscosité dynamique.

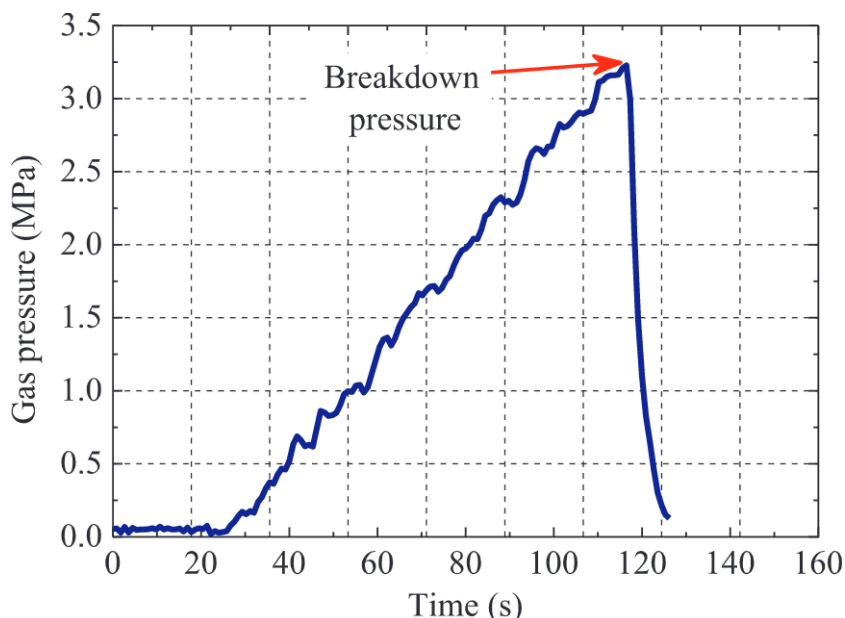


FIGURE 1.15 – Chute brutale de pression lors d'un essai de fracturation hydraulique, extrait de [54].

4.1.1 Débit d'injection

La FIG. 1.16 présente les résultats de la plus grande campagne d'essais de fracturation au gaz [4] durant laquelle des essais d'injection sur des cubes de polyméthacrylate de méthyle acrylique (PMMA) pour une plage de débits allant du simple au quintuple pour plusieurs gaz : la pression de fracturation semble peu dépendante du débit et du type de gaz s'il est homonucléaire.

Cette faible dépendance à la vitesse d'injection du fluide se retrouvent dans un grand nombre de travaux existants [6, 54, 68, 100, 130] et dont quelques résultats majeurs sont présentés dans le TAB. 1.2. A cause de la difficulté de préparation des échantillons et la réalisation des essais, les expériences dans les mêmes conditions n'ont été que très rarement réédités d'où une certaine difficulté pour conclure avec précision. Certains travaux [31], uniquement théoriques, ont montré qu'une augmentation du débit se traduisait par une augmentation de la pression de fracturation.

4.1.2 Viscosité dynamique

Comme pour les essais sur la vitesse d'injection, ceux sur la viscosité dynamique ne sont que rarement répétés [4, 52, 68, 69, 126]. En regardant plus en détail quelques ré-

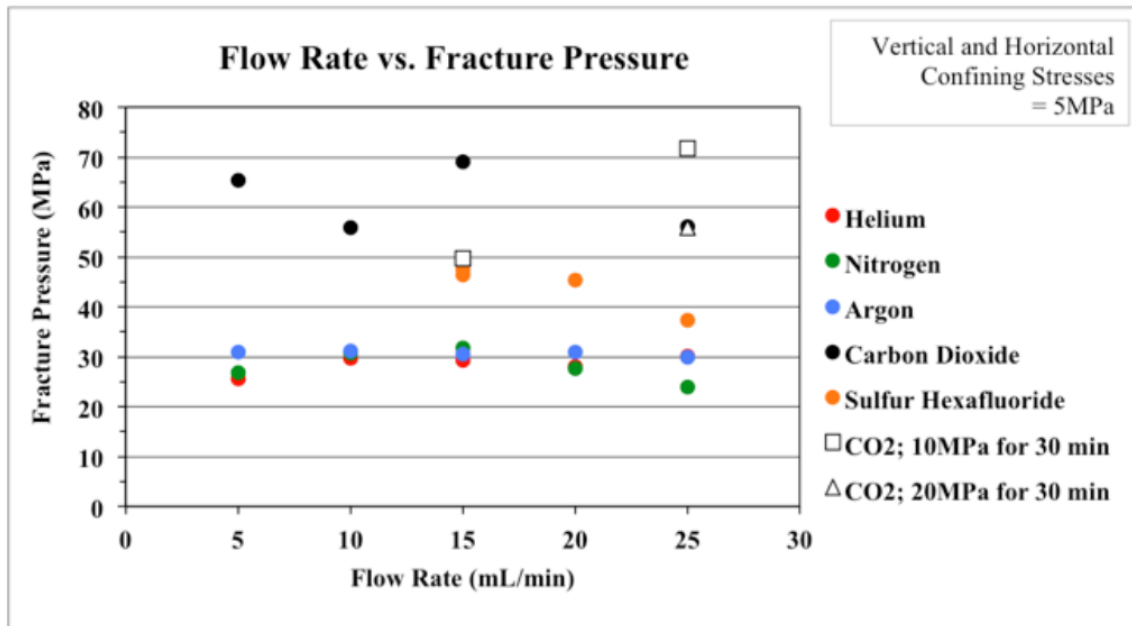


FIGURE 1.16 – Pression de fracturation selon la vitesse d'injection, extrait de [4]

Article	Débit d'injection	Pression de fracturation
[105]	10 mLn/min	10.45 MPa
	500 mLn/min	14.18 MPa
[36] Fluide 1 - Miel	1 cc/min	14.19 MPa
	2 cc/min	11.41 MPa
	5 cc/min	18.68 MPa
[36] Fluide 2 - Huile	0.05 cc/min	14.65 MPa
	0.1 cc/min	18.19 MPa
	1 cc/min	19.96 MPa
[121]	0.01 cc/min	3.32 psi
	0.1 cc/min	3.19 psi
	1 cc/min	2.67 psi

TABLE 1.2 – Pression de fracturation selon la vitesse d'injection

sultats supplémentaires présentés dans le TAB. 1.3, aucune dépendance à la viscosité ne se dégage à l'exception de la dernière ligne dont le résultat ne concerne qu'un seul essai. De plus, peu d'informations sont disponibles sur les degrés de saturation des échantillons qui ont pourtant un fort impact sur les pores accessibles par le fluide et qui, très probablement, diminue les différences de comportement due à la viscosité avec l'augmentation de la saturation.

Article	Fluide	Viscosité dynamique	Pression de fracturation
[127]	Air	18 $\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	6.20 MPa
	Eau	890 $\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	6.05 MPa
[57]	Eau	1 mPa.s	18 MPa
	Huile	80 mPa.s	17MPa
	Miel	20 Pa.s	14.19 MPa
[36]	Huile 1	98 Pa.s	19.96 MPa
	Huile 2	587 Pa.s	35.68 MPa

TABLE 1.3 – Pression de fracturation selon la viscosité du fluide injecté

4.1.3 Gaz de fracturation et changements d'état

La fracturation au gaz du CO_x n'ayant pas été étudié en laboratoire, nous avons prévu une campagne expérimentale. L'hydrogène présentant des risques d'utilisation, nous avons fait le choix d'utiliser de l'azote. Toutefois, le terme *gaz* n'est pas parfaitement adapté car il est rapidement apparu que dans les conditions de pression-température attendues à Bure (100 à 140 bars pour une température supérieure à 30°C) ou pour les campagnes d'essais (jusqu'à 140 bars à 23°C) un changement d'état était possible vers l'état *supercritique* comme le montre la FIG. 1.17. Une grande partie des articles cités dans les sous-sections précédentes ne fait jamais mention d'un changement d'état : ce changement d'état est-il méconnu ou n'a-t-il pas d'impact sur la fracturation ? Dans le cas de l'hydrogène et de l'azote - qui a été retenu pour les essais pour des raisons sécuritaires - les conditions sont suffisamment éloignés du point critique pour qu'il n'y ait aucun impact sur la fracturation et que l'hypothèse de gaz parfait soit faites [20]. La FIG. 1.18 compare les résultats de l'équation de Peng-Robinson (EQUA. 1.2) avec les résultats de la loi des gaz parfaits à la température critique de l'azote et à la température des essais : il apparaît que l'hypothèse proposée est suffisante dans les conditions voulues. Pour s'assurer de l'effet ou non du *gaz* notamment en pointe de fissure, nous avons fait le choix de doubler tous les essais avec une injection à l'huile.

$$P = \frac{RT}{\bar{V} - b} - \frac{a(T)}{\bar{V}^2 + 2b\bar{V} - b^2} \quad (1.2)$$

où P est la pression, R est la constante universelle des gaz parfaits, \bar{V} est le volume molaire. b et $a(T)$ sont respectivement calculés par les EQUA. 1.3 et 1.4. T_c et P_c sont les coordonnées du point critique du gaz considéré et ω le facteur acentrique (-0,220 pour l'hydrogène et 0.040 pour l'azote).

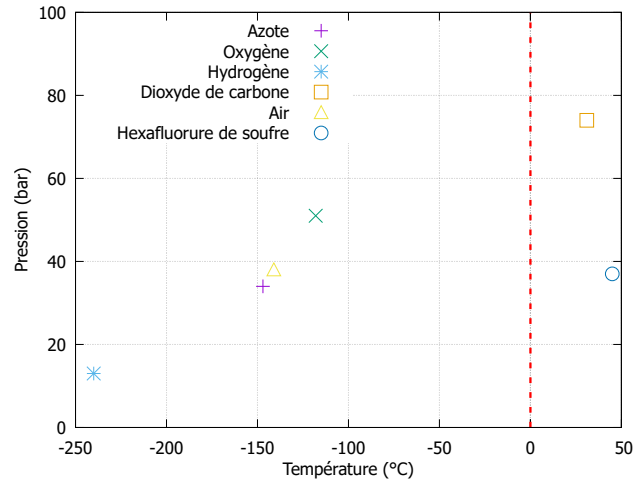


FIGURE 1.17 – Emplacements du point critique pour différentes molécules

$$b = 0,07780 \frac{RT_c}{P_c} \quad (1.3)$$

$$a(T) = 0,45724 \frac{R^2 T_c^2}{P_c} \alpha(T) \quad (1.4)$$

$$\alpha(T) = \left(1 + m \left(1 - \sqrt{\frac{T}{T_c}} \right) \right)^2 \quad (1.5)$$

$$m = 0,37464 + 1,54226\omega - 0,26992\omega^2 \quad (1.6)$$

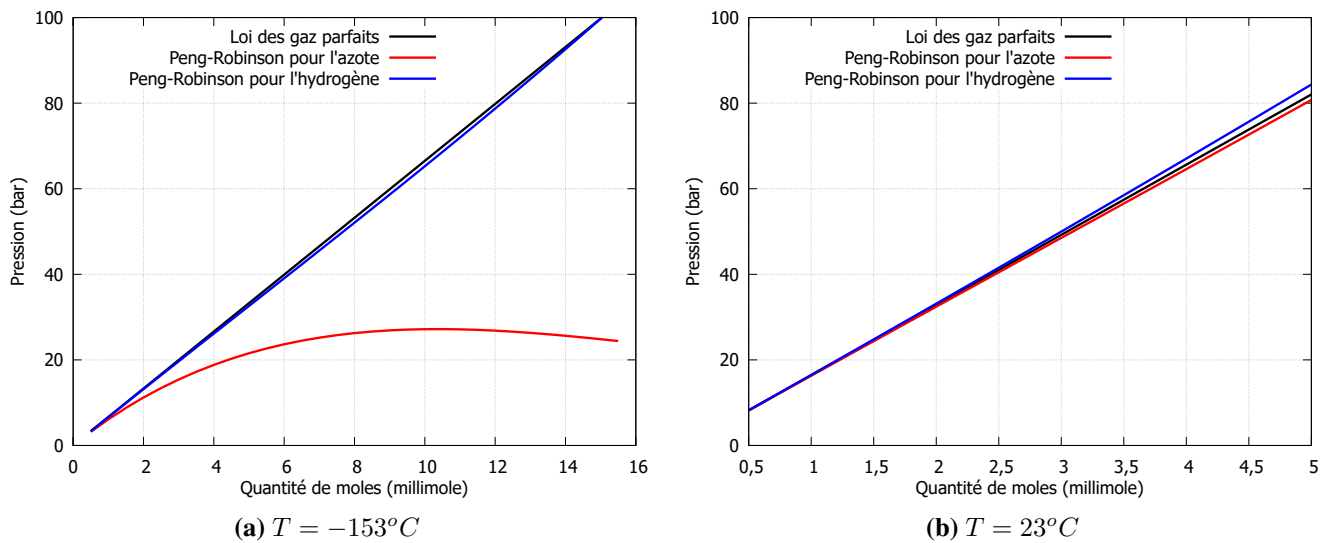


FIGURE 1.18 – Comparaison des courbes pression-quantité de moles selon l'équation de Peng-Robinson pour l'azote et l'hydrogène (EQUA. 1.2) et l'équation des gaz parfaits

4.2 Propagation des fissures

Il existe de nombreux modèles analytiques [2, 44, 61, 64] et numériques [3, 24, 98] développés pour la fracturation hydraulique mais ces modèles ne peuvent pas être vérifiés parfaitement à cause d'un manque d'informations sur les *paramètres critiques in situ* tels que les dimensions des fissures ou les zones de pénétrations du fluide de fracturation [70, 95] : des essais en laboratoire sont donc nécessaires.

Les expériences de fracturations hydrauliques sont quasiment toutes instables, c'est pour cela que F. Guo *et al.* [49] ont souligné que la grande majorité des essais en laboratoire se concentre sur la pression de fracturation, la pression de réouverture de fissure et l'orientation des fissures. Comparativement, peu d'essais ont été réalisés sur l'évolution des fissures lors d'une fracturation hydraulique probablement à cause de la vitesse de fissuration qui est de l'ordre de plusieurs centaines de mètre par seconde. Les essais qui ont été publiés sont divisibles en trois groupes selon la technologie non-destructive employée :

- Les émissions acoustiques sont générées par un bref relâchement d'énergie par le matériau. En plaçant des capteurs correctement, il est possible d'enregistrer ces émissions puis de remonter à leur distribution dans l'espace pour déterminer l'emplacement des fissures et suivre leur propagation [70], l'effet de la viscosité du fluide de fracturation [56] ou le comportement post-pic [23]. Voir la FIG. 1.19 pour un exemple de montage ;
- Les matériaux transparents tel que le polyméthacrylate de méthyle acrylique (PMMA), voir la FIG. 1.20, ou le verre [21] permettent des observations directes de la fissuration. [5] a utilisé un appareil photo haute fréquence (60 000 images/s) et des lumières polarisées sur des cubes de PMMA pour suivre les fissures image

- par image. [73] avait, par le passé couplé, cette technologie à l'enregistrement des émissions acoustiques ;
- La prise d'une image à l'aide d'un tomographe à rayons X prend plusieurs dizaines de minute selon la qualité souhaitée alors qu'une fissure se forme et traverse intégralement un échantillon en quelques secondes, par conséquent, cet outil n'est actuellement utilisé que pour comparer la morphologie des fissures avant et après essais. A cause du manque d'informations entre les deux images, les émissions acoustiques sont couramment couplées à la tomographie [45, 73, 116].



FIGURE 1.19 – Exemple de montage pour les émissions acoustiques, extrait de [50]



FIGURE 1.20 – Exemples de résultats de fracturation sur cubes de PMMA, extrait de [5]

5 Modélisation de la fracturation

5.1 Mécanique linéaire de la rupture

Le concept d'énergie de fissuration vient de Griffith [48] : quand une fissure avance, une partie de l'énergie élastique est transférée à la pointe de fissure, c'est le taux de restitution d'énergie nommée G . Défini en J/m^2 , G fait le lien entre la variation de surface de la fissure A et la variation de l'énergie potentielle totale du système V soit l'EQUA. 1.7. La fissure propage si le critère présenté EQUA.1.8 est réalisé, avec γ l'énergie spécifique de rupture par unité de surface.

$$G = -\frac{\partial V}{\partial A} \quad (1.7)$$

$$G > 2 \times \gamma \quad (1.8)$$

Le critère de Griffith prend en compte les 3 modes de rupture présentés en FIG.1.21. Irwin [55] propose de décomposer cette équation selon le mode de rupture en introduisant le facteur d'intensité de contrainte, aussi appelé *ténacité*, K_i associé au mode i : il s'agit de l'EQUA. 1.9 où ν représente le coefficient de Poisson et E le module d'Young dans le cas des déformations planes. Dans le cadre de cette thèse, seul le mode I est considéré du fait du type de chargement imposée donc l'équation de départ peut être réduite à l'EQUA. 1.10.

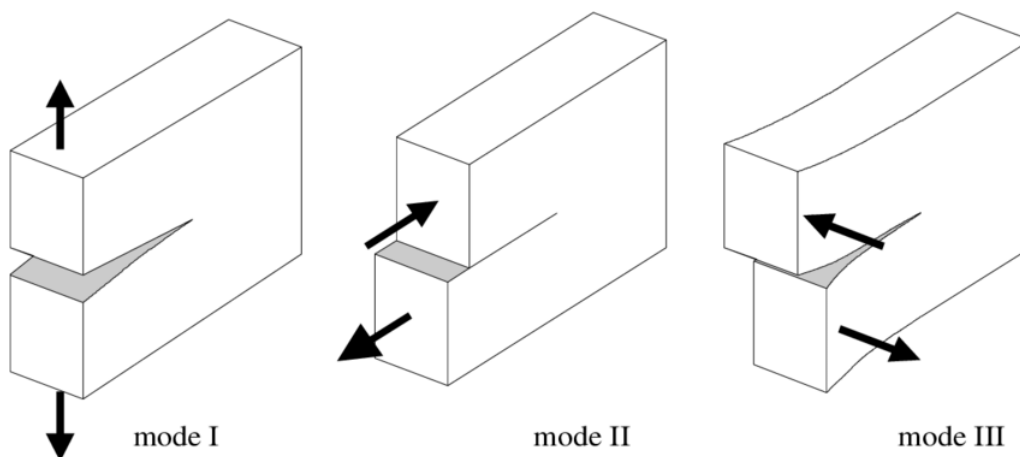


FIGURE 1.21 – Les différents modes de rupture : I - Ouverture, II - Cisaillement plan et III - Cisaillement anti-plan

$$G = \frac{K_I^2}{E}(1 - \nu^2) + \frac{K_{II}^2}{E}(1 - \nu^2) + \frac{K_{III}^2}{E}(1 - \nu^2) \quad (1.9)$$

$$G = \frac{K_I^2}{E}(1 - \nu^2) \quad (1.10)$$

Finalement Rice [93] introduit l'intégrale J présentée en EQUA. 1.11 et s'appuyant sur la FIG. 1.22 où Γ , W , x_2 , t , u , x_1 et s sont, respectivement, le tenseur de contrainte de Cauchy, la deuxième direction, le vecteur de traction ($t = n \cdot \sigma$), le vecteur de déplacement, la première direction et la surface. En ne considérant que le mode I et en utilisant le théorème de Green sur les intégrales curvilignes, il est possible d'obtenir l'EQUA. 1.12 où A est l'aire comprise dans le contour Γ . Il s'agit de la modélisation retenue pour le CHAP. 2.

$$J = G = \int_{\Gamma} W \cdot dx_2 - t \cdot \frac{\partial u}{\partial x_1} ds \quad (1.11)$$

$$J_1 = G_1 = \int_A \left[\frac{\partial W}{\partial x_1} - \frac{\partial \sigma_{jk}}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_1} - \sigma_{jk} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_1 \partial x_j} \right] dA \quad (1.12)$$

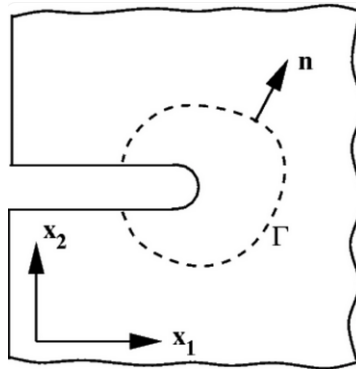


FIGURE 1.22 – Contour pour une intégrale-J aux abords d'une entaille en deux dimensions

La mécanique linéaire de la rupture ne permettant pas en l'état de prendre en compte la phase d'amorce, il a été proposé de la combiner avec de l'adoucissement dans une zone

cohésive autour de la pointe de fissure [53]. Différentes évolutions d'adoucissement, de plus en plus complexes, ont été présentées : linéaire ou bi-linéaire [86], tri-linéaire [34] et exponentielles [128].

5.2 Mécanique de l'endommagement

Kachanov [59] et Rabotnov [91] sont à l'origine de la mécanique de l'endommagement et du concept de la variable d'endommagement D avec des essais de fluage. Lemaitre et Chaboche [65] ont étendu ce principe à la rupture ductile et à la rupture par fatigue. La variable D permet ainsi de définir de nouvelles lois de comportement avec par exemple l'EQUA. 1.13

$$\tilde{E} = (1 - D)E \quad (1.13)$$

où E est le module d'élasticité, \tilde{E} le module d'élasticité effectif et D la variable d'endommagement valant entre 0 et 1.

Le modèle d'endommagement de Mazars [74], repris CHAP. 4, est l'un des plus connus et des plus anciens notamment pour le béton. La fonction seuil du modèle de Mazars a été reprise dans les modèles de Fichant [39] et de Hui Wang [110]. A cause de phénomènes de localisation, liés à l'adoucissement, les modèles doivent s'appuyer sur une méthode de régularisation : le modèle non local [89], le modèle à gradient [42], le modèle *phase field* [115] et le modèle *crack band* [12].

6 Méthodes numériques

Cette section présente une sélection de méthodes pouvant être utilisée pour modéliser la fracturation hydraulique.

6.1 Éléments finis - *X-FEM*

Avec la méthode des éléments finis, le volume 1D, 2D ou 3D est découpé selon un maillage plus ou moins dense. De nombreuses méthodes s'appuient sur les éléments finis simples.

6.1.1 Remaillage

Il s'agit d'une des solutions éléments finis les plus simples à concevoir. De plus, elle se combine facilement avec la mécanique linéaire de la rupture : un nouveau maillage est réalisé au fur et à mesure de l'avancée de la fissuration, voir la FIG. 1.23. Cette méthode, largement répandue, est très coûteuse à cause du renouvellement de maillage notamment et limite le chemin de fissuration à l'orientation des mailles [11, 16, 18]. C'est la solution retenue pour le CHAP. 2.

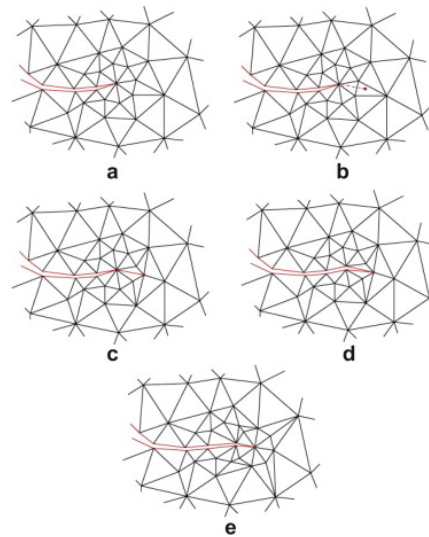


FIGURE 1.23 – Exemple de remaillage avec un raffinement du maillage autour de la fissure selon l’algorithme de Lepp-Delaunay, extrait de [11]

6.1.2 Éléments finis étendus - *X-FEM*

Les éléments finis étendus (*eXtended Finite Element Method - X-FEM*) sont apparus de la fin des années 90 [78]. Ils évitent le renouvellement du maillage en *enrichissant* les mailles, c’est-à-dire en considérant une fissure à l’intérieur des mailles. Cela revient à ajouter une possibilité de déplacement supplémentaire aux mailles selon qu’elles soient partiellement ou totalement traversées par la fissure. Cette méthode se retrouve pour reproduire des essais dynamiques [46] tout comme des essais de fracturations hydrauliques [35, 85].

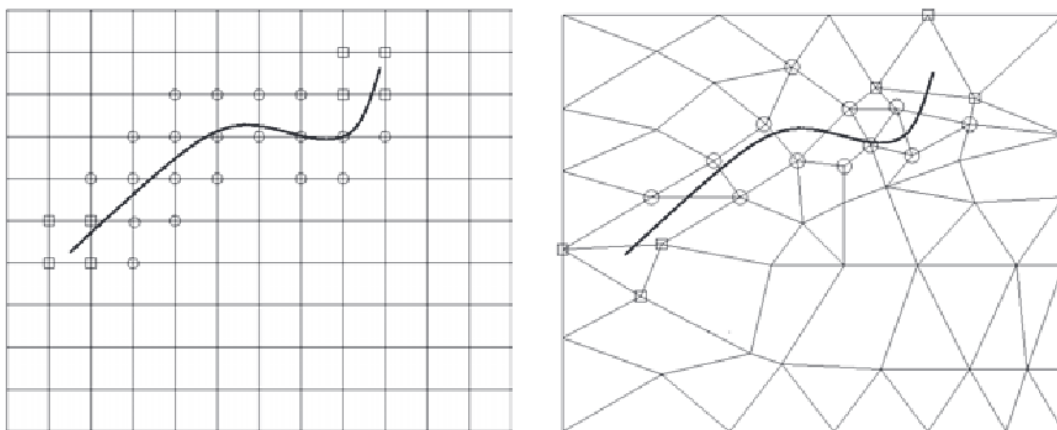


FIGURE 1.24 – Les nœuds encerclés sont enrichis par la discontinuité alors les nœuds entourés d’un carré sont enrichis par les modes asymptotiques en fond de fissure, extrait de [77]

6.2 Éléments cohésifs - CZM

Dans les méthodes numériques utilisant des zones cohésives, des éléments sans masse sont insérées entre les mailles [33, 58, 82, 83], voir la FIG. 1.25 pour un exemple. Ces éléments s'endommagent et voient leurs propriétés diminuer : dès que l'endommagement est maximal, l'élément cohésif est retiré du maillage ce qui permet l'avancée de la fissure. L'inconvénient majeur repose la nécessité de placer des éléments cohésifs entre toutes les mailles si le chemin de fissuration n'est pas connu *a priori* d'où une forte augmentation des temps de calculs.

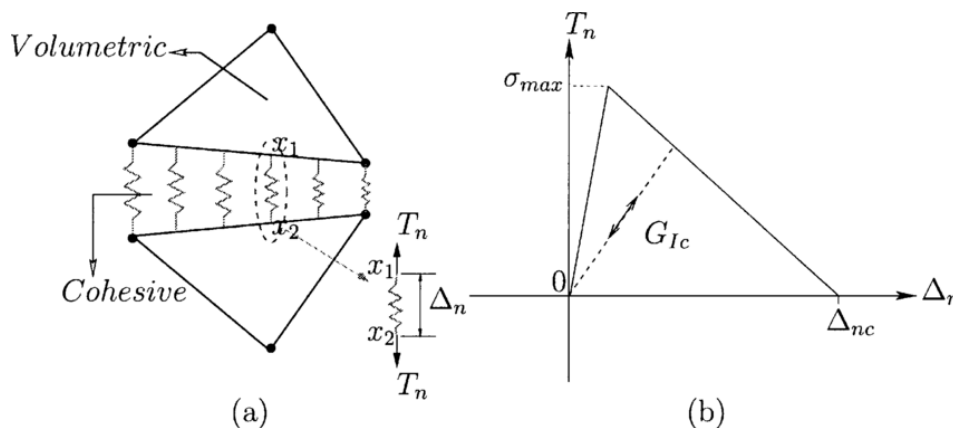


FIGURE 1.25 – Principe des éléments cohésifs entre les mailles, extrait de [60]

6.3 Champ de phase - Phase-Field

Cette méthode [41], contemporaine aux deux précédemment présentées, se présente comme une version régularisée de la mécanique de la rupture [80]. La fissure est considérée comme l'interaction entre deux phases : il faut donc définir un champ de phase continu qui prend la valeur 1 dans la partie solide, la valeur 0 dans la fissure et toute valeur entre 0 et 1 à l'interface [103]. Cela permet de notamment de considérer le branchement et la coalescence des fissures.

6.4 Éléments discrets - DEM

La méthode des éléments discrets (*Discrete Element Method - DEM*) se divise en deux groupes : celui des éléments granulaires [27] et celui des éléments lattices [97]. Dans le premier cas, il s'agit d'un amas de particules interagissant entre elles et pouvant être liées, voir la FIG. 1.26. Dans le second cas, c'est un réseau de poutre. Quelques travaux existent sur des méthodes couplant les particules et les lattices [8].

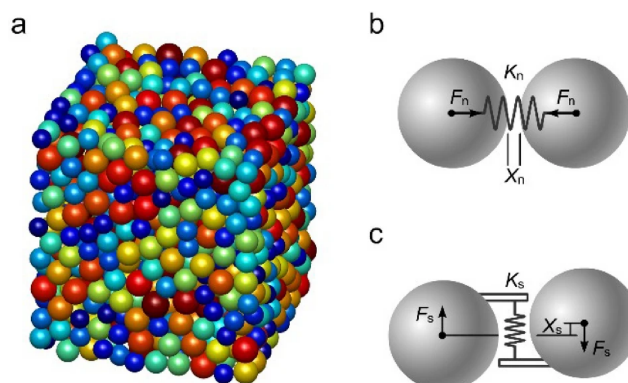


FIGURE 1.26 – Principe des éléments discrets avec a) la géométrie 3D b) l'effort normal c) l'effort tangent, extrait de [90]

6.5 Choix final

Dans cette thèse, les méthodes numériques ont été utilisées à deux moments :

1. Le développement du protocole expérimental et l'exploitation des essais qui en découlaient. Pour cela, nous avons fait le choix de la mécanique linéaire de la rupture avec application de la pression le long des lèvres de la fissure et remaillage à chaque avancée de la fissure. Il s'agit d'une méthode très efficace quand le trajet de fissuration est connue et qui permet de réutiliser directement les essais de M. Abdulmajid [1] qui a utilisé la même méthode ;
2. L'amélioration de la représentation numérique du COx pour des simulations à plus grandes échelles. Le trajet de fissuration n'étant pas connu, nous avons fait le choix d'utiliser un modèle continu basé sur l'endommagement. De plus, nous attendons des longueurs de corrélation de fissuration inférieures au millimètre donc le modèle a été régularisé par la méthode d'Hillerborg.

7 Modélisation de l'auto-colmatage

Lors de sa thèse sur la modélisation de l'auto-cicatrisation de l'argilite du Callovo-Oxfordien, H. Wang [110] a concentré son travail sur l'EDZ (voir la FIG. 1.27 comme [84]. et a mis au point un modèle hydro-mécanique sur le logiciel Cast3M qui a servi de base à la modélisation numérique présentée dans le CHAP. 4. Les équations importantes y sont aussi présentées. Pour mettre au point son modèle dont le principe est présenté par la FIG. 1.29, il a notamment eu besoin de l'évolution de la pression capillaire selon le degré de saturation [9], de l'évolution des propriétés du COx partiellement saturé selon la pression capillaire [1, 7, 88, 109, 124, 125] ou encore de l'évolution de la perméabilité dans l'EDZ. De plus, pour correctement prendre en compte l'évolution des déformations de retrait-gonflement de l'argilite (RGA) et leur réversibilité, H. Wang a ajouté une loi de déformations complémentaire au modèle de Biot de Cast3M, voir la FIG. 1.28.

Le modèle a permis de reproduire les résultats :

- d'essais de compressions uniaxiales [88, 112] et triaxiales [7, 9];
- d'essais de resaturation avec et sans contraintes mécaniques [87, 124];
- d'essais d'auto-cicatrisation [28, 123];
- de l'essai CDZ (*Compression Damage Zone*) réalisé dans le laboratoire souterrain de l'Andra [29, 62, 111, 113];
- de déformations thermiques [13].

Toutefois, ce modèle n'a pu être réutilisé en l'état dans cette thèse car il ne permet pas d'appliquer un chargement du type injection fluide et de prendre en compte ses effets sur le milieu poreux et la structure du matériau.

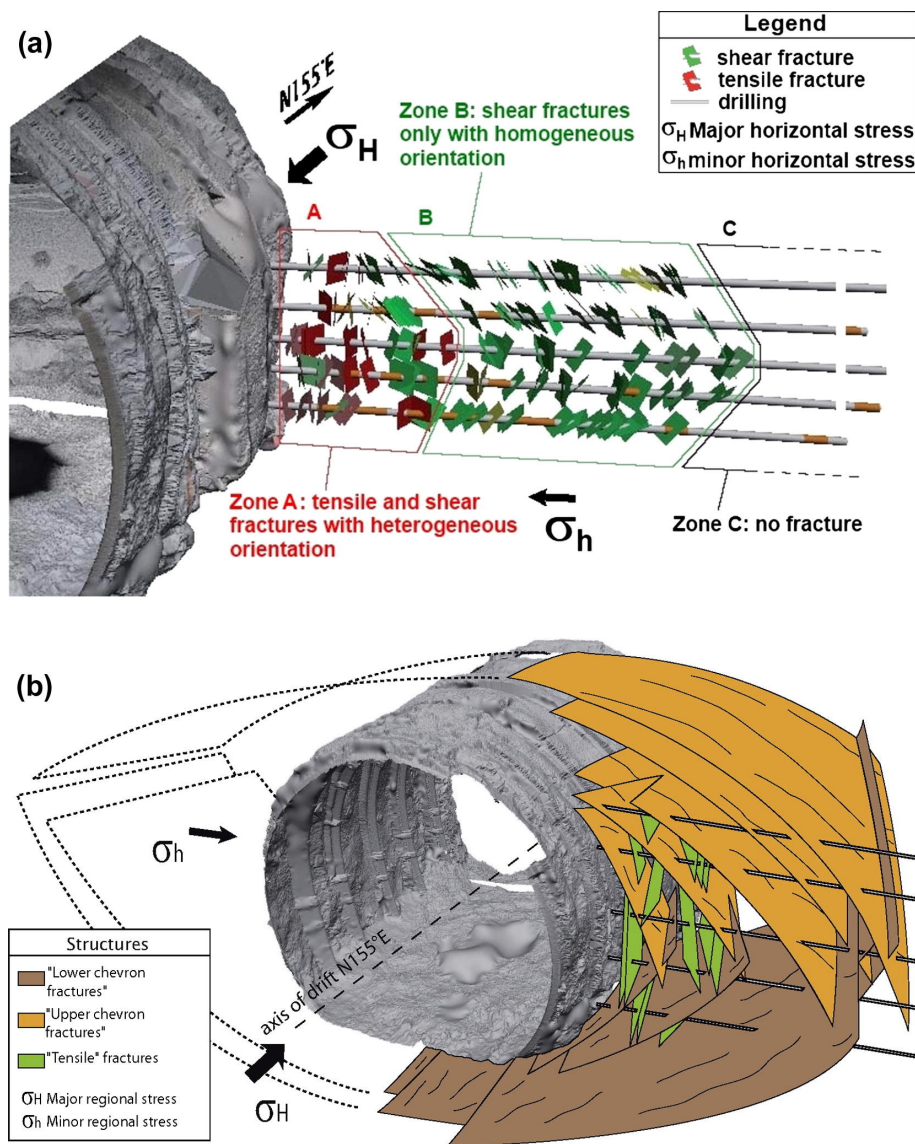


FIGURE 1.27 – Représentation de l'EDZ, extrait de [62]

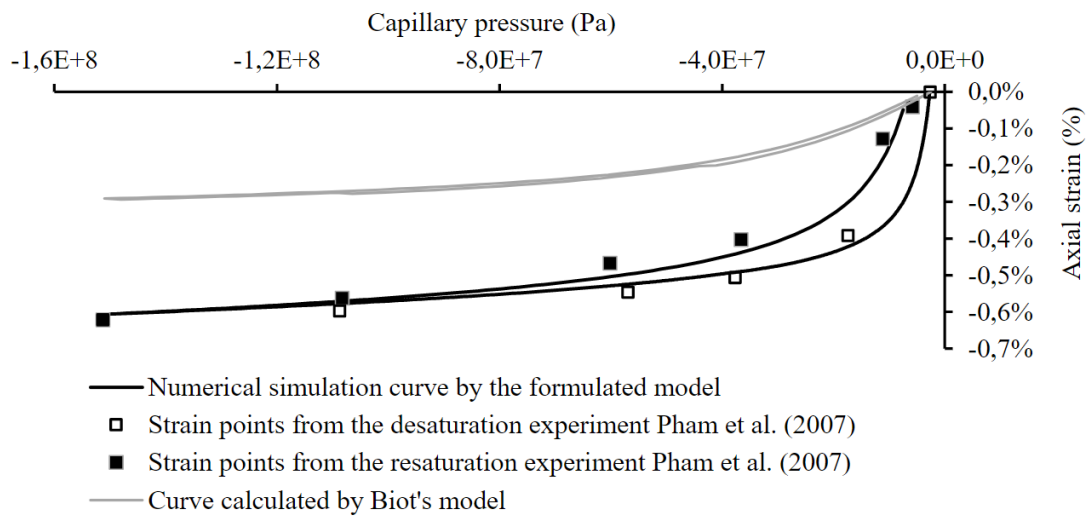


FIGURE 1.28 – Comparaison des déformations RGA réelles [87] et calculées par les modèles de Biot et de H. Wang

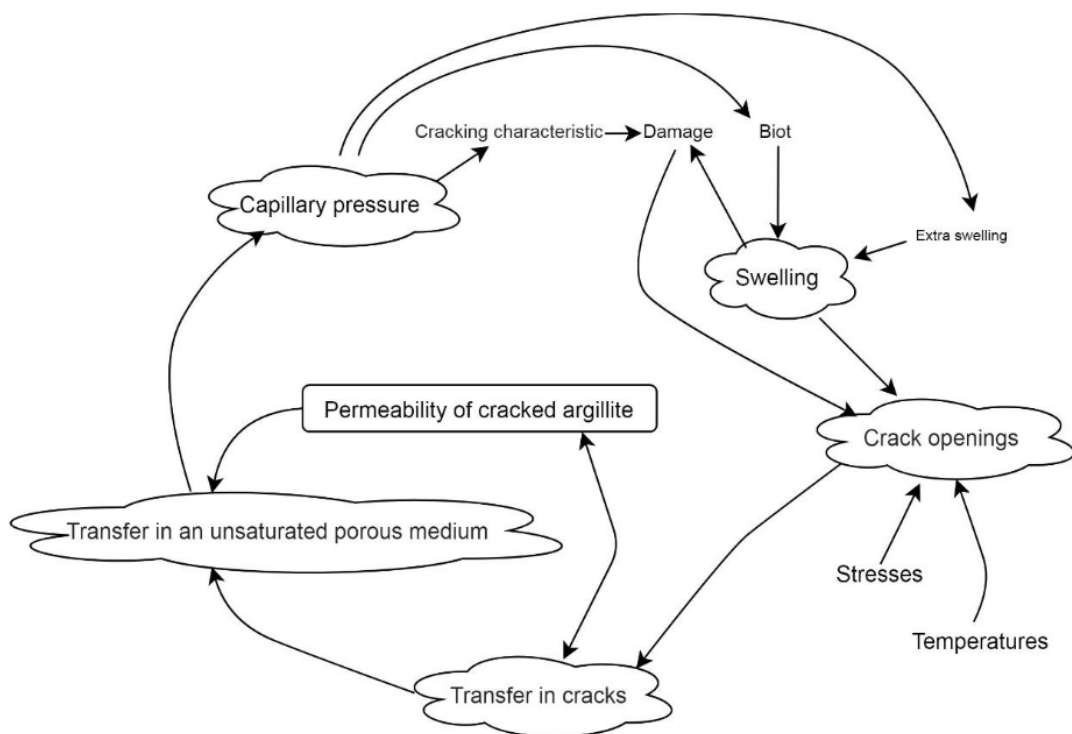


FIGURE 1.29 – Principe du modèle, extrait de [110]

Chapitre 2

Développement d'un protocole expérimental de fissuration maîtrisée

Celui qui a besoin d'un protocole n'ira jamais loin ; les génies lisent peu, pratiquent beaucoup et se font d'eux-mêmes.

Denis Diderot

Sommaire

1	Introduction	35
2	Vérification du modèle numérique	36
3	Démonstration numérique de faisabilité	38
3.1	Chemin de fissuration principal	38
3.2	Choix d'une géométrie d'entaille pour l'obtention une fissuration stabilisée	40
3.3	Sélection d'un système <i>réel</i> d'apport de rigidité	41
4	Mise en place du protocole final	43
4.1	Diamètre de l'échantillon	43
4.2	Caractéristiques de la coque composite	45
4.2.1	Module d'Young	45
4.2.2	Épaisseur optimale	47
4.3	Modélisation d'un essai complet d'injection hors tomographe	48
4.3.1	Emplacement des jauges d'acquisition	48

4.3.2	Fissuration perpendiculaire à l'entaille	49
5	Préparation des échantillons	49
6	Validation expérimentale hors tomographe	53
7	Conclusion	55

1 Introduction

Le protocole expérimental développé dans cette thèse devait remplir deux objectifs : relever l'initiation de la fissuration mais surtout suivre sa propagation dans un tomographe à rayons X lors d'un essai de fracturation hydraulique au gaz. Toutefois, comme cela a été vu dans le CHAP. 1, la fracturation est phénomène instable et très rapide qui dure moins d'une seconde alors que la prise d'images dans le tomographe prend plusieurs dizaines de minutes. Il faut donc rendre stable la fracturation : à chaque valeur croissante de la pression injectée doit correspondre une longueur croissante de fissure. L'idée de base reposait sur le protocole expérimental mis en place par J. Mazars et Y. Berthaud pour obtenir une fissuration diffuse et une relation biunivoque entre force et déplacements dans un échantillon de béton en collant des barrettes en aluminium sur lesquelles s'appliquaient les efforts. Dans cette thèse, comme dans l'article [14], une étude numérique (à l'aide de la mécanique linéaire de la rupture, ici) a été nécessaire pour valider la faisabilité et définir les caractéristiques géométriques de la solution envisagée : un apport de rigidité orthoradiale.

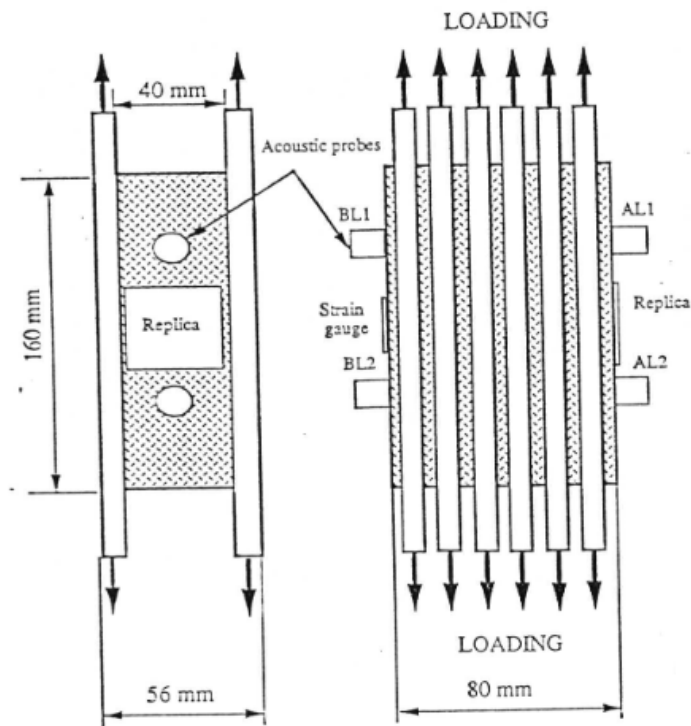


FIGURE 2.1 – Schéma de l'essai P.I.E.D., extrait de [14]

2 Vérification du modèle numérique

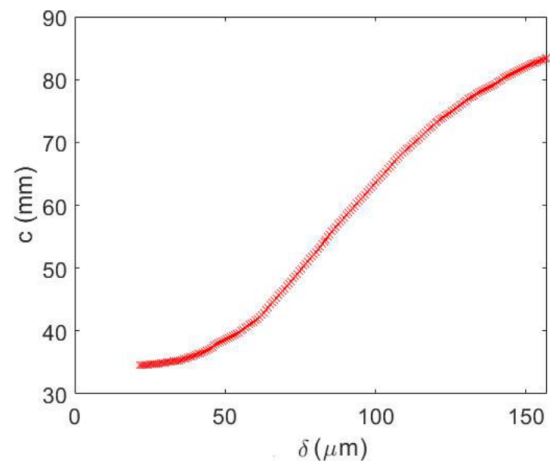
Pour vérifier la possibilité d'utiliser le modèle de mécanique linéaire de la rupture et la procédure $G-\Theta$ de Cast3M sur du COx, l'un des essais *Traction double cantilever beam* sur le COx de la littérature[1] a été reproduit. Pour des raisons de temps de calcul, seule une moitié de l'échantillon a été modélisée avec une condition de symétrie. Le modèle, élastique linéaire isotrope, nécessite quelques données d'entrées, toutes disponibles [1] et dont les principales sont présentées en FIG. 2.2 :

- Module d'Young et coefficient de Poisson
- Chemin de fissuration final
- Géométrie
- Chargement en fonction de la longueur de fissure

La FIG. 2.3 compare les résultats de l'essai avec ceux de la modélisation de Cast3M. Dans le cas de la force calculée, la valeur maximale est très proche de celle mesurée durant l'essai mais elle arrive un peu plus tard au cours de l'essai. Dans le cas de l'énergie de fissuration, les courbes se superposent presque sur les deux premiers tiers puis s'écartent à mesure que la quantité de COx intact diminue et que le contour nécessaire au calcul s'amenuise. La FIG. 2.4 présente la déformée de l'échantillon et la répartition des contraintes lors du chargement maximal. La modèle proposé par Cast3M permet d'obtenir des valeurs relativement proches des essais sur le COx, il a donc été retenu et utilisé pour développer le protocole expérimental.

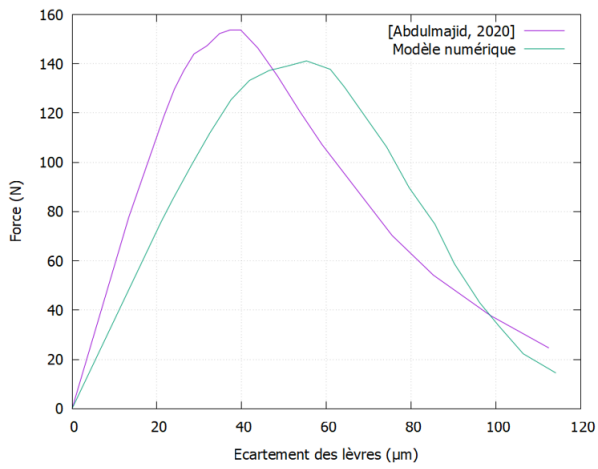


(a) Échantillon TDCB issu d'un tronçon de cellule T1

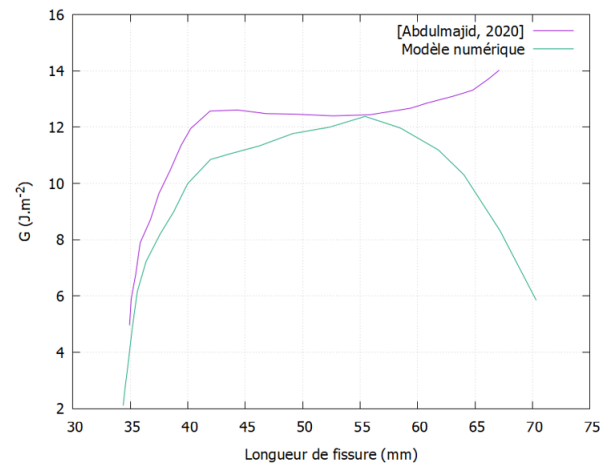


(b) Évolution de la longueur de fissure en fonction de l'écartement des lèvres

FIGURE 2.2 – Données d'essai, extrait de [1]

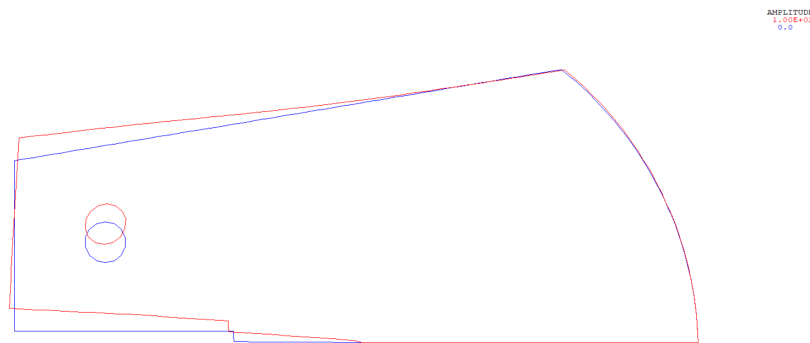


(a) Évolution de la force de traction selon l'écartement des lèvres de fissure

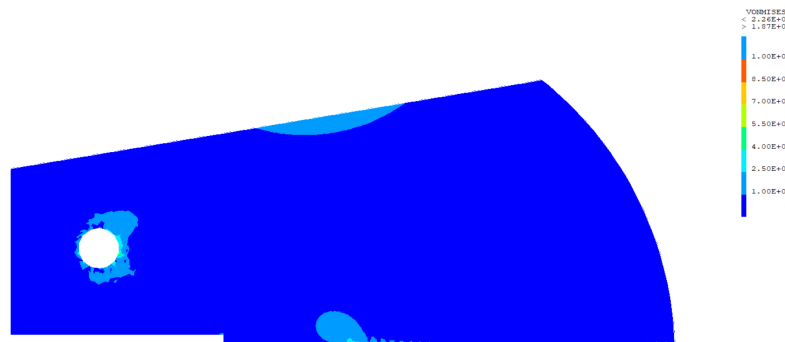


(b) Évolution de l'énergie de fissuration selon la longueur de fissure

FIGURE 2.3 – Comparaison des valeurs d'essais d'[1] avec celles calculées à l'aide de la procédure $G-\Theta$



(a) Déformées pour la force maximale



(b) Contraintes de Von Mises pour la force maximale

FIGURE 2.4 – Déformées et contraintes pour la force maximale $F=155N$

3 Démonstration numérique de faisabilité

La faisabilité du protocole a d'abord été vérifiée dans un cas dit *idéal*, c'est-à-dire avec un apport de rigidité infini qui se traduit numériquement par des conditions aux limites en déplacements imposés, avant qu'un système *réel* ne soit modélisé. Une fissuration maîtrisée, aussi appelée stabilisée ou stable par la suite, se traduit par une relation biunivoque positive entre la pression d'injection du fluide et la longueur de la fissure : un incrément de pression se traduit par un incrément d'allongement de la fissure.

3.1 Chemin de fissuration principal

Initialement, l'échantillon avait les dimensions données en FIG. 2.5.a : un cylindre avec un trou central borgne. L'utilisation d'un trou borgne implique deux chemins de fissuration possibles : une fissuration parallèle au trou d'injection ou une fissuration, nommée perpendiculaire, en fond du trou d'injection. Pour savoir laquelle des fissurations est stable, deux géométries différentes (voir les FIG. 2.5.b et c) ont été implémentées dans le modèle utilisé dans la section précédente. Le chemin de fissuration a été prédéfini et découpé en n tronçons égaux rectilignes. En partant du premier tronçon et jusqu'au $n^{\text{ième}}$ tronçon, si le critère est atteint (voir le CHAP. 1), la fissure est allongée de la longueur d'un tronçon $n+1$. A chaque allongement, le maillage est régénéré. Selon le scénario, un quart ou un demi de l'échantillon a été modélisé :

- des conditions de symétries (en bleu) ont été imposées sur les bords créés par la division par 2 ou par 4 ;
- un chargement en pression (en rouge) a été imposé sur la paroi du trou d'injection et les lèvres de fissures ;
- un déplacement radial (en vert), assurant une rigidité orthoradiale infinie, a été imposé sur le bord libre ;
- un déplacement vertical (en vert) a été imposé sur la face supérieure.

Il est apparu que dans des conditions initiales précises, $\sigma_{vertical} \geq 3 \times \sigma_{radial}$, il était possible d'obtenir une fissuration stabilisée perpendiculairement à l'injection comme le montre la FIG. 2.6.b. Malheureusement, en comparant les résultats avec l'autre de cas de fissuration présenté en FIG. 2.6.a, il est facile de remarquer que la pression nécessaire à l'ouverture parallèlement au trou est plus faible. Dans des conditions aux limites telles $\sigma_{vertical} < 3 \times \sigma_{radial}$, la fissure parallèlement au trou d'injection s'ouvre en première et la fissuration perpendiculairement au trou d'injection est instable.

La fissure parallèlement au trou d'injection s'ouvrant toujours avant l'autre, ce scénario a fait l'objet d'une étude approfondie dans cette thèse, en observant attentivement la FIG. 2.6.a, une zone stable visible pour des ouvertures de fissure comprises entre 5 mm et 7 mm.

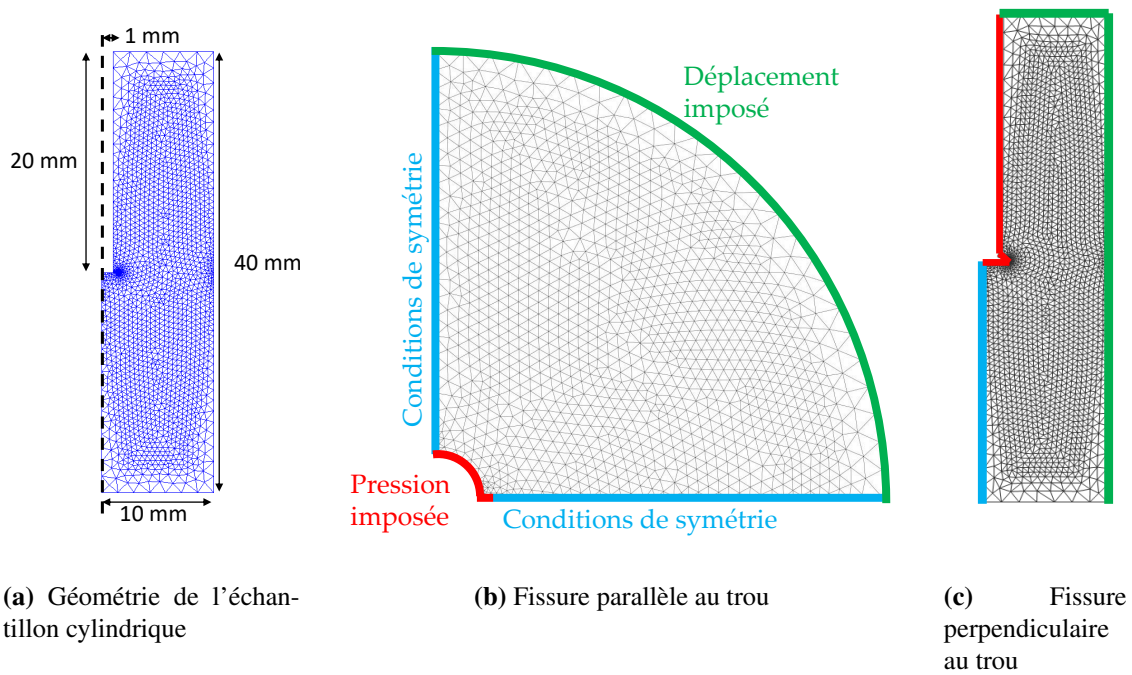


FIGURE 2.5 – Géométrie, maillage et conditions aux limites des cas d'études

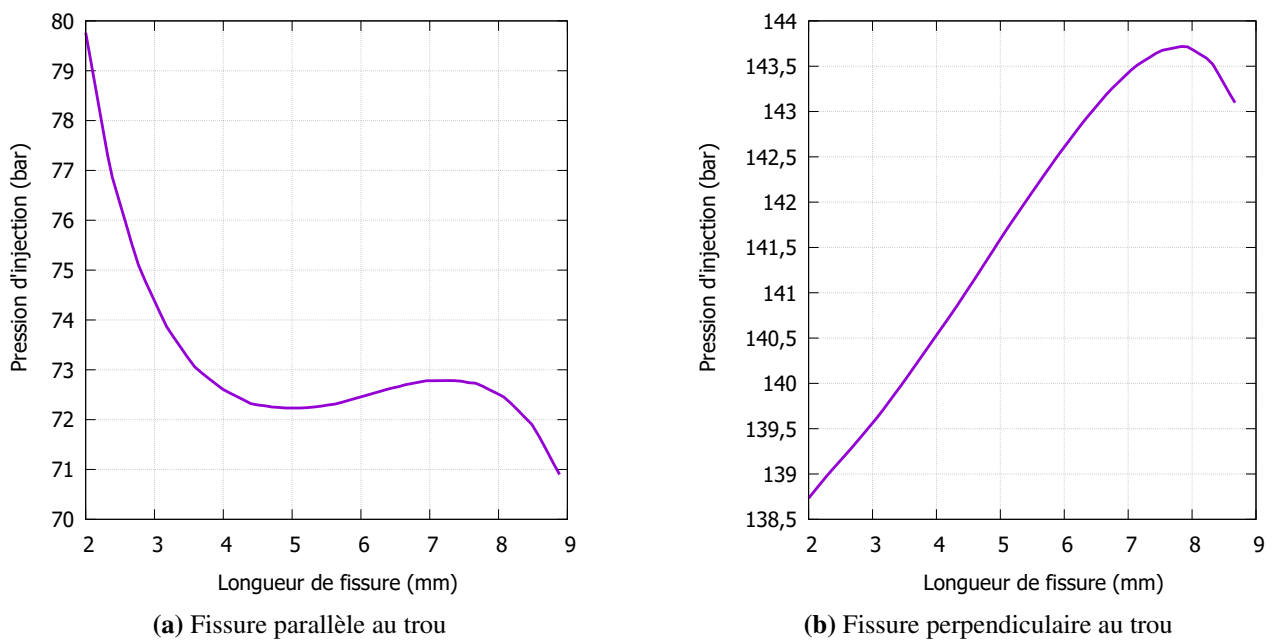


FIGURE 2.6 – Courbes pression-longueur de fissure avec des conditions initiales en déplacement équivalentes à $\sigma_{radial} = 10$ MPa et $\sigma_{vertical} = 30$ MPa

3.2 Choix d'une géométrie d'entaille pour l'obtention une fissuration stabilisée

L'existence d'une zone stable ayant été montrée, il a fallu trouver comment contourner l'importante zone instable précédant la zone cible. Théoriquement, diminuer instantanément la pression du fluide injecté dès l'amorce de la fissuration fonctionne, malheureusement pas en pratique car l'échantillonnage des mesures et l'inertie des systèmes d'injection ne permettent pas un contrôle satisfaisant. Le choix s'est donc tourné vers la mise en place d'une entaille de part et d'autre du trou d'injection dont la géométrie a alors été simplifiée, pour faciliter la modélisation mais aussi la fabrication des échantillons, en lui faisant traverser l'échantillon.

Il est possible d'influer sur la géométrie de l'entaille, et donc sur le comportement de l'échantillon, : en modifiant la longueur (voir FIG. 2.7) ou l'épaisseur (voir FIG. 2.7) de l'entaille. Il apparaît rapidement que l'entaille doit être la plus fine possible et que sa longueur doit être intermédiaire : une entaille d'une longueur de 5 mm pour une épaisseur de 0.4 mm semble la plus pertinente.

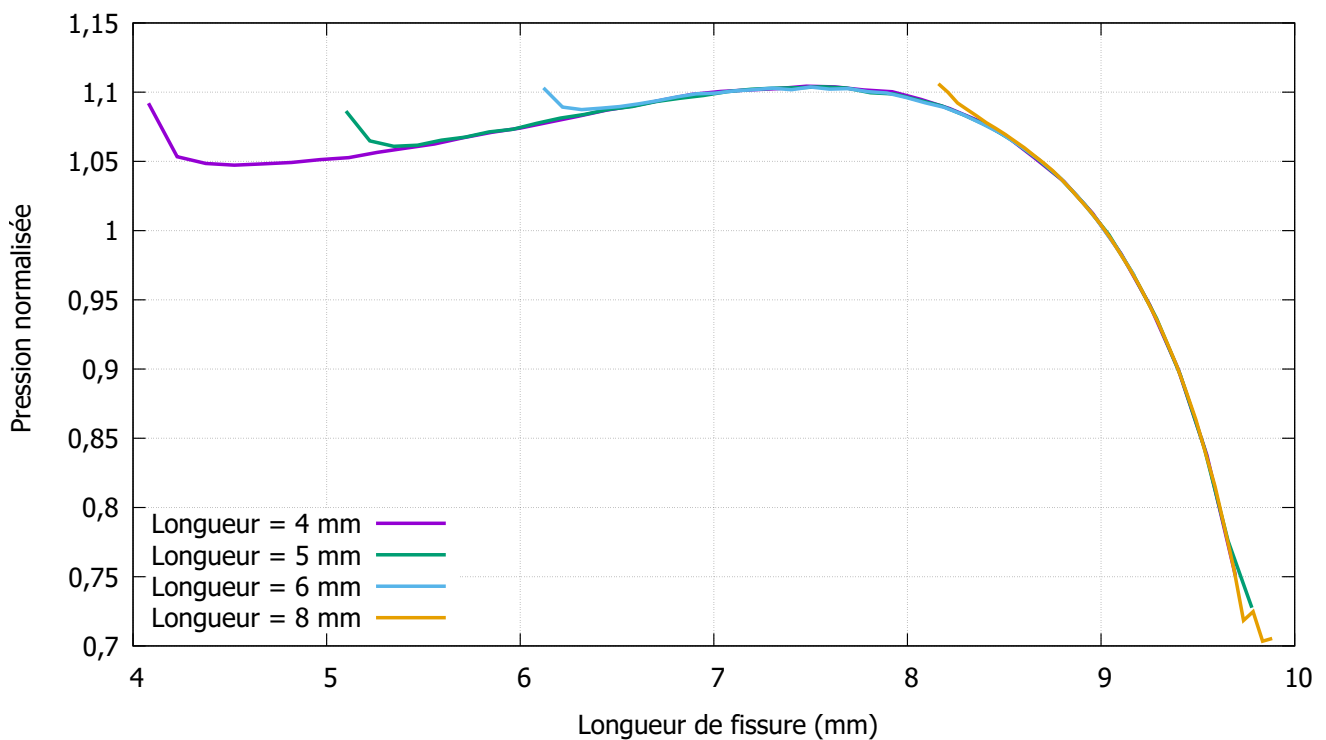


FIGURE 2.7 – Effet de la longueur d'une entaille épaisse de 0.4 mm sur la courbe pression-longueur de fissure

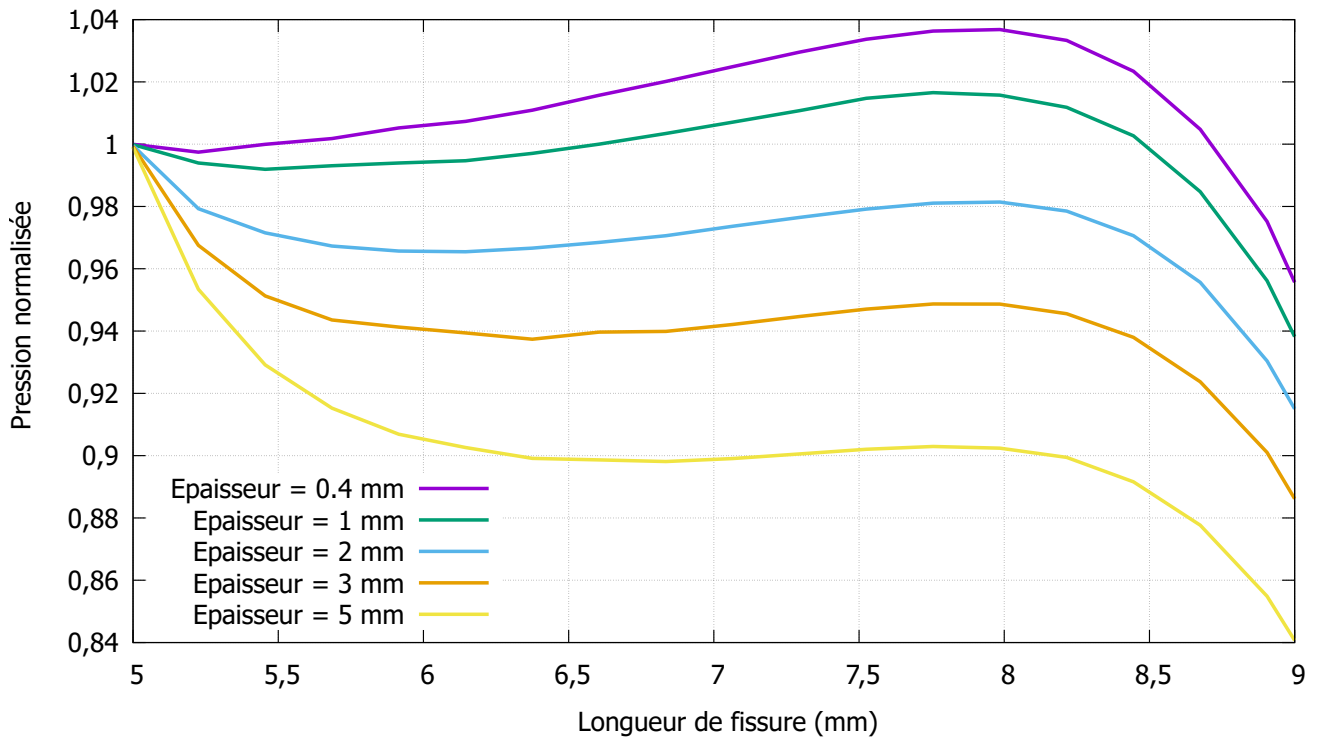


FIGURE 2.8 – Effet de l'épaisseur d'une entaille longue de 5 mm sur la courbe pression-longueur de fissure

3.3 Sélection d'un système *réel* d'apport de rigidité

Puisque la faisabilité du protocole a été confirmée pour un cas *idéal*, il a fallu trouver différentes solutions *réelles* et étudier la meilleure configuration possible. Le TAB. 2.1 présente 3 groupes de solutions industrielles ainsi que les critères de sélection : la température de mise en place, la tolérance de l'usinage, la capacité des rayons X à traverser la matière et le coût par échantillon, le cas échéant. Sur les 6 solutions initialement retenues, 4 ont rapidement été éliminées :

- Le frettage (voir la FIG. 2.9.a) avec un anneau d'aluminium nécessitait une température de chauffe trop élevée et induisait une forte désaturation de l'échantillon ;
- Le frettage avec un anneau de plastique n'était pas envisageable car la précision d'usinage était de l'ordre de grandeur de la dilatation thermique et le coût par échantillon était trop élevé
- Les clavettes coniques (voir la FIG. 2.9.b) en acier empêchent les rayons X de traverser ;
- L'enroulement filamentaire (voir la FIG. 2.9.c) de fibres de verre nécessite plus d'épaisseur qu'avec des fibres de carbone pour obtenir la même raideur orthoradiale.

Les clavettes coniques en plastique ainsi que l'enroulement filamentaire de fibres de carbone ont donc été modélisés pour l'étude de la fissuration : les éléments frontières entre le

COx et l'élément extérieur ont été considérés comme *accrochés* entre eux (l'adhérence est considérée parfaite car la première couche de fibres est collée à l'aide d'un cyanoacrylate et de résine époxy). La FIG. 2.10 compare l'effet des clavettes coniques imposant différentes pressions radiales avec l'enroulement filamentaire. Il apparaît que plus la contrainte radiale est faible, plus le minimum local est décalé vers les grandes longueurs de fissure et plus la remontée en pression est grande. L'enroulement filamentaire a finalement été retenu car il présentait la plus grande remontée en pression ce qui facilite le contrôle de la fissuration.

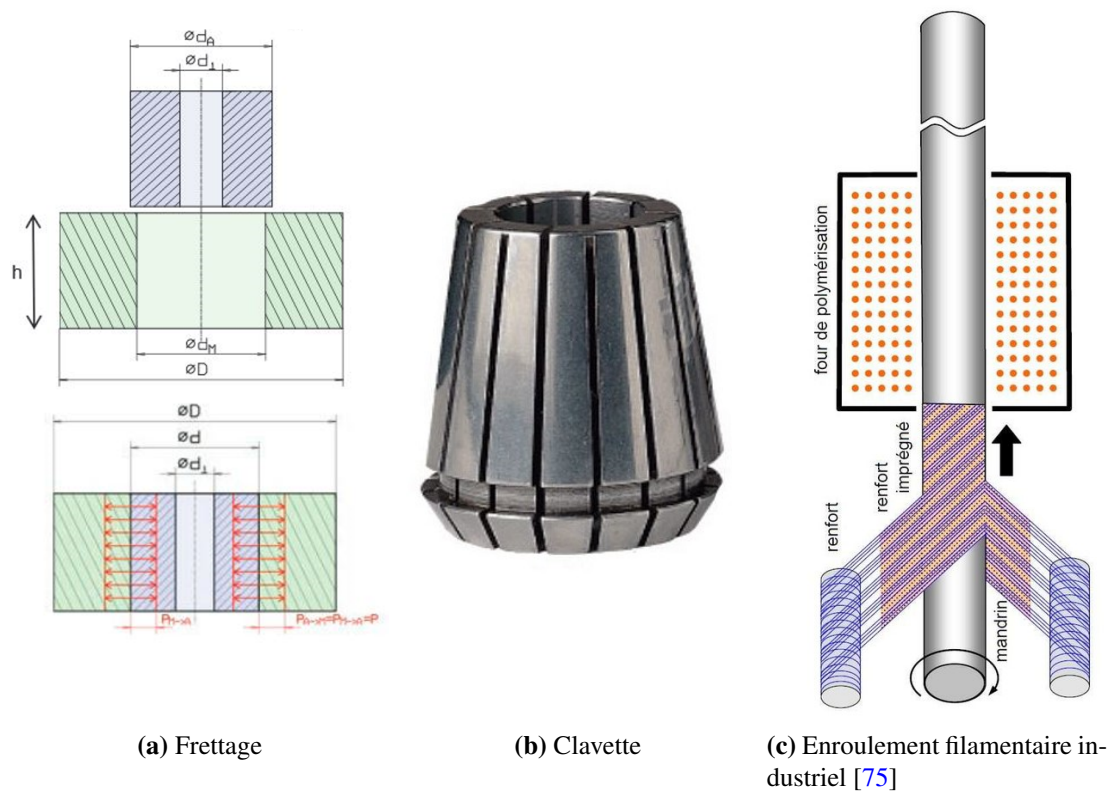


FIGURE 2.9 – Principe des solutions industrielles d'apport de rigidité

Solution	Matériau	Température	Usinage	Tomographie	Coût
Frettage	Aluminium	> 100°C	Industriel	Difficile	< 30 €/unité
	Plastique	< 100°C	> 0.2 mm	Possible	200 €/unité
Clavettes coniques	Acier		Industriel	Impossible	< 40€
	Plastique		> 0.1 mm	Possible	400 €
Enroulement filamentaire	Carbone			Possible	< 10 €/unité
	Verre			Possible	< 5 €/unité

TABLE 2.1 – Comparaison des solutions industrielles d'apport de rigidité

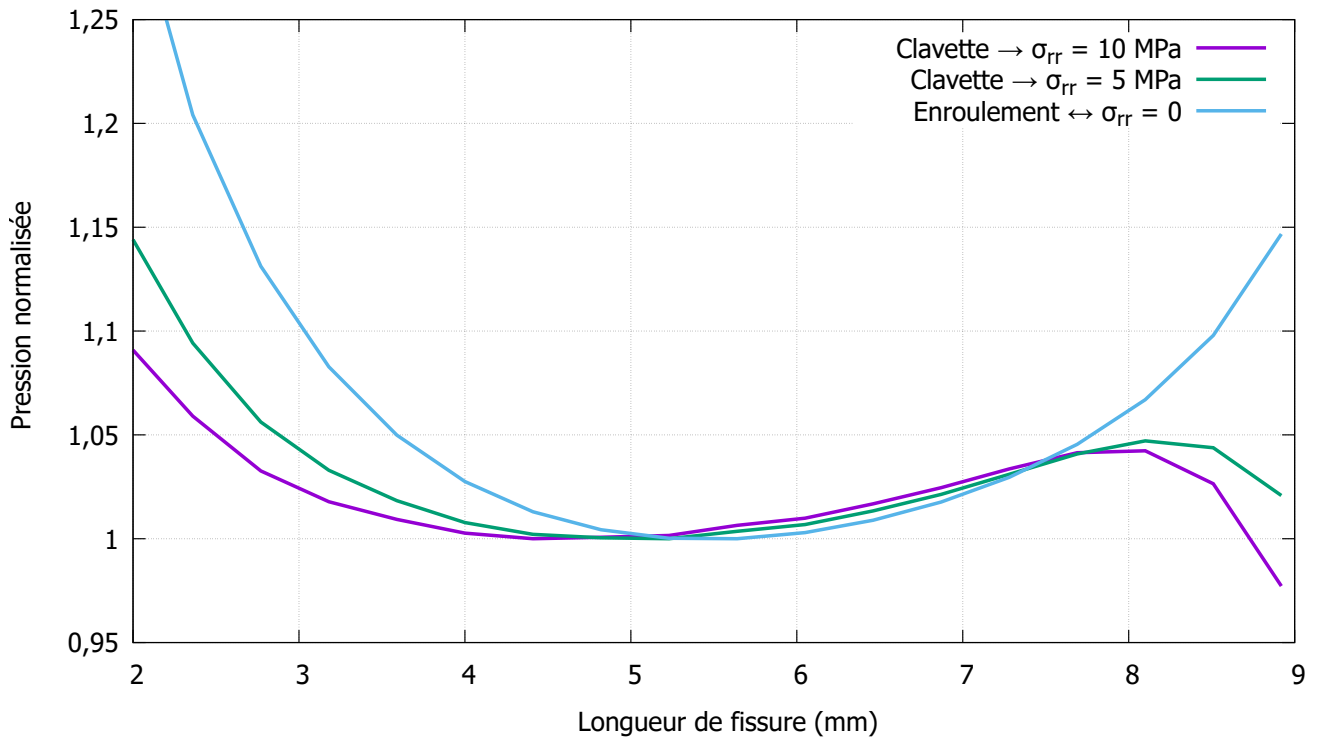


FIGURE 2.10 – Comparaison des courbes pression-longueur de fissure pour les solutions retenues

4 Mise en place du protocole final

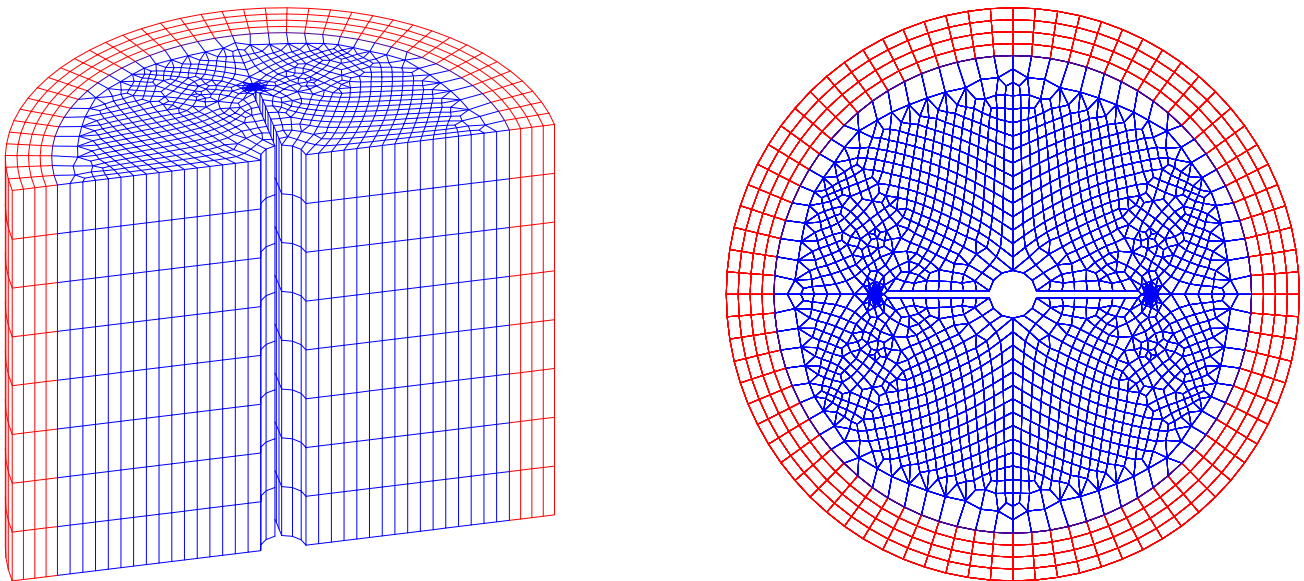
Après avoir successivement déterminé le chemin de fissuration principal, modifié le trou d’injection pour le rendre traversant, nous avons décidé de découper une double entaille de part et d’autres du trou d’injection et d’enrouler l’échantillon dans un composite de fibres de carbone et de résine époxy. L’ensemble de ses choix a été modélisé pour une étude plus approfondie.

4.1 Diamètre de l’échantillon

La dimension la plus longue de l’échantillon a été définie par la résolution souhaitée dans le tomographe. Le capteur ayant 2000×2000 pixels, une dimension maximale de 40 mm permet de d’obtenir une résolution maximale de $20 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Dans l’étude de faisabilité, l’échantillon présentait des dimensions au ratio 2 :1 comme pour des essais en cellule triaxiale. Cette configuration a été comparée à un échantillon au ratio 1 :1 modélisé en 3D, voir la FIG. 2.11, avec les mêmes conditions aux limites mais avec un trou central et une entaille de fois plus grands. La FIG. 2.12 compare les résultats des deux simulations. Les pressions et longueurs étant dépendantes de l’échantillon, la longueur de fissure a été divisée par le rayon de l’échantillon puis la pression divisée par sa valeur minimale. Utiliser un échantillon au ratio 1 :1, avec un rayon de 20 mm, présente deux

avantages :

- La remontée de la courbe en pression est plus importante donc l'essai sera moins sensible aux petites variations de pression ;
- La longueur de fissuration est deux fois plus longue donc les différences entre 2 images tomographiques successives seront plus marquées.



(a) Coupe verticale

(b) Coupe horizontale

FIGURE 2.11 – Maillage 3D sous Cast3M d'un échantillon cylindrique 40 mm × 40 mm : le COx en bleu et la coque composite en rouge

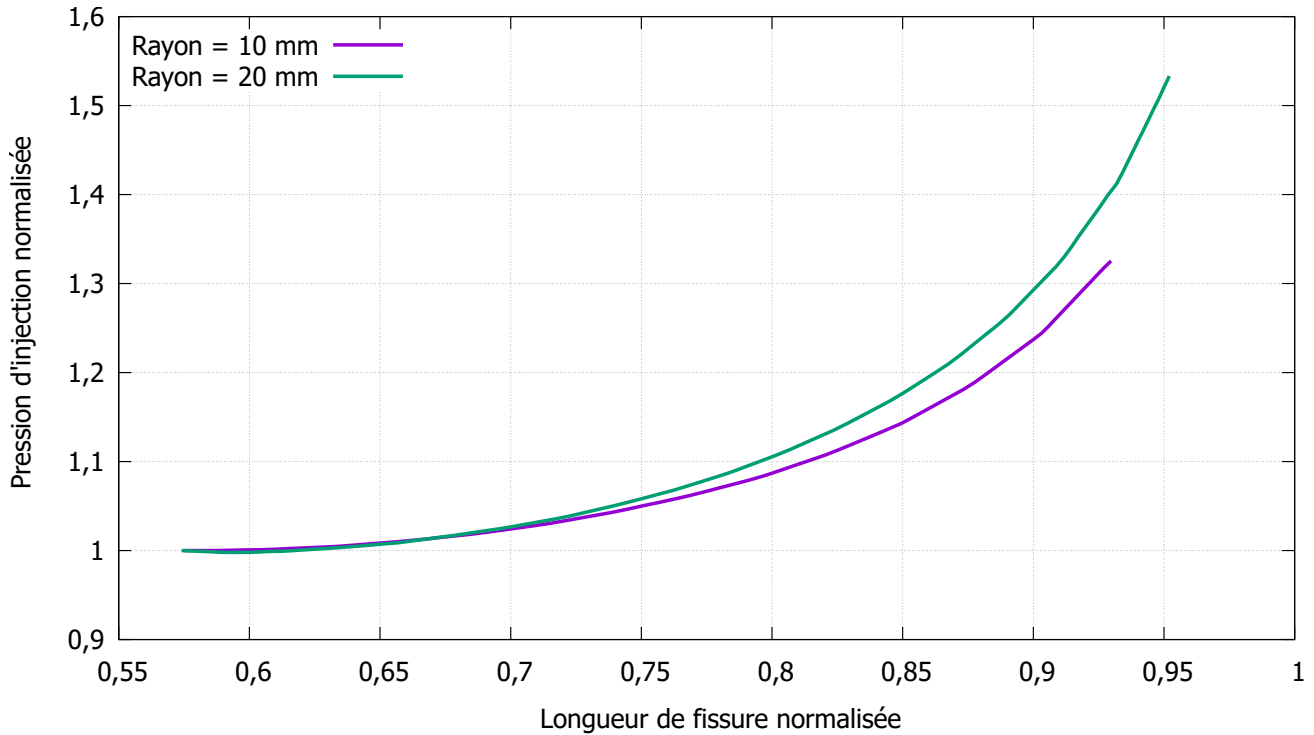


FIGURE 2.12 – Comparaison des courbes pression-longueur de fissure pour deux tailles d'échantillons

4.2 Caractéristiques de la coque composite

4.2.1 Module d'Young

Dans les précédentes simulations numériques, le module d'Young du composite dans le sens des fibres était estimé à 125 GPa. Une fois le rayon défini, une coque en 10 tours a été réalisée sur un échantillon puis récupérée pour les mesures. La mesure de module d'Young a été réalisée en deux étapes successives :

- la coque était comprimée de manière analogue à une essai brésilien, voir la FIG. 2.13;
- le module d'Young moyen était obtenu à l'aide d'un jumeau numérique.

La FIG. 2.14 présente les résultats de l'essai et ceux du jumeau numérique. Le module d'Young de la coque vaut $E = 123 \pm 15$ GPa qui est la plus proche de la courbe moyenne. Avec un écart inférieur à 2%, l'estimation initiale ($E = 125$ GPa) était suffisamment précise pour que les principaux résultats vus précédemment ne nécessitent pas de correction.

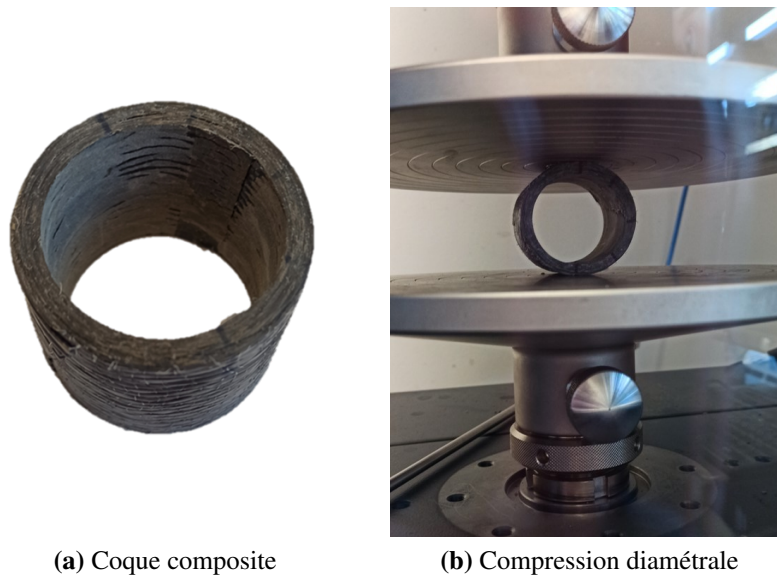


FIGURE 2.13 – Photographies (a) d'une coque composite sans COx et (b) du montage expérimental pour déterminer le module d'Young dans le sens des fibres

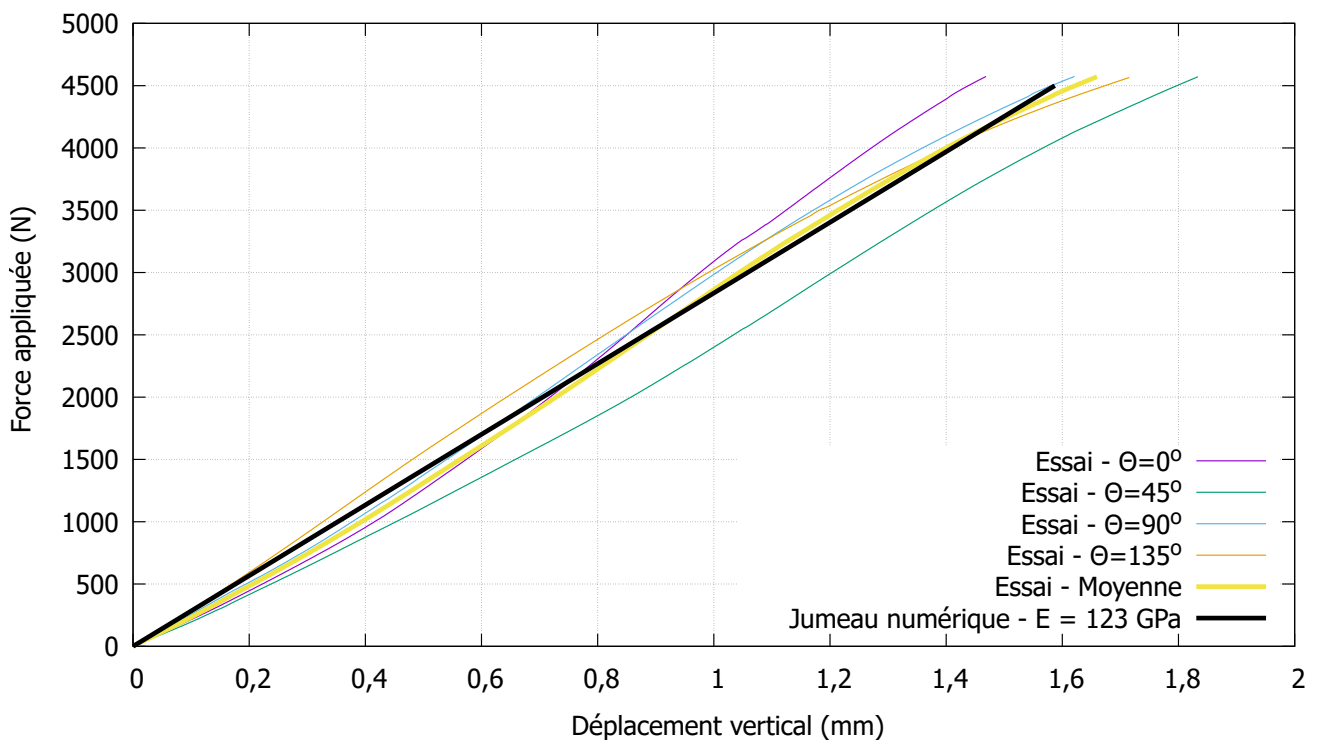


FIGURE 2.14 – Comparaison des courbes force-déplacement vertical expérimentales avec la modélisation numérique

4.2.2 Épaisseur optimale

La raideur orthoradiale apportée par la coque composite dépend directement de son épaisseur. En moyenne, sur les coques réalisées, un tour de fibres avec résine correspond à une épaisseur valant 0.55 mm. Le TAB. 2.2 reprend les différentes épaisseurs des coques modélisées, associées aux longueurs de fibres à prévoir pour la préparation, qui ont servi à réaliser les simulations dont les résultats sont présentés dans la FIG. 2.15. Le comportement de l'échantillon présentant une faible sensibilité à l'épaisseur de la coque composite, le choix a été fait d'utiliser une coque d'épaisseur moyenne 4.5 mm. Durant les essais, la coque avait une épaisseur comprise entre 4.5 mm et 5 mm.

Longueur de fibre	Nombre de tours	Épaisseur moyenne
50 cm	4	2.3 mm
75 cm	6	3.4 mm
100 cm	8	4.5 mm
125 cm	10	5.6 mm
150 cm	12	6.7 mm

TABLE 2.2 – Tableau récapitulatif des coques modélisées

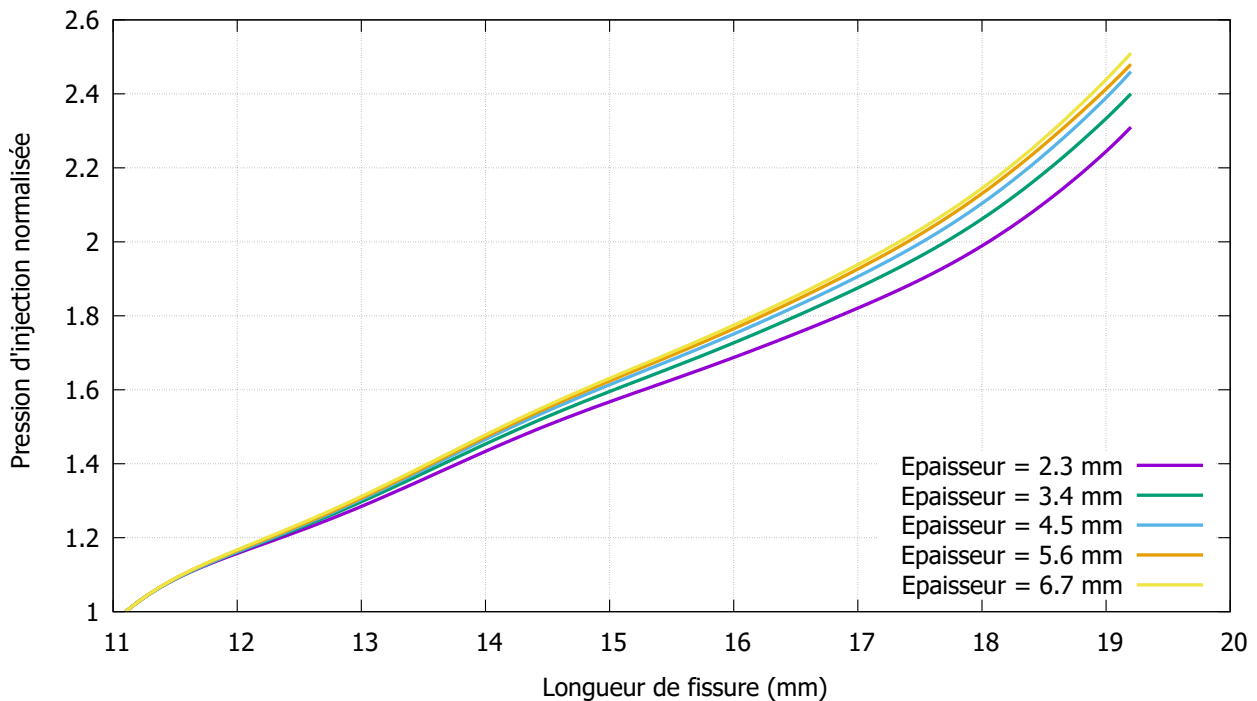


FIGURE 2.15 – Courbes pression-longueur de fissure pour différentes épaisseurs de coque

4.3 Modélisation d'un essai complet d'injection hors tomographe

Toutes les simulations précédentes ont affiné le design final et la modélisation de l'échantillon et de sa coque. Toutefois, la question du suivi de la fissuration sans tomographe a du être résolu. En effet, l'ouverture de la fissure étaient facilement observables grâce aux radiographies. Des capteurs supplémentaires ont été nécessaire pour palier le manque de visibilité à l'intérieur de l'échantillon : l'utilisation de jauges de déformations collées orthoradialement, tous les 120° , a été retenu.

4.3.1 Emplacement des jauges d'acquisition

La première possibilité était de coller ces jauges directement sur le COx pour récupérer les déformations au plus près puis d'enrouler les fibres autour. Les tentatives réalisées ont rapidement montré que cette solution était très difficile à mettre en place car la résine rendait les fils électriques des jauges cassant. La solution suivante consistait à coller les jauges sur la coque composite, ce qui facilite le soudage et la manipulation des fils mais cela modifie les mesures. La FIG. 2.16 présente les résultats des simulations numériques des deux solutions précédentes avec une représentation géométrique de l'emplacement des jauges. Les duo de jauges J2/J3 présentant des réponses similaires, la décision de coller les jauges sur la coque est venue des déformations observées en face de l'entaille (J1). Bien que les déformations étaient grandement atténuées par la coque et surtout inversées algébriquement : la jauge J1 permettait rapidement d'observer un comportement non attendu ou des erreurs de câblage des jauges.

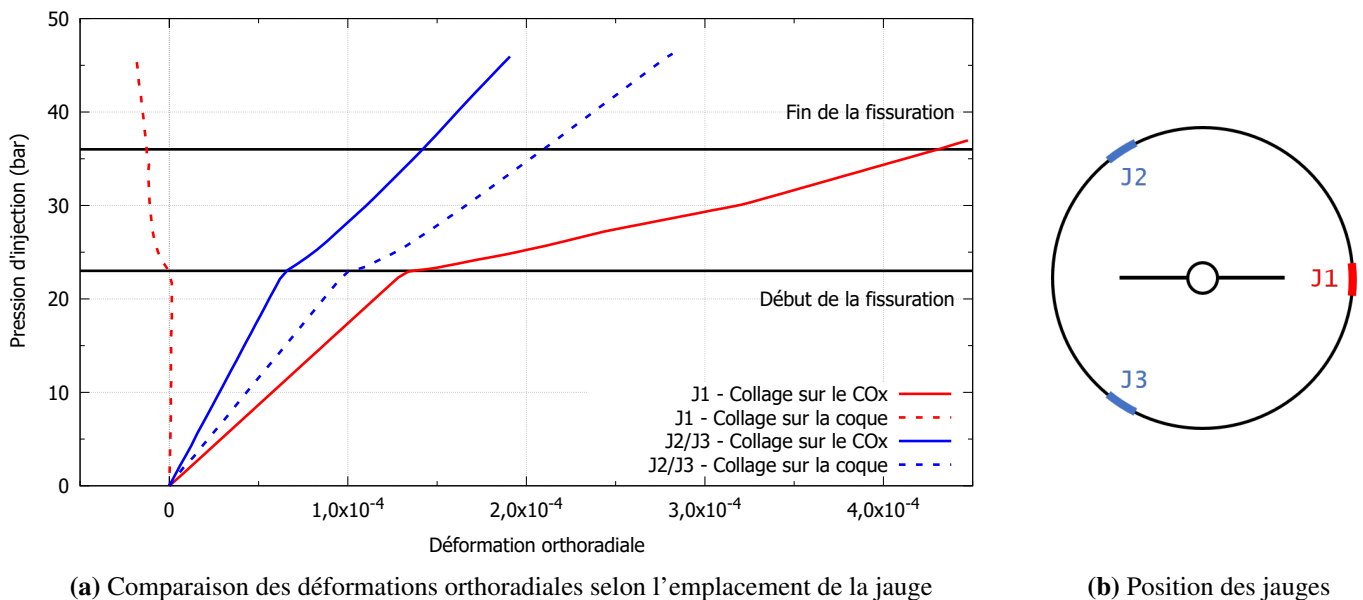


FIGURE 2.16 – Effets de l'emplacement des jauges sur l'observation de la fissuration

4.3.2 Fissuration perpendiculaire à l'entaille

Pour s'assurer de la maîtrise totale de la fissuration dans la direction voulue, c'est-à-dire dans la direction de l'entaille, une étude de la fissuration perpendiculairement à l'entaille a été menée. Ce scénario était le plus probable lorsque le litage était orienté perpendiculairement à l'entaille car la ténacité y était plus faible selon l'EQUA. 1.1. Cette étude a été réalisée pour deux chemins de fissuration : dans le plan de l'entaille depuis le fond de l'entaille et dans le plan du litage depuis le trou central. La FIG. 2.17 compare la réponse des jauges de déformations pour ces deux chemins : il apparaît directement que la pression de fracturation varie du simple au double selon la fissure considérée et que dans les deux cas l'initiation de la fissure est clairement marquée par un changement de pente. La fissure devrait donc toujours partir depuis le fond de l'entaille même dans le cas le plus défavorable.

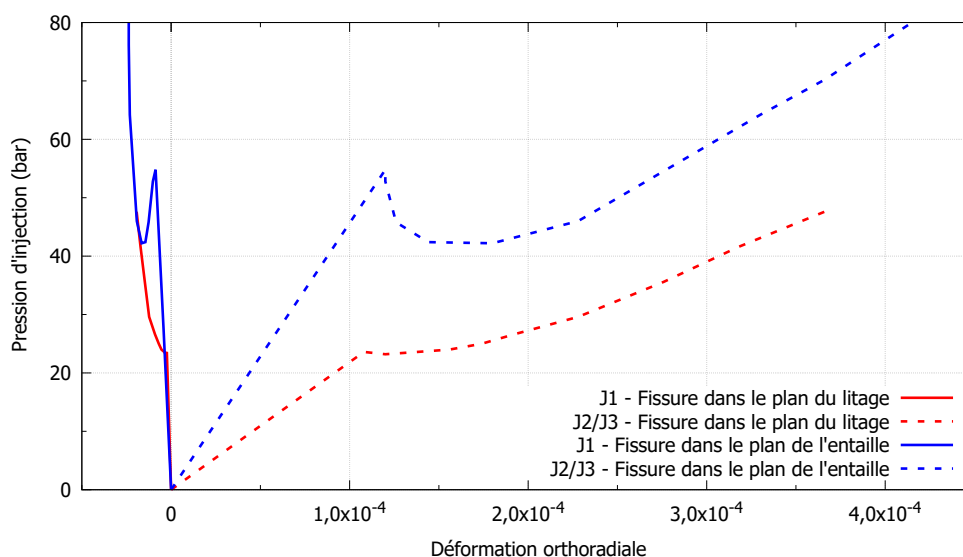


FIGURE 2.17 – Comparaison des simulations d'injections pour les directions de fissuration envisagées

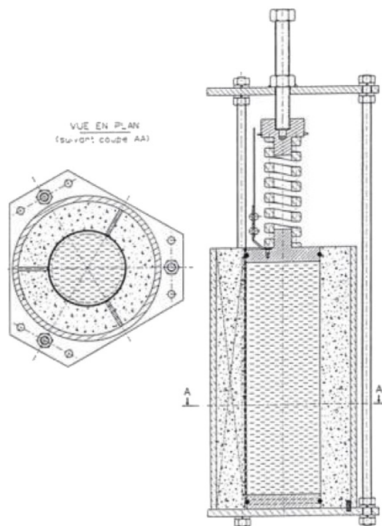
5 Préparation des échantillons

La préparation de tous les échantillons a été réalisée de la manière suivante (sauf échantillons *spéciaux*) :

1. Réception des cellules, T1 ou double gaines sous vide en aluminium, et retrait des systèmes de confinement, voir la FIG. 2.18 ;
2. Découpage de deux disques d'une épaisseur de 2 cm ainsi que d'un maximum de tronçons de 5 cm ;
3. Pesée du premier disque pour la teneur en eau initiale et repérage du litage en immergeant le second disque, voir la FIG. 2.19 ;

4. Carottage de cylindres de diamètre 40 mm dans les tronçons et report de l'orientation moyenne du litage (précision à $\pm 10^\circ$), voir la FIG. 2.19 ;
5. Pesée d'un échantillon cassé pour le suivi de teneur en eau
6. Enroulement d'une bande de fibres carbone autour de l'échantillon après protection des faces libres puis séchage durant 12 heures, voir la FIG. 2.20.a ;
7. Mise de l'échantillon dans un tour pour réduire la longueur de l'échantillon et dresser les faces ainsi que pour percer le trou central, voir la FIG. 2.20 ;
8. Si possible, pesée d'un disque obtenu sur le tour pour le suivi de teneur en eau ;
9. Découpe des entailles à l'aide d'une scie à chantourner équipée de lames d'épaisseur 0.5 mm, voir la FIG. 2.21 ;
10. Mise dans une enceinte à humidité relative réglée pour resaturation et pesée quotidienne pour le suivi de masse, voir la FIG. 2.22 ;
11. Le cas échéant, collage des jauges de déformations et soudure des fils.

La FIG. 2.23 montre que les différentes étapes de l'usinage assèchent l'échantillon. Les carottes 57224 et 66756 présentaient des écarts avant et après carottage anormaux par rapport aux autres échantillons : le protocole étant identique pour tous, de tels résultats étaient dus à la variabilité du matériau au sein d'une même carotte mais aussi aux conditions extérieurs d'humidité relative lors de ces étapes.



(a) Schéma d'une cellule T1 issu de [26]



(b) Photographie d'une carotte après ouverture

FIGURE 2.18 – Étape 1 de la préparation des échantillons



(a) Montage pour le carottage

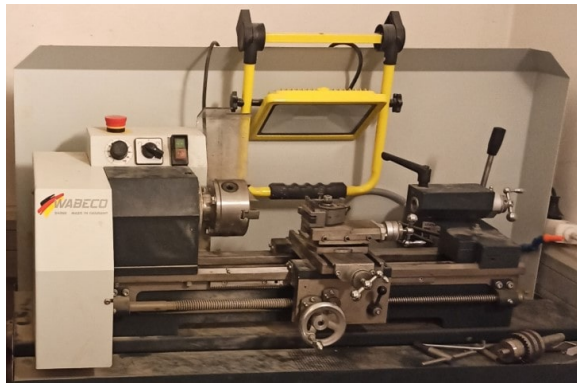


(b) Repérage du litage par immersion d'un tronçon

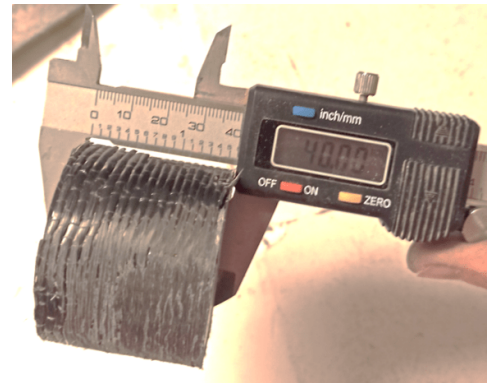
FIGURE 2.19 – Étapes 3 et 4 de la préparation des échantillons



(a) Échantillon avec fibres, en cours de séchage



(b) Tour manuel utilisé pour la reprise de la longueur, de la coplanéité des faces et du trou central

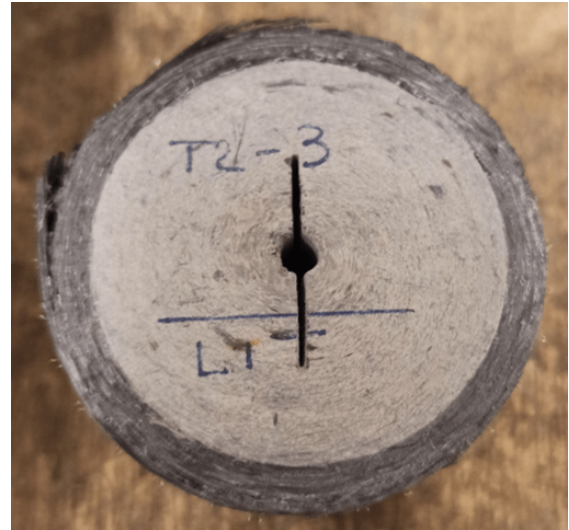


(c) Échantillon à la longueur finale voulue

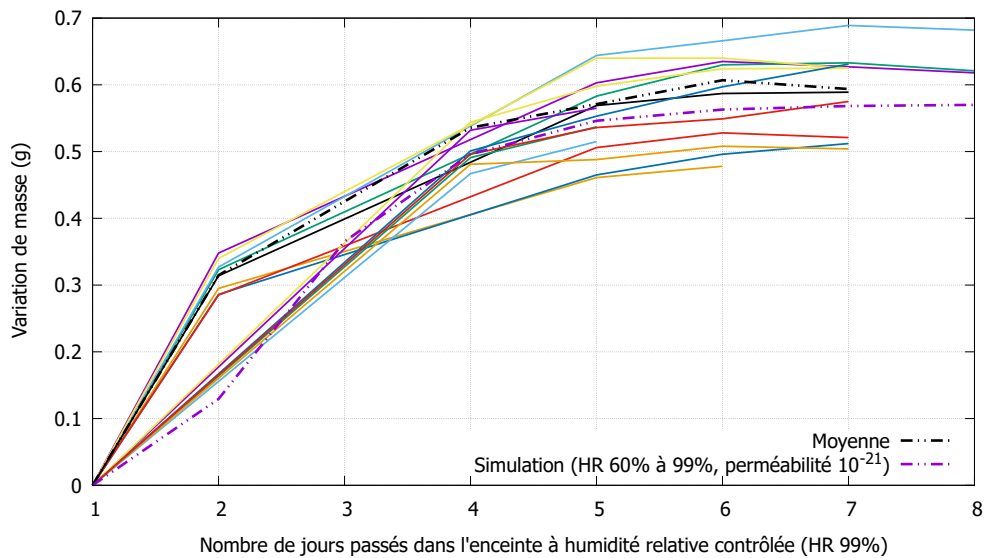
FIGURE 2.20 – Étapes 6 et 7 de la préparation des échantillons



(a) Échantillon en cours d'entaillage



(b) Échantillon dans sa géométrie finale avec repère de litage

FIGURE 2.21 – Étape 9 de la préparation des échantillons**FIGURE 2.22** – Évolution de la variation de masse au cours de la resaturation dans une enceinte à HR 99% et comparaison avec une simulation de resaturation basée sur les travaux de [110] - Étape 10 de la préparation des échantillons

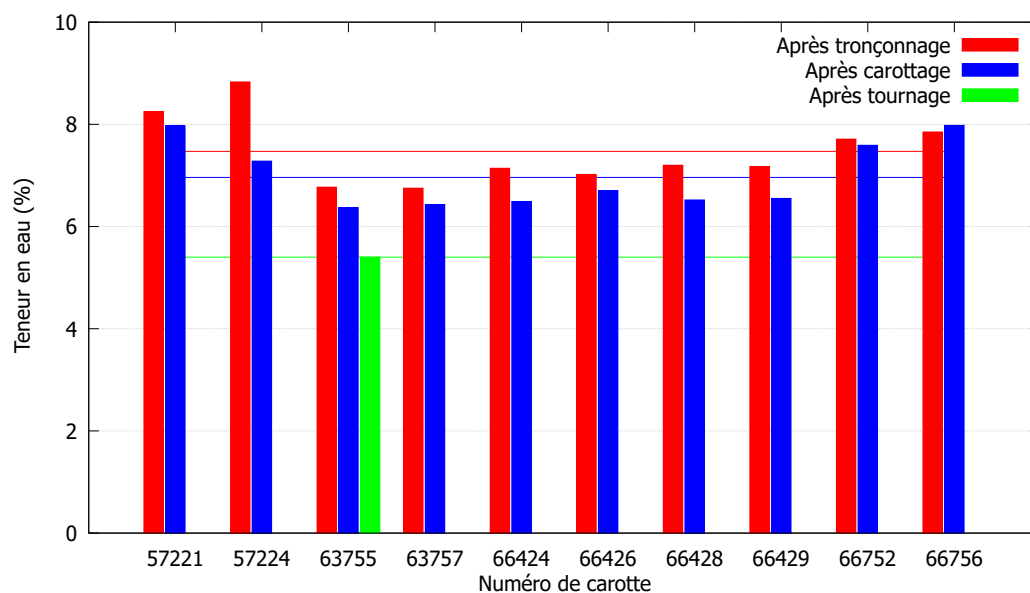


FIGURE 2.23 – Évolution de la teneur en eau au cours de la préparation des échantillon de l'étape 1 à 8

6 Validation expérimentale hors tomographe

Le développement numérique a mis en lumière l'importance de la coque composite et de l'entaille. Pour valider les simulations, quatre essais d'injection à l'huile hors tomographe ont été réalisés selon le TAB. 2.3. Un essai a été réalisé sur du mortier car les échantillons de COx entaillés et sans coque cassaient lors de la mise sous contrainte verticale pour éviter les fuites : cela a uniquement nécessité de modifier les valeurs du module d'Young, du coefficient de Poisson et de la ténacité du matériau dans le modèle pour définir l'entaille la plus adaptée. Les échantillons de COx présentaient un degré de saturation entre 75% et 85%. Le système d'acquisition de jauges initialement utilisé présentait un dysfonctionnement entraînant des dérives et des sauts durant l'acquisition : seules les données de certaines jauges ont pu être exploitées.

Dans le cas des échantillons sans coque, comme attendu, la FIG. 2.24 montre deux fracturations brutales et instables qui se caractérisent par de très importantes déformations à pression quasi-constante : la présence de l'entaille n'était pas suffisante seule pour la stabilisation.

Dans le cas des échantillons avec coque, la FIG. 2.25 montre la très bonne corrélation entre les mesures des essais et les résultats des simulations numériques. Quelques données ont été recalées dans le modèle numérique par rapport aux essais : le module d'Young a du être relevé de 4 GPa à 6 GPa ce qui est toujours dans la plage de valeurs possibles (voir la FIG. 1.14), la ténacité a été diminuée de 10% ce qui dans l'incertitude donnée par M. Abdulmajid [1] et la position des jauges numériques a été corrigée sur la position réelle

mesurée *post mortem*. Il apparaît clairement que la présence de la coque et de l'entaille sont nécessaires pour stabiliser : le protocole expérimental fonctionne.

Entaille \ Coque	Sans	Avec
	Sans	Essai n°24-5 - COx
Avec	Essai n°2 - Mortier	Essai n°21-3 - COx

TABLE 2.3 – Matrice des essais pour la validation du protocole expérimental

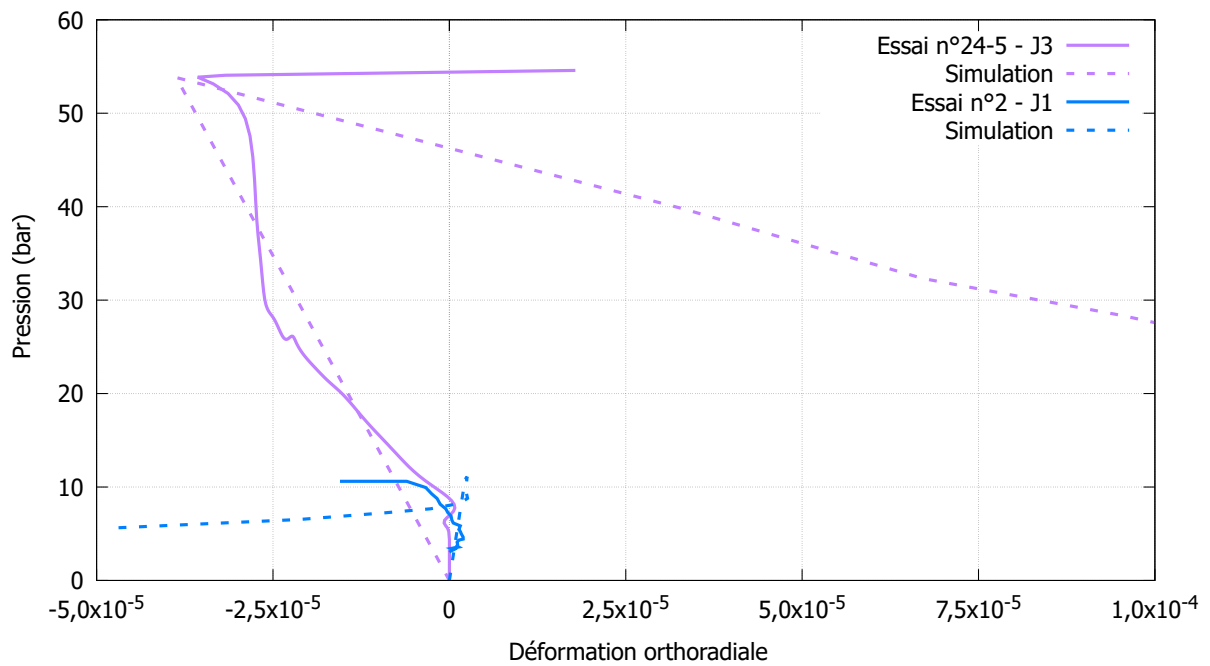


FIGURE 2.24 – Comparaison des essais et simulations sur échantillons sans coque composite

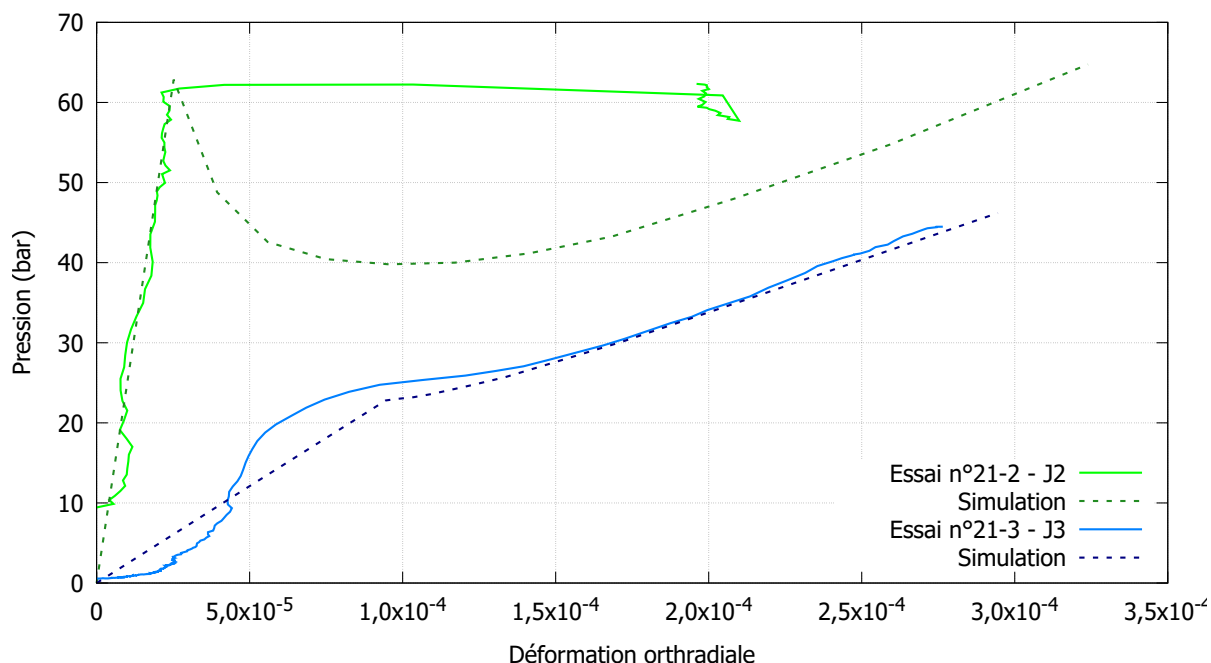


FIGURE 2.25 – Comparaison des essais et simulations sur échantillons avec coque composite

7 Conclusion

Comme pour J. Mazars et Y. Berthaud [14], c'est un modèle numérique qui a permis de définir le protocole expérimental. Il s'agissait de développer un essai d'injection de fluide durant lequel la fissuration d'un échantillon cylindrique, de ratio 1 : 1 et de diamètre 40 m, serait maîtrisée et stable : c'est-à-dire qu'il existe une relation biunivoque positive entre la pression d'injection et la longueur de fissure (ou la déformation orthoradiale). La mécanique linéaire de la rupture a permis de définir les conditions optimales d'apport de rigidité orthoradiale à mettre en oeuvre : une coque composite fibres de carbone-résine époxy d'une épaisseur de 4.5 mm. La modélisation a aussi mis en avant la nécessité d'avoir une entaille, la plus fine possible, symétrique de 8.5 mm de part et d'autre du trou d'injection. Ce protocole a alors été validé à l'aide de 4 essais qui ont confirmé la stabilisation de l'échantillon avec une coque et une entaille symétrique. Deux campagnes expérimentales pour étudier l'initiation de la fissure, hors tomographe, et sa propagation, dans le tomographe, ont été programmées et font l'objet du CHAP. 3.

Chapitre 3

Fracturation de l'argilite du Callovo-Oxfordien

Je suis de ceux qui pensent que la science est d'une grande beauté. Un scientifique dans son laboratoire est non seulement un technicien : il est aussi un enfant placé devant des phénomènes naturels qui l'impressionnent comme des contes de fées.

Marie Curie

Sommaire

1	Introduction	59
2	Étude de l'initiation des fissures	59
2.1	Paramètres d'étude	59
2.2	Protocoles d'analyse	59
2.3	Pression d'initiation des fissures	61
2.4	Facteur d'intensité de contrainte critique	63
2.5	Énergie critique de fissuration	63
2.6	Contre-étude sur la ténacité	65
3	Étude de l'impact des inclusions sur la fissuration	66
3.1	Étude de la fissuration sous tomographie à rayons X	66
3.2	Analyse statistique sur les inclusions	68
3.2.1	Labellisation, décompte et études des inclusions	68

3.2.2	Régression logistique	73
3.3	Analyse 3D des inclusions et des ouvertures	74
3.3.1	Échantillon T55-4 - Sr=99% - Entaille perpendiculaire au litage	74
3.3.2	Échantillon T99-1 - Sr=99% - Entaille parallèle au litage	76
4	Conclusion	77

1 Introduction

Après dix-huit mois de recherche, de développement et de prototypage, le protocole développé numériquement (échantillon cylindrique de diamètre 40 mm et de ratio 1 :1, coque composite de 4.5 mm avec entaille symétrique fine de 8.5 mm de part et d'autre du trou d'injection) a été validée expérimentalement. Deux campagnes d'essais ont alors été programmées :

1. Dans les installations du SIAME à Anglet, l'étude de l'initiation de la fissuration, sans tomographie, avec notamment les effets de la resaturation, du type de fluide injecté et de l'orientation de l'entaille par rapport au litage ;
2. Dans les installations du 3SR à Gières, l'étude de la propagation de la fissuration à l'aide d'un tomographe à rayons X avec notamment les effets du type de fluide injecté et de l'orientation de l'entaille par rapport au litage.

2 Étude de l'initiation des fissures

2.1 Paramètres d'étude

Pour cette étude, 31 échantillons, ont été préparés en prenant en compte l'orientation du litage avant d'être réhydraté dans des enceintes à différentes humidités relatives pour être soumis à des essais d'injection selon le TAB. 3.1. 30 échantillons avaient été préparés mais une erreur lors des reports d'orientation d'entailles a imposé l'usinage d'un 31^{ième} échantillon pour avoir 3 échantillons par combinaison de paramètres. A cause du risque de fuite très élevé à l'azote aux interfaces et à travers le matériau, les essais ont été doublés avec de l'huile. Les orientations des entailles par rapport au litage correspondaient aux cas limites : l'entaille traverse un seul - voire aucun - plan de litage ou l'entaille traverse le maximum de plans de litage. Lors de la réhydratation au delà d'un degré de saturation de 92%, le matériau s'endommage fortement donc il a été étudié avant cet état (85%), à la limite (92%) et quasi-resaturé (99%). Les essais ont été réalisés à débit constant (10 mLn/min pour l'azote et 0.2 mL/min pour l'huile) de manière à obtenir une pression de 20 bars après 8 minutes \pm 2 minutes. Un chargement vertical de 2.5 MPa, sans lien avec les contraintes *in situ*, est appliqué pour assurer l'étanchéité. L'essai est stoppé dès lors que le débit de fuite excédait le débit d'injection, c'est-à-dire que la pression diminuait.

2.2 Protocoles d'analyse

Pour chaque essai, les déformations issues des jauges J1, J2 et J3 étaient enregistrées dès la mise en place du confinement vertical jusqu'à son retrait après l'injection. Le débit et la pression étaient eux enregistrés dès la mise en place du confinement vertical jusqu'à la fuite du fluide. Après démontage de l'échantillon, le chemin de fissuration, l'angle et la position des jauges par rapport au plan de l'entaille étaient manuellement relevés. L'analyse de ces résultats a été réalisée en deux temps grâce à des procédures successives :

Sr	Orientation Entaille/Litage	Huile	Azote
85%	//		
	⊥	3	3
92%	//	3	4
	⊥	3	3
99%	//	3	3
	⊥	3	3

TABLE 3.1 – Matrice des échantillons selon les paramètres des essais

1. La première procédure permettait de définir la pression à laquelle s'amorce la fissuration en se basant sur la variation de pente des courbes pression d'injection-déformations orthoradiales (voir l'ANN. B pour les courbes pression d'injection-déformations orthoradiales). La valeur retenue correspond à la moyenne des valeurs calculées pour les courbes issues des 3 jauges. Les 3 paramètres, présentés en FIG. 3.1, valaient 3 bars et 5 bars pour les bornes A et B tandis que le critère était basé sur une variation de 10% soit 3 fois la sensibilité des capteurs après chargement vertical. Modifier le critère à 2 fois ou 4 fois la sensibilité des capteurs entraîne une variation du 2% à 5% de la pression ;

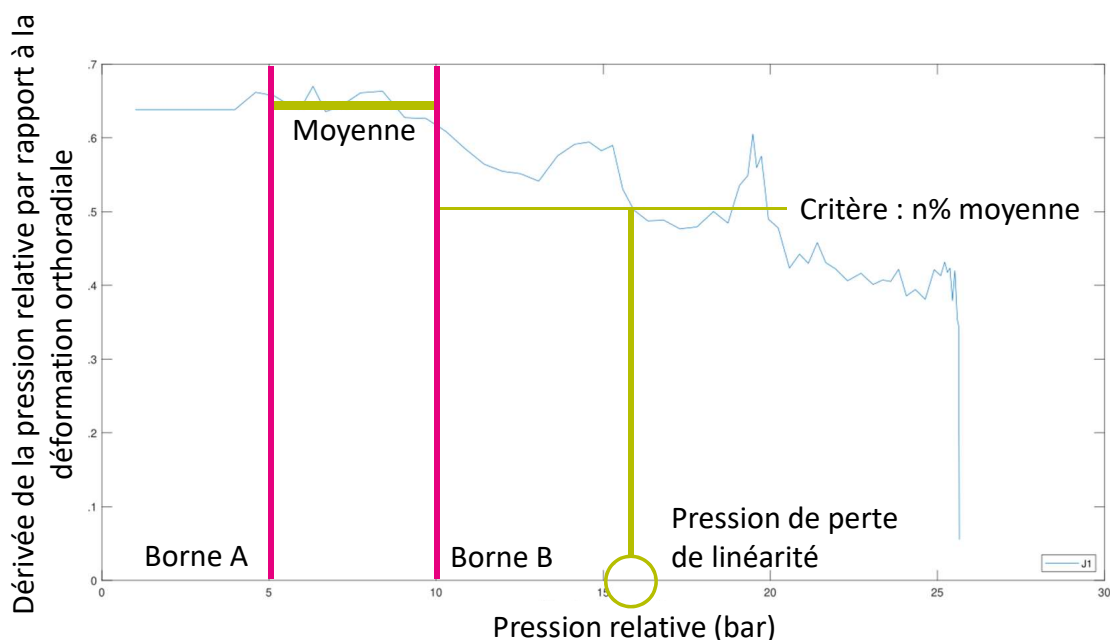


FIGURE 3.1 – Schématisation du premier protocole d'analyse

2. La seconde procédure permettait de remonter à la ténacité du matériau - et donc à l'énergie de fissuration critique - par rétrocalcul en ajustant la pression d'amorce

de la fissuration, dans le modèle présenté CHAP. 2, sur la valeur précédemment obtenue. Deux géométries numériques, présentées en FIG. 3.2, ont été réalisées selon les relevés des chemins de fissuration après injection (voir l'ANN. C pour le relevé de chaque essai). L'emplacement des jauges était aussi corrigé.

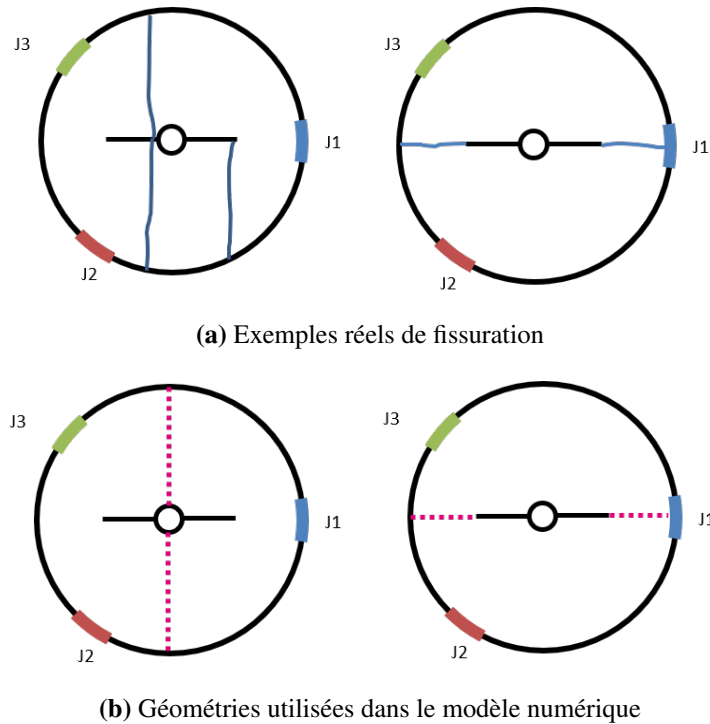


FIGURE 3.2 – Relevés de fissuration *post-essai* avec les géométries numériques associées pour le second protocole d'analyse

2.3 Pression d'initiation des fissures

À la suite des 31 essais et à l'aide de la première procédure précédemment présentée, les pressions d'amorce de fissuration obtenues ont permis de tracer la FIG. 3.3 qui représente l'évolution de ces pressions selon le degré de resaturation S_r des échantillons, le type de fluide injecté et l'angle mesuré entre la fissure et l'entaille. Pour chaque lot fluide/degré de resaturation, une régression elliptique a été réalisée pour faciliter la comparaison avec les travaux existants de M. Abdulmajid [1]. Il apparaît peu de différences de pression selon l'angle entre la fissure et l'entaille, quelque soit le degré de saturation.

Pour le groupe d'essai à $S_r=85\%$ avec des entailles perpendiculaires au litage, la perméabilité du matériau était trop grande pour obtenir des injections à l'azote exploitables. À l'huile, deux échantillons ont été fracturés dans le prolongement de l'entaille alors que la fissuration a eu lieu perpendiculairement à l'entaille et depuis le trou central : ce qui était inattendu d'après les CHAP. 1 et 2. Toutefois, si la résistance était fortement dégradée localement par rapport à l'EQUA. 1.1, il était possible d'obtenir un tel scénario.

Pour le groupe d'essai à $S_r=92\%$, tous les échantillons à l'huile à l'exception d'un (dont l'entaille était perpendiculaire au litage) ont présenté une fissuration depuis le fond de l'entaille avec une orientation entre 0° et 45° contrairement aux échantillons à l'azote dont 3 ont été fracturés dans le prolongement de l'entaille et 3 ont été fracturés perpendiculairement depuis le trou central. Les valeurs de pression relevées étaient similaires à celles obtenues à $S_r=85\%$ conformément aux attentes. Toutefois, l'azote a manifesté une propension inattendue à trouver des zones permettant la fracturation perpendiculairement à l'entaille.

Pour le groupe d'essai à $S_r=99\%$, il était attendu que le matériau soit endommagé par le resaturation et donc qu'il présente une résistance largement inférieure aux groupes précédents : c'est qui a été observé à l'huile et à l'azote. Pour les deux fluides, la moitié des échantillons a fracturé dans le prolongement de l'entaille si elle était parallèle au litage et l'autre moitié a fracturé perpendiculairement à l'entaille quand celle-ci était perpendiculaire au litage. À une telle resaturation, la probabilité de trouver une zone localement dégradée a fortement augmenté donc les différences observées entre l'azote et l'huile à $S_r=92\%$ ont été lissées.

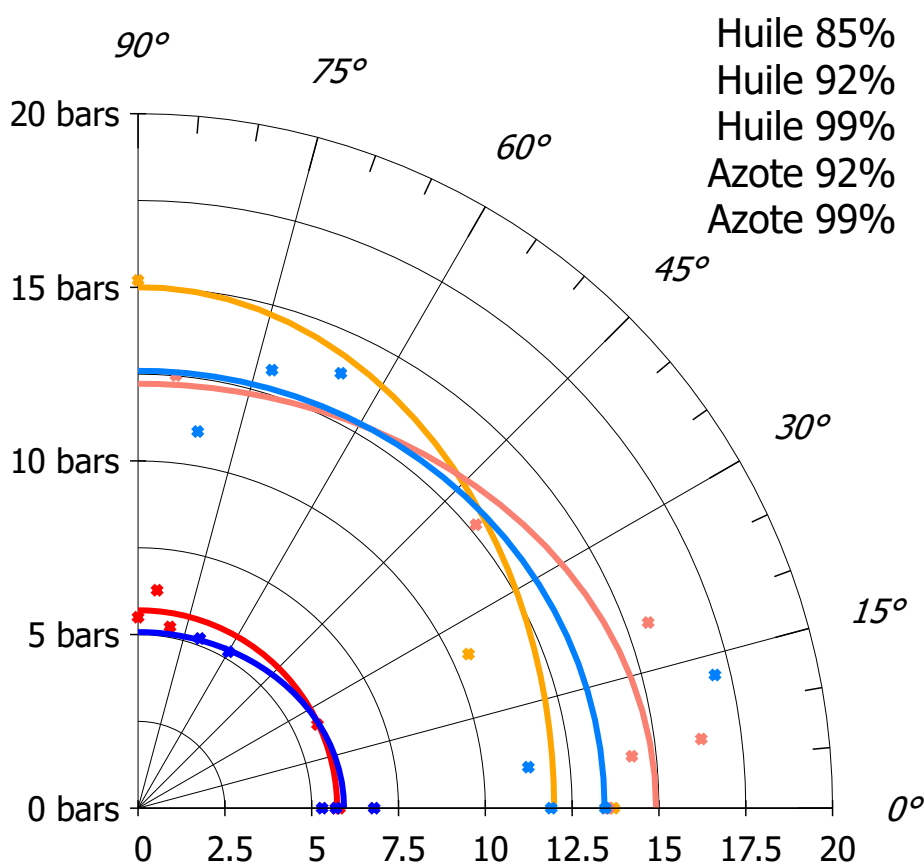


FIGURE 3.3 – Évolution de la pression d'amorce de fissuration selon le degré de saturation S_r et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure

2.4 Facteur d'intensité de contrainte critique

L'étude sur la pression d'initiation des fissures ne permettant pas de conclure sur la résistance du matériau, le second protocole d'analyse a été appliqué sur les valeurs de pression pour obtenir le facteur d'intensité de contrainte critique K_{IC} . La FIG. 3.4 montre un écrasement des ellipses pour les angles mesurés supérieurs à 30° pour tous les degrés de saturation : principalement dès 45° , les fissures s'ouvraient depuis le trou central et non en fond d'entaille, ce qui était dû à une résistance dégradée.

À $S_r=92\%$, l'écart entre l'azote et l'huile est beaucoup plus marqué à cause de la répartition des résultats d'essais. Il est apparu que la résistance du matériau face à une injection à l'azote est 10% plus faible qu'à l'huile : le matériau n'étant pas totalement saturé, l'azote accède probablement à plus de pores que l'huile

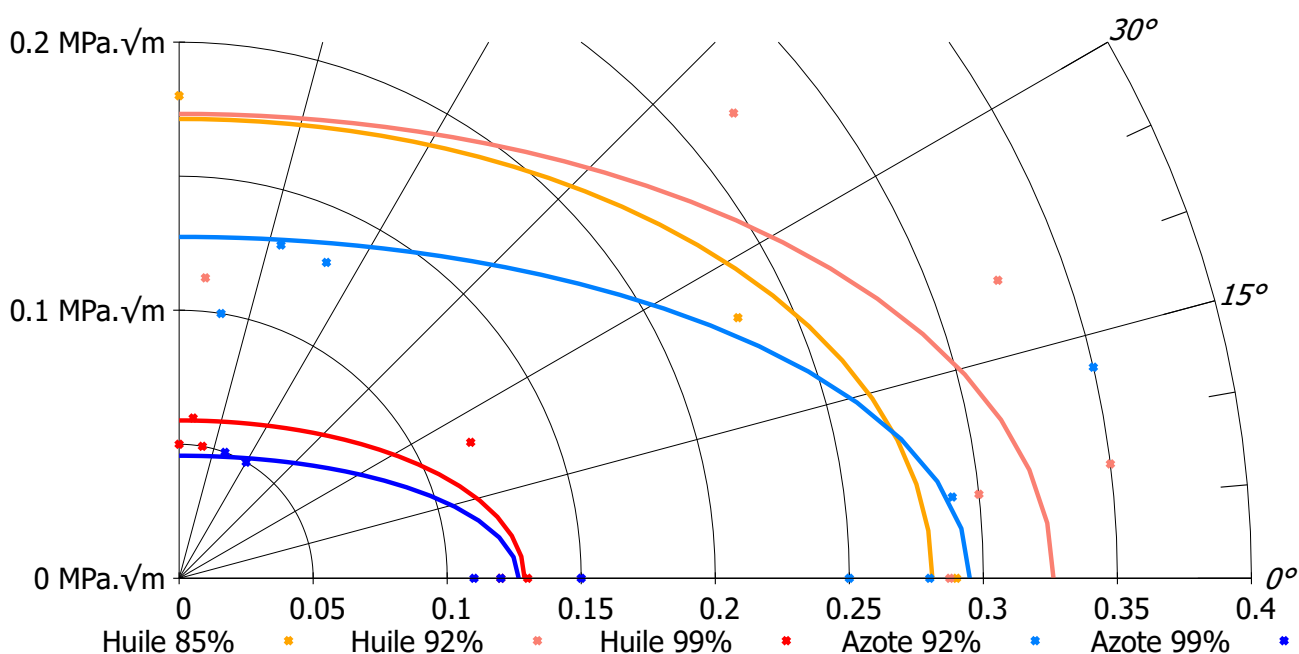


FIGURE 3.4 – Évolution du facteur d'intensité de contrainte critique selon le degré de saturation et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure

2.5 Énergie critique de fissuration

À partir des valeurs de K_{IC} , il est possible de remonter à l'énergie critique de fissuration G_c grâce à l'EQUA. 1.10. Les résultats présentés en FIG. 3.5 et 3.6 permettent une comparaison avec les valeurs issues de la thèse de M. Abdulmajid [1]. Quatre points sont notables à partir de ces courbes :

1. L'effet de la resaturation est important : la résistance du matériau est divisée par 5 ;

2. L'effet du fluide d'injection dépend de la saturation : à $S_r=85\%$ l'azote fuyait, à $S_r=92\%$ l'azote semblait pénétrer plus de pores et atteindre des zones plus faibles que l'huile, à $S_r=99\%$ l'azote et l'huile accédaient à la même quantité de pore et la différence est très faible ;
3. L'effet du litage pouvait s'apparenter ici à l'angle entre la fissure et l'entaille car pour deux essais seulement la fracturation n'a pas eu lieu dans le litage. Plus l'angle est grand, plus l'entaille coupe de plans de litage différents : entre 2 et 10 plans, avec un moyenne entre 3 et 4. Et ainsi, plus l'entaille coupe de plans, plus la probabilité de couper un plan défaillant augmente, ce qui explique une forte diminution de la résistance avec l'angle ;
4. La comparaison des résultats avec la littérature était délicate : les valeurs ont été obtenues à partir d'essais de traction sur des échantillons *Double Cantilver Beam* et avec des cellules T1 différentes de celles utilisées ici. Pour des angles inférieurs à 45° , l'ordre de grandeur de l'énergie critique de fissuration G_C , pour des échantillons à $S_r=92\%$, était cohérent. Dès 45° , les ellipses divergeaient très fortement, possiblement à des causes des types de chargements appliqués.

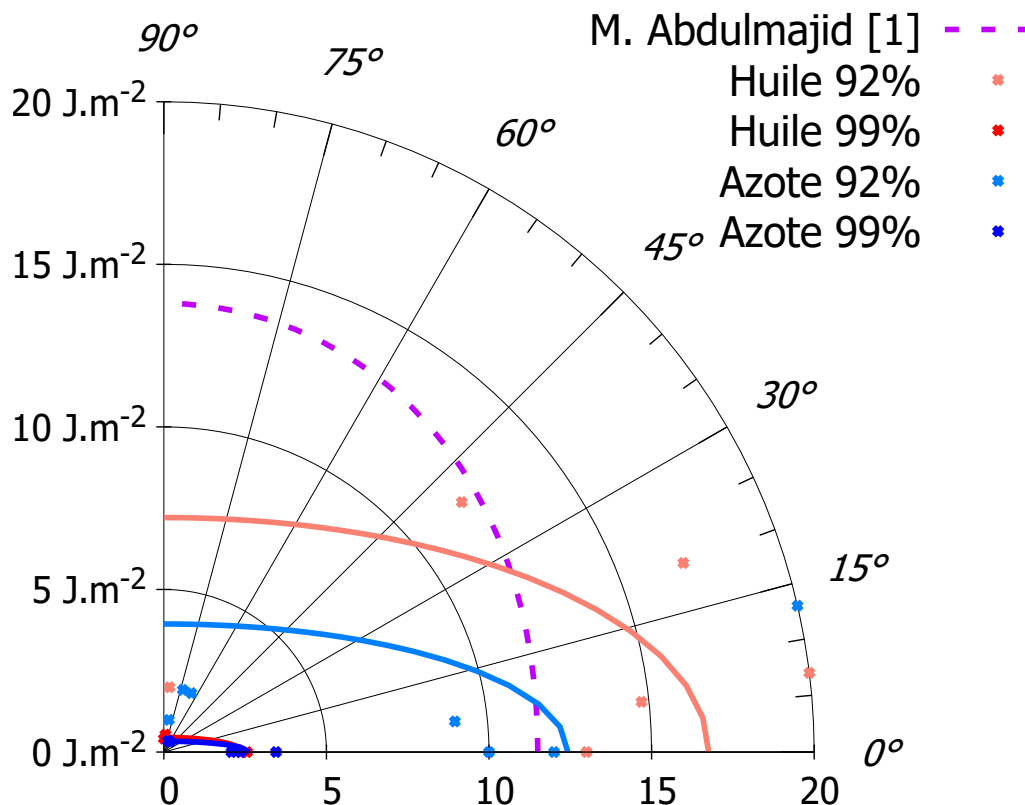


FIGURE 3.5 – Évolution de l'énergie critique de fissuration selon le degré de saturation S_r et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure

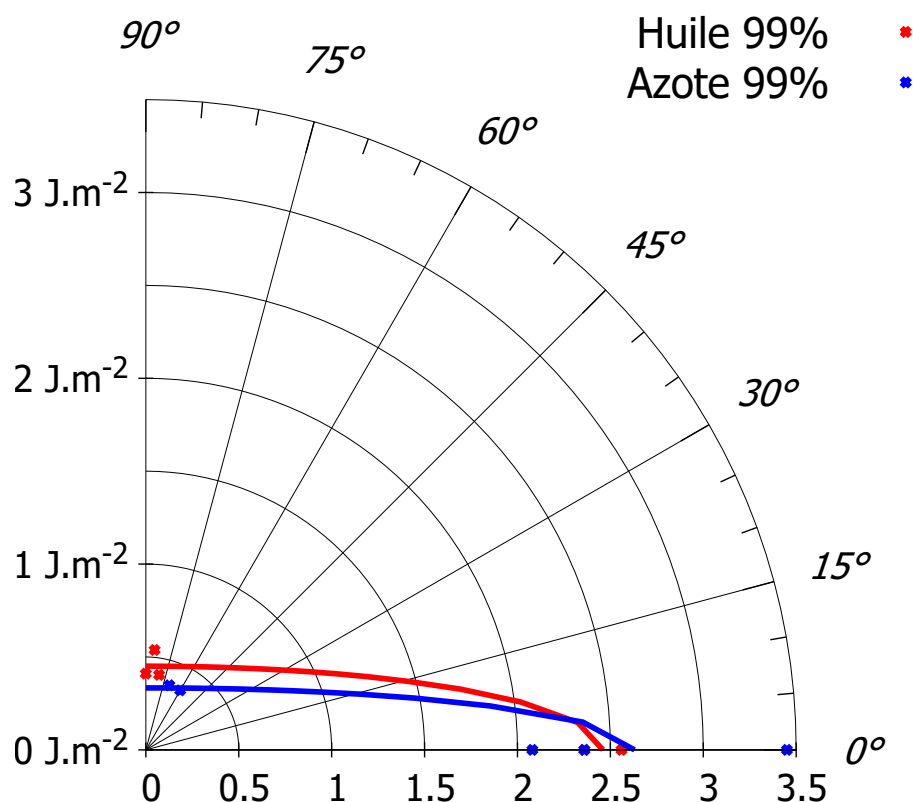


FIGURE 3.6 – Évolution de l'énergie critique de fissuration selon le degré de saturation S_r et l'angle mesuré entre l'entaille et la fissure

2.6 Contre-étude sur la ténacité

Une contre-étude par fractographie a été réalisée par un partenaire, *Tortoise*, sur les échantillons T55-3 et T55-4, voir l'ANN. A pour la méthode et le détail de l'analyse. Ces deux échantillons ont été resaturés à 99% puis fracturés à l'huile : T55-3 présentait une entaille parallèle au litage (la fissure s'est initiée depuis le fond de l'entaille mais avec un angle de 20° par rapport au plan de l'entaille) alors que T55-4 avait une entaille perpendiculaire au litage et à la fissure. Tous les essais à $S_r=99\%$ provenaient de 3 cellules T1 contiguës donc le résultat de la contre-étude a été étendu aux essais correspondants.

Cette étude, voir en ANN. A pour le détail, a permis de mesurer une ténacité valant $0.11 \pm 0.2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ sur les deux échantillons. Cette valeur étant directement liée à l'état final de l'échantillon, elle ne permet pas de dissocier, seule, les effets de l'injection et de la resaturation. Ces valeurs sont en adéquation avec les résultats de la FIG. 3.4 pour des angles inférieurs à 45°. Au delà, les écarts entre les valeurs de *Tortoise* et les résultats des injections sont marqués : la résistance passant de $0.11 \text{ MPa.m}^{1/2}$ à $0.055 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

Ces écarts ont renforcé l'hypothèse de plans de litage *faibles* et pouvaient s'expliquer par l'effet de la resaturation sur certains plans de litage plus susceptibles de s'endomma-

ger. En partant de l'EQUA. 1.10 et en considérant que $E_{endo} = (1 - D) \times E_{intact}$, il a été possible d'obtenir le système d'équations 3.1. La résolution de ce système a été réduite à $D = 1 - \frac{K_{c,endo}^2}{K_{c,intact}^2}$, ce qui a donné un endommagement initial dû à la resaturation valant $D = 0.75^{+0.1}_{-0.2}$.

$$\begin{cases} K_{c,intact} = \sqrt{2E_{intact}G} & = 0.11 \pm 0.02 \text{ MPa.m}^{1/2} \\ K_{c,endo} = \sqrt{2(1-D)E_{intact}G} & = 0.055 \pm 0.005 \text{ MPa.m}^{1/2} \end{cases} \quad (3.1)$$

3 Étude de l'impact des inclusions sur la fissuration

Le protocole expérimental, présenté en CHAP. 2, permet l'observation de la propagation d'une fissure dans l'argilite du Callovo-Oxfordien lors d'un essai de fracturation hydraulique *en temps réel* grâce à la tomographie à rayons X donc une dizaine d'essais a été planifiée sur un total de 4 semaines. Ces essais n'ont pas permis de relever un comportement net et évident sur les zones d'amorces et les chemins de propagation. Les images 3D réalisées ont permis une étude poussée de l'effet des inclusions sur la fissuration.

3.1 Étude de la fissuration sous tomographie à rayons X

Après avoir atteint le degré de saturation voulu, $S_r=99\%$, une dizaine d'échantillons a été sélectionnée pour des essais dans le tomographe à rayons X. La seule variation avec les essais du CHAP. 2 reposait sur l'injection *par palier* (voir la FIG. 3.7) à partir des pressions relevées précédemment et d'essais préliminaires :

1. Augmentation de la pression par injection à débit constant jusqu'à atteindre la pression cible ;
2. Maintien de la pression durant le temps nécessaire pour réaliser la prise d'images tomographiques.

Les échantillons ont été divisés en 2 lots :

- Le lot *T* était réglé avec les paramètres suivants : résolution de 30 μm , 2880 images, 4 images par seconde, mouvement hélicoïdal, source réglée à 135 kV avec un filtre en bronze 0.4 mm. Les paliers d'injection étaient de 2 bars ;
- Le lot *K* était réglé avec les mêmes paramètres que le lot *T* à l'exception de la résolution (diminuée sur 25 μm) et du nombre d'images (augmenté à 4320). Les paliers d'injection étaient réduits à 1 bar.

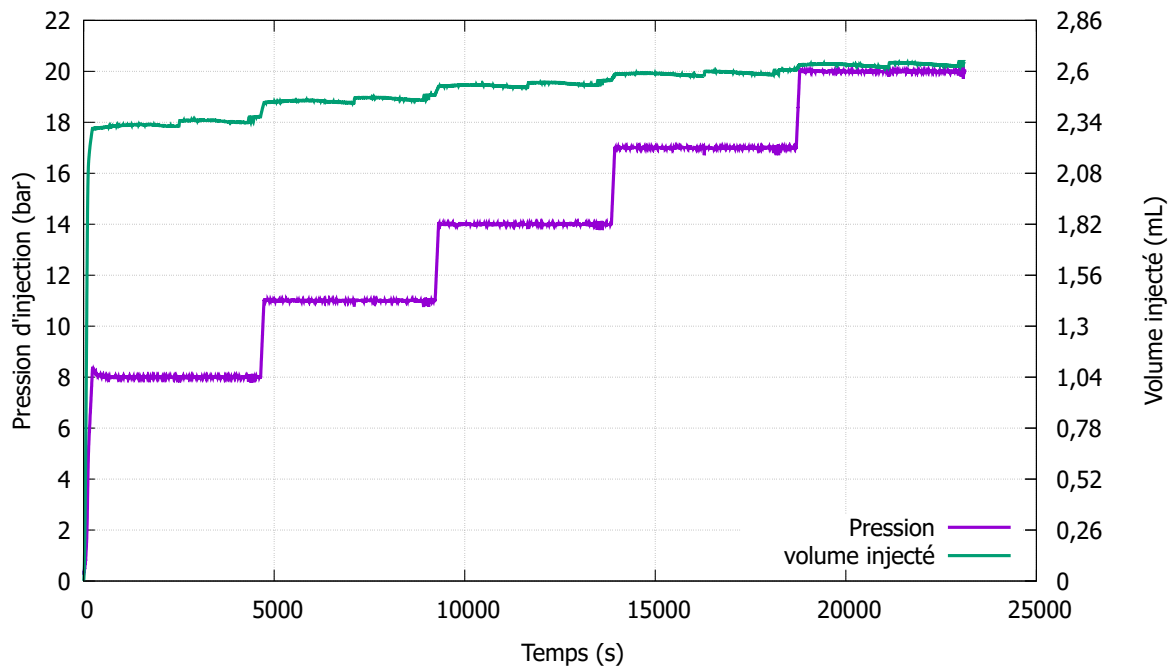


FIGURE 3.7 – Injection *par palier* - Phase de vérification et d'essai pré-campagne expérimentale

En observant les images tomographiques brutes, plusieurs échantillons présentaient des fissures visibles avant la mise en place du chargement vertical assurant l'étanchéité et seul l'échantillon T99-1 a montré une évolution de la fissure lors de l'injection. Comme proposé par N. Lenoir dans sa thèse [66], les images 3D ont fait l'objet de manipulations mathématiques et de corrélations :

- Pour l'échantillon T99-1, la fissure a intégralement traversé l'échantillon entre deux paliers ce qui traduit des paliers de pression trop espacés et rend toute analyse difficile ;
- Pour tous les échantillons ne présentant aucune fissure visible sur les images brutes, ni la corrélation d'image et ni la soustraction d'images à différents paliers (voir la FIG. 3.8) n'ont permis de relever une fissuration.

Du fait de la résolution des images, il est difficile voire impossible d'observer des fissures dont l'ouverture est inférieure à 50/60 μm . À plusieurs reprises, le débit de fuite a excédé le débit d'injection : il y a donc probablement eu des ouvertures. Ce seuil d'ouverture de fissure nécessaire à l'écoulement, s'il existe, était donc inférieur à 50/60 μm : ce qui résulte corrobore la conclusion de S. Rahal [92], il n'a pas été possible de valider la valeur de seuil valant 16 μm . Les essais n'ayant pas permis de conclure sur l'objectif défini, l'étude a été réorientée sur les inclusions de pyrite, et leur effet sur la fissuration. Les images des échantillons T55-3 et T55-4, scannés *post mortem* avec les paramètres du lot *T*, ont été ajoutées pour obtenir un nombre représentatif d'échantillons *fissurés* (c'est-à-dire présentant au moins une fissure) par rapport aux d'échantillons *intacts* (c'est-

à-dire où aucune fissure n'a été relevée). Une étude statistique sur les inclusions a été réalisée sur 9 jeux d'images 3D, puis une comparaison de l'évolution de la fissuration avec l'emplacement des inclusions a été réalisée sur les échantillons T55-4 et T99-1 dont l'orientation de l'entaille était, respectivement, perpendiculaire et parallèle au litage.

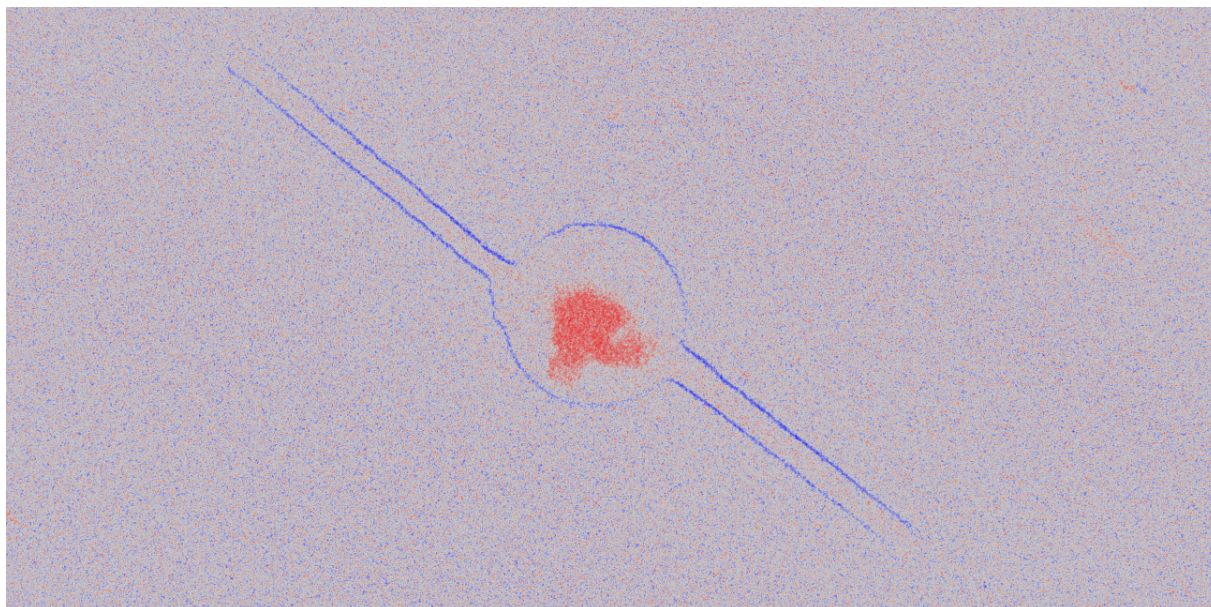


FIGURE 3.8 – Soustraction des images à 35 bars par les images à 0 bars sur l'échantillon K11-X - En bleu la diminution de densité et en rouge l'augmentation de densité

3.2 Analyse statistique sur les inclusions

3.2.1 Labellisation, décompte et études des inclusions

L'étude des inclusions a été facilitée par les propriétés des rayons et du tomographe : l'absorption des rayons dépendant de la densité du matériau (5 pour la pyrite contre 1.8 pour le COx), il fut très simple de les observer en plaçant des seuils de valeur en nuance de gris sur les images tomographiques. Pour faire partie d'une même inclusion, les voxels la formant devaient être connectés par l'un des 6 faces, l'une des 12 arêtes ou l'un des 8 angles : une inclusion coupée en deux par l'entaille étant considérée comme deux inclusions distinctes. Les images étant bruitées, seules les inclusions d'un volume supérieur à 0.1 mm^3 sont considérées. Les éléments restants ont donc été étiquetés comme sur la FIG. 3.9.

Les échantillons ont été séparés en deux groupes dans les graphiques ci-après : les 5 *intacts* à la résolution utilisée sont en couleur pleine, tandis que les 4 fissurés sont en couleur hachurée. Les échantillons commençant par K11 sont issus de la même carotte double gaine aluminium sous vide, T4-5 et T2-1 sont issus de la même cellule T1 tandis que T55-4 et T55-3 sont extraits sur le même tiers de cellule T1. Pour tous, 6 caractéristiques géométriques des inclusions ont été considérées :

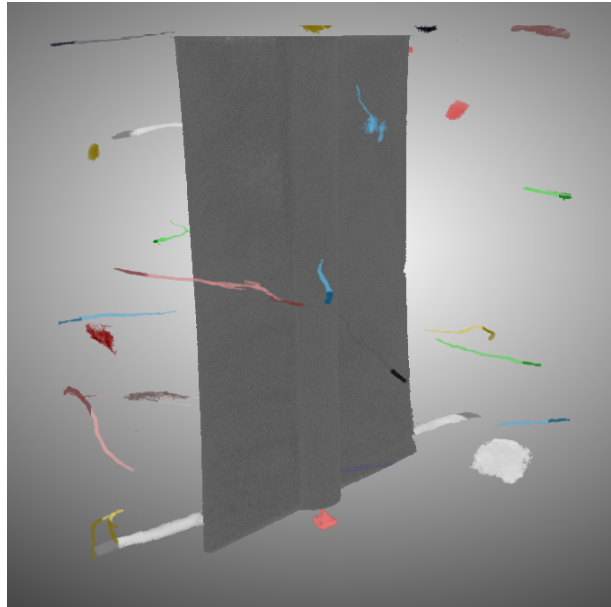


FIGURE 3.9 – Extraction des inclusions de pyrite et attribution d'identifiants - T4-5

- Le volume, voir FIG. 3.10;
- Le rapport de forme qui traduit la présence d'une structure filaire pour les petites valeurs ou d'une ammonite et de morceaux de structures filaires pour les plus grandes, voir la FIG. 3.11;
- La longueur, soit la plus grande dimension, voir la FIG. 3.12;
- Le diamètre, soit la plus petite dimension, voir la FIG. 3.13;
- L'orientation par rapport à l'entaille, toutes les entailles sont parallèles au litage à l'exception de T55-4, voir les FIG. 3.14;
- L'orientation par rapport à la fissure, le cas échéant, voir la FIG. 3.15.

En comparant ces figures, il est apparu que le volume n'était pas un facteur important : K11-7 et T4-5, *intacts*, présentaient parmi les plus nombreuses et les plus grosses inclusions. La forme des inclusions, variant de fines et longues à rondes, n'était pas non plus un paramètre aggravant pour la fissuration. Ce même constat a été réalisé sur les études de longueurs et de diamètres où K11-1 et K11-7, *intacts*, affichaient des occurrences comparables voire supérieures aux échantillons *fracturés*. La répartition de l'orientation des inclusions tubulaires par rapport à l'entaille avait majoritairement la forme d'une courbe de Gauss : elle n'était centrée sur la direction principale du litage que pour T4-5. En observant les orientations par rapport à la fissure principale pour les 4 échantillons *fracturés*, seul T99-1 avait sa répartition centrée sur la fissure principale. Au regard de tous ces éléments, les inclusions visibles ne sont pas liées à l'amorce de la fissuration. Toutefois, il n'est pas à exclure que les échantillons *intacts* soient micro-fissurés à cause d'inclusions de dimensions inférieures voire très inférieures à la résolution des images.

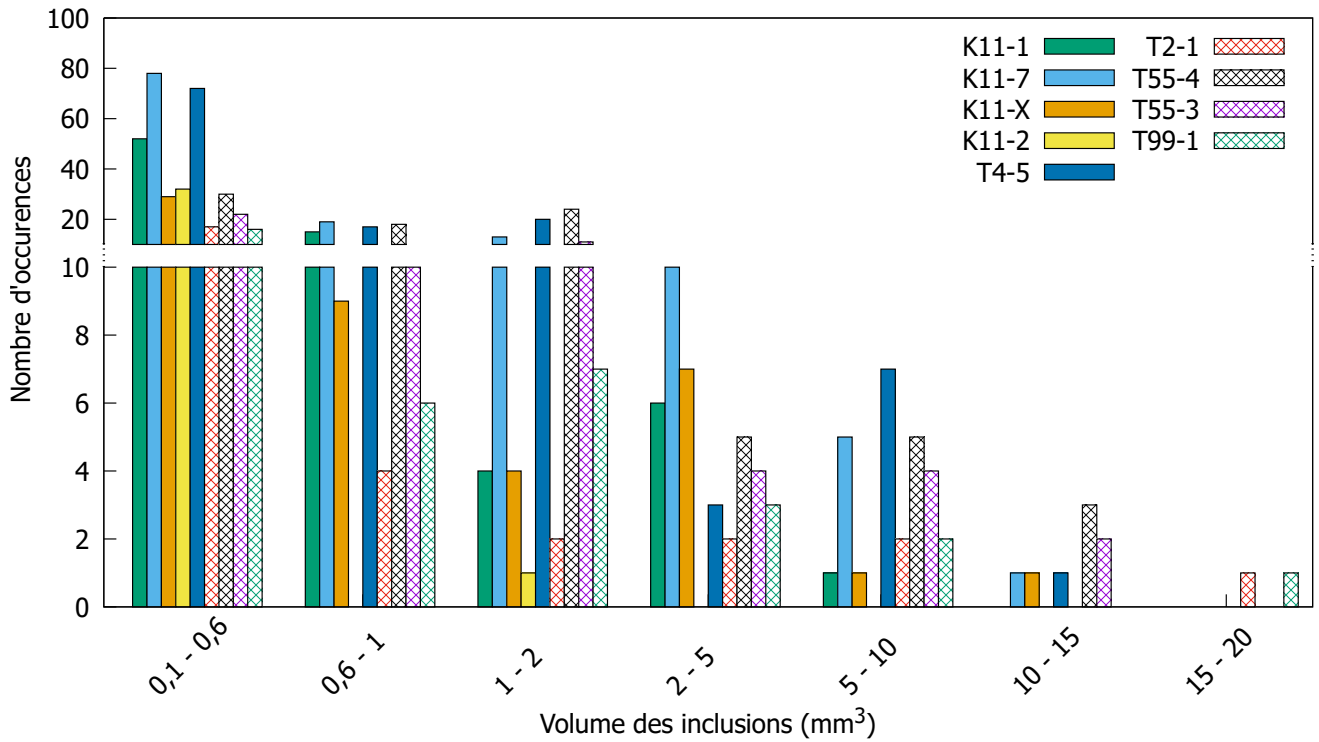


FIGURE 3.10 – Répartition des inclusions de pyrite selon leur volume

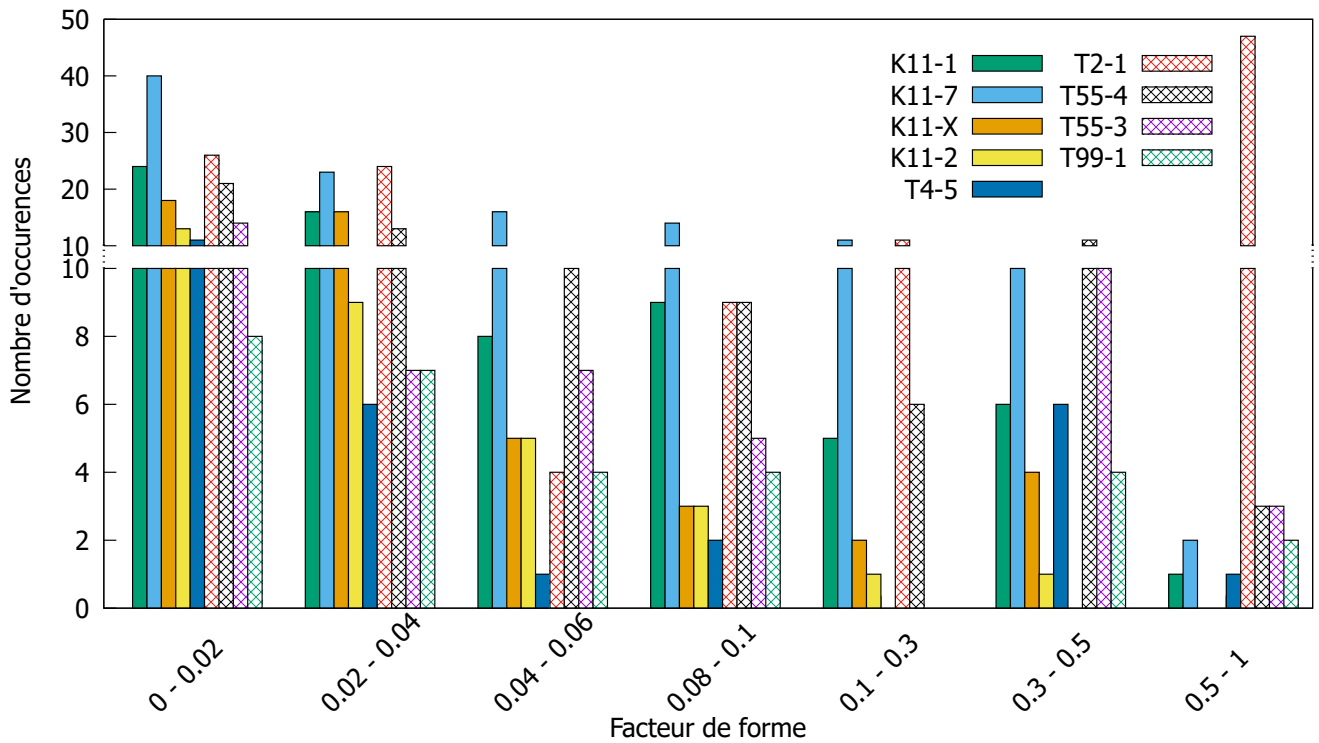


FIGURE 3.11 – Répartition des inclusions sur leur rapport de forme

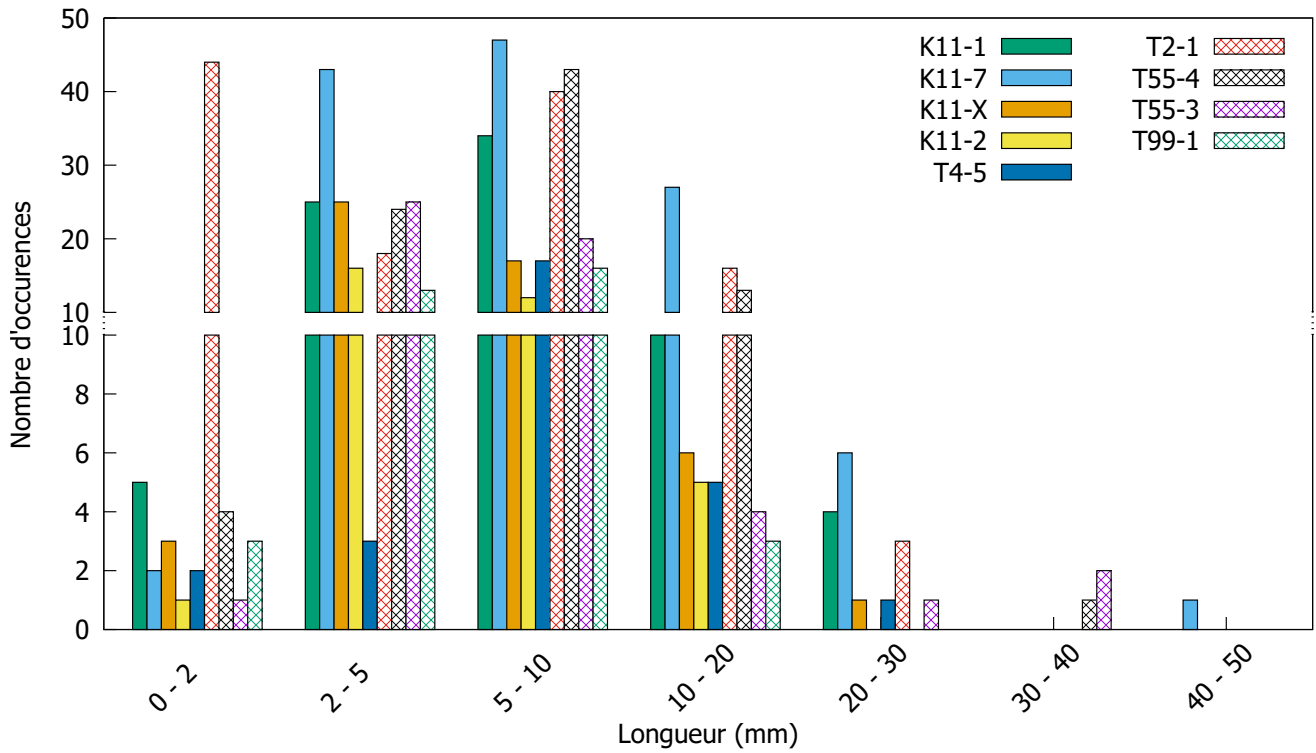


FIGURE 3.12 – Répartition des inclusions de pyrite selon leur longueur

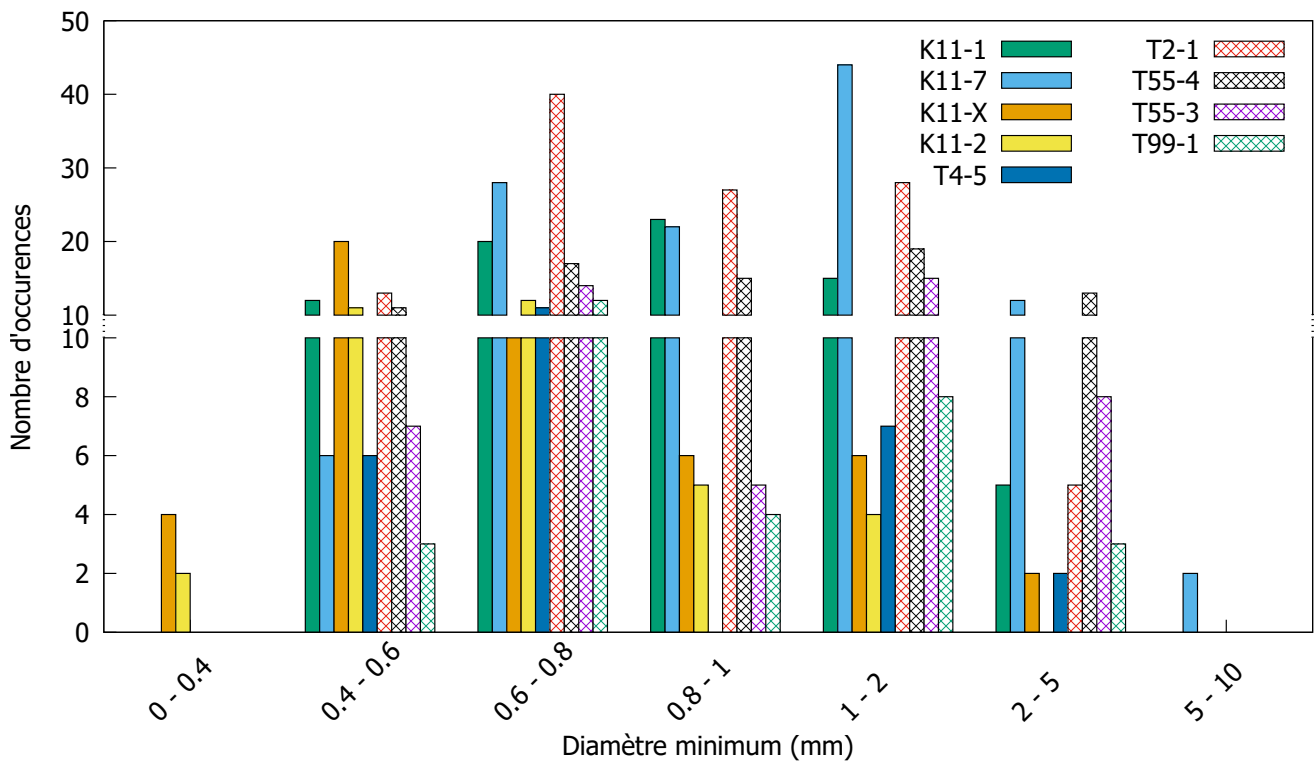


FIGURE 3.13 – Répartition des inclusions de pyrite selon leur diamètre minimum

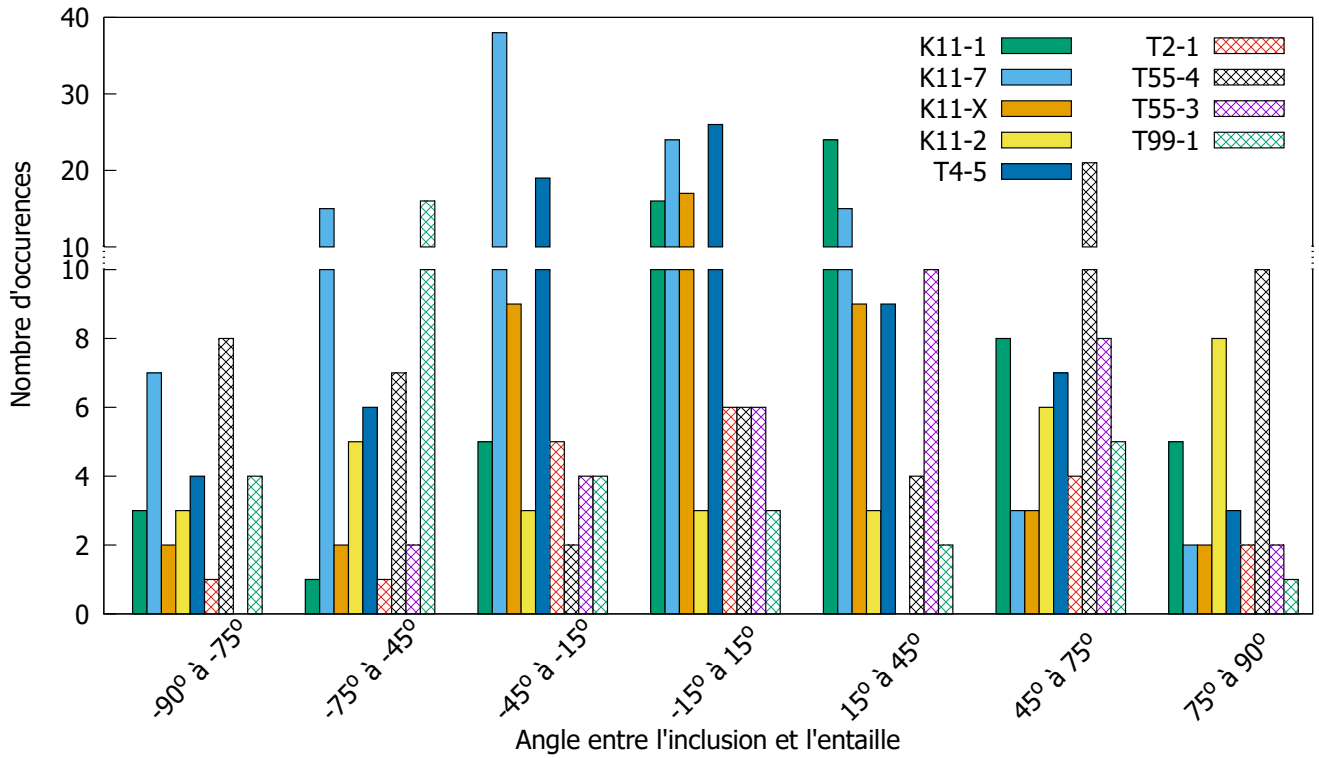


FIGURE 3.14 – Répartition angulaire des inclusions par rapport à l'entaille

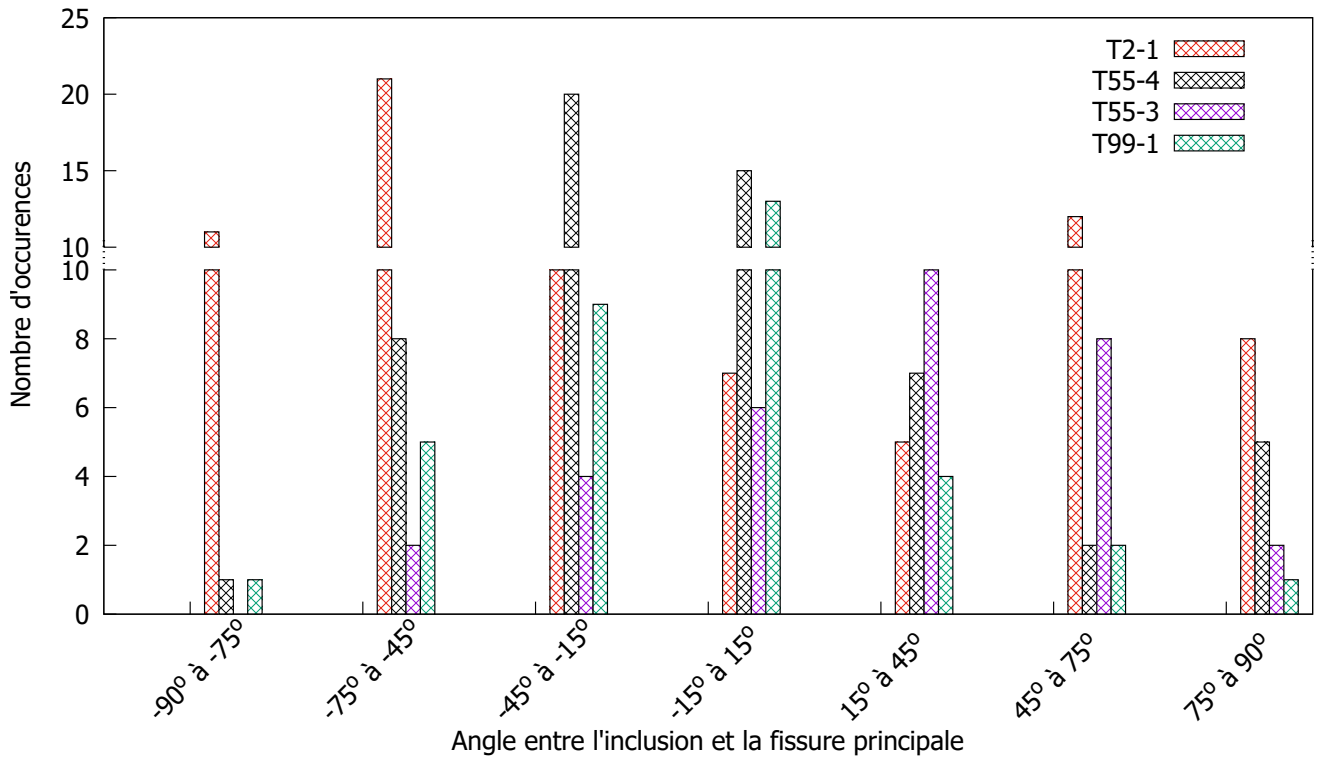


FIGURE 3.15 – Répartition angulaire des inclusions par rapport à la fissure principale

3.2.2 Régression logistique

Pour confirmer les impressions précédentes, des régressions logistiques [25] ont été réalisées à partir des données précédentes pour quantifier leurs effets sur le résultat binaire : échantillon *intact* vs échantillon avec *fissure*. Ces régressions sont basées sur des fonctions logistiques de la forme EQUA. 3.2 où $P(y = 1)$ est la probabilité que l'événement binaire se réalise et $t = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots$ quantifie l'impact des variables x_i ou de leur interactions $x_i x_j$ par des coefficients β_i . En utilisant les données moyennes de la FIG. 3.16.a, il a été possible de tracer les bornes des intervalles de confiance à 95% des régressions logistiques univariées sur la FIG. 3.16. Aucune tendance claire n'a pu être extraite de ces tracés ni d'aucune autre régression (voir TAB. 3.2) où les intervalles de confiance étaient encore plus larges. De plus, en observant les valeurs-p des composantes lors de chaque régression, aucune composante n'avait d'impact plus significatif qu'une autre car leurs valeurs-p étaient toutes comprises entre 0.35 et 1, soit largement supérieures à 0.05 qui est la limite à partir il est estimé qu'un paramètre n'a pas d'impact sur le résultat final [40]. Par conséquent, l'analyse statistique a confirmée que les inclusions ne jouaient pas de rôles majeurs dans la fissuration des échantillons lors d'un essai d'injection.

$$P(y = 1) = \frac{1}{1 + e^{-t}} \quad (3.2)$$

Type de régression	Composante(s) étudiée(s)	Largeur minimale de l'intervalle	Largeur maximale de l'intervalle
Multivariée	Quantité + Volume moyen + Diamètre moyen + Longueur moyenne	1.0000	1.0000
Interaction	Quantité × Volume moyen	0.6018	0.9322
	Quantité × Diamètre moyen	0.5791	0.9999
	Quantité × Longueur moyenne	0.5722	1.0000
	Quantité × Volume moyen × Diamètre moyen × Longueur moyenne	0.5943	1.0000
Multivariée	Répartition du Volume des inclusions	Non convergence	
	Répartition du Facteur de forme des inclusions	1.000	1.000
	Répartition des Longueurs des inclusions	1.000	1.000
	Répartition des Diamètres des inclusions	1.000	1.000
	Répartition des Orientations des inclusions	1.000	1.000

TABLE 3.2 – Composantes et résultats des régressions statistiques complémentaires

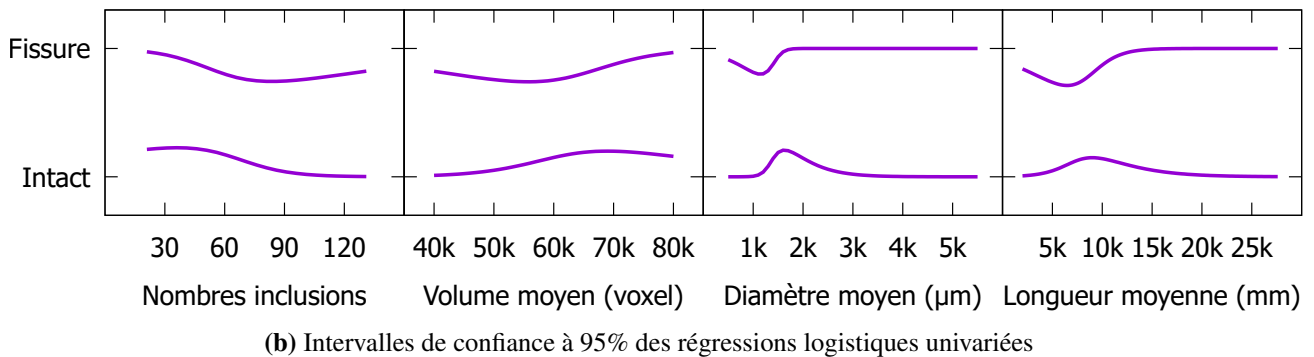
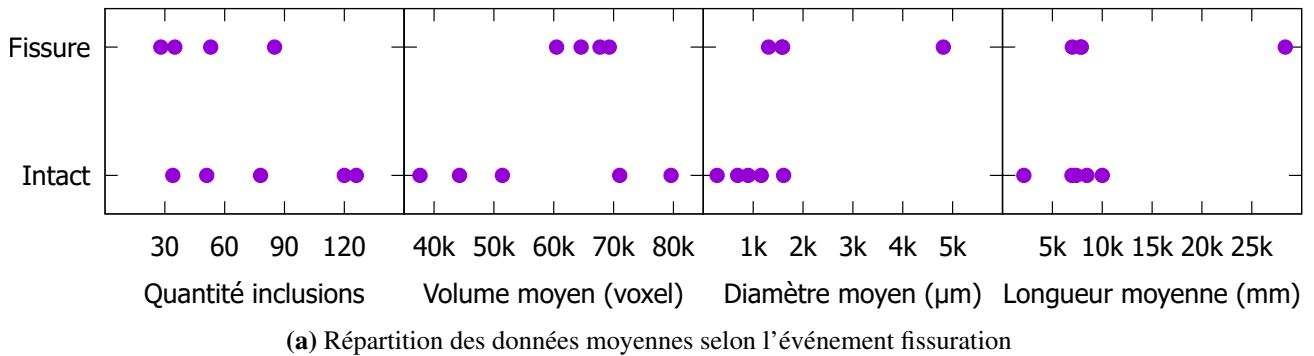


FIGURE 3.16 – Régressions logistiques univariées sur les données moyennes des inclusions

3.3 Analyse 3D des inclusions et des ouvertures

3.3.1 Échantillon T55-4 - Sr=99% - Entaille perpendiculaire au litage

L'échantillon T55-4 a fait l'objet d'un essai d'injection à l'huile par palier avec suivi photographique de sa face supérieure. L'objectif était de suivre la propagation de la fissuration. L'échantillon a été resaturé à 99% et l'entaille découpée perpendiculairement au litage. Le dispositif a été démonté à chaque palier (10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50 et 65 bars) pour photographier l'échantillon avant de remonter le dispositif et de redémarrer l'essai de 0 bar jusqu'au palier suivant. Aucune fissure n'apparaissant dans le prolongement de l'entaille, l'essai a été poussé jusqu'à son maximum de pression avant fuite. L'échantillon a été conservé 2 semaines dans son état après le dernier palier pour être scanné dans le tomographe à rayons X. La FIG. 3.17 présente la face supérieure avant l'essai, la même face après le palier à 25 bars où des fuites d'huile sont visibles le long des fissures qui sont visibles sur la coupe issue de l'image 3D : la fissuration a eu lieu dans le litage, perpendiculairement à l'entaille.

La FIG. 3.18 permettait d'observer la répartition de la quasi totalité des inclusions (en bleu) par rapport à l'entaille et la fissure (gris-blanc). À cause des soudures des fils de jauge, de nombreux *artefacts* étaient présents : il s'agissait des lignes doubles épaisses

blanches. Dans ces images, une seule inclusion semble jouer un rôle significatif dans la fissuration. Pourtant en observant la FIG. 3.19, il est clairement apparu qu'elle n'avait aucun impact sur l'amorce de fissuration ni sur le chemin de fissuration. Pour cet échantillon, la conclusion était la même que lors de l'analyse statistique : les inclusions ne jouent de rôle ni majeur ni mineur dans la fissuration.



FIGURE 3.17 – Photographies et coupe tomographique de l'échantillon T55-4

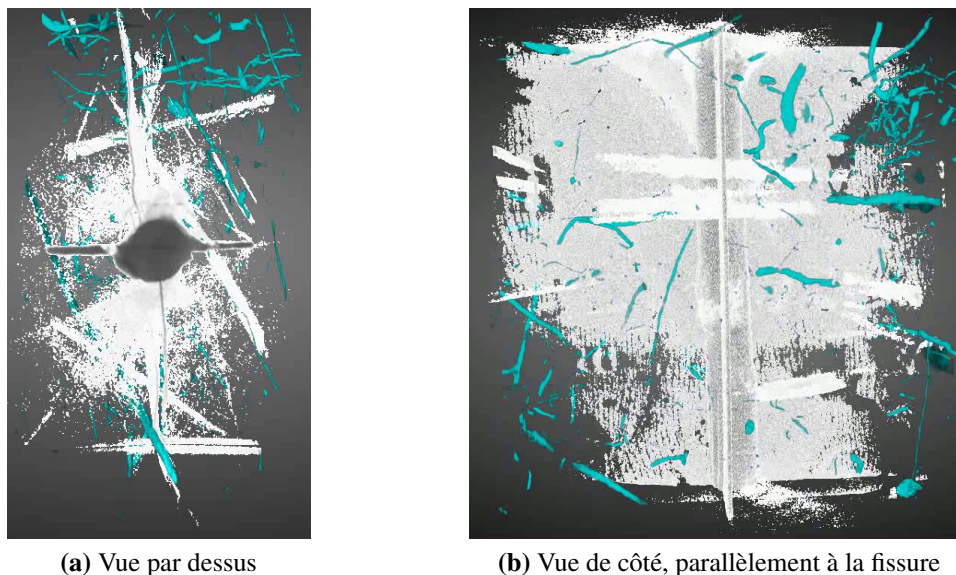
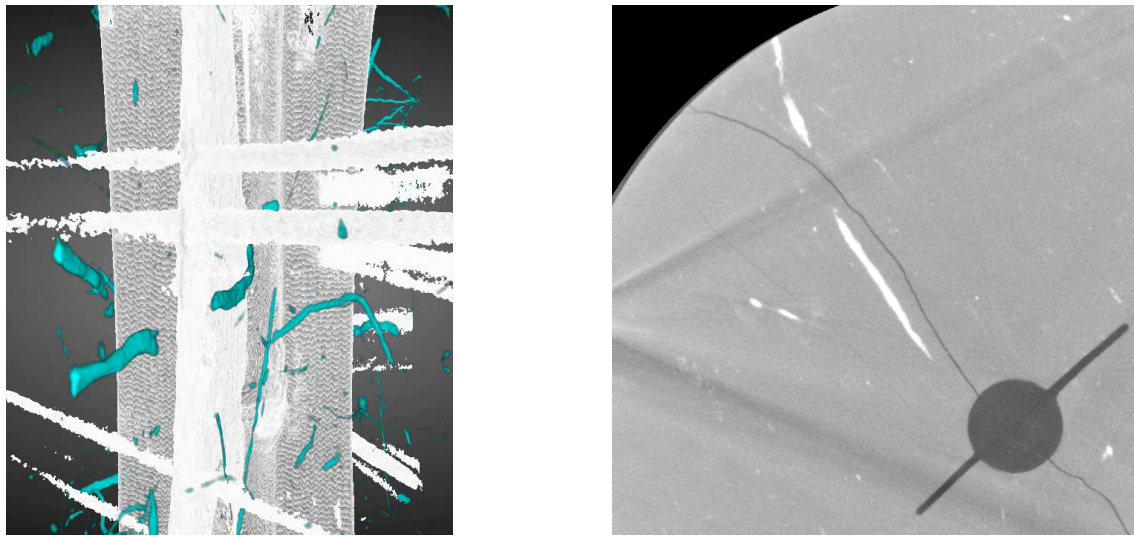


FIGURE 3.18 – T55-4 - Seuillage de l'image 3D pour extraire l'entaille, la fissure (gris-blanc) et les inclusions (turquoise)



(a) Zoom sur l'inclusion en vue 3D

(b) Coupe 2D de la zone proche de l'inclusion

FIGURE 3.19 – T55-4 - Observation de l'inclusion la plus proche de la fissure

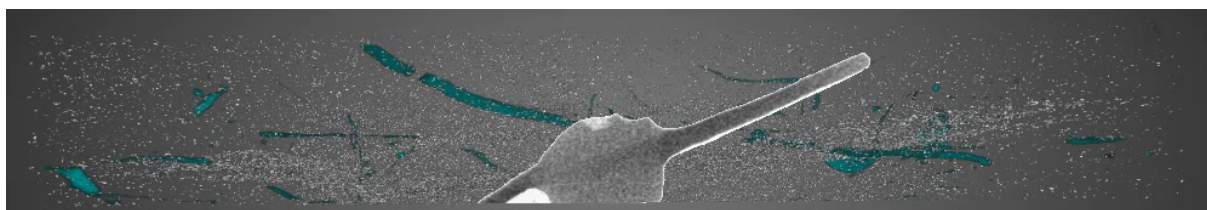
3.3.2 Échantillon T99-1 - Sr=99% - Entaille parallèle au litage

L'échantillon T99-1 a été soumis à une injection à l'huile par palier avec suivi tomographique. Comme pour l'échantillon précédemment présenté : l'objectif était de suivre la propagation de la fissuration pour une resaturation à 99%. L'entaille a été découpée parallèlement au litage. Les prises d'images 3D ont été réalisées à 0, 4, 8, 12, 16, 18, 20, 22, 24 et 26 bars.

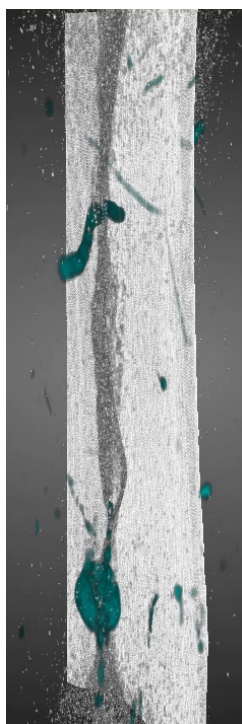
Comme souligné par la FIG. 3.20 présentant l'échantillon T99-1 au palier à 24 bars, la fissure était difficilement visible en dépit d'une résolution d'image réglée à 30 μm par pixel. Toutefois, il est apparu très nettement que la fissuration a eu lieu dans un plan proche de l'entaille sans passer par l'entaille : il s'agissait très probablement du litage qui se trouvait dans la marge d'erreur. Un tel scénario de fissuration n'a pu être possible que si ce plan possédait une résistance hautement dégradée de l'ordre des plus petites valeurs mesurées dans la section précédente. Les images c et d permettaient une comparaison rapide entre deux des inclusions les plus larges et proches de la fissure avec le trajet de celle-ci :

- Dans le cas c, la pyrite a pu avoir un impact sur l'amorce car deux fissures parallèles étaient présentes mais la fissure a rapidement cessé de suivre l'inclusion ;
- Dans le cas d, la fissure a contourné l'inclusion dans sa totalité.

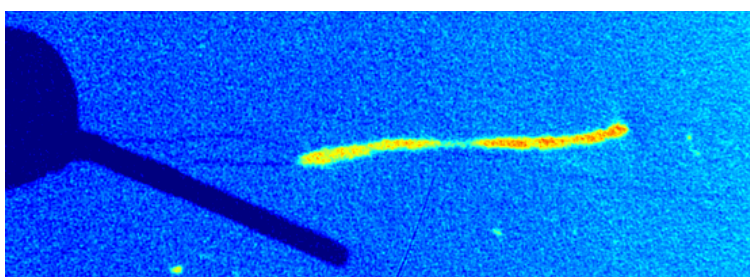
Des conclusions similaires aux précédentes ont pu être tirées : la pyrite n'a pas de rôle majeur sur le chemin de fissuration mais peut-être un impact mineur sur l'amorce et il existe des plans de litage avec des propriétés fortement dégradées.



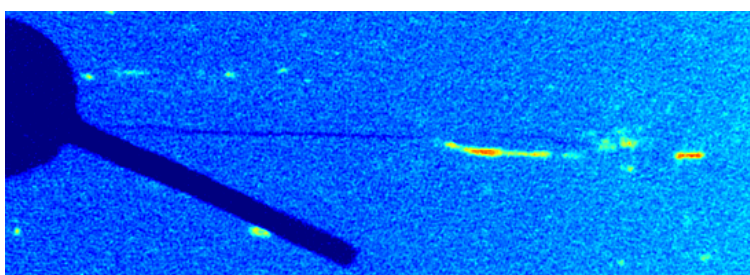
(a) Seuillage de l'image 3D, vu par la face supérieure, de l'entaille, la fissure (gris-blanc) et des inclusions (turquoise)



(b) Vue du plan de fissure



(c) Comparaison du chemin de fissuration avec la position de la large inclusion visible en (b) : divergence des trajets dès la mi-inclusion



(d) Comparaison du chemin de fissuration avec la position d'une inclusion : divergence totale des trajets

FIGURE 3.20 – Seuillage de l'échantillon T99-1 et observation de deux inclusions proches du chemin de fissuration

4 Conclusion

Ce chapitre expérimental portait sur deux aspects de la fissuration : son initiation et sa propagation. Tous les échantillons ont été préparés dans les locaux du SIAME d'Anglet avant d'être resaturé soit à Anglet soit à Gières. Au total, une vingtaine de carottes, en cellule T1 ou sous double gaine aluminium sous vide, ont été ouvertes ce qui représentait environ 200 échantillons possibles. Mais certaines carottes, brisées en deux dès l'ouverture, n'ont pas permis de carotter des échantillons. Seuls 90 cylindres ont pu être enroulés dans la coque composite puis un tiers, environ, s'est fendu lors de l'usinage : 48 échantillons seulement ont finalement pu être utilisés. Malgré les difficultés de prépara-

tion des échantillons, imputable à l'opérateur comme au matériau, la quantité d'essais a été suffisante pour observer des tendances claires :

1. Les essais de caractérisation de l'initiation de fissures ont mis en avant ou confirmé les éléments suivants :
 - Au-delà d'un degré de saturation de 92%, obtenu par resaturation, la résistance du matériau est fortement dégradée comme cela avait déjà été observé [26, 47];
 - Pour un degré de saturation de 99%, la nature du fluide a un impact négligeable sur la fracturation;
 - Dans 94% des cas, toutes saturations et tous fluides confondus, la fissuration a lieu dans une direction parallèle aux plans de litage;
 - La disparité des résultats pour des entailles parallèle au litage et l'homogénéité des résultats pour les entailles perpendiculaire au litage montrent la présence des plans de litage aux propriétés mécaniques très variables parmi lesquels certains sont défailants avec propriétés mécaniques fortement dégradées. L'échantillon T99-1 souligne parfaitement l'existence de ces plans dégradés et de leur répartition hétérogène dans le matériau : en effet, le modèle numérique utilisée pour le développement et les données disponibles [1] ne permettaient pas d'obtenir une fissuration si proche de l'entaille sans passer par l'entaille. Des études récentes [32, 76] ont notamment montré que, lors de la resaturation, certaines couches d'argiles se chargeaient plus que d'autres en eau d'où la création d'un réseau de micro-fissures saturées : ces résultats soutiennent fortement l'hypothèse de plans aux propriétés dégradées et avec une répartition hétérogène.

Pour corroborer l'hypothèse des plans de litage *faibles*, une contre-étude a été commandée auprès du partenaire *Tortoise*, spécialiste de fractographie statistique (ANN. A). Les résultats obtenus ont permis de confirmer l'homogénéité des valeurs de ténacité totale ($0.11 \pm 0.02 \text{ MPa.m}^{1/2}$), c'est-à-dire prenant en compte les effets de la resaturation et les effets de l'injection. Pour les essais avec des angles d'amorce supérieure à 45° , les valeurs mesurées étaient divisées par 2 : l'injection a donc permis d'ouvrir le plan où l'endommagement dû à la resaturation était le plus grand. Alors que pour les essais avec des angles d'amorce inférieure à 45° , un seul plan de litage était traversé : les valeurs relevées ont montré que ces plans étaient peu ou pas endommagés lors de la resaturation.

2. Les essais d'observation de la propagation dans le tomographe à rayons X n'ont pas permis de réaliser l'étude initialement prévue car, sur 7 échantillons, une seule fissuration a été observée dans le tomographe, sur l'échantillon T99-1, mais sans s'amorcer depuis le fond de l'entaille et avec une largeur inférieure à 3 pixels au plus large ce qui a rendu ce résultat quasi-inutilisable. Les autres échantillons ont possiblement pu fissurer lors des essais d'injections mais, à la résolution choisie des images du tomographe, aucune ouverture n'a été relevée à l'oeil nu ou à l'aide d'outils numériques. Les échantillons provenant de carottes et de forages différents, l'hétérogénéité intrinsèque du COx, soulignée par la variabilité de résistance des plans de litage, pourrait expliquer la non-fracturation des certains éléments.

Le conditionnement des échantillons soit en cellule T1 (nom d'échantillon commençant par T) soit en doubles gaines aluminium sous vide (nom d'échantillon commençant par K) pourrait avoir un impact mais cette hypothèse est biaisée par le fait que les doubles gaines aluminiums et les cellules T1 ne proviennent pas du même forage et donc de la même zone. Toutefois, les images 3D réalisées ont été utilisées de réaliser une étude plus poussée, sur l'effet des inclusions sur la fissuration, qui a montré l'impact négligeable voire nul des inclusions sur l'initiation et le chemin de fissuration dans le cas d'une injection fluide, contrairement à ce qui a pu être observé lors des essais triaxiaux [99].

Ces conclusions ont permis d'anticiper les éléments à mettre en oeuvre ou non pour l'amélioration du modèle numérique [110] avec notamment la mise en place de plans de litage avec un espacement compris en 2 et 10 mm et d'un endommagement initial de resaturation ainsi que la déconsidération des inclusions vis-à-vis de l'injection.

Chapitre 4

Simulations numériques des essais d'injection

*I'm no model lady. A model's just
an imitation of the real thing.*

Mae West

Sommaire

1	Introduction	83
2	Principes du modèle de gonflement - fissuration	83
3	Équations du modèle	86
	3.1 Propriétés de l'argilite du Callovo-Oxfordien	86
	3.2 Déformations de retrait-gonflement de l'argilite	87
	3.3 Déformations plastiques	88
	3.4 Endommagement	89
	3.5 Perméabilité	90
4	Validation du modèle	90
	4.1 Propagation d'une fracture hydraulique	91
	4.2 Propagation d'une fracture hydraulique avec défaut	92
5	Simulations d'essais d'injection - Chemin de fissuration	93
	5.1 Cas 1 - $S_r = 99\%$ - Pas de litage	95
	5.2 Cas 2 - $S_r = 99\%$ - Litage parallèle à l'entaille	95

5.3	Cas 3 - Sr = 99% - Litage perpendiculaire à l'entaille	96
6	Conclusion	97

1 Introduction

Le chapitre précédent a présenté le comportement de l'argilite du Callovo-Oxfordien vis-à-vis d'essais d'injection à l'huile mais surtout à l'azote. Si les inclusions n'ont pas eu d'effet sur la fracturation, le litage, en revanche, a quasi-toujours gouverné la direction de l'ouverture des fissures à cause d'une très grande variabilité des propriétés mécaniques.

L'objectif principal de cette thèse étant d'améliorer la représentation existante du COx, la mise au point d'un modèle numérique prenant en compte ces nouveaux éléments était nécessaire. Ce modèle, présenté dans ce chapitre, a été réalisé l'équipe du SIAME, et notamment Jeremy Rabone dans le cadre de son post-doctorat avec l'Andra. Il a repris de nombreux éléments du modèle de Hui Wang dont les équations présentées ici ont été, en partie, extraites de [110, 113] et adaptées quand cela était nécessaire. Le modèle a été confronté à deux exemples de la littérature avant d'être utilisé pour vérifier la conclusion de la contre-étude sur l'endommagement des plans de litage.

2 Principes du modèle de gonflement - fissuration

Le modèle numérique de H. Wang ne permettait pas d'appliquer un chargement de type injection fluide ce qui ne permettait pas de reproduire les essais du CHAP. 3 en l'état. Si H. Wang avait permis de coupler la modélisation poro-élastique et le modèle d'endommagement de Fichant (ce qui n'est pas implémenté dans Cast3M), J. Rabone a du refaire ce couplage pour assurer l'ouverture de fissures. Le modèle de J. Rabone, dont les équations principales sont présentées dans la section suivante, est divisible en deux parties :

1. Dans la FIG. 4.1 :
 - Le maillage de l'échantillon selon les dimensions spécifiées au CHAP. 2, à l'exception de la hauteur est réduite pour des raisons de temps de calcul, est réalisé avec la densité de mailles DI voulue ;
 - Avec la géométrie finale, le chargement de type injection fluide, divisé en n paliers, est appliqué à la fois comme un flux de gaz et comme une force ;
 - À partir de la saturation S_r , les propriétés du COx sont calculées ;
 - La saturation initiale est prise à 92% comme lors de l'ouverture des cellules : selon la valeur de S_r , le COx est alors resaturé ou désaturé.
2. Dans la FIG. 4.2 :
 - Le chargement est appliqué comme un flux de gaz pour calculer la pression capillaire, notamment dans les nouveaux éléments endommagés ;
 - Le chargement est alors appliqué comme un force pour calculer la déformation du COx et son potentiel endommagement, ce qui permet de calculer la variation de perméabilité local et les déformations de retrait-gonflement : ces trois étapes ont nécessité le plus de modifications des fichiers sources de Cast3M ;
 - Pour passer au palier de pression suivant, soit le critère sur le résidu (l'écart entre les efforts intérieurs et les efforts extérieurs [22]) est atteint soit la taille

d'un des éléments a augmenté au delà d'un seuil fixé (déformation infinie d'éléments endommagées sans résistante résiduelle).

Variable	Description	Valeurs
RADI	Rayon de l'échantillon	20 mm
HOLE	Rayon du trou d'injection	2 mm
LONG	Hauteur de l'échantillon	5 mm (1/8 ^{ème})
FENTX	Largeur totale des entailles	21 mm
FENTY	Epaisseur des entailles	0.5 mm
DI	Densité du maille	Entier ≥ 1
MAXPRESS	Pression maximale de l'injection	35 bars
n	Nombre d'itérations	200
ESAT	Module d'Young du COx saturé	4.32 GPa
DTSSAT	Critère d'endommagement pour le COx saturé	0.9 MPa
Sr	Degré de saturation	Voir CHAP.3
K	Perméabilité intrinsèque	$1 \times 10^{-20} \text{ m}^2$
KF	Ténacité	Voir CHAP.3

TABLE 4.1 – Variables nécessaires au modèle présenté en FIG. 4.1 et 4.2

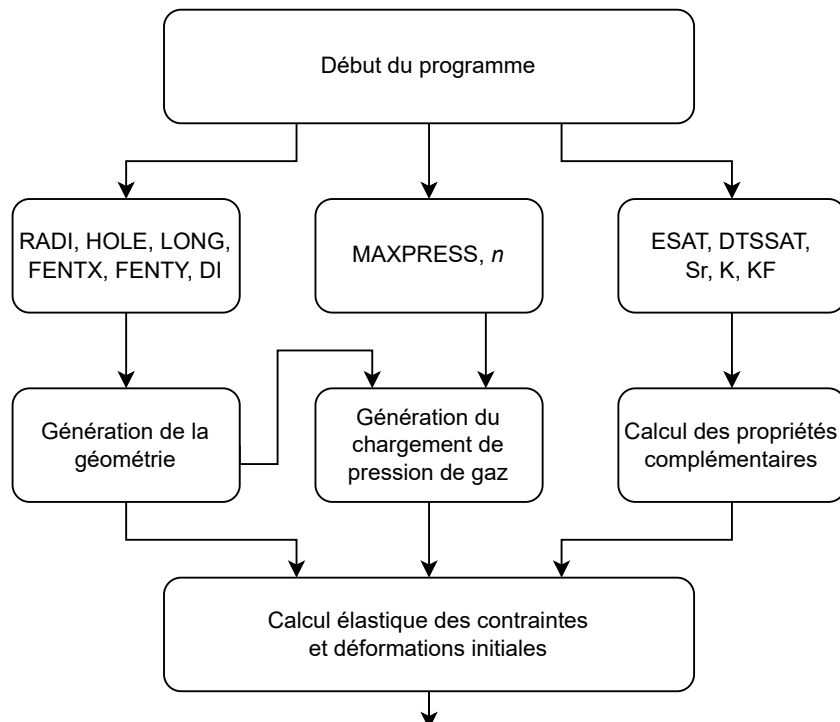


FIGURE 4.1 – Organigramme de programmation du modèle - Partie 1

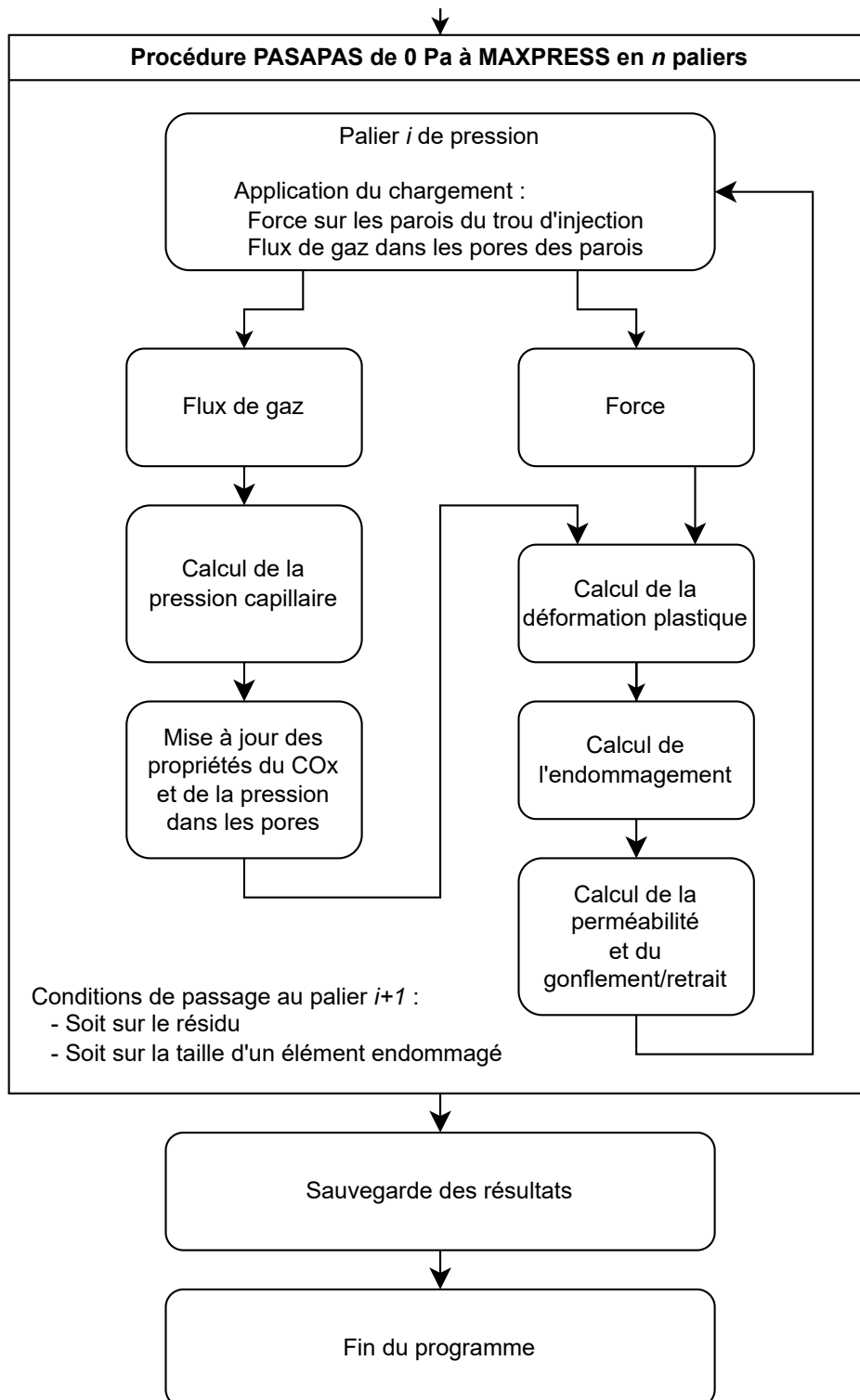


FIGURE 4.2 – Organigramme de programmation du modèle - Partie 2

3 Équations du modèle

3.1 Propriétés de l'argilite du Callovo-Oxfordien

A partir des résultats de [123], il a été possible d'obtenir une relation linéaire entre la variation du module d'Young E et celle de l'humidité relative à l'équilibre HR : l'EQUA. 4.1 où $E_{saturation}$ est le module d'Young E à $Sr = 1$ dans la FIG. 1.14.

$$\frac{E}{E_{saturation}} = -1.09 \times HR + 2.04 \quad (4.1)$$

La résistance à la traction, EQUA. 4.2, nécessaire pour les déformations plastiques et l'endommagement, a été obtenu à partir des essais de [109].

$$\frac{R_0}{R_{0,saturation}} = -1.09 \times HR + 2.04 \quad (4.2)$$

avec $R_{0,saturation} = 0.9MPa$.

Pour lier degré de saturation Sr , pression capillaire P_c et humidité relative HR , le modèle de [106] et l'équation de Kelvin ont été nécessaires : EQUA. 4.3 et 4.4.

$$S_r = \frac{1}{\left(1 + (\alpha_0 P_c)^{\frac{1}{1-m}}\right)^m} \quad (4.3)$$

avec $\alpha_0 = 2.6 \times 10^8$ et $m = 0.45$.

$$HR = \exp\left(\frac{M_{eau} P_c}{RT \rho_{eau}}\right) \quad (4.4)$$

avec M_{eau} la masse molaire de l'eau, ρ_{eau} sa masse volumique, R la constante des gaz parfaits et T la température du milieu.

3.2 Déformations de retrait-gonflement de l'argilite

L'utilisation du modèle poro-élastique [15] n'ayant pas suffi pour représenter les larges déformations réversibles de retrait-gonflement de l'argilite (RGA), l'algorithme présenté en FIG. 4.3 a été mis en place pour calculer les contraintes RGA σ_{RGA} à chaque boucle i du calcul et mettre à jouer la contrainte nécessaire à la résolution de l'équation d'équilibre (EQUA. 4.5). La valeur du coefficient de Biot B au pas i s'écrit selon l'EQUA. 4.6. Dans les simulations de la dernière section, cette boucle est uniquement utilisée au premier pas de temps pour initialiser les valeurs.

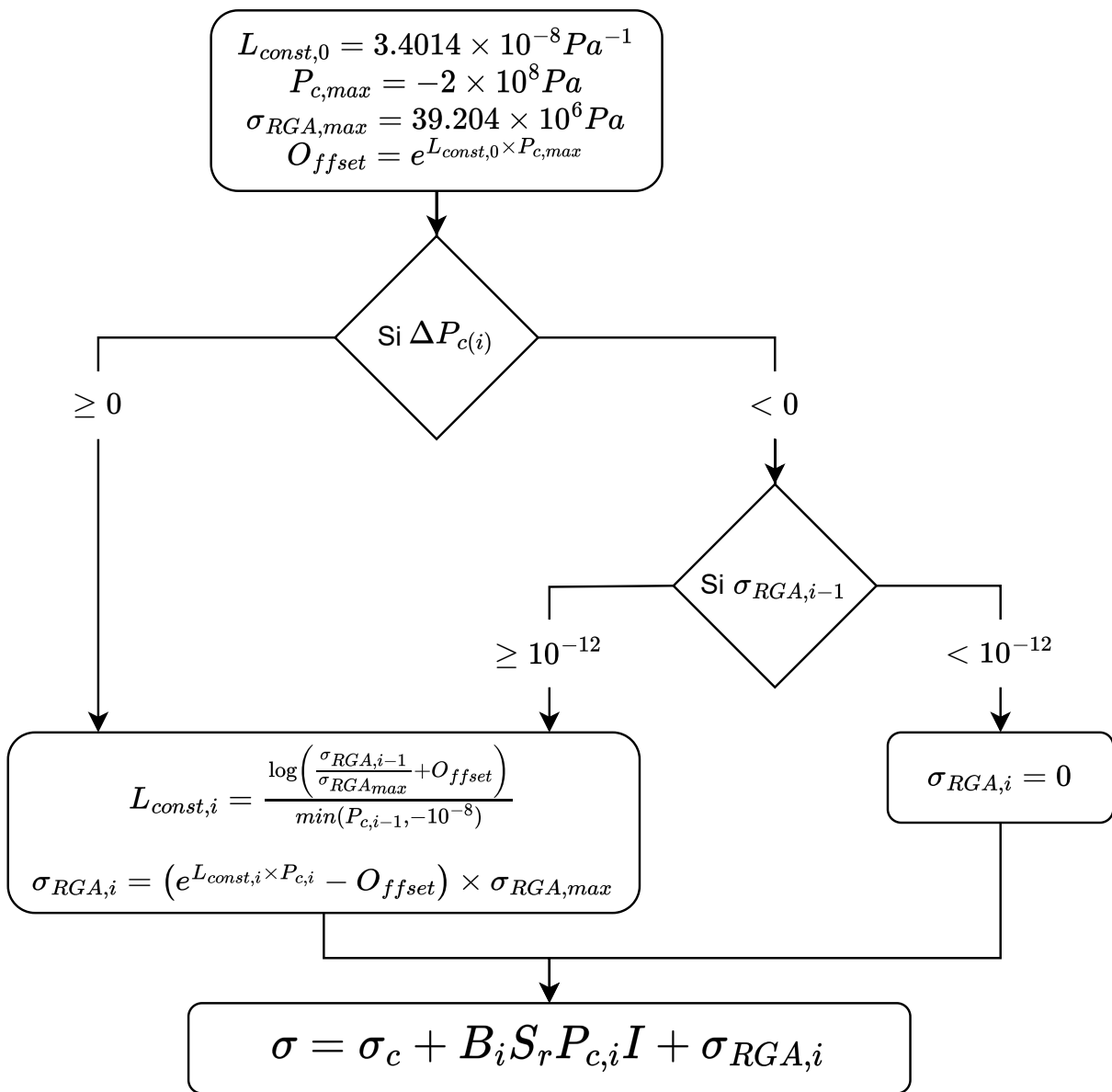


FIGURE 4.3 – Algorithme de calcul des déformations RGA (ϵ_{RGA}) à l'étape i

$$\operatorname{div}(\sigma) + f = 0 \quad (4.5)$$

$$B = (-1.09 \times HR + 2.04) \times B_{\text{saturation}} \quad (4.6)$$

avec $B_{\text{saturation}} = 0.85$ [9].

3.3 Déformations plastiques

Le modèle de base est celui de Fichant [38] qui couple l'endommagement à la plasticité, ce qui est nécessaire pour évaluer l'ouverture de fissure [72]. Pour éviter d'avoir des dissipations d'énergie concurrentes (endommagement et plasticité), la plasticité est calculée sur le matériau non endommagé et l'endommagement sur les contraintes plastiques. La loi d'érouissage plastique conditionne donc la part plastique et la part endommagée. Le critère de Nadai [79] a été utilisé pour la fonction d'érouissage plastique présentée par l'EQUA. 4.7 où se trouve la déformation équivalente de Von Mises (EQUA. 4.8). L'EQUA. 4.11 traduisait la contrainte effective après déformations plastiques.

$$F(\sigma) = \frac{\sigma_v + B_1 \times \operatorname{Tr}(\sigma)}{C_1} - (R_0 + \dot{R}) \quad (4.7)$$

avec B_1 et C_1 provenant de l'EQUA. 4.9 et \dot{R} provenant de l'EQUA. 4.10.

$$\sigma_v = \sqrt{\frac{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_x - \sigma_z)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + 6(\sigma_{xy}^2 + \sigma_{xz}^2 + \sigma_{yz}^2)}{2}} \quad (4.8)$$

$$\begin{cases} B_1 = 1, C_1 = 2 & \text{si } \operatorname{Tr}(\sigma) > -4(R_0 + R) \\ B_1 = 0.25, C_1 = 3 & \text{sinon} \end{cases} \quad (4.9)$$

$$\dot{R} = M_P \times \dot{p} \quad (4.10)$$

avec \dot{p} l'incrément de déformation plastique cumulée et M_P le module d'érouissage plastique.

$$\bar{\sigma}_{ij} = (\epsilon_{kk} - \epsilon_{kk}^p) \frac{\nu E}{(1 + \nu)(1 + 2\nu)} \delta_{ij} + 2(\epsilon_{ij} - \epsilon_{ij}^p) \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (4.11)$$

avec δ_{ij} le symbole de Kronecker, $d\epsilon_{ii}^p$ et $d\epsilon_{ij}^p$ calculées à partir de l'EQUA. 4.12.

$$\begin{aligned} d\epsilon_{ii}^p &= d\epsilon_x \times \frac{dF}{d\sigma_{ii}} C_1 \\ d\epsilon_{ij}^p &= 2d\epsilon_{ij} \times \frac{dF}{d\sigma_{ij}} C_1 \end{aligned} \quad (4.12)$$

3.4 Endommagement

H. Wang avait utilisé le modèle de Fichant [39] dans sa thèse. Ici, le calcul de endommagement D est basé sur le modèle microplan isotrope [38] de Cast3M : voir l'EQUA. 4.13. Dans le modèle de Hui Wang, les effets de l'endommagement s'appliquent à la fois sur la partie en traction et à la fois sur la partie en compression : ce choix entraînait des instabilités numériques dues à la pression poreuse qui venait déformer à l'infini les éléments endommagés. Pour pallier cette instabilité, nous avons fait tendre le comportement du matériau vers celui d'un fluide lorsqu'il est endommagé, c'est-à-dire que la raideur initiale est conservée mais l'endommagement ne s'applique plus que sur la partie en traction : voir l'EQUA. 4.18. Le module de Biot M_{Biot} diminue avec l'endommagement, voir l'EQUA. 4.19. Pour assurer une dissipation d'énergie par unité de fissuration constant, le modèle d'endommagement est régularisé par la méthode de Hillerborg [53] : l'orientation de la fissuration n'est pas totalement indépendante du maillage mais elle est adaptée dès lors que les mailles sont plus grandes que la longueur de corrélation de la fissuration. Compte tenu des résultats du CHAP. 3, les longueurs de corrélations peuvent être micrométriques.

$$D = 1 - \frac{\epsilon_{d0}}{\tilde{\epsilon}} \times \exp(\beta_1 \times (\epsilon_{d0} - \tilde{\epsilon})) \quad (4.13)$$

$$\beta_1 = h \times F_P \times R_0 \quad (4.14)$$

$$F_P = \frac{E}{M_P} + 1 \quad (4.15)$$

$$\epsilon_{d_0} = \frac{R_0}{E} \quad (4.16)$$

$$\tilde{\epsilon} = \sqrt{\epsilon_I^2 + \epsilon_{II}^2 + \epsilon_{III}^2} \quad (4.17)$$

$$\sigma = (1 - D) \times \text{dev}^+(\bar{\sigma}) + \text{dev}^-(\bar{\sigma}) + \frac{1}{3}\text{Tr}(\bar{\sigma}) \quad (4.18)$$

avec dev^+ la partie positive du déviateur et dev^- sa partie négative.

$$M_{Biot} = (1 - D) \times M_{Biot,0} \quad (4.19)$$

avec $M_{Biot,0}$.

3.5 Perméabilité

L'ouverture de la fissure (w) dans les éléments endommagés est obtenue à l'aide de la procédure OUVFISS [72] de Cast3M. Puis en utilisant les travaux de [114] et la loi de Darcy, il est alors possible de calculer la variation isotrope de perméabilité avec l'EQUA. 4.20 ci-dessous. La FIG. 4.5 montre la

$$K_{fissure} = \frac{w^3}{12L_{fissure}} \quad (4.20)$$

avec $L_{fissure}$ la largeur de la fissure

4 Validation du modèle

Le modèle a été validé sur deux exemples en déformations planes issus des travaux de H. Li *et al.* [67]. Le premier cas est un cas très souvent simulé [96, 115] : la propagation d'une fissure lors d'une injection d'un fluide sous pression. Dans le second cas, un défaut (une zone endommagée) est placé dans le massif.

4.1 Propagation d'une fracture hydraulique

La géométrie utilisée est présentée en FIG. 4.4 et les paramètres mécaniques sont les suivants : la résistance à la traction $R_0 = 3 \text{ MPa}$, le module d'Young $E = 17 \text{ GPa}$, l'énergie de fissuration $G_f = 300 \text{ N/m}$, la perméabilité $K = 10^{-15} \text{ m}^2$, le coefficient de Biot $B = 0.9$, le module de Biot $M_B = 6 \text{ GPa}$, le débit d'injection $Q = 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$, le pas de temps $\Delta t = 0.1 \text{ s}$ et la taille des mailles $h = 0.025$. Les FIG. 4.5 et 4.6 montrent la bonne concordance des simulations sur le chemin de fissuration même si le modèle présenté dans ce chapitre surestime légèrement la longueur de fissuration.

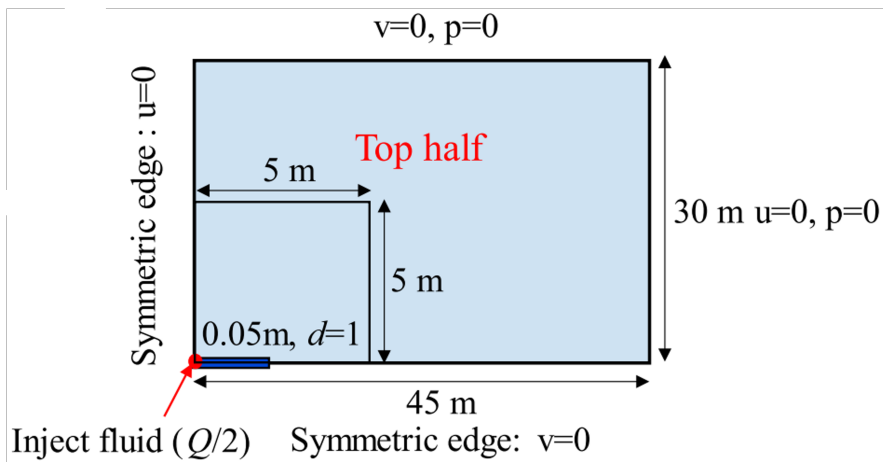


FIGURE 4.4 – Géométrie et conditions au limite, extrait de [67]

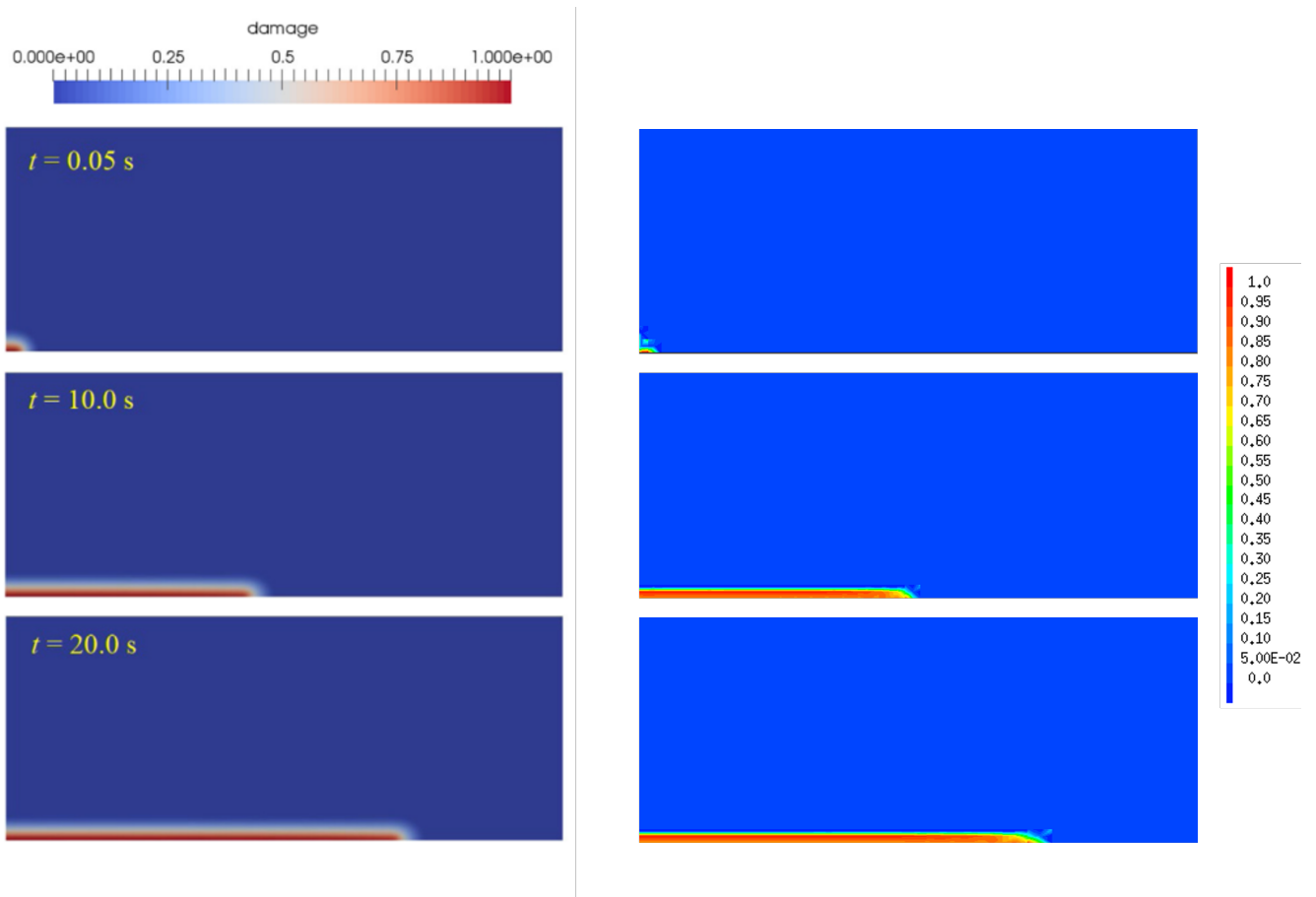


FIGURE 4.5 – Comparaison de l'endommagement au cours du temps entre la littérature [67] et le modèle

4.2 Propagation d'une fracture hydraulique avec défaut

La géométrie utilisée est présentée en FIG. 4.7 et ses paramètres mécaniques sont les suivants : la résistance à la traction $R_0 = 0.9 \text{ MPa}$, le module d'Young $E = 1 \text{ GPa}$, l'énergie de fissuration $G_f = 12 \text{ N/m}$, la perméabilité $K = 2.5 \times 10^{-17} \text{ m}^2$, le coefficient de Biot $B = 0.45$, le module de Biot $M_B = 0.5 \text{ GPa}$, le débit d'injection $Q = 6.45 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$, le pas de temps $\Delta t = 0.01 \text{ s}$ et la taille des mailles $h = 0.05$.

La FIG. 4.8 montre l'excellente concordance des simulations sur le chemin de fissuration même si le modèle présenté dans ce chapitre présente une fissure après défaut plus large et légèrement moins verticale. Le modèle et, surtout, sa capacité à prendre en compte les défauts initiaux et à modifier le chemin de fissuration ont donc été validés.

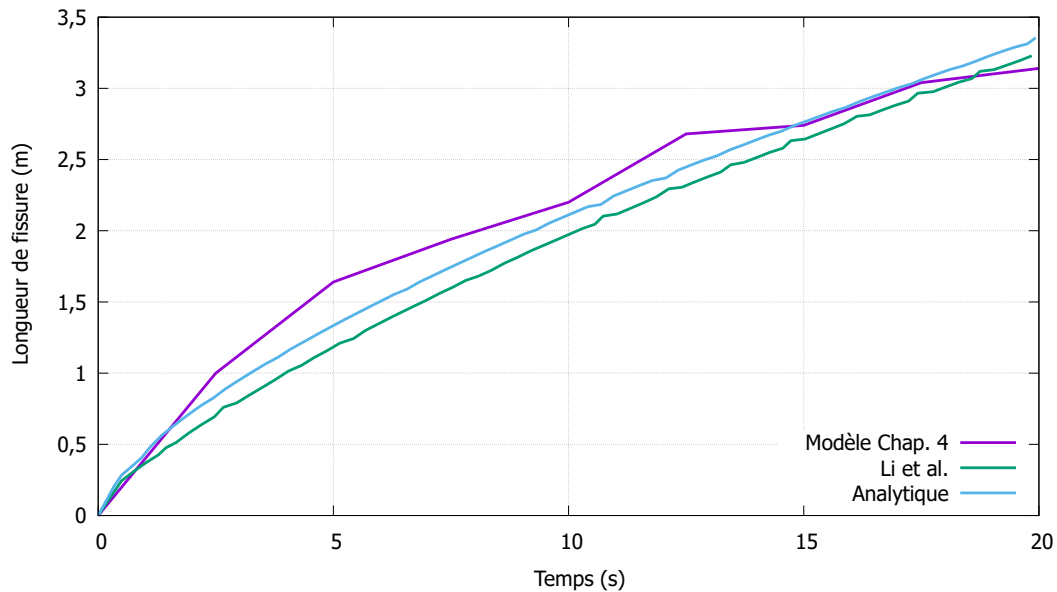


FIGURE 4.6 – Comparaison de la longueur de fissuration au cours du temps entre la solution analytique, la littérature [67] et le modèle

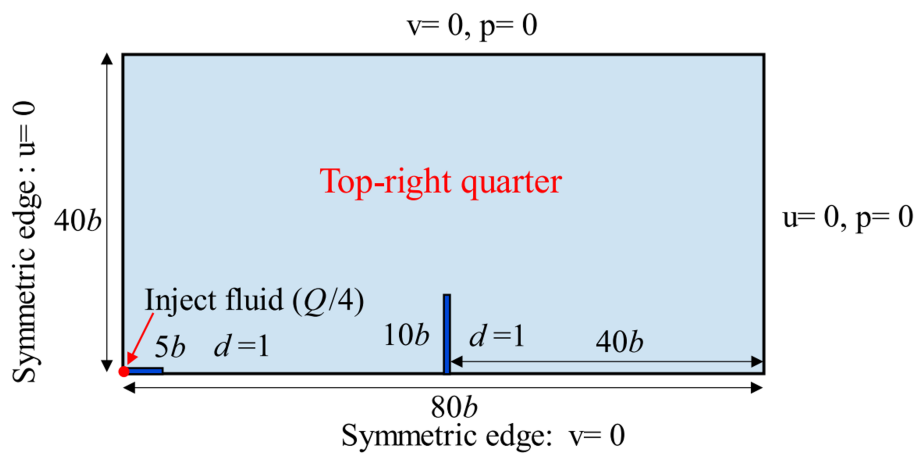


FIGURE 4.7 – Géométrie et conditions au limite, extrait de [67]

5 Simulations d'essais d'injection - Chemin de fissuration

Dans cette section, les chemins de fissuration de trois essais d'injection sont étudiés :

1. Aucun litage n'est modélisé, la fissuration doit avoir lieu dans le prolongement de l'entaille ;
2. Un litage est modélisé parallèlement à l'entaille, la fissuration doit avoir lieu dans le prolongement de l'entaille et peut passer dans le litage ;

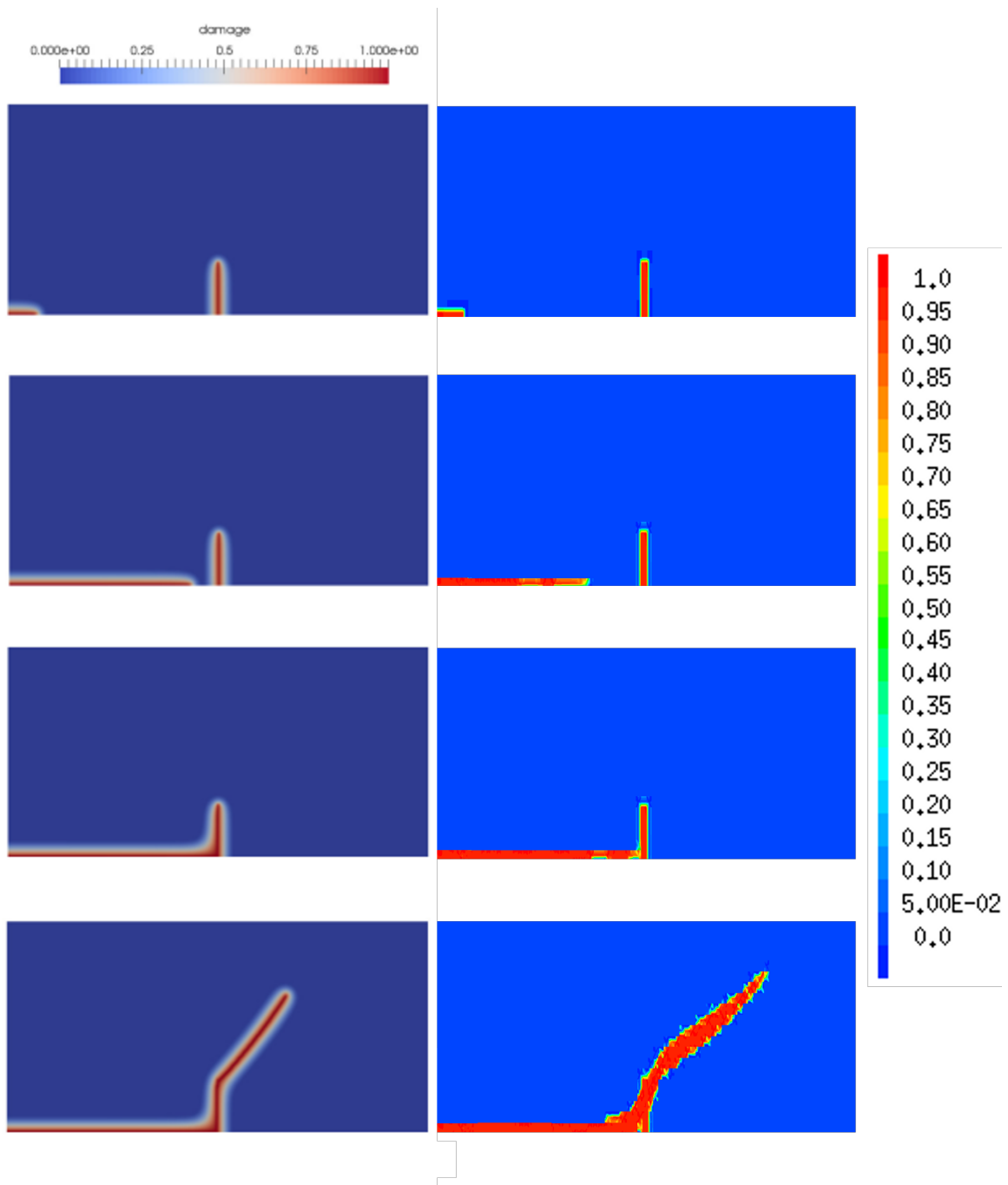


FIGURE 4.8 – Comparaison des chemins de fissuration entre la littérature [67] et le modèle, extrait de [67]

3. Un litage est modélisé perpendiculairement à l'entaille, la fissuration doit avoir lieu dans le litage.

Le litage est modélisé par des bandes avec un endommagement compris entre $D = 0$ et $D = 0.8$ et espacées de 2 mm à 10 mm. Les propriétés mécanique et la géométrie sont

celles présentées dans les chapitres précédents. Le maillage pour les trois cas est identique et est présenté en FIG. 4.9. La coque composite est modélisée par un cercle d'éléments coques. Les simulations sont réalisées en 2D en contraintes planes (la contrainte - verticale en 3D - appliquée dans l'axe du trou d'injection lors des essais est présente pour contrer la pression du fluide et éviter les fuites et non pour appliquer le changement *in situ*).

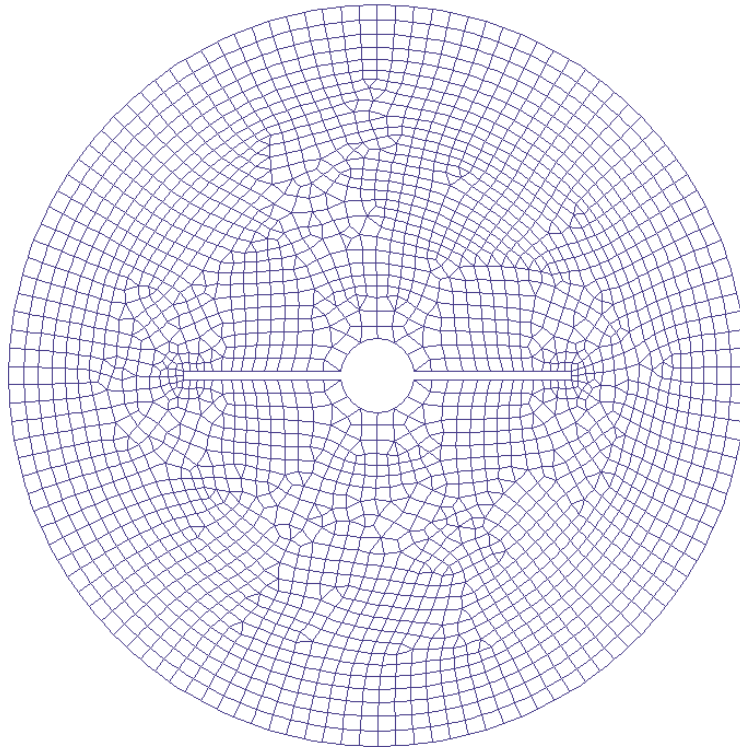


FIGURE 4.9 – Maillage utilisé pour les trois cas de simulations

5.1 Cas 1 - $S_r = 99\%$ - Pas de litage

Les résultats présentés sur la FIG. 4.10 sont ceux attendus avec une fissuration dans le prolongement de l'entaille et dont le chemin exact dépend du maillage. Des pressions négatives sont observées aux abords de la zone fissurée, ce phénomène non-physique [30] est dû aux éléments finis [37].

5.2 Cas 2 - $S_r = 99\%$ - Litage parallèle à l'entaille

En comparant les FIG. 4.10 et 4.11 où le chargement et le maillage sont identiques, la différence entre les chemins de fissuration est nette : le chemin de fissuration a dévié vers les zones où l'endommagement local est le plus élevé alors que ces zones ne sont pas en face de la double entaille.

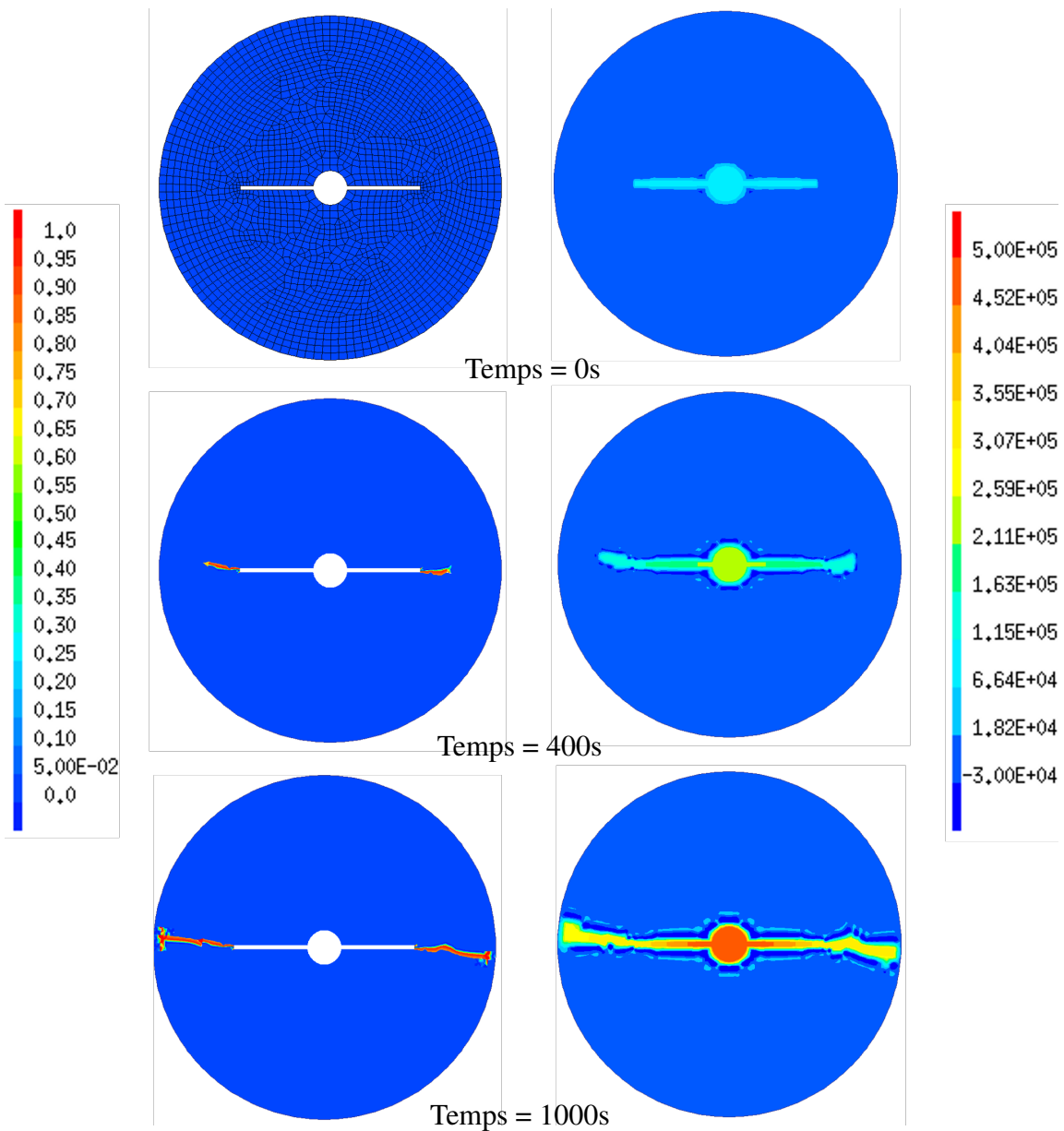


FIGURE 4.10 – Évolution de l'endommagement et de la pression (Pa) au cours du temps

5.3 Cas 3 - $S_r = 99\%$ - Litage perpendiculaire à l'entaille

La contre-étude du CHAP. 3 avait permis de calculer un endommagement initial dû à la resaturation valant $D = 0.75^{+0.1}_{-0.2}$. La FIG. 4.12 souligne le résultat de la contre-étude. Des bandes de litage perpendiculaires à l'entaille avec un endommagement entre 0.7 et 0.8 modifient grandement le chemin de fissuration qui ne s'étend pas plus loin que les bandes endommagées. La pression augmente fortement dans ces zones endommagées ce qui.

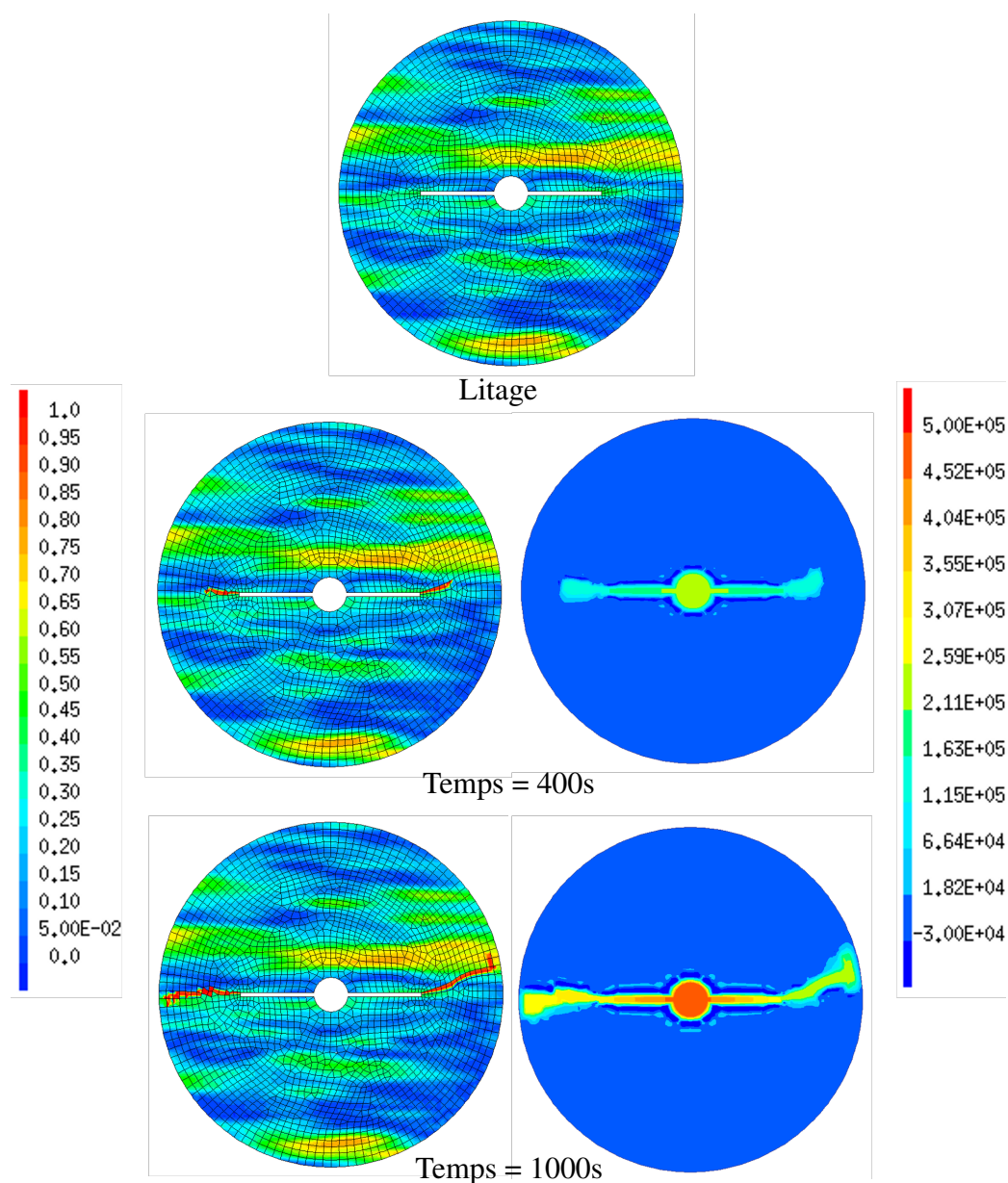


FIGURE 4.11 – Évolution de l’endommagement et de la pression (Pa) au cours du temps

6 Conclusion

L’objectif principal de cette thèse reposait sur l’amélioration de la représentation existante de l’argilite du Callovo-Oxfordien. La thèse de Hui Wang [110] a servi de base à une collaboration avec Jeremy Rabone pour mettre au point le modèle numérique actuel.

Le modèle a permis de reproduire deux résultats classiques de la littérature tout en s’assurant de sa capacité à prendre en compte un défaut initial. Des simulations ont été réalisées pour vérifier l’hypothèse, issue de la contre-étude, selon laquelle un endommagement initial $D = 0.75^{+0.1}_{-0.2}$ est nécessaire pour dévier la fissure de 90° pour rejoindre le

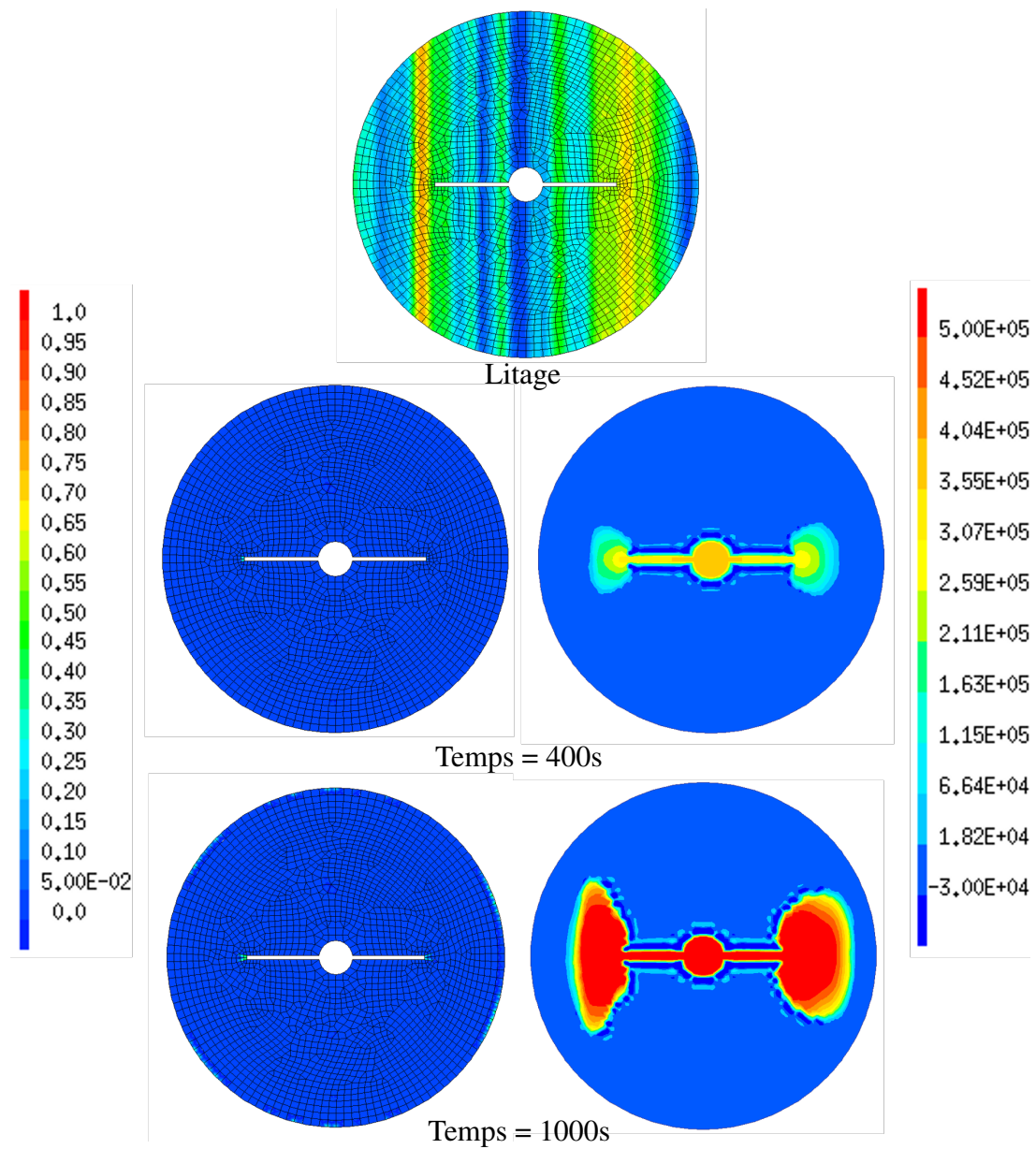


FIGURE 4.12 – Évolution de la variation d'endommagement et de la pression (Pa) au cours du temps

litage. Le second cas a montré qu'un endommagement entre 0.4 et 0.6 suffisait à dévier de quelques degrés la fissure. Le troisième cas a en effet permis d'observer une déviation à 90° de la fissure dans de bandes de litage dont l'endommagement est entre 0.7 et 0.8.

Conclusions et perspectives

Motivation et avancées

L'objectif de ce projet était double : étudier expérimentalement la fissuration lors d'une injection sous pression et améliorer, à l'aide des résultats obtenus, un modèle numérique précédemment développé par la même équipe. Deux aspects clefs de la fissuration devaient être analysés avec l'initiation et la propagation. L'étude de initiation permet de quantifier la pression de fracturation et la ténacité du matériau. L'étude de la propagation permet de définir le chemin préférentiel de la fissure et les éléments qui l'affectent. Pour permettre l'observation de la propagation à l'aide d'un tomographe à rayons X, un protocole expérimental novateur a été développé sur la base de simulations numériques avec un modèle en mécanique linéaire de la rupture. Ce protocole a permis d'approfondir les connaissances sur la ténacité du matériau dans différentes configurations de saturation et d'orientation de litage. Malheureusement, aucune observation probante de la propagation n'a pu être réalisée mais la volonté d'utiliser les images 3D à leur maximum a permis d'écarter les inclusions des facteurs influençant le chemin de fissuration. A l'aide de ces résultats, le modèle numérique de Hui Wang, repris et amélioré avec Jeremy Rabone, permet maintenant de prendre en compte les plans de litage sur la direction de fissuration lors d'un essai d'injection.

Résultats principaux

Cette thèse, à la fois numérique et expérimentale, a permis de réussir ou découvrir les points ci-dessous :

- Mise au point d'un protocole expérimental simple pouvant être adapté à différents matériaux et différentes dimensions à partir d'un modèle numérique utilisant la mécanique linéaire de la rupture ;
- Les plans de litage de l'argilite du Callovo-Oxfordien ont des propriétés très variables (ténacité divisée par 6 entre les plans les plus faibles et les plans les plus résistants) ;
- La contre-étude *Tortoise* a mené à l'hypothèse que les variations importantes liées au litage sont causés par des plans de litages *faibles* fortement endommagés lors de resaturation ;

- L'énergie de fissuration dépend fortement de la resaturation (valeurs divisées par 10 lors du passage de $Sr=92\%$ à $Sr=99\%$);
- L'effet du type de fluide d'injection est faible à haute saturation et négligeable à très haute saturation;
- Les inclusions ont un effet négligeable sur l'initiation et le chemin de propagation des fissures;
- La mise au point du modèle numérique, avec Jeremy Rabone, pour reproduire une partie des essais réalisés et qui a permis de vérifier l'hypothèse de la contre-étude.

Perspectives

Le plus grand regret de cette thèse aura été de ne pas réussir à observer l'allongement du chemin de fissuration à l'aide du tomographe. Différentes idées pourraient permettre de réussir ces observations : diminuer l'intervalle entre les paliers (à 0.5 bars ?), obtenir une résolution plus faible (en diminuant la taille de l'échantillon ?), utiliser un fluide plus dense que l'argilite (fluide métallique ?) ou utiliser la tomographie par contraste de phase mieux adaptée pour les très faibles variations de densité.

Dans sa configuration actuelle, le protocole expérimental ne permet par l'application d'un chargement de confinement sur l'échantillon. Des solutions avec fibres précontraintes pourraient résoudre cette problématique sans changer le protocole. Les résultats sous confinement permettraient d'affiner le modèle dans le cadre de simulation à grandes échelles ou avec des contraintes *in situ*.

Annexe A

Fractographie - Analyse statistique des faciès de rupture

L'étude fractographique a été réalisée par un partenaire extérieur *Tortoise* ayant posé un brevet [107] sur une partie de la méthode.

1 Introduction

La fractographie a vu le jour grâce à [119] mais c'est [71] qui a montré que les surfaces de rupture étaient fractales. Les travaux de [17] ont mis en évidence le caractère fractal de ces surfaces et ont confirmé leurs ressemblances en mesurant des exposants fractals similaires d'un matériau à l'autre, voir la FIG. A.1 pour des exemples de profil topographique $h(\vec{x})$.

Finalement, c'est [108] qui, en étudiant les pentes locales des surfaces de rupture, ont défini la longueur caractéristique ξ de la fissuration des matériaux. Pour obtenir ξ , les équations du champ dérivé de la hauteur $\omega_\epsilon(\vec{x})$ (EQUA. A.1) et sa corrélation spatiale $C_\epsilon(\delta_r)$ (EQUA. A.2) sont nécessaires.

$$\omega_\epsilon(\vec{x}) = \frac{1}{2} \times \log (\delta h(\vec{x}, \delta \vec{x})_{|\delta \vec{x}=\epsilon|}^2) - \Omega_\epsilon \quad (\text{A.1})$$

avec $\delta h(\vec{x}, \delta \vec{x}) = h(\vec{x} + \delta \vec{x}) - h(\vec{x})$, Ω_ϵ choisi tel que $\bar{\omega}_\epsilon(h) = 0$ et ϵ le rayon du cercle centré en \vec{x} .

$$C_\epsilon(\delta_r) = \langle \omega_\epsilon(\vec{x}) \times \omega_\epsilon(\vec{x} + \delta \vec{x}) \rangle_{x, |\delta \vec{x}|=\delta_r} \quad (\text{A.2})$$

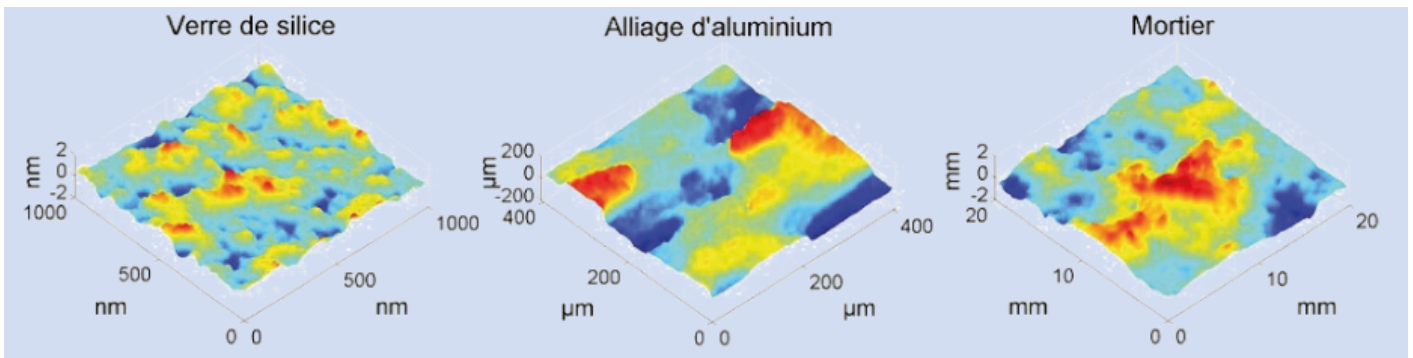


FIGURE A.1 – Exemples de surface de rupture, extrait de [10]

Comme le montre la FIG. A.2), la droite verticale ξ sépare deux zones aux mécanismes de rupture et comportements différents :

- Pour $\delta_r > \xi$, la corrélation spatiale des pentes locale est nulle, au bruit près, et la rupture est fragile ;
- Pour $\delta_r < \xi$, la corrélation décroît exponentiellement et les surfaces de rupture au relief marqué indique une propagation par coalescence des zones endommagées.

De plus, tant que $\epsilon \ll \xi$, ϵ n'a pas d'effet sur ξ .

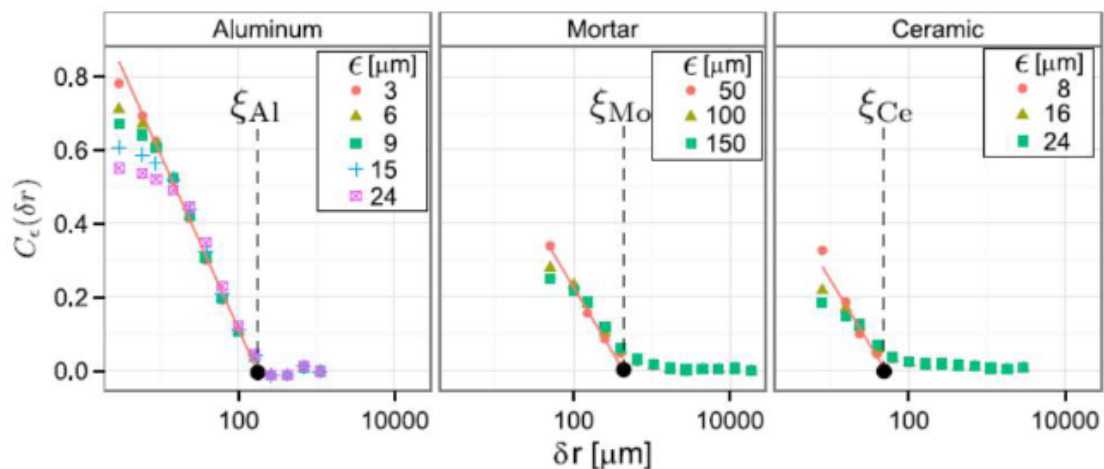


FIGURE A.2 – Corrélations spatiales des pentes locales dont longueur de corrélation ξ était représentée par une ligne verticale, extrait de [1]

A partir de cette longueur de corrélation ξ , il a alors été possible d'obtenir la taille de la zone endommagée l_{pz} (voir la FIG. A.3, solution technique brevetée [107]) et de calculer la ténacité du matériau. Sous l'hypothèse d'une rupture en mode I, K_{IC} s'obtient par l'EQUA. A.3. En calculant ces valeurs pour en différents points, il est alors possible de tracer la dispersion locale de K_{IC} dont un exemple est présentée par la FIG. A.4. Les résultats issus de cette méthode sont comparables à ceux obtenus par des essais mécanique, comme le montre la FIG. A.5.

$$K_{IC} \simeq \sigma_c \sqrt{l_{pz}} \tag{A.3}$$

avec σ_c la contrainte cohésive.

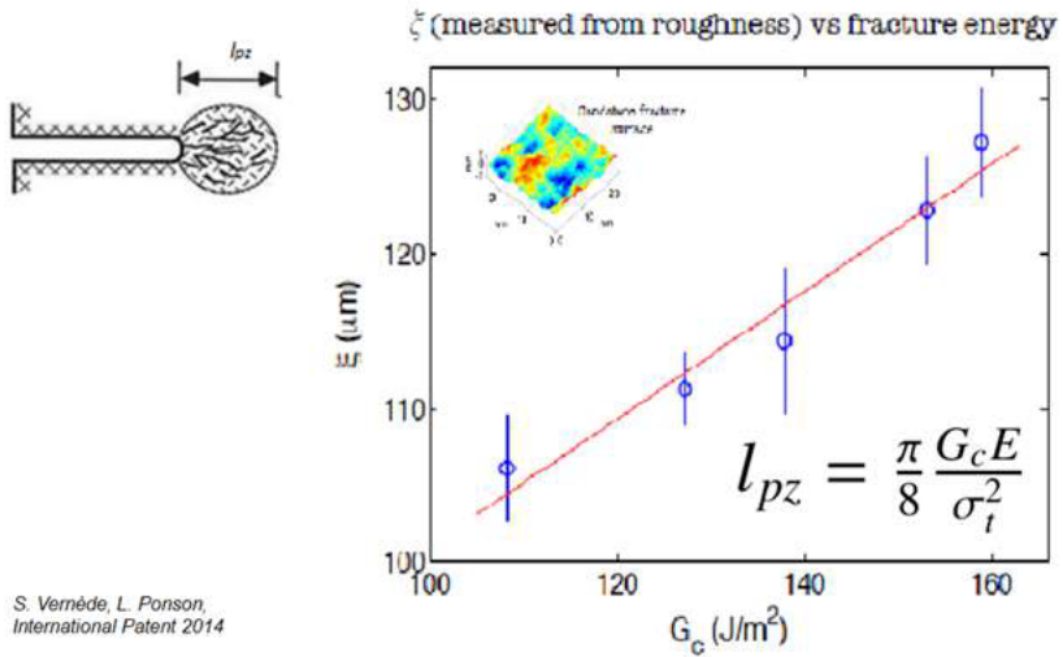


FIGURE A.3 – Relation entre ξ et l_{pz} , extrait de [1]

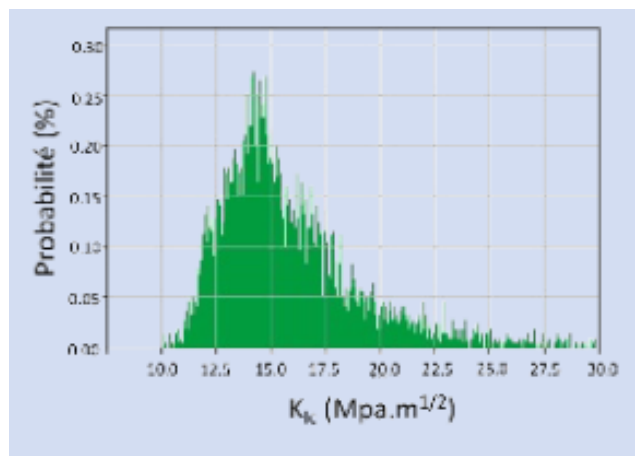


FIGURE A.4 – Exemple de dispersion locale de K_{IC} , extrait de [10]

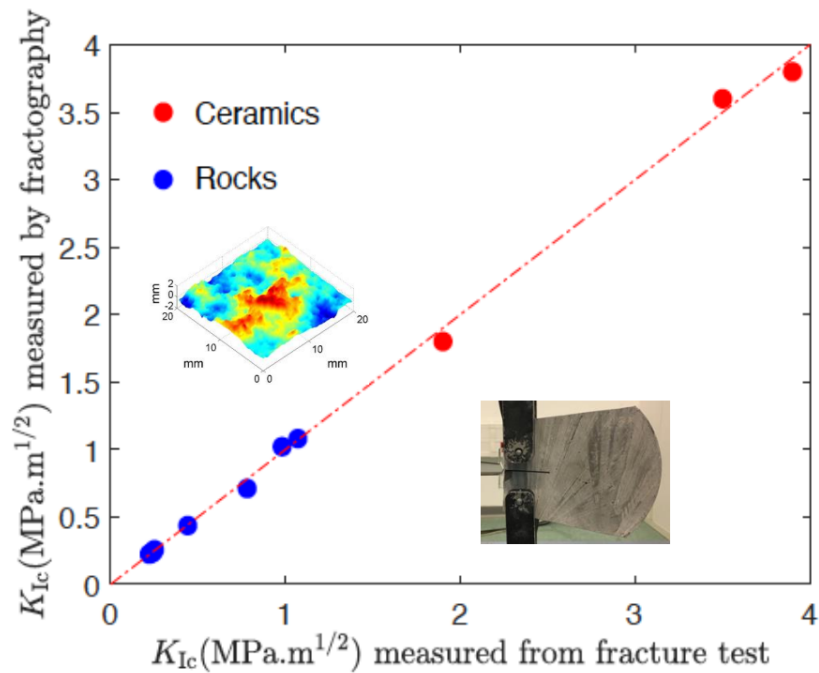


FIGURE A.5 – Comparaison des résultats issus de la fractographie avec les valeurs obtenus par essais mécaniques, figure réalisée par *Tortoise*

2 Analyses fractographiques

2.1 Échantillon T55-3 - Sr=99% - Entaille parallèle au litage

Sur l'échantillon T55-3, une zone de 5x5 mm² a été mesurée à l'aide d'un profilomètre. Pour étudier la variabilité au sein de l'échantillon, 3 surfaces réduites, présentées en FIG. A.6, ont été étudiées par la méthode de *Tortoise*. L'étude a mesuré une ténacité valant 0.11 ± 0.01 MPa.m^{1/2} soit la moitié de la valeur disponible dans la littérature (0.23 ± 0.01 MPa.m^{1/2} [1]). L'étude des surfaces étant liée à l'état final du matériau, elle ne permet pas de séparer l'effet des divers sollicitations (hydriques, chimiques, mécaniques, etc.).

Zone étudiée	l_{pz} (μm)	K_{IC} (MPa.m ^{1/2})
Noire	528	0.10
Rouge	578	0.11
Verte	641	0.12
Complète	570	0.11

TABLE A.1 – Comparaison des résultats des 3 zones et de la zone complète

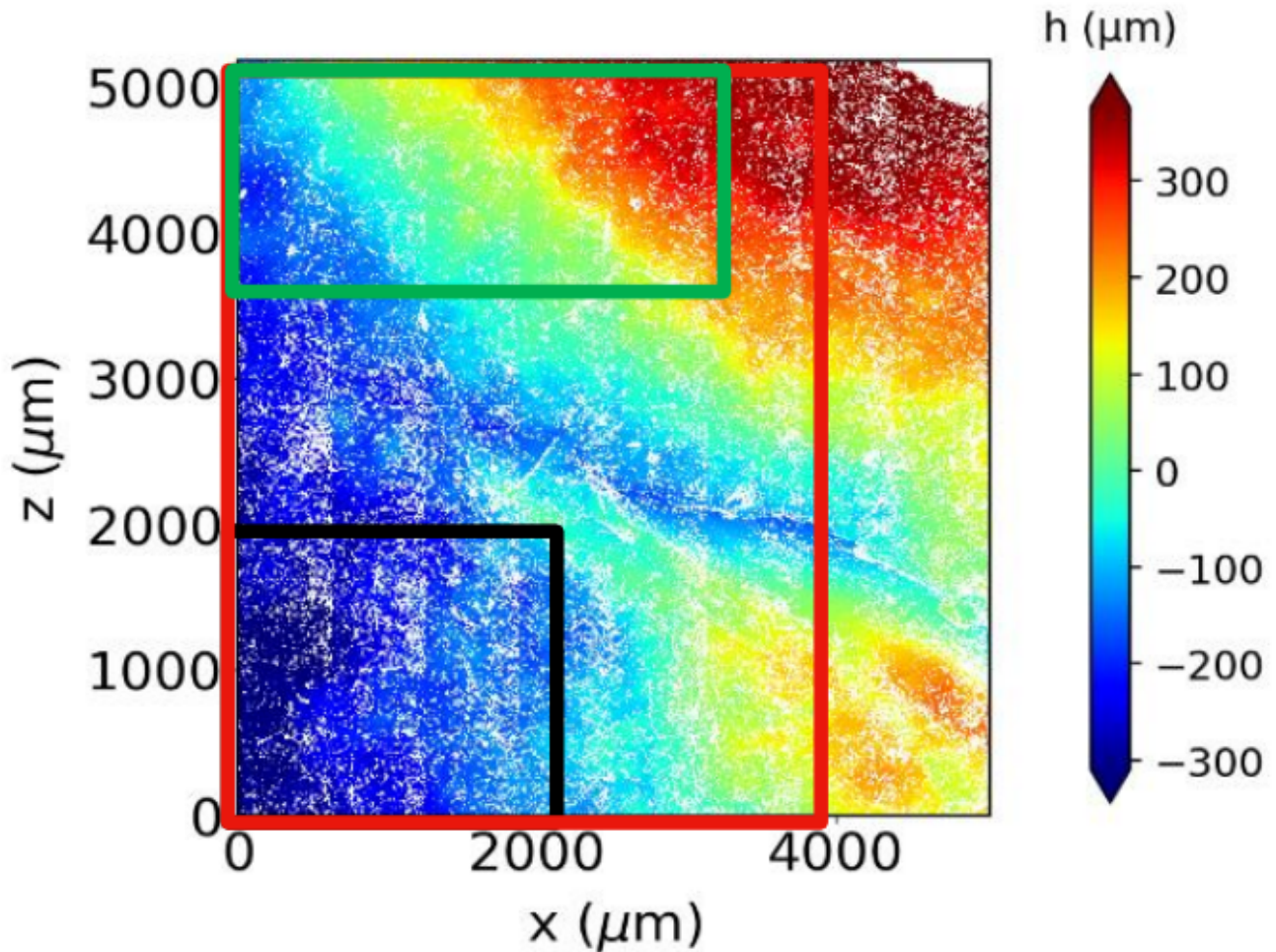
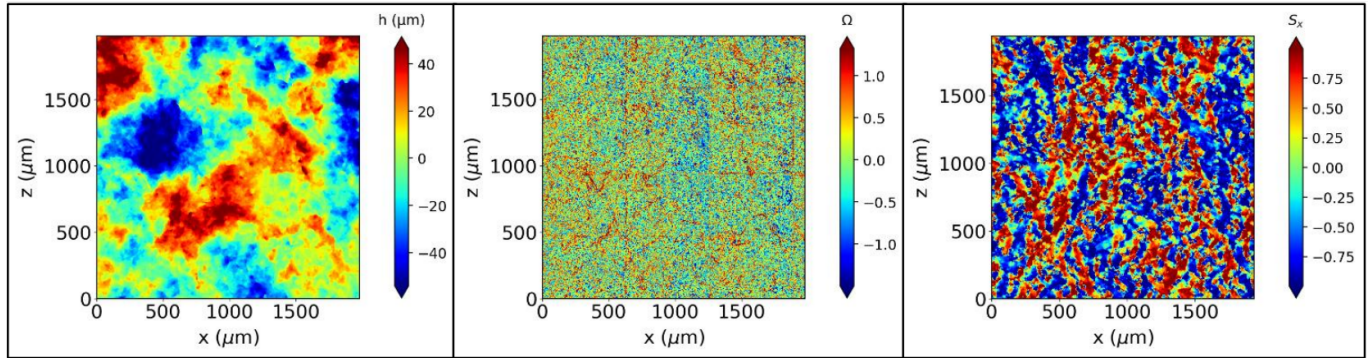


FIGURE A.6 – Profilométrie de l'échantillon T55-3 et emplacements des surfaces réduites

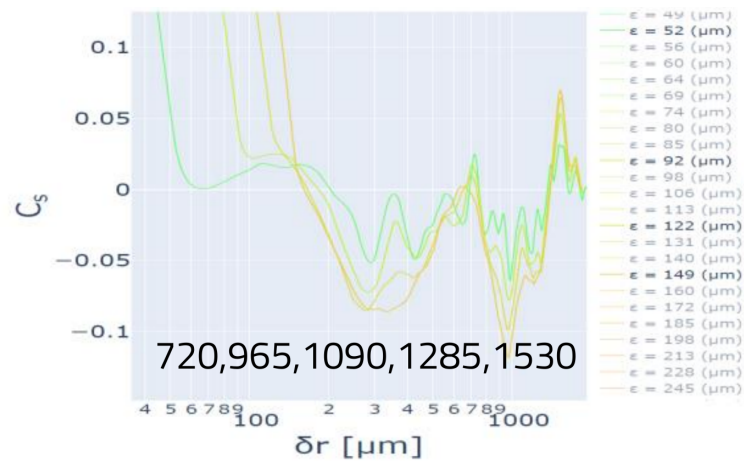
2.2 Échantillon T55-4 - Sr=99% - Entaille perpendiculaire au litage

Sur l'échantillon T55-4, les résultats sont sensiblement identiques à ceux de l'échantillon T55-3, savoir $0.11 \pm 0.02 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Cette conclusion était doublement attendue :

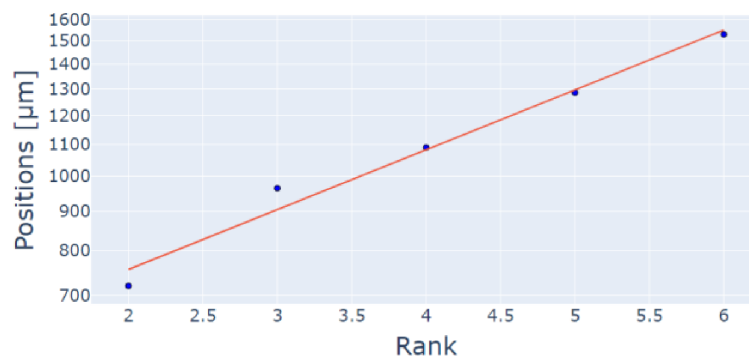
- Les échantillons T55-3 et T55-4 ont été extraits de la même carotte et dans deux tronçons consécutifs ;
- Les précédentes études de *Tortoise* et de la littérature [1] avaient relevé une variabilité de 10% à 20% au sein d'une même carotte.



(a) Champ de hauteur, champ d'endommagement (dérivée du champ de hauteur) et champ des signes de pente (calculé à partir du champ de hauteur)

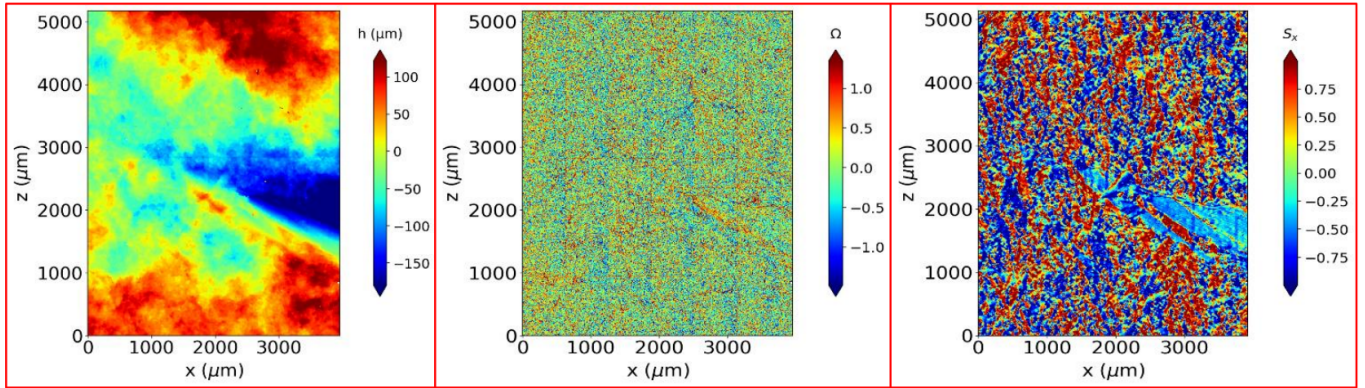


(b) Corrélation spatiale des pentes locales, solution brevetée *Tortoise*

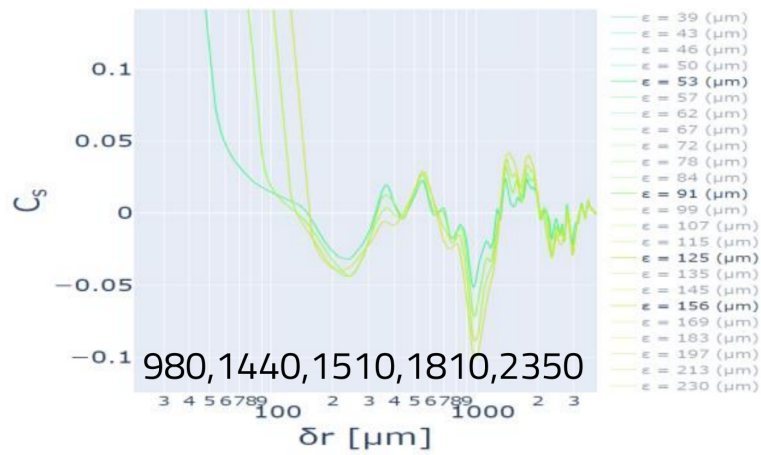


(c) Position des extremums locaux pour le calcul de l_{pz} (position à $Rank = 0$)

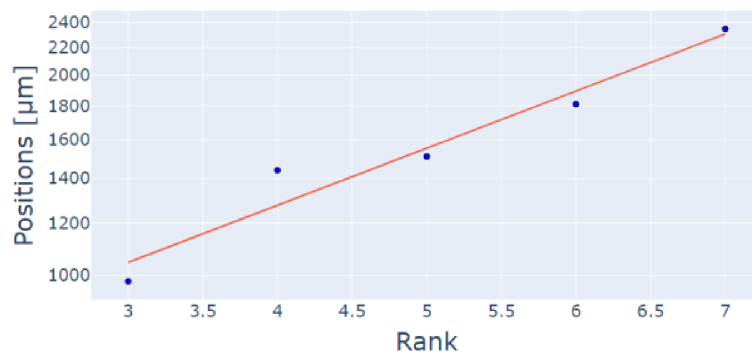
FIGURE A.7 – Profilométrie et résultats de la surface noire présentée en FIG. A.6



(a) Champ de hauteur, champ d'endommagement (dérivée du champ de hauteur) et champ des signes de pente (calculé à partir du champ de hauteur)

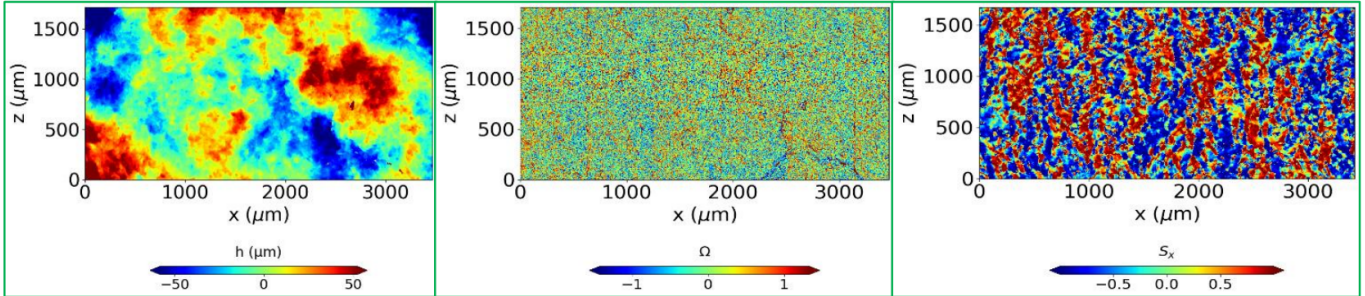


(b) Corrélation spatiale des pentes locales, solution brevetée *Tortoise*

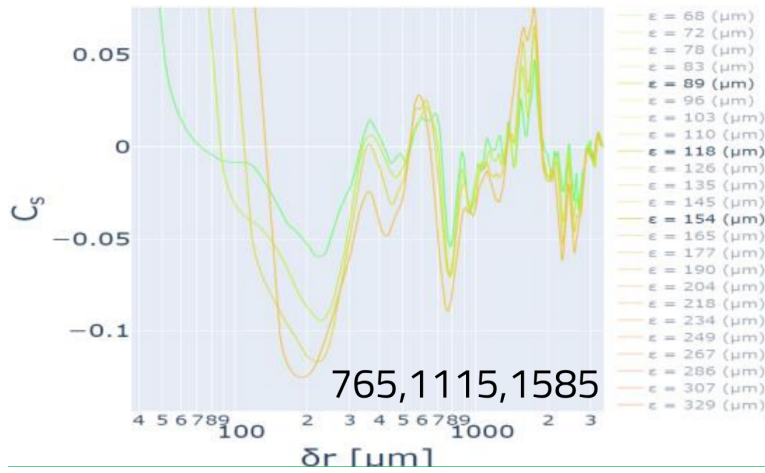


(c) Position des extremums locaux pour le calcul de l_{pz} (position à $Rank = 0$)

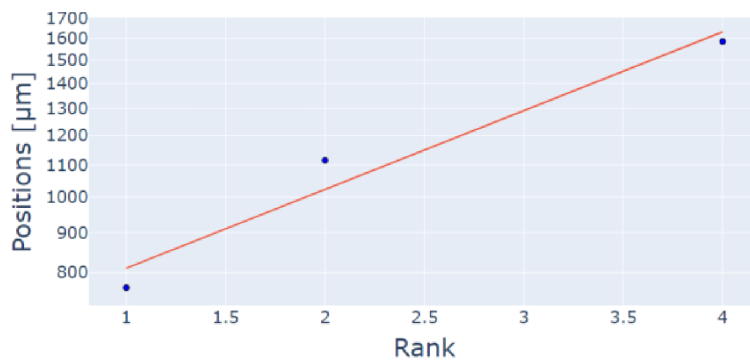
FIGURE A.8 – Profilométrie et résultats de la surface rouge présentée en FIG. A.6



(a) Champ de hauteur, champ d'endommagement (dérivée du champ de hauteur) et champ des signes de pente (calculé à partir du champ de hauteur)



(b) Corrélation spatiale des pentes locales, solution brevetée *Tortoise*



(c) Position des extremums locaux pour le calcul de l_{pz} (position à $Rank = 0$)

FIGURE A.9 – Profilométrie et résultats de la surface verte présentée en FIG. A.6

Annexe B

Résultats des essais d'injection

1 Saturation à 85%

1.1 Injection à l'huile

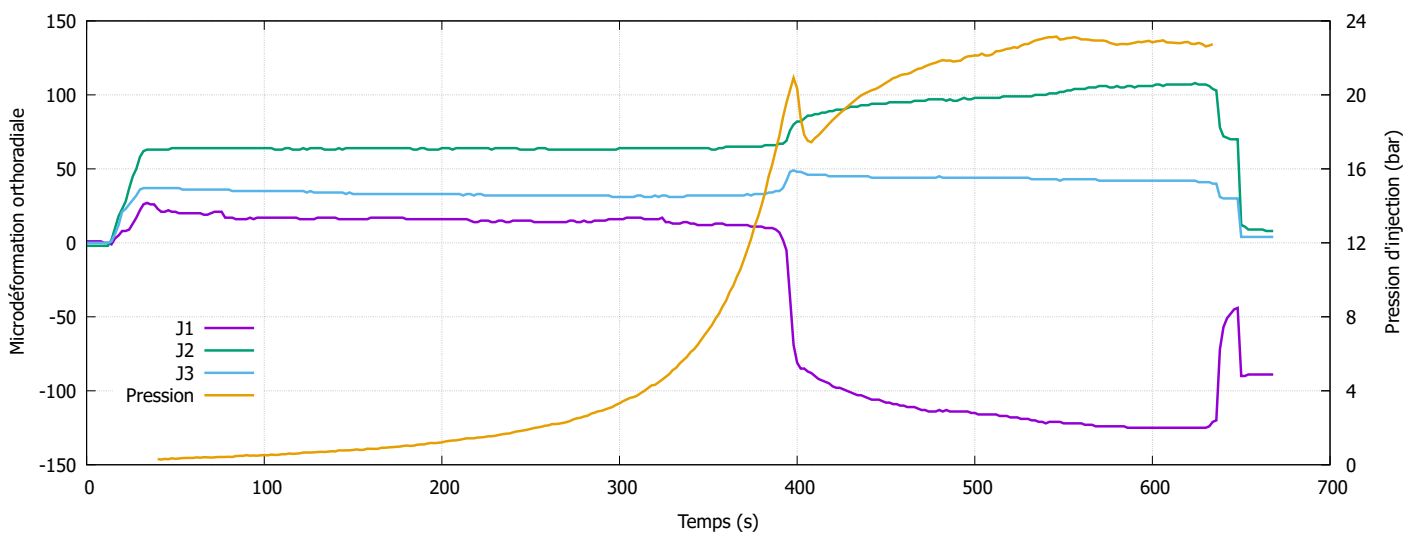


FIGURE B.1 – Données de l'essai pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

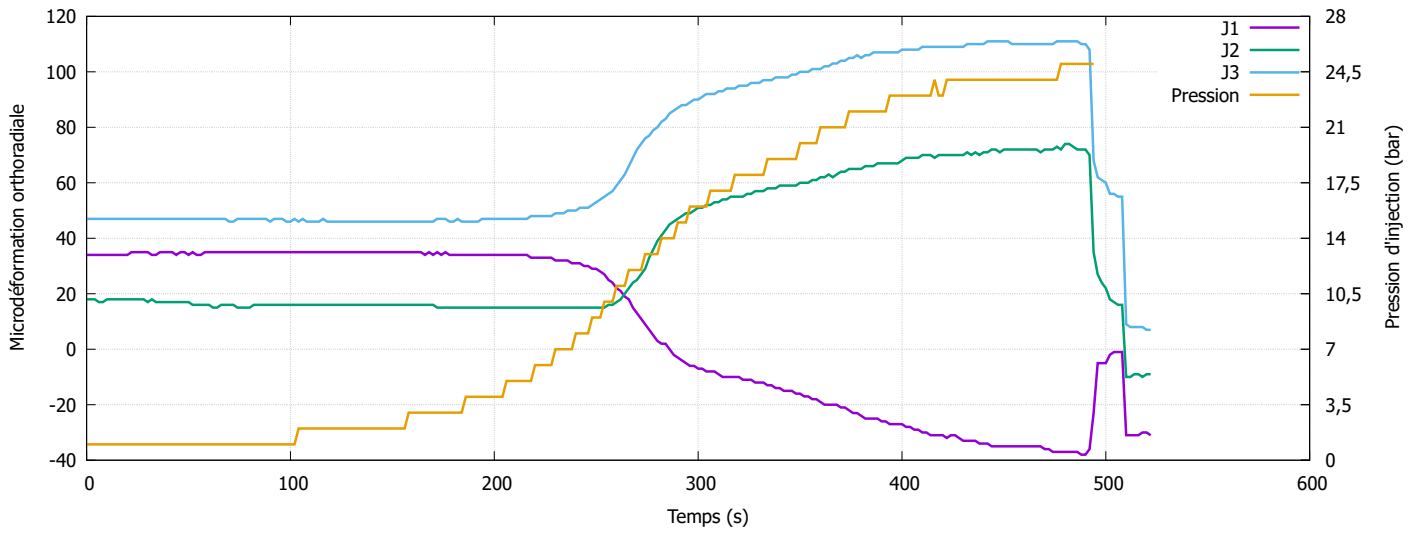


FIGURE B.2 – Données de l'essai pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

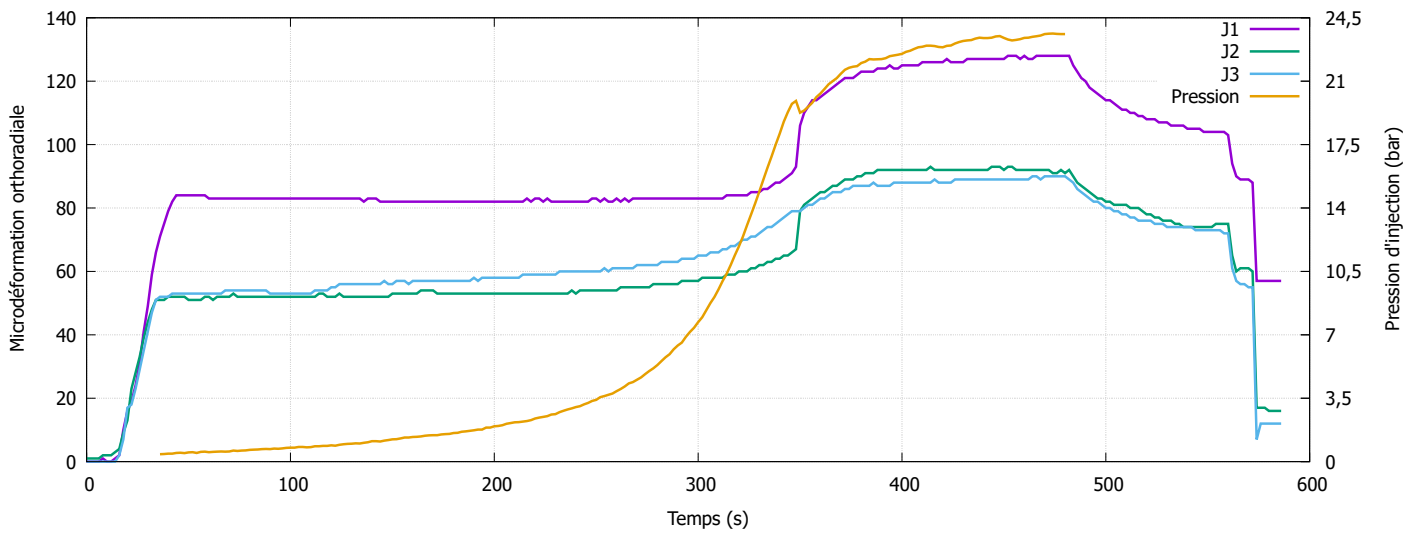


FIGURE B.3 – Données de l'essai pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

1.2 Injection à l'azote

Pas de données exploitables à cause des fuites d'azote à travers le matériau partiellement saturé.

2 Saturation à 92%

2.1 Injection à l'huile

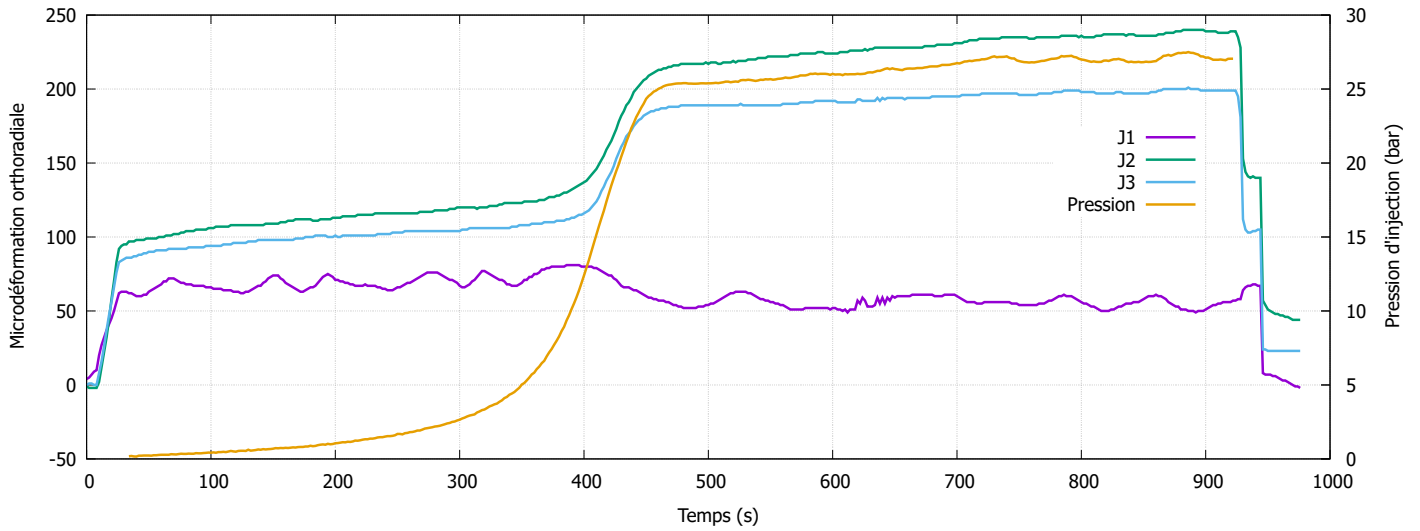


FIGURE B.4 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

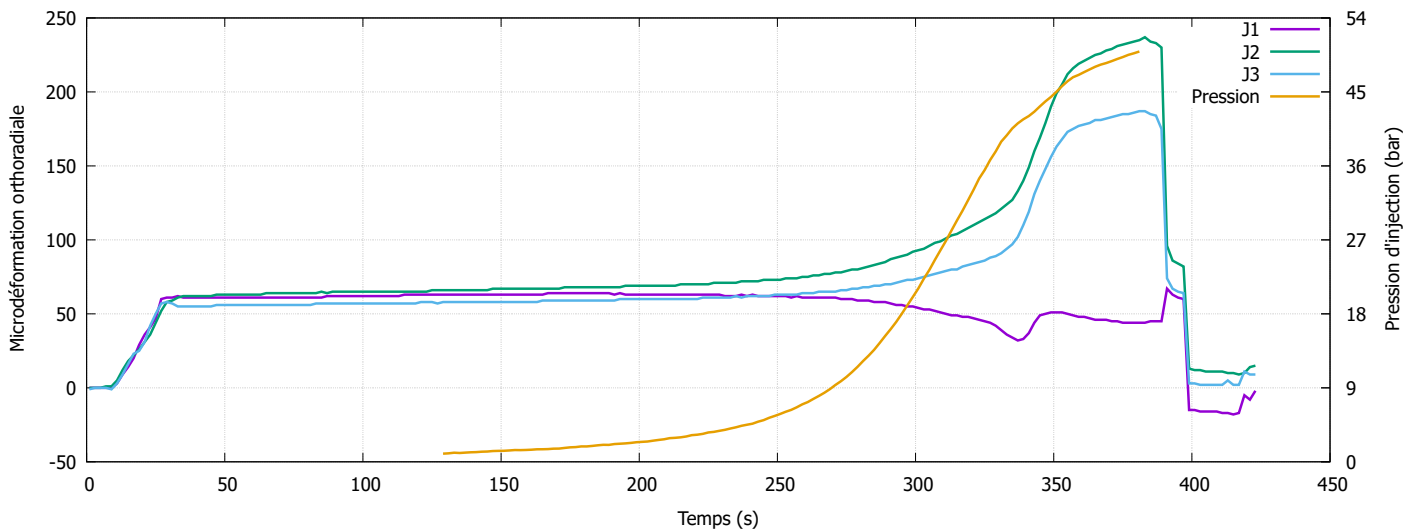


FIGURE B.5 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

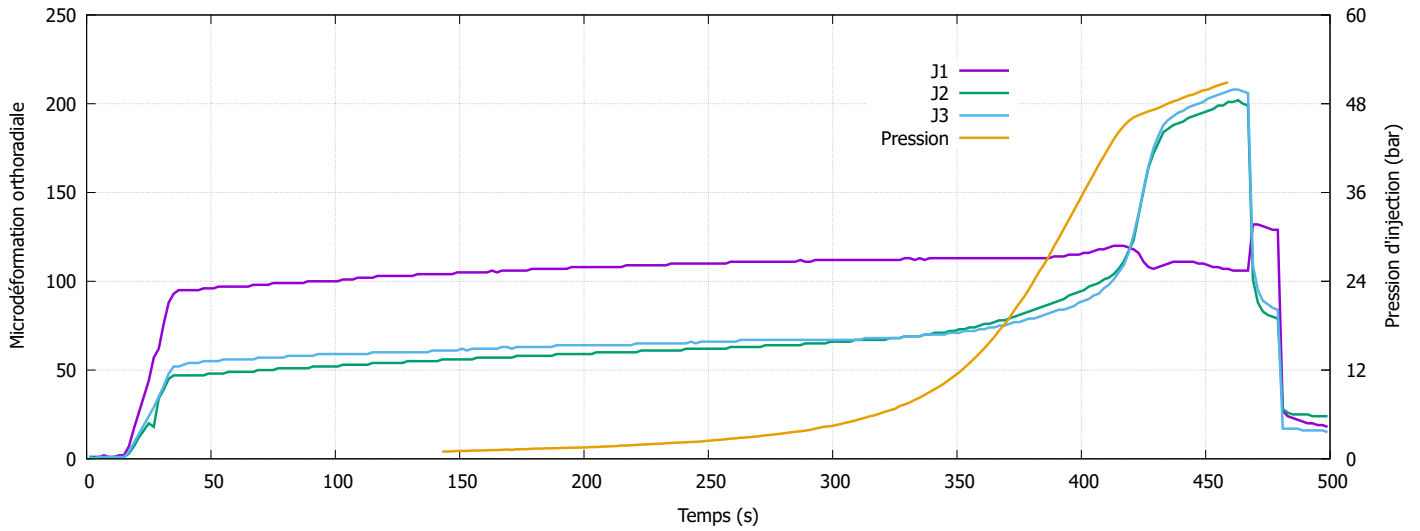


FIGURE B.6 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

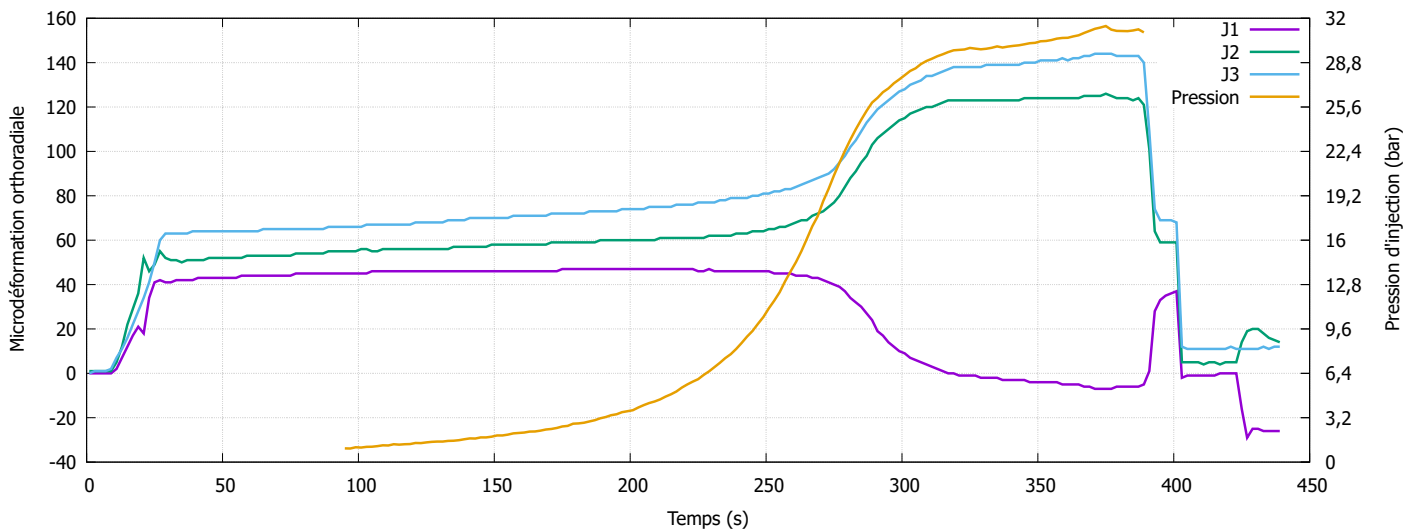


FIGURE B.7 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage

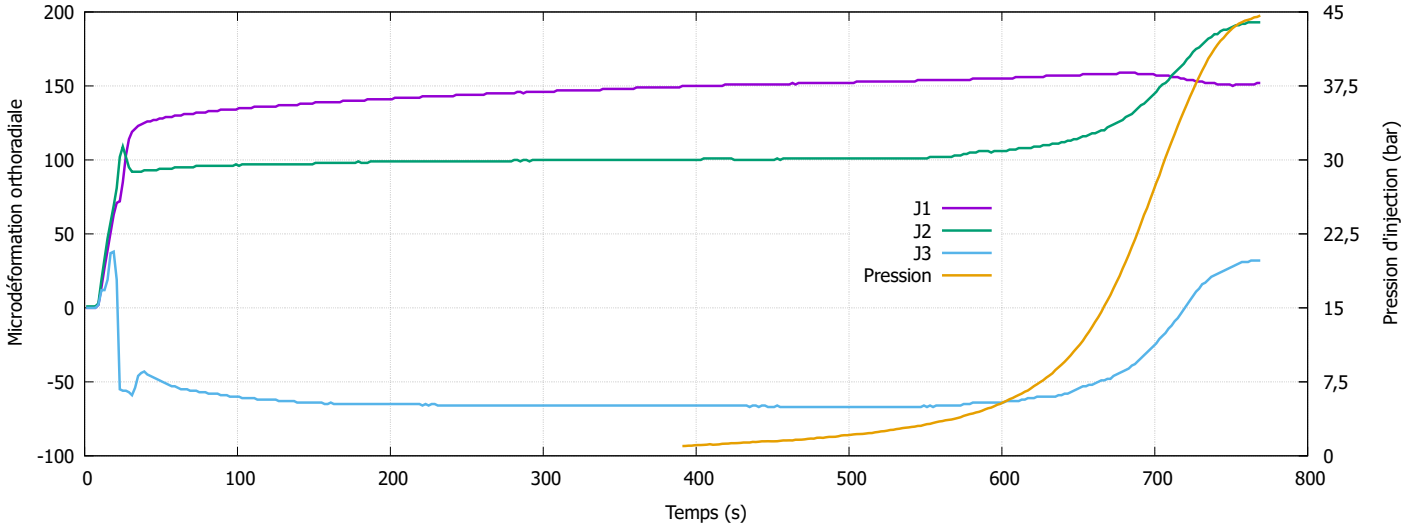


FIGURE B.8 – Données de l’essai pour une saturation à 92%, une injection à l’huile et une entaille parallèle au litage

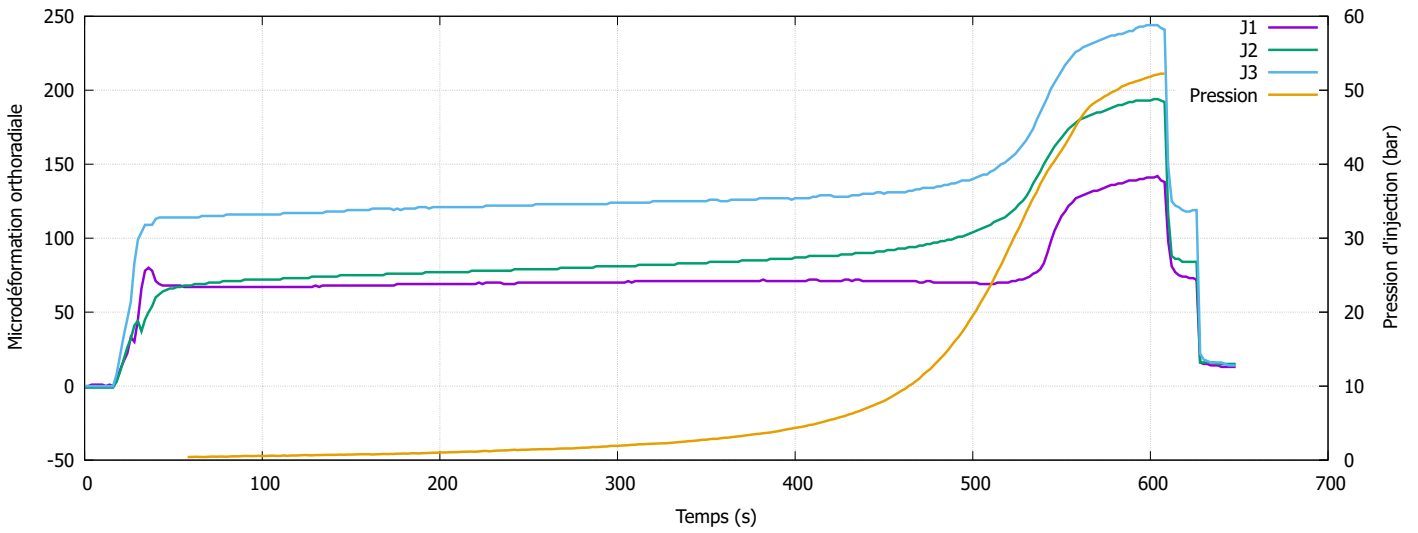


FIGURE B.9 – Données de l’essai pour une saturation à 92%, une injection à l’huile et une entaille parallèle au litage

2.2 Injection à l'azote

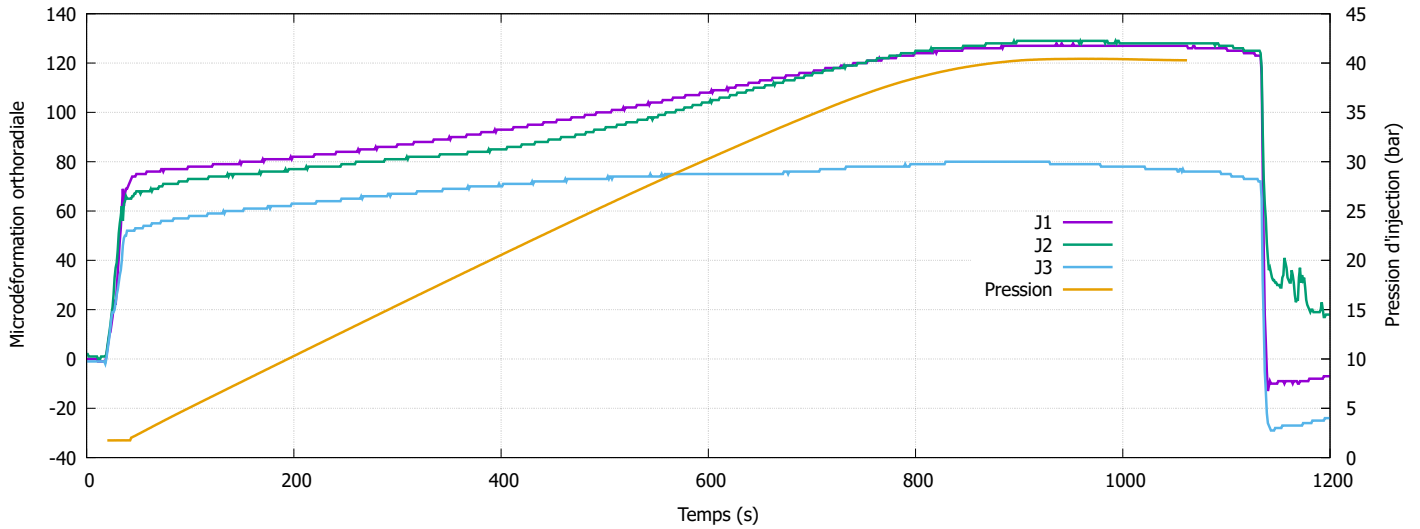


FIGURE B.10 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage

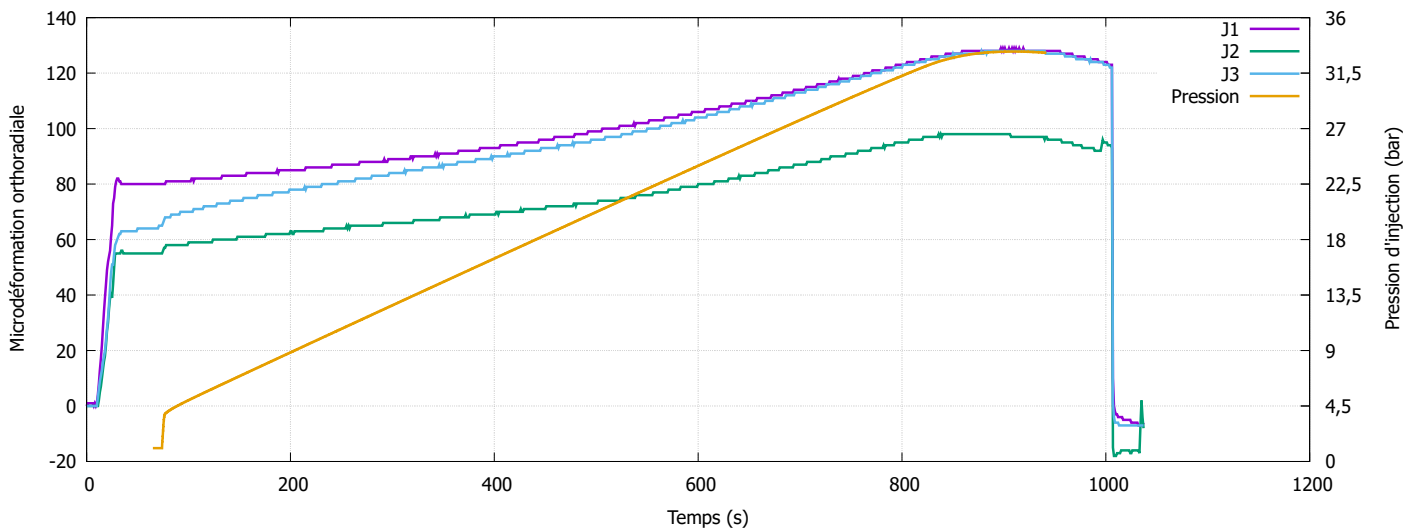


FIGURE B.11 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage

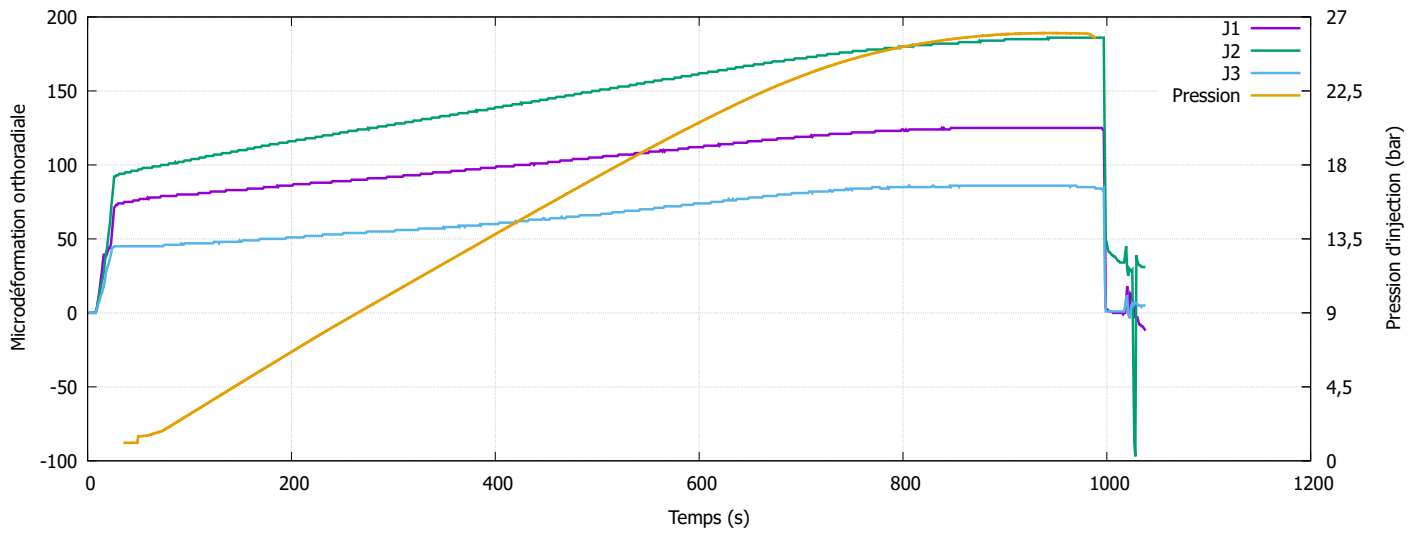


FIGURE B.12 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage

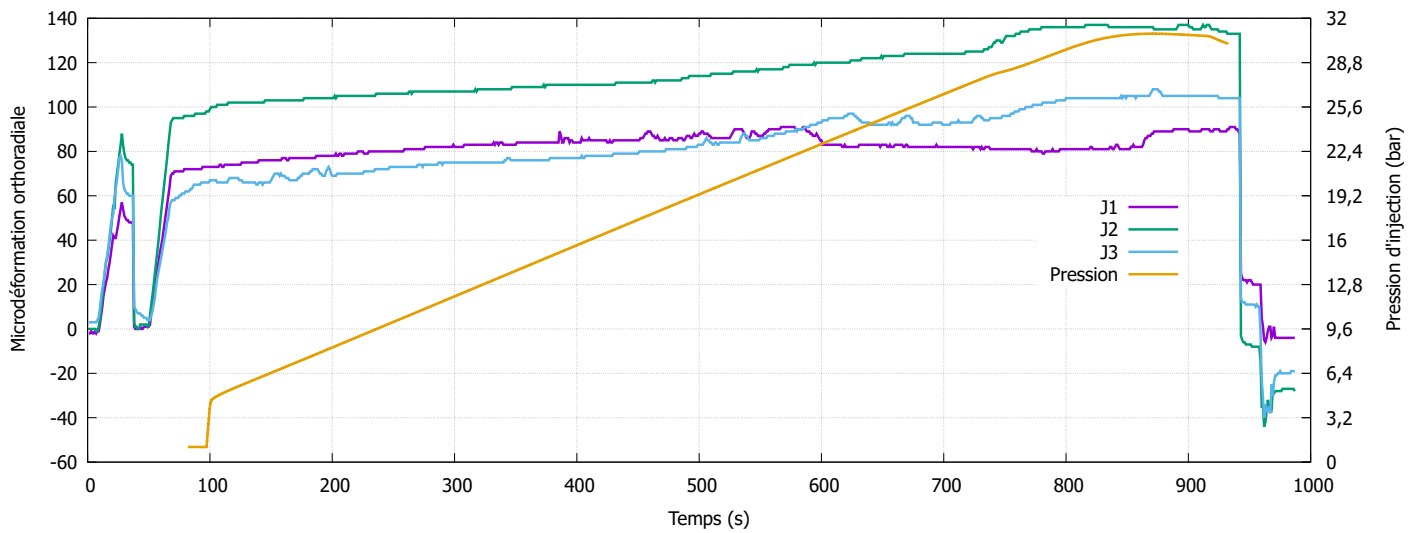


FIGURE B.13 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

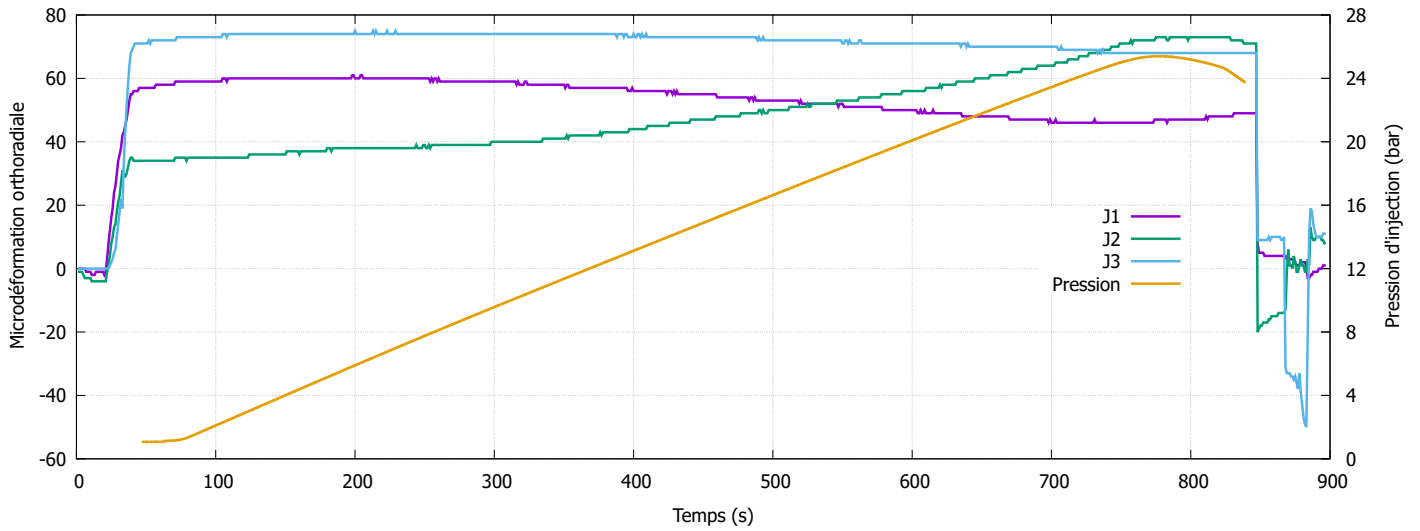


FIGURE B.14 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

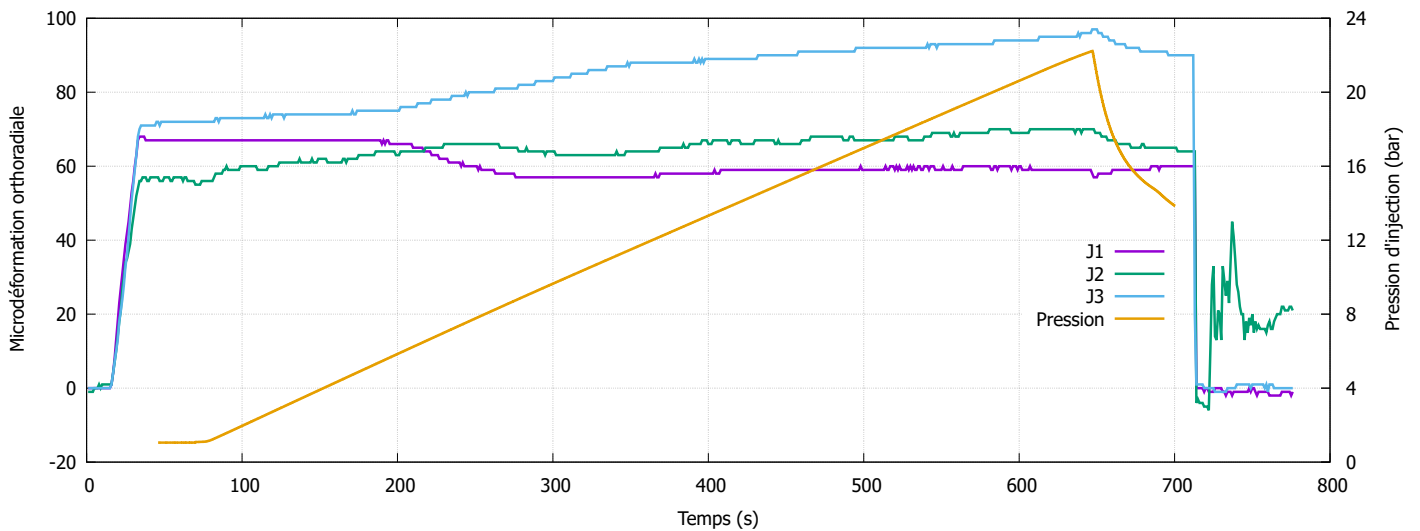


FIGURE B.15 – Données de l'essai pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

3 Saturation à 99%

3.1 Injection à l'huile

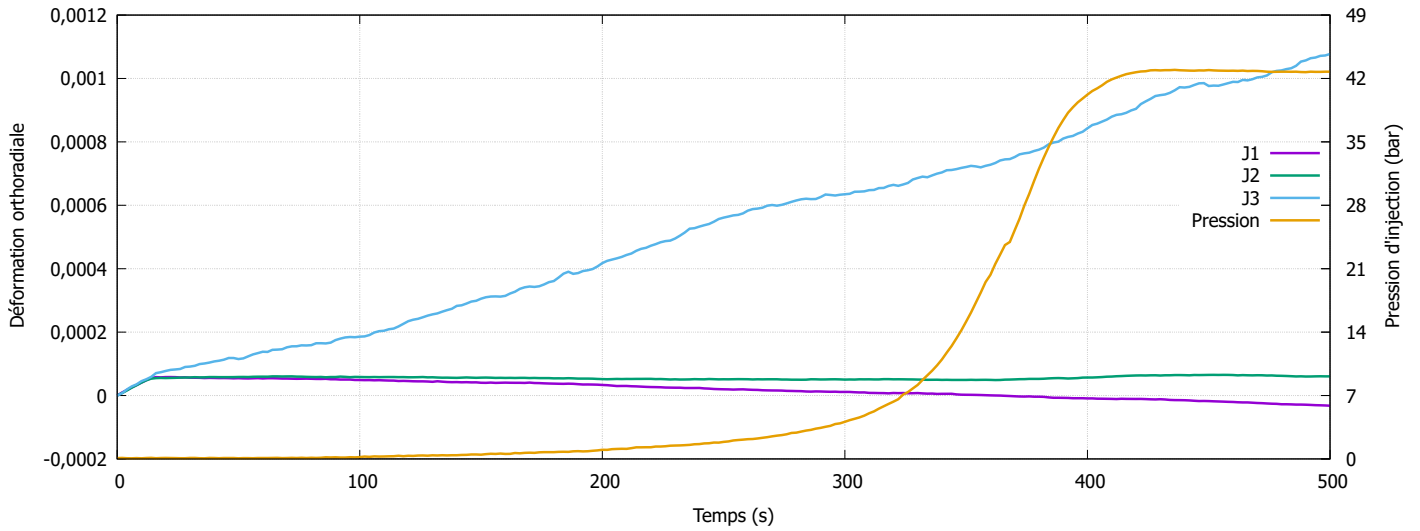


FIGURE B.16 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

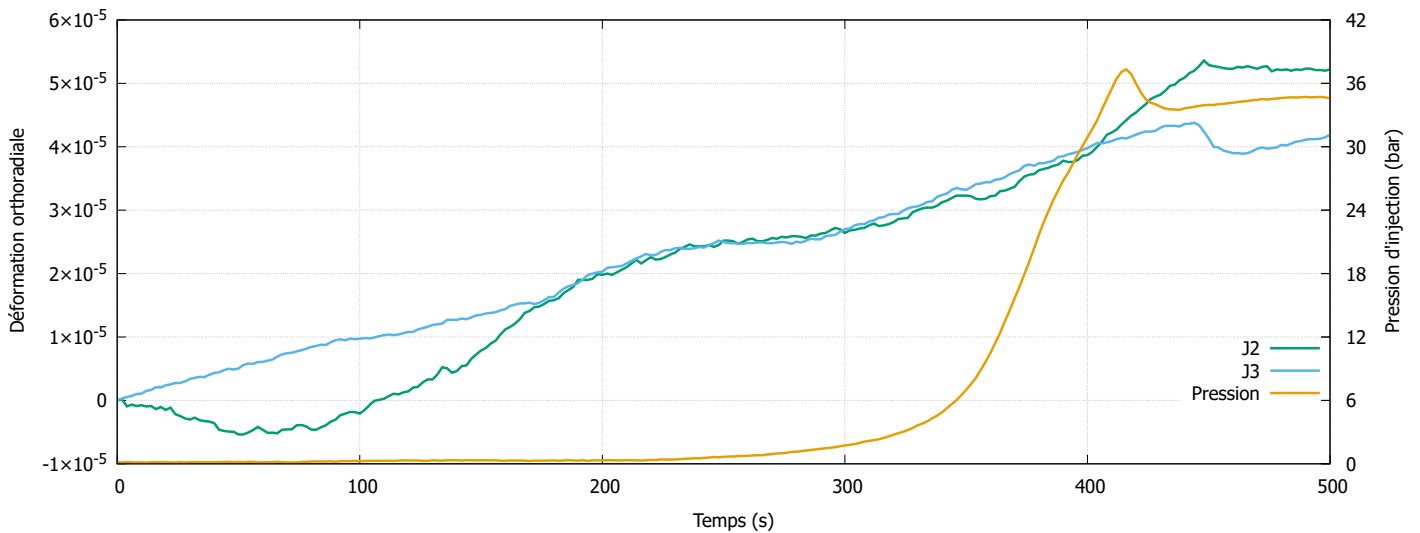


FIGURE B.17 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

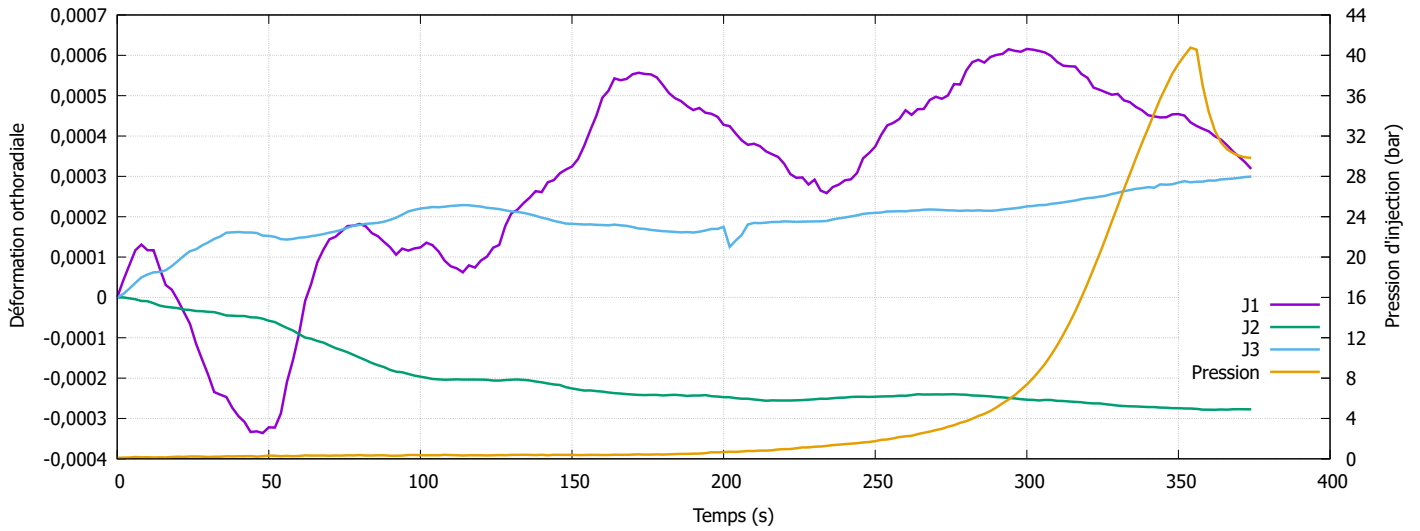


FIGURE B.18 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

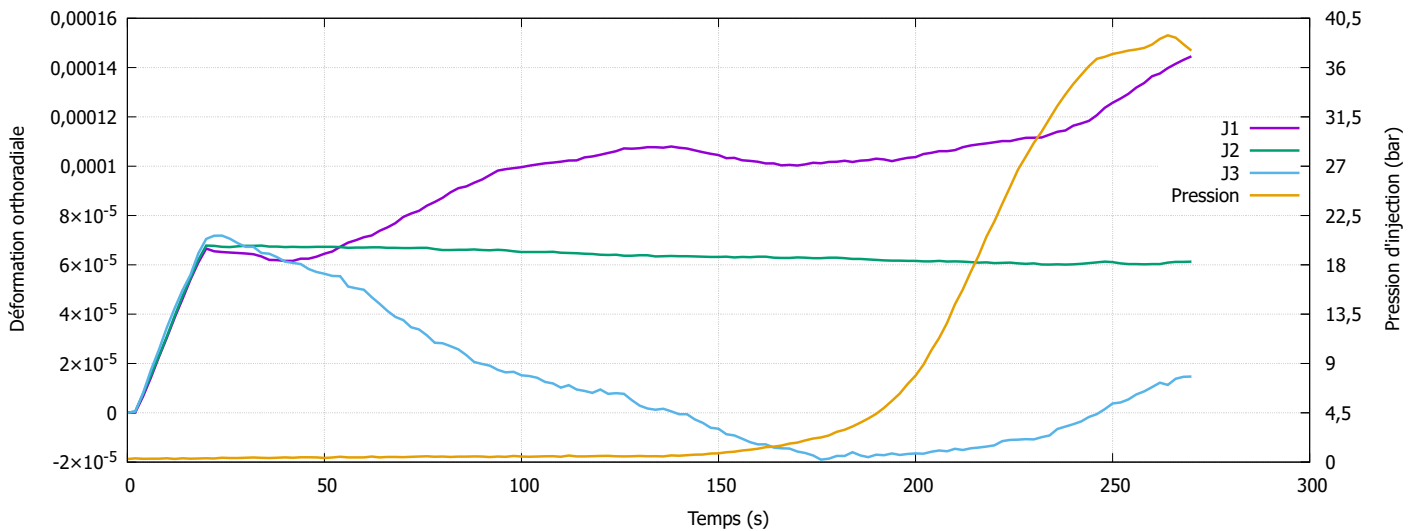


FIGURE B.19 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage

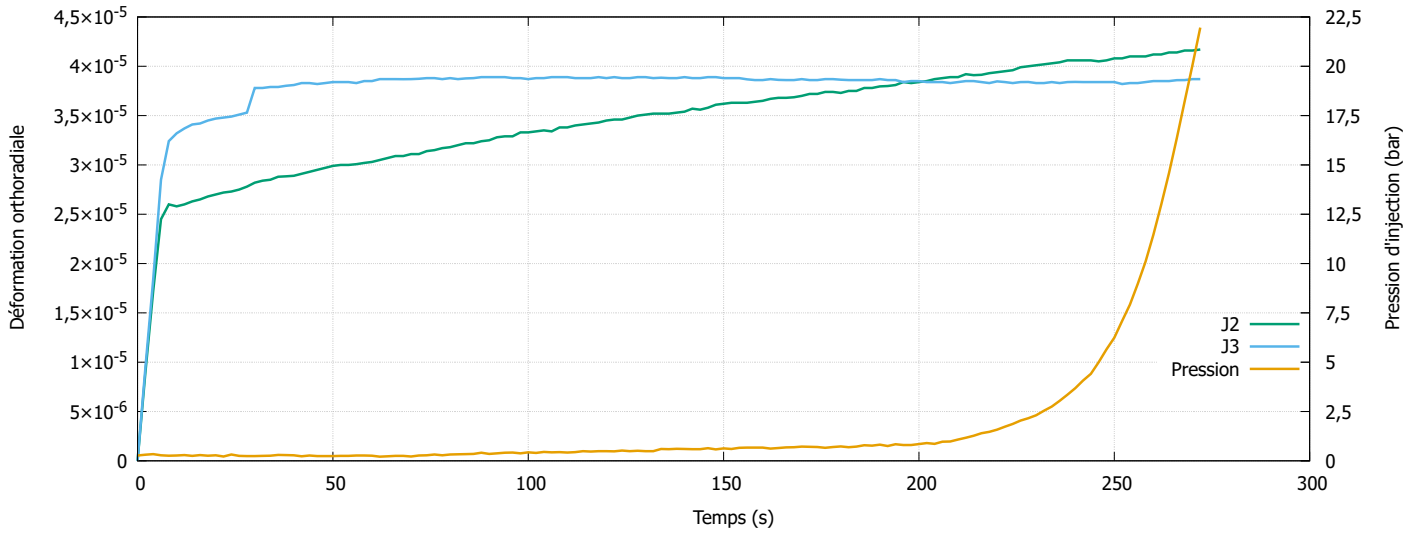


FIGURE B.20 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage

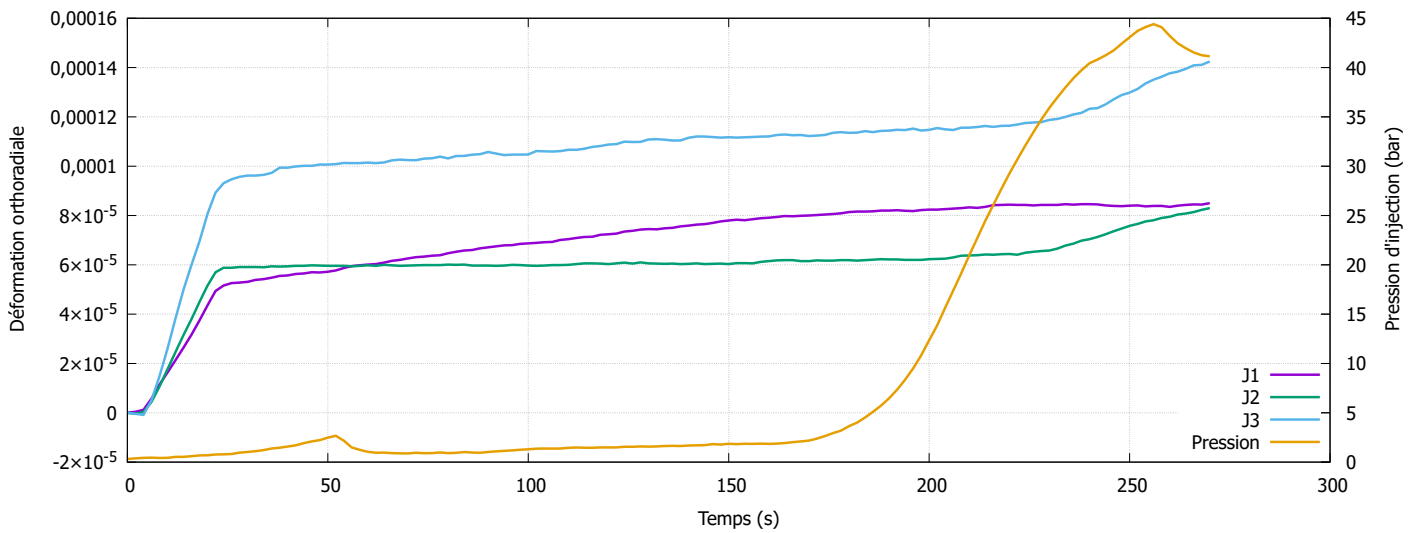


FIGURE B.21 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage

3.2 Injection à l'azote

Les données de 2 des 3 essais à l'azote pour une saturation de 99% avec une entaille perpendiculaire au litage sont perdues.

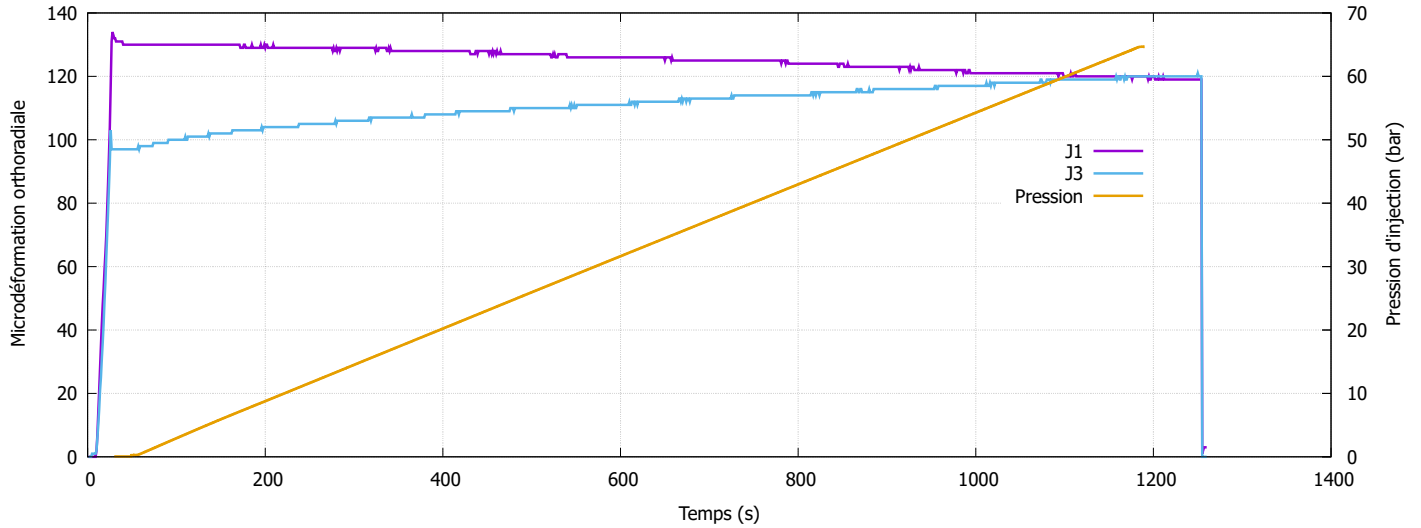


FIGURE B.22 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage

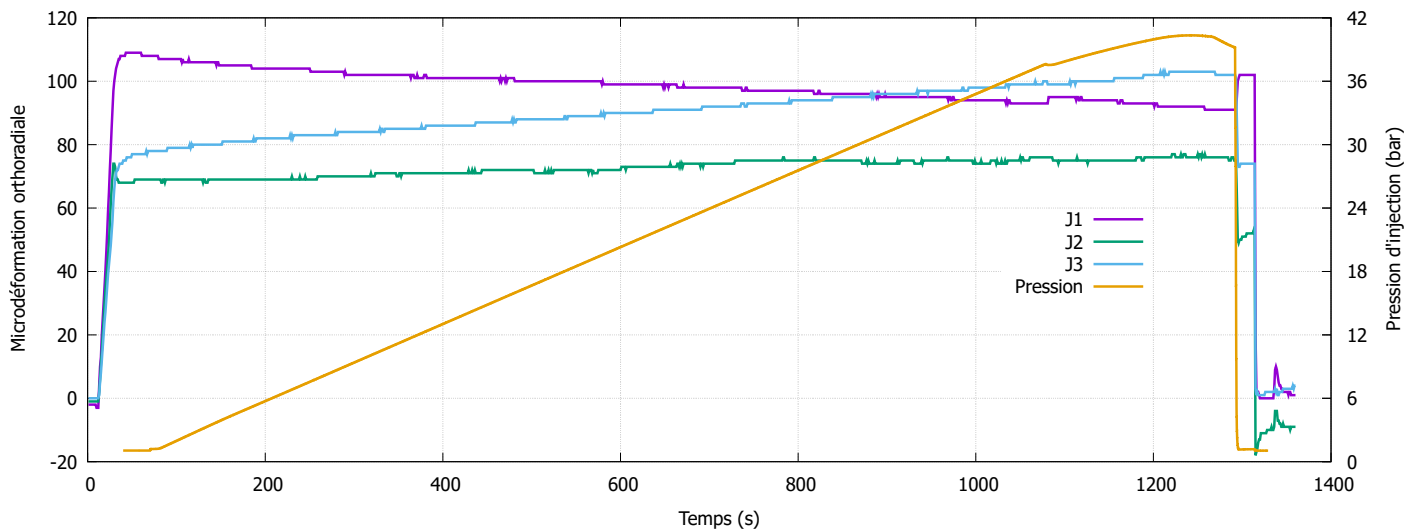


FIGURE B.23 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

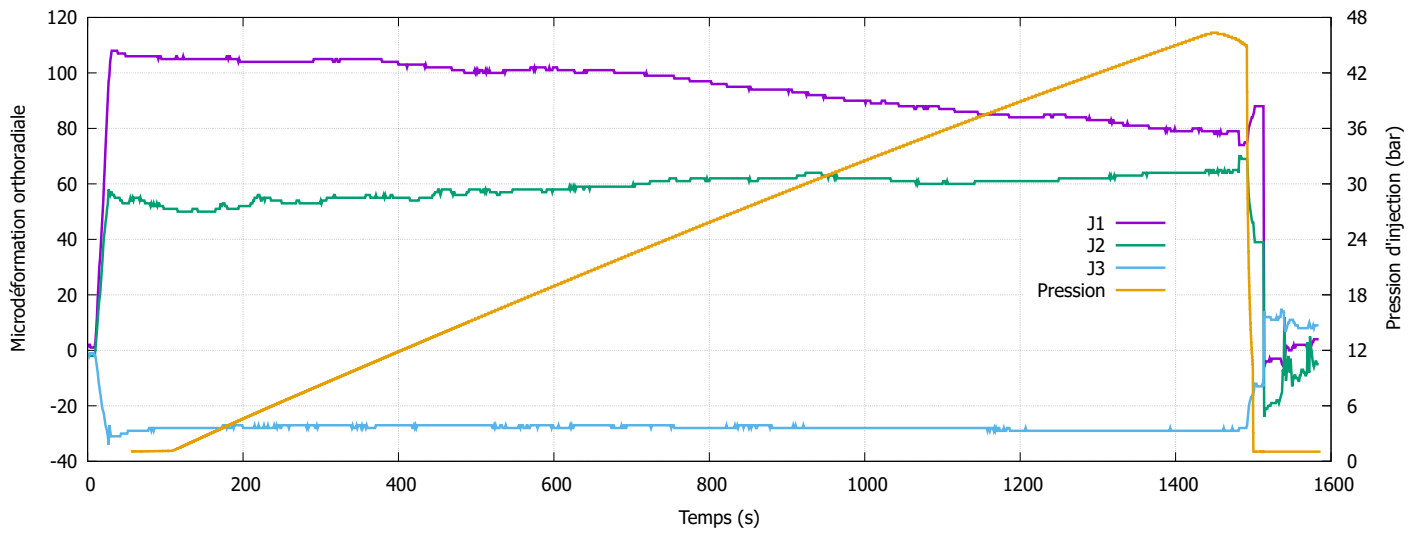


FIGURE B.24 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

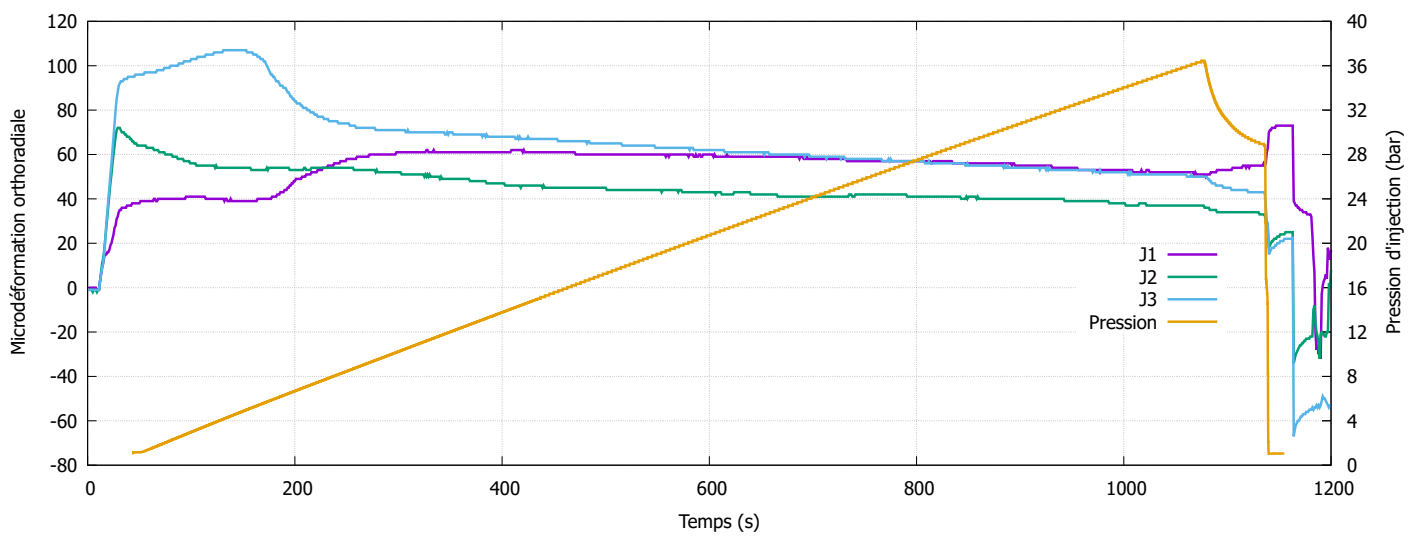


FIGURE B.25 – Données de l'essai pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

Annexe C

Relevés de fissuration

Ci-après les relevés de fissuration en face supérieure des essais réalisés pour le CHAP. 2 ainsi que l'emplacement des jauges de déformation.

1 Saturation à 85%

1.1 Injection à l'huile

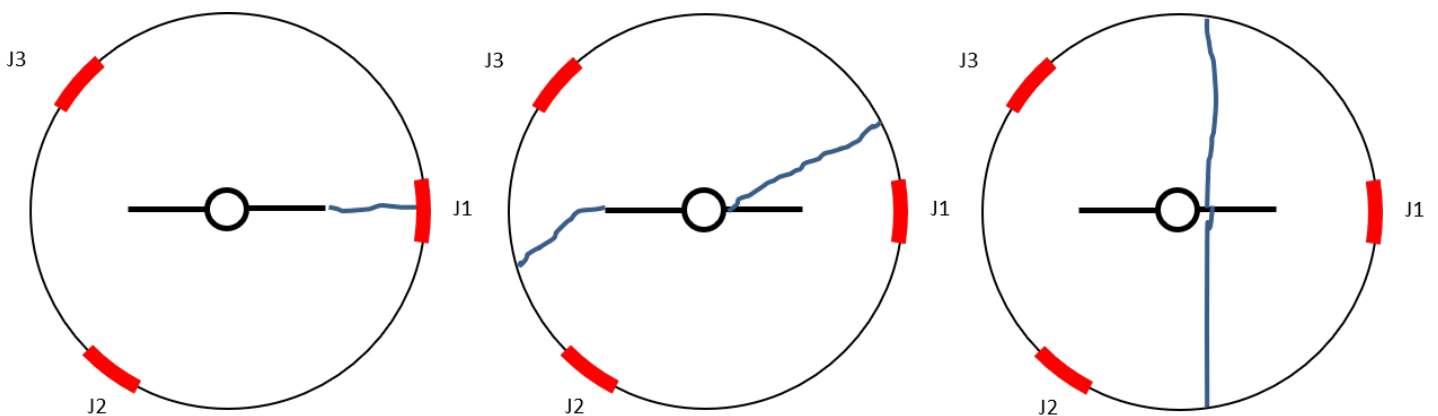


FIGURE C.1 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 85%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

1.2 Injection à l'azote

Aucun essai n'a pu être réalisé à cause de la grande perméabilité à l'azote des échantillons partiellement saturés.

2 Saturation à 92%

2.1 Injection à l'huile

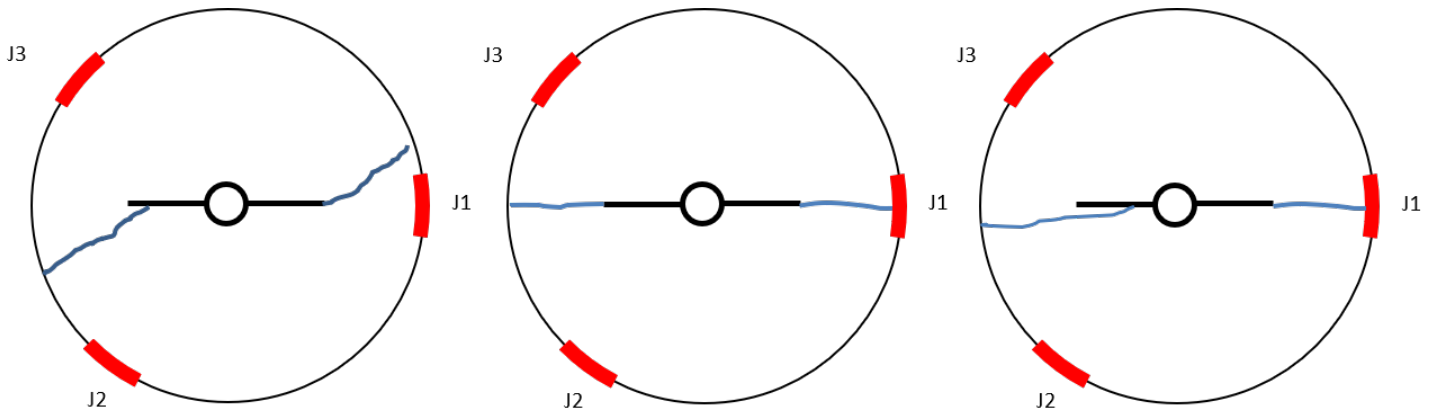


FIGURE C.2 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage - 1 faciès manquant !

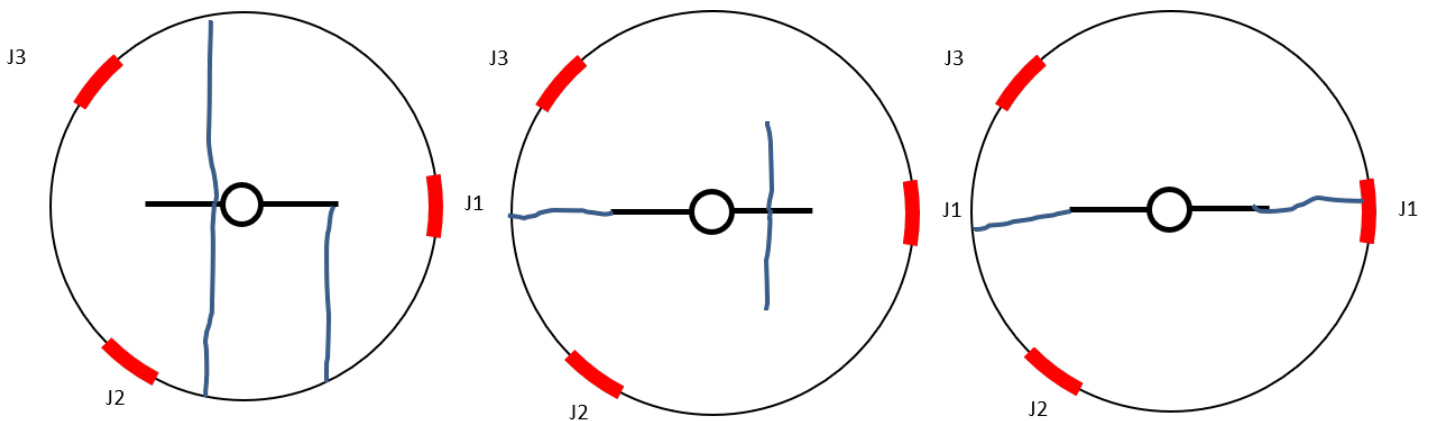


FIGURE C.3 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

2.2 Injection à l'azote

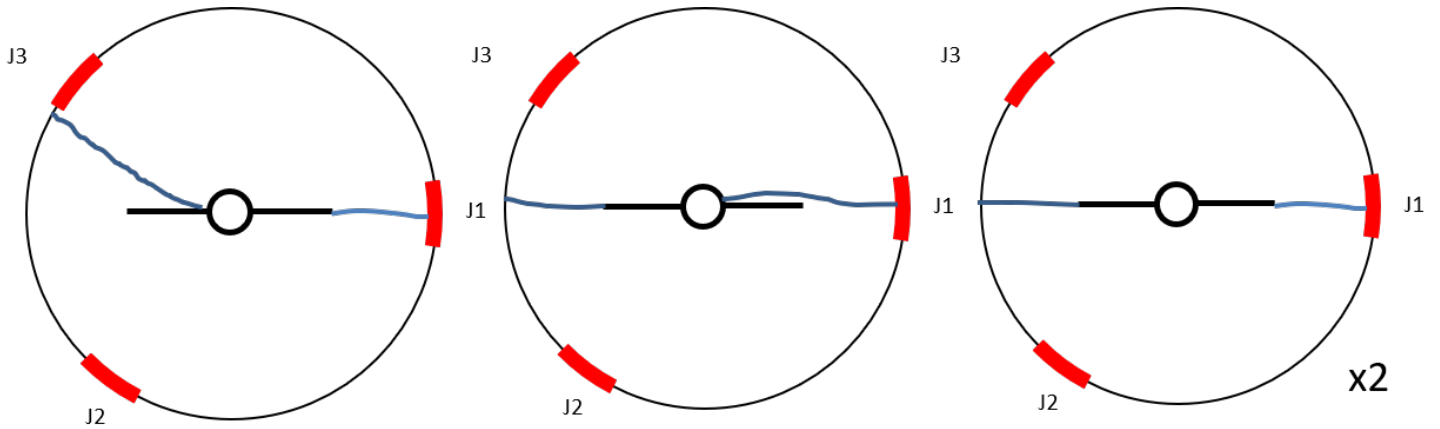


FIGURE C.4 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

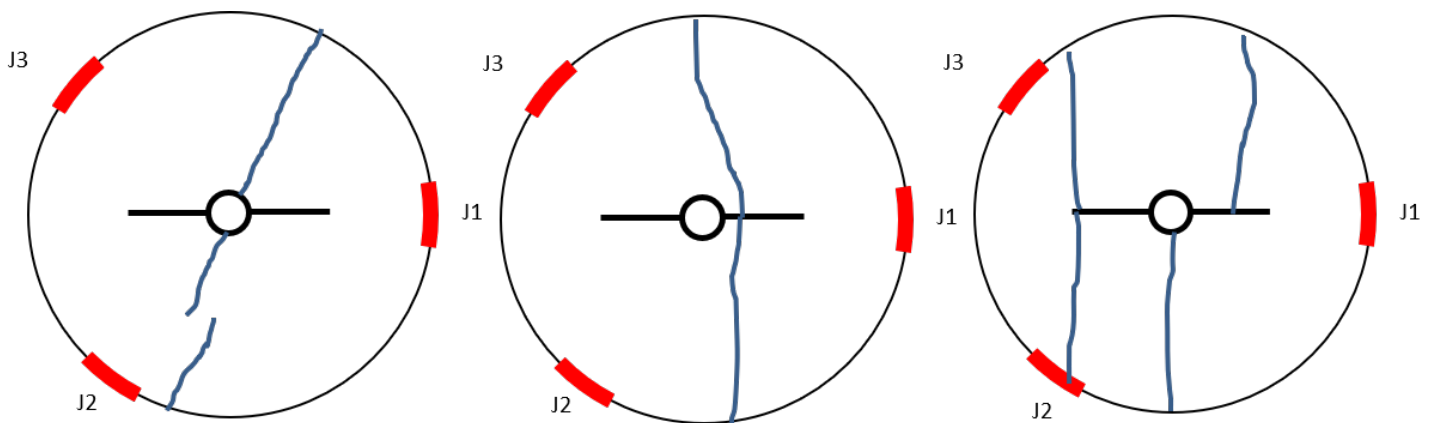


FIGURE C.5 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 92%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage

3 Saturation à 99%

3.1 Injection à l'huile

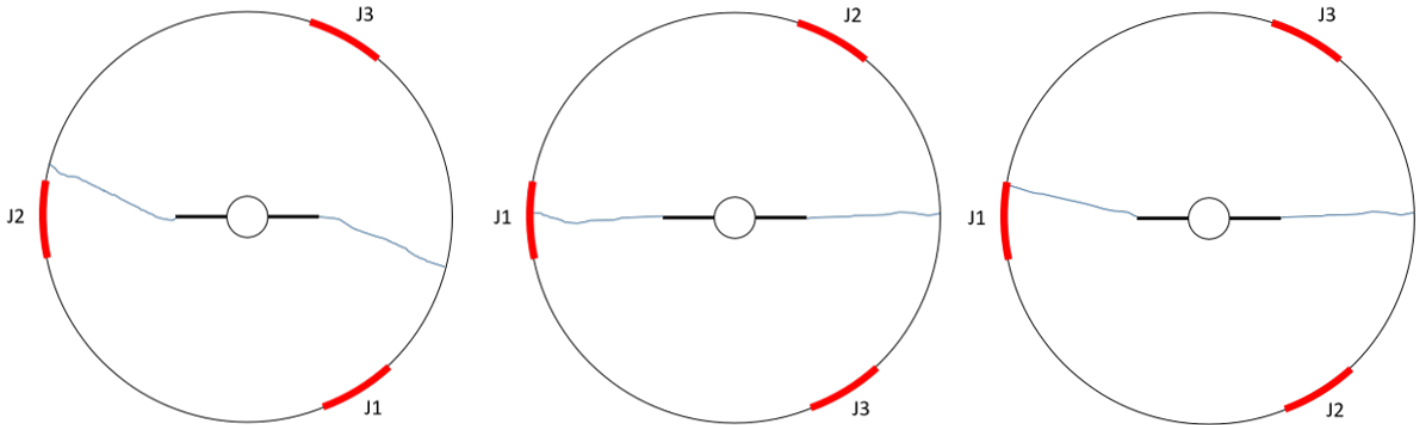


FIGURE C.6 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille parallèle au litage

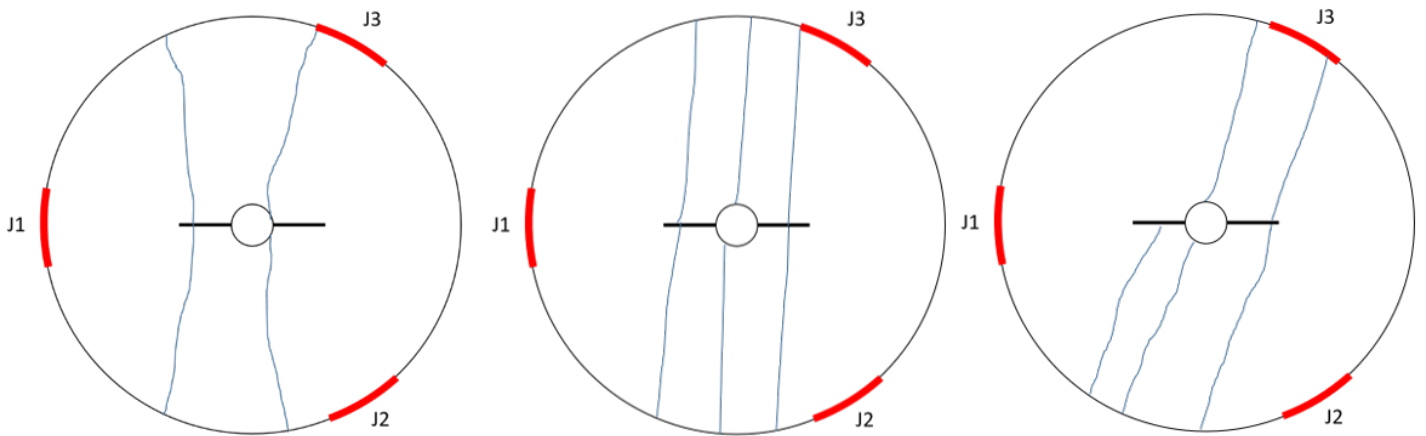


FIGURE C.7 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'huile et une entaille perpendiculaire au litage

3.2 Injection à l'azote

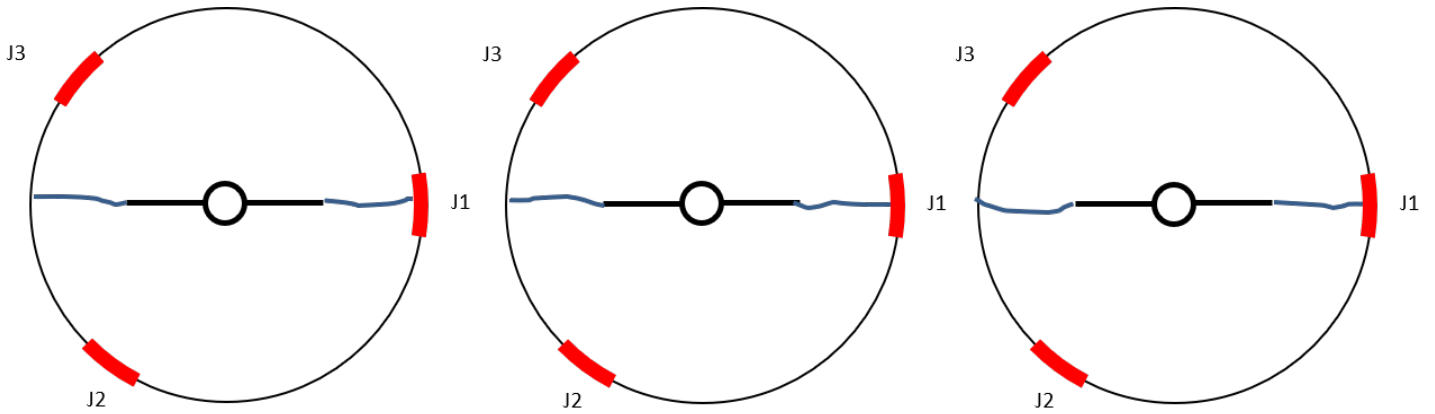


FIGURE C.8 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille parallèle au litage

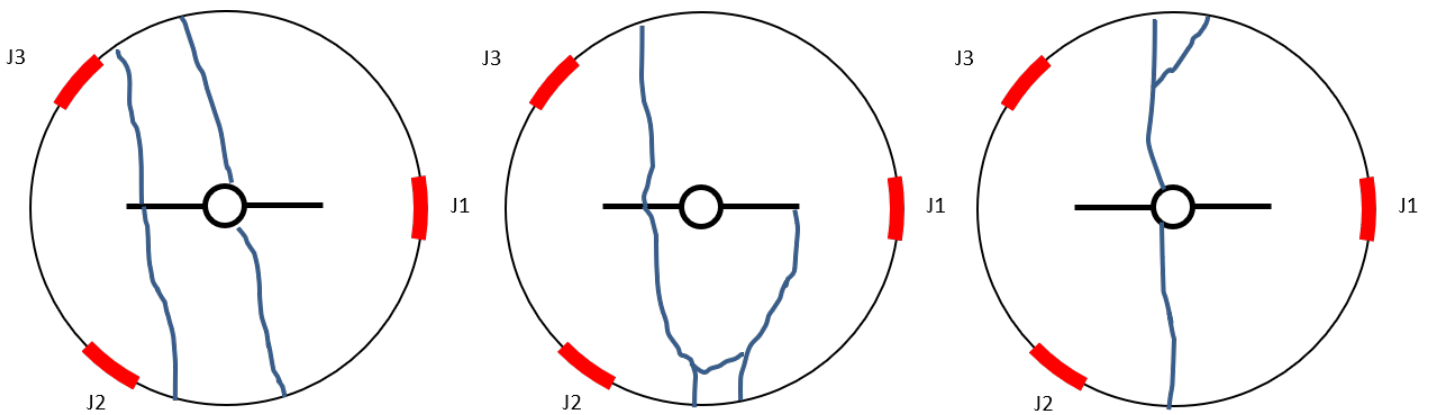


FIGURE C.9 – Relevés de fissuration en face supérieure pour une saturation à 99%, une injection à l'azote et une entaille perpendiculaire au litage

Bibliographie

- [1] Mohamad ABDULMAJID. « Determination of the in-situ fracture properties of Callovo-Oxfordian rocks : application to the prediction of fracture networks geometry around tunnels. » Thèse de doct., 2020.
- [2] H ABE, LM KEER et T MURA. « Growth rate of a penny-shaped crack in hydraulic fracturing of rocks, 2 ». In : *Journal of Geophysical Research* 81.35 (1976), p. 6292-6298.
- [3] J ADACHI, m SIEBRITS E, A PEIRCE et J DESROCHES. « Computer simulation of hydraulic fractures ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 44.5 (2007), p. 739-757.
- [4] J. ALPERN, C. MARONE, D. ELSWORTH, A. BELMONTE et P. CONNELLY. « Exploring the physicochemical processes that govern hydraulic fracture through laboratory experiments ». In : *46th US Rock Mechanics / Geomechanics Symposium 2012* 4 (2012), p. 2958-2963.
- [5] J ALPERN, C MARONE, Derek ELSWORTH, Andrew BELMONTE et P CONNELLY. « Exploring the physicochemical processes that govern hydraulic fracture through laboratory experiments ». In : *46th US Rock Mechanics/Geomechanics Symposium*. OnePetro. 2012.
- [6] Murtadha J. ALTAMMAR et Mukul M. SHARMA. « Effect of Borehole Pressurization Scheme on Breakdown Pressure ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 52.8 (2019), p. 2709-2715.
- [7] Synthèse ANDRA. « Evaluation de la faisabilité du stockage géologique en formation argileuse ». In : *Agence Nationale pour la gestion des Déchets RAdioactifs, Châtenay-Malabry* (2005).
- [8] Damien ANDRÉ, Ivan IORDANOFF, Jean-luc CHARLES et Jérôme NÉAUPORT. « Discrete element method to simulate continuous material by using the cohesive beam model ». In : *Computer methods in applied mechanics and engineering* 213 (2012), p. 113-125.
- [9] Gilles ARMAND, Nathalie CONIL, Jean TALANDIER et Darius M SEYEDI. « Fundamental aspects of the hydromechanical behaviour of Callovo-Oxfordian claystone : from experimental studies to model calibration and validation ». In : *Computers and Geotechnics* 85 (2017), p. 277-286.

- [10] N AUVRAY, N NEGI, S TRANCART et L PONSON. « L'analyse statistique des faciès de rupture : la science de la donnée au service de l'analyse de défaillance ». In : *Traitements & Matériaux* 489 (2019), p. 47-50.
- [11] David AZÓCAR, Marcelo ELGUETA et María Cecilia RIVARA. « Automatic LEFM crack propagation method based on local Lepp–Delaunay mesh refinement ». In : *Advances in Engineering Software* 41.2 (2010), p. 111-119.
- [12] Zdenek P BAIANT et Luigi CEDOLIN. « Finite element modeling of crack band propagation ». In : *Journal of Structural Engineering* 109.1 (1983), p. 69-92.
- [13] Malik BELMOKHTAR, Pierre DELAGE, Siavash GHABEZLOO et Nathalie CONIL. « Thermal behaviour and creep of the Callovo-Oxfordian claystone ». In : *Poromechanics VI*. 2017, p. 839-846.
- [14] Yves BERTHAUD, Eric RINGOT et Nicolas SCHMITT. « Experimental measurements of localization for tensile tests on concrete ». In : *International Conference "Fracture Processes in concrete, rock and ceramics"*. 1991.
- [15] Maurice A BIOT. « Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. II. Higher frequency range ». In : *The Journal of the acoustical Society of america* 28.2 (1956), p. 179-191.
- [16] Tulio N BITTENCOURT, Paul A WAWRZYNEK, Anthony R INGRAFFEA et JL SOUSA. « Quasi-automatic simulation of crack propagation for 2D LEFM problems ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 55.2 (1996), p. 321-334.
- [17] Elisabeth BOUCHAUD, G LAPASSET et J PLANES. « Fractal dimension of fractured surfaces : a universal value ? » In : *Europhysics letters* 13.1 (1990), p. 73.
- [18] Ramzy BOUSSETTA. « Estimateurs d'erreur et ramassage adaptatif : application à la simulation 3D des procédés de mise en forme des matériaux ». Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.
- [19] Katrin BREEDE, Khatia DZEBISASHVILI, Xiaolei LIU et Gioia FALCONE. « A systematic review of enhanced (or engineered) geothermal systems : past, present and future ». In : *Geothermal Energy* 1.1 (2013), p. 1-27.
- [20] Daniel BROSETA, Nicolas TONNET et Virenkumar SHAH. « Are rocks still water-wet in the presence of dense CO₂ or H₂S ? » In : *Geofluids* 12.4 (2012), p. 280-294.
- [21] Andrew P BUNGER et Emmanuel DETOURNAY. « Experimental validation of the tip asymptotics for a fluid-driven crack ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 56.11 (2008), p. 3101-3115.
- [22] T CHARRAS et F DI PAOLA. « Utiliser Cast3M : la procédure PASAPAS ». In : *Documentation Cast3M* (2011).
- [23] Li-Hsien CHEN, Wei-Chih CHEN, Yao-Chung CHEN, Leo BENYAMIN et An-Jui LI. « Investigation of hydraulic fracture propagation using a post-peak control system coupled with acoustic emission ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 48.3 (2015), p. 1233-1248.

- [24] Zuorong CHEN. « Finite element modelling of viscosity-dominated hydraulic fractures ». In : *Journal of Petroleum Science and Engineering* 88 (2012), p. 136-144.
- [25] David COLLETT. *Modelling binary data*. CRC press, 2002.
- [26] Nathalie CONIL, J TALANDIER, H DJIZANNE, R de LA VAISSIÈRE, C RIGHINI-WAZ, C AUVRAY, C MORLOT et G ARMAND. « How rock samples can be representative of in situ condition : A case study of Callovo-Oxfordian claystones ». In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 10.4 (2018), p. 613-623.
- [27] Peter A CUNDALL et Otto DL STRACK. « A discrete numerical model for granular assemblies ». In : *geotechnique* 29.1 (1979), p. 47-65.
- [28] Catherine A DAVY, Frédéric SKOCZYLAS, J-D BARNICHON et P LEBON. « Permeability of macro-cracked argillite under confinement : gas and water testing ». In : *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C* 32.8-14 (2007), p. 667-680.
- [29] R DE LA VAISSIÈRE, Ja MOREL, A NOIRET, P CÔTE, B HELMLINGER, R SOHRABI, J-M LAVANCHY, F LEVEAU, C NUSSBAUM et Ju MOREL. « Excavation-induced fractures network surrounding tunnel : properties and evolution under loading ». In : *Geological Society, London, Special Publications* 400.1 (2014), p. 279-291.
- [30] E DETOURNAY et DI GARAGASH. « The near-tip region of a fluid-driven fracture propagating in a permeable elastic solid ». In : *Journal of Fluid Mechanics* 494 (2003), p. 1-32.
- [31] Emmanuel DETOURNAY et Roberto CARBONELL. « Fracture-mechanics analysis of the breakdown process in minifracture or leakoff test ». In : *SPE production & facilities* 12.03 (1997), p. 195-199.
- [32] Alice DI DONNA, Pascal CHARRIER, Jelke DIJKSTRA, Edward ANDÒ et Pierre BÉSUELLE. « The contribution of swelling to self-sealing of claystone studied through x-ray tomography ». In : *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C* 127 (2022), p. 103191.
- [33] AP Van den EIJDEN, Pierre BÉSUELLE, René CHAMBON et Frédéric COLLIN. « A FE2 modelling approach to hydromechanical coupling in cracking-induced localization problems ». In : *International Journal of Solids and Structures* 97 (2016), p. 475-488.
- [34] Francisco EVANGELISTA JR, Jeffery R ROESLER et Sérgio P PROENÇA. « Three-dimensional cohesive zone model for fracture of cementitious materials based on the thermodynamics of irreversible processes ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 97 (2013), p. 261-280.

- [35] M FAIVRE, Bertrand PAUL, Fabrice GOLFIER, Richard GIOT, Patrick MASSIN et D COLOMBO. « 2D coupled HM-XFEM modeling with cohesive zone model and applications to fluid-driven fracture network ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 159 (2016), p. 115-143.
- [36] Seyed Hassan FALLAHZADEH, Md Mofazzal HOSSAIN, Ashton James CORNWELL et Vamegh RASOULI. « Near wellbore hydraulic fracture propagation from perforations in tight rocks : The roles of fracturing fluid viscosity and injection rate ». In : *Energies* 10.3 (2017).
- [37] Yixuan FENG, Kjetil HAUGEN et Abbas FIROOZABADI. « Phase-Field Simulation of Hydraulic Fracturing by CO₂, Water and Nitrogen in 2D and Comparison With Laboratory Data ». In : *Journal of Geophysical Research : Solid Earth* 126.11 (2021), e2021JB022509.
- [38] Stéphanie FICHANT. « Endommagement et anisotropie induite du béton de structures : modélisations approchées ». Thèse de doct. Cachan, Ecole normale supérieure, 1996.
- [39] Stéphanie FICHANT, Christian LA BORDERIE et Gilles PIJAUDIER-CABOT. « Isotropic and anisotropic descriptions of damage in concrete structures ». In : *Mechanics of Cohesive-frictional Materials : An International Journal on Experiments, Modelling and Computation of Materials and Structures* 4.4 (1999), p. 339-359.
- [40] Ronald Aylmer FISHER. *Statistical methods for research workers*. Springer, 1992.
- [41] Gilles A FRANCFORT et J-J MARIGO. « Revisiting brittle fracture as an energy minimization problem ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 46.8 (1998), p. 1319-1342.
- [42] Michel FRÉMOND et Boumediene NEDJAR. « Damage, gradient of damage and principle of virtual power ». In : *International journal of solids and structures* 33.8 (1996), p. 1083-1103.
- [43] Pengcheng FU, Randolph R SETTGST, Yue HAO, Joseph P MORRIS et Frederick J RYERSON. « The influence of hydraulic fracturing on carbon storage performance ». In : *Journal of Geophysical Research : Solid Earth* 122.12 (2017), p. 9931-9949.
- [44] J GEERTSMA et F DE KLERK. « A rapid method of predicting width and extent of hydraulically induced fractures ». In : *Journal of petroleum technology* 21.12 (1969), p. 1571-1581.
- [45] Bo GOU, Li ZHAN, Jianchun GUO, Ran ZHANG, Changlin ZHOU, Lin WU, Jiexiao YE et Ji ZENG. « Effect of different types of stimulation fluids on fracture propagation behavior in naturally fractured carbonate rock through CT scan ». In : *Journal of Petroleum Science and Engineering* 201 (2021), p. 108529.

- [46] David GRÉGOIRE, Hubert MAIGRE, Julien RETHORE et Alain COMBESURE. « Dynamic crack propagation under mixed-mode loading—comparison between experiments and X-FEM simulations ». In : *International journal of solids and structures* 44.20 (2007), p. 6517-6534.
- [47] D GRGIC, A GIRAUD, M MOUMNI, R de LA VAISSIÈRE et J TALANDIER. « Impact of Swelling on the Permeability and Mechanical Properties of the Callovo-Oxfordian Claystone ». In : *56th US Rock Mechanics/Geomechanics Symposium*. OnePetro. 2022.
- [48] Alan Arnold GRIFFITH. « VI. The phenomena of rupture and flow in solids ». In : *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character* 221.582-593 (1921), p. 163-198.
- [49] F GUO, NR MORGENSTERN et JD SCOTT. « An experimental investigation into hydraulic fracture propagation—Part 1. Experimental facilities ». In : *International journal of rock mechanics and mining sciences & geomechanics abstracts*. T. 30. Elsevier. 1993, p. 177-188.
- [50] Yintong GUO, Peng DENG, Chunhe YANG, Xin CHANG, Lei WANG et Jun ZHOU. « Experimental investigation on hydraulic fracture propagation of carbonate rocks under different fracturing fluids ». In : *Energies* 11.12 (2018), p. 3502.
- [51] WE HASSEBROEK et AB WATERS. « Advancements through 15 years of fracturing ». In : *Journal of Petroleum Technology* 16.07 (1964), p. 760-764.
- [52] Jianming HE, Lekan Olatayo AFOLAGBOYE, Chong LIN et Xiaole WAN. « An experimental investigation of hydraulic fracturing in shale considering anisotropy and using freshwater and supercritical CO₂ ». In : *Energies* 11.3 (2018), p. 1-13.
- [53] Arne HILLERBORG, Mats MODÉER et P-E PETERSSON. « Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements ». In : *Cement and concrete research* 6.6 (1976), p. 773-781.
- [54] Peng HOU, Feng GAO, Yanan GAO, Yugui YANG et Chengzheng CAI. « Changes in breakdown pressure and fracture morphology of sandstone induced by nitrogen gas fracturing with different pore pressure distributions ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 109 (1 2018), p. 84-90.
- [55] George R IRWIN. « Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate ». In : (1957).
- [56] Tsuyoshi ISHIDA. « Acoustic emission monitoring of hydraulic fracturing in laboratory and field ». In : *Construction and Building Materials* 15.5-6 (2001), p. 283-295.
- [57] Tsuyoshi ISHIDA, Qu CHEN, Yoshiaki MIZUTA et Jean Claude ROEGIERS. « Influence of fluid viscosity on the hydraulic fracturing mechanism ». In : *Journal of Energy Resources Technology, Transactions of the ASME* 126.3 (2004), p. 190-200.

- [58] Gwendal JOUAN, Panagiotis KOTRONIS, Denis CAILLERIE et Frédéric COLLIN. « A second gradient cohesive element for mode I crack propagation ». In : *Finite Elements in Analysis and Design* 204 (2022), p. 103732.
- [59] Lazar M KACHANOV. « Time of the rupture process under creep conditions, Izy Akad ». In : *Nank SSR Otd Tech Nauk* 8 (1958), p. 26-31.
- [60] Soma Sekhar V KANDULA, Jorge ABANTO-BUENO, John LAMBROS et Philippe H GEUBELLE. « Cohesive modeling of quasi-static fracture in functionally graded materials ». In : (2006).
- [61] SA KHRISTIANOVIC et Yu P ZHELTOV. « Formation of vertical fractures by means of highly viscous liquid ». In : *World Petroleum Congress Proceedings*. 1955, p. 579-586.
- [62] Rémi de LA VAISSIÈRE, Gilles ARMAND et Jean TALANDIER. « Gas and water flow in an excavation-induced fracture network around an underground drift : a case study for a radioactive waste repository in clay rock ». In : *Journal of Hydrology* 521 (2015), p. 141-156.
- [63] Rémi de LA VAISSIÈRE, Jean TALANDIER, Gilles ARMAND, Minh-Ngoc VU et Francois Henri CORNET. « From two-phase flow to gas fracturing into Callovo-Oxfordian claystone ». In : *53rd US Rock Mechanics/Geomechanics Symposium*. OnePetro. 2019.
- [64] P LE TIRANT et M DUPUY. « Dimensions of the fractures obtained by hydraulic fracturing of oil bearing formations ». In : *Revue de l'Institut Francois du Petrole* (1967), p. 44-98.
- [65] J LEMAITRE et Jean-Louis CHABOCHE. « Aspect phénoménologique de la rupture par endommagement ». In : *J Méc Appl* 2.3 (1978).
- [66] Nicolas LENOIR. « Comportement mécanique et rupture dans les roches argileuses étudiés par micro tomographie à rayons X ». Thèse de doct. Université Joseph-Fourier-Grenoble I, 2006.
- [67] Hui LI, Hongwu LEI, Zhenjun YANG, Jianying WU, Xiaoxian ZHANG et Shouding LI. « A hydro-mechanical-damage fully coupled cohesive phase field model for complicated fracking simulations in poroelastic media ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 399 (2022), p. 115451.
- [68] Xiang LI, Zijun FENG, Gang HAN, Derek ELSWORTH, Chris MARONE et Damian SAFFER. « Hydraulic Fracturing in Shale with H₂O, CO₂ and N₂ ». In : *American Rock Mechanics Association* (2015), p. 1-8.
- [69] Yinlong LU, Mengqi HE, Bingzhen WU et Xingyu MENG. « Experimental and theoretical analysis of hydraulic fracturing and gas fracturing of rock under true triaxial compressions ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 234.March (2020), p. 107100.

- [70] EL MAJER et TW DOE. « Studying hydrofractures by high frequency seismic monitoring ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*. T. 23. Elsevier. 1986, p. 185-199.
- [71] Benoit B MANDELBROT, Dann E PASSOJA et Alvin J PAULLAY. « Fractal character of fracture surfaces of metals ». In : *Nature* 308.5961 (1984), p. 721-722.
- [72] Mohammed MATALLAH, Christian LA BORDERIE et Olivier MAUREL. « A practical method to estimate crack openings in concrete structures ». In : *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 34.15 (2010), p. 1615-1633.
- [73] Kazumi MATSUSHIGE, Yasuhiro SAKURADA et Kiyoshi TAKAHASHI. « X-ray microanalysis and acoustic emission studies on the formation mechanism of secondary cracks in pmma ». In : *Journal of materials science* 19.5 (1984), p. 1548-1555.
- [74] J MAZARS et Y BERTHAUD. « Une technique expérimentale appliquée au béton pour créer un endommagement diffus et mettre en évidence son caractère unilatéral ». In : *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série 2, Mécanique, Physique, Chimie, Sciences de l'univers, Sciences de la Terre* 308.7 (1989), p. 579-584.
- [75] Mamadou Abdoul MBACKE. « Caractérisation et modélisation du comportement mécanique des composites tressés 3D : Application à la conception de réservoirs GNV ». Thèse de doct. Paris, ENMP, 2013.
- [76] Hamza MENACEUR, Pierre DELAGE, Anh Minh TANG et Jean TALANDIER. « The status of water in swelling shales : an insight from the water retention properties of the Callovo-Oxfordian claystone ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 49 (2016), p. 4571-4586.
- [77] Nicolas MOËS et Ted BELYTSCHKO. « X-FEM, de nouvelles frontières pour les éléments finis ». In : *Revue européenne des Eléments* 11.2-4 (2002), p. 305-318.
- [78] Nicolas MOËS, John DOLBOW et Ted BELYTSCHKO. « A finite element method for crack growth without remeshing ». In : *International journal for numerical methods in engineering* 46.1 (1999), p. 131-150.
- [79] A NADAI. « Theory of Flow and Fracture of Solids ». In : *McGraw HiliBook Co. Inc* 1 (1950), p. 275-280.
- [80] VP NGUYEN, D SUTULAS, S BORDAS, Y LU et al. « Computational modelling of multiple crack growth : A comparison between discrete and phase field models ». In : *Proceedings of the 9th Australian conference on applied mechanics. Sydney : The University of New South Wales*. 2017.
- [81] Nicklas NORDBÄCK et Jon ENGSTRÖM. « Outcome of Geological Mapping and Prediction/Outcome Studies of ONKALO ». In : *Posiva Report 2016-14*. Posiva Oy Eurajoki, 2016, p. 124.

- [82] M ORTIZ. « Microcrack coalescence and macroscopic crack growth initiation in brittle solids ». In : *International Journal of Solids and Structures* 24.3 (1988), p. 231-250.
- [83] Benoît PARDOEN, Pierre BÉSUELLE, Stefano DAL PONT, Philippe COSENZA et Jacques DESRUES. « Accounting for small-scale heterogeneity and variability of clay rock in homogenised numerical micromechanical response and microcracking ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 53 (2020), p. 2727-2746.
- [84] Benoît PARDOEN, Frédéric COLLIN, Pierre BÉSUELLE, Robert CHARLIER, Jean TALANDIER, Stefano DAL PONT, Philippe COSENZA, Abraham Van den EIJNDEN et Jacques DESRUES. « Modelling the multiscale behaviour of claystone : deformation, rupture, and hydro-mechanical phenomena around underground galleries ». In : *E3S Web of Conferences*. T. 205. 2020, p. 10003.
- [85] Bertrand PAUL, Maxime FAIVRE, P MASSIN, Richard GIOT, Daniele COLOMBO, F GOLFIER et Alexandre MARTIN. « 3D coupled HM–XFEM modeling with cohesive zone model and applications to non planar hydraulic fracture propagation and multiple hydraulic fractures interference ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 342 (2018), p. 321-353.
- [86] P-E PETERSSON. *Crack growth and development of fracture zones in plain concrete and similar materials*. Rapp. tech. Lund Inst. of Tech.(Sweden). Div. of Building Materials, 1981.
- [87] QT PHAM, F VALES, L MALINSKY, D Nguyen MINH et H GHARBI. « Effects of desaturation–resaturation on mudstone ». In : *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C* 32.8-14 (2007), p. 646-655.
- [88] Quoc Thai PHAM. « Effets de la désaturation et de la resaturation sur l’argilite dans les ouvrages souterrains. » Thèse de doct. Ecole Polytechnique X, 2006.
- [89] Gilles PIJAUDIER-CABOT et Zdeněk P BAŽANT. « Nonlocal damage theory ». In : *Journal of engineering mechanics* 113.10 (1987), p. 1512-1533.
- [90] Yan QIN, Chun LIU, Xiaoyu ZHANG, Xingang WANG, Bin SHI, Yue WANG et Shang DENG. « A three-dimensional discrete element model of triaxial tests based on a new flexible membrane boundary ». In : *Scientific Reports* 11.1 (2021), p. 4753.
- [91] Yu N RABOTNOV, Frederick Alexander LECKIE et William PRAGER. « Creep problems in structural members ». In : (1970).
- [92] Saïd RAHAL. « Influence de l’anisotropie induite par la fissuration sur le comportement poromécanique de géomatériaux ». Thèse de doct. Toulouse, INSA, 2015.
- [93] James R RICE. « A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks ». In : (1968).

- [94] Jean-Charles ROBINET, Paul SARDINI, Daniel COELHO, Jean-Claude PARNEIX, Dimitri PRÊT, Stéphane SAMMARTINO, Elodie BOLLER et Scott ALTMANN. « Effects of mineral distribution at mesoscopic scale on solute diffusion in a clay-rich rock : Example of the Callovo-Oxfordian mudstone (Bure, France) ». In : *Water Resources Research* 48.5 (2012).
- [95] M. B. RUBIN. « Experimental Study of Hydraulic Fracturing in an Impermeable Material ». In : *Journal of Energy Resources Technology* 105.2 (juin 1983), p. 116-124.
- [96] Yu SANG, Song YI, Wang SHOUYI, Xiao YONGJUN, Hu JUNJIE, Wang YITING, Yi LIANGPING et Yang ZHAOZHONG. « Novel phase field model of hydraulic fracture propagation in poroelastic media and numerical investigation of interaction between hydraulic fracture and natural fracture ». In : *Petroleum* (2023).
- [97] Erik SCHLANGEN et Edward J GARBOCZI. « Fracture simulations of concrete using lattice models : computational aspects ». In : *Engineering fracture mechanics* 57.2-3 (1997), p. 319-332.
- [98] Antonin SETTARI et Michael P CLEARY. « Three-dimensional simulation of hydraulic fracturing ». In : *Journal of Petroleum Technology* 36.07 (1984), p. 1177-1190.
- [99] HL SHI, T ROUGELOT, SY XIE, JF SHAO et J TALANDIER. « Investigation of strain fields and anisotropy in triaxial tests on Callovo-Oxfordian claystone by X-ray micro-tomography and digital volume correlation ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 163 (2023), p. 105330.
- [100] Insun SONG, Mancheol SUH, Kyoung Sik WON et Bezalel HAIMSON. « A laboratory study of hydraulic fracturing breakdown pressure in table-rock sandstone ». In : *Geosciences Journal* 5.3 (2001), p. 263-271.
- [101] Eleni STAVROPOULOU, Edward ANDÒ, Emmanuel ROUBIN, Nicolas LENOIR, Alessandro TENGATTINI, Matthieu BRIFFAUT et Pierre BÉSUELLE. « Dynamics of water absorption in callovo-oxfordian claystone revealed with multimodal X-ray and neutron tomography ». In : *Frontiers in Earth Science* 8 (2020), p. 6.
- [102] Eleni STAVROPOULOU, Edward ANDÒ, Alessandro TENGATTINI, Matthieu BRIFFAUT, Frédéric DUFOUR, Duncan ATKINS et Gilles ARMAND. « Liquid water uptake in unconfined Callovo Oxfordian clay-rock studied with neutron and X-ray imaging ». In : *Acta Geotechnica* 14 (2019), p. 19-33.
- [103] Ingo STEINBACH. « Phase-field models in materials science ». In : *Modelling and simulation in materials science and engineering* 17.7 (2009), p. 073001.
- [104] Chin-Fu TSANG, Frederic BERNIER et Christophe DAVIES. « Geohydromechanical processes in the Excavation Damaged Zone in crystalline rock, rock salt, and indurated and plastic clays—in the context of radioactive waste disposal ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 42.1 (2005), p. 109-125.

- [105] R. de la VAISSIÈRE, G. ARMAND, M. N. VU, J. TALANDIER et F. H. CORNET. « Effect of gas flow rate on gas fracturing in callovo-oxfordian claystone ». In : *Rock Mechanics for Natural Resources and Infrastructure Development- Proceedings of the 14th International Congress on Rock Mechanics and Rock Engineering, ISRM 2019* (2020), p. 939-946.
- [106] M Th VAN GENUCHTEN. « A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils ». In : *Soil science society of America journal* 44.5 (1980), p. 892-898.
- [107] Stephane VERNEDE et Laurent PONSON. *Method for characterizing the cracking mechanism of a material from the fracture surface thereof*. US Patent 10,254,205. 2019.
- [108] Stéphane VERNÈDE, Laurent PONSON et Jean-Philippe BOUCHAUD. « Turbulent fracture surfaces : A footprint of damage percolation? » In : *Physical Review Letters* 114.21 (2015), p. 215501.
- [109] G VOLCKAERT, F BERNIER, X SILLEN, M VAN GEET, JC MAYOR, I GÖBEL, P BLÜMLING, B FRIEG, K SU et France ANDRA. « Similarities and differences in the behaviour of plastic and indurated clays ». In : *6th European Commission Conference on the Management and Disposal of Radioactive Waste (Euradwaste'04), Community Policy and Research & Training Activities*. 2004, p. 281-291.
- [110] Hui WANG. « Numerical modelling of the hydro-mechanical behaviour of the fractured excavation zone in deep nuclear waste disposal schemes ». Thèse de doct. Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2020.
- [111] Hui WANG, Qinxi DONG, Rémi de LA VAISSIÈRE, Minh-Ngoc VU, Christian LA BORDERIE, Domenico GALLIPOLI et Huan SUN. « Investigation of Hydro-mechanical Behaviour of Excavation Induced Damage Zone of Callovo-Oxfordian Claystone : Numerical Modeling and In-situ Experiment ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 55.10 (2022), p. 6079-6102.
- [112] Hui WANG, Christian LA BORDERIE, Domenico GALLIPOLI et Minh-Ngoc VU. « Numerical modelling of the hydro-mechanical behaviour of unsaturated COx ». In : *Geotechnical Research* 8.1 (2020), p. 3-15.
- [113] Hui WANG, Rémi de LA VAISSIÈRE, Minh-Ngoc VU, Christian LA BORDERIE et Domenico GALLIPOLI. « Numerical modelling and in-situ experiment for self-sealing of the induced fracture network of drift into the Callovo-Oxfordian claystone during a hydration process ». In : *Computers and Geotechnics* 141 (2022), p. 104487.
- [114] Paul Adams WITHERSPOON, Joseph SY WANG, K IWAI et John E GALE. « Validity of cubic law for fluid flow in a deformable rock fracture ». In : *Water resources research* 16.6 (1980), p. 1016-1024.

- [115] Liang XIA, Julien YVONNET et Siavash GHABEZLOO. « Phase field modeling of hydraulic fracturing with interfacial damage in highly heterogeneous fluid-saturated porous media ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 186 (2017), p. 158-180.
- [116] Zou YUSHI, Zhang SHICHENG, Zhou TONG, Zhou XIANG et Guo TIANKUI. « Experimental investigation into hydraulic fracture network propagation in gas shales using CT scanning technology ». In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 49.1 (2016), p. 33-45.
- [117] Béatrice YVEN, Stéphane SAMMARTINO, Yves GERAUD, Françoise HOMAND et Frédéric VILLIERAS. « Mineralogy, texture and porosity of Callovo-Oxfordian argillites of the Meuse/Haute-Marne region (eastern Paris Basin) ». In : *Mémoires de la Société géologique de France* 178.1 (2007), p. 73-90.
- [118] Béatrice YVEN, Jean-Baptiste MATHIEU et Michel GARCIA. « Geometry of the Callovo-Oxfordian claystone formation from depth-converted 3D-high resolution seismic data : modeling and spatial uncertainty ». In : mars 2015.
- [119] CA ZAPFFE et M CLOGG. « Fractography-a new tool for metallurgical research ». In : *Transactions of the American Society for Metals* 34 (1945), p. 71-107.
- [120] Ling-Ling ZENG, Yu-Jun CUI, Nathalie CONIL, Jad ZGHONDI, Gilles ARMAND et Jean TALANDIER. « Experimental study on swelling behaviour and microstructure changes of natural stiff Teguline clays upon wetting ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 54.5 (2017), p. 700-709.
- [121] Zhengwen ZENG et Jean Claude ROEGIERS. « Experimental Observation of Injection Rate Influence on the Hydraulic Fracturing Behavior of a Tight Gas Sandstone ». In : *Proceedings of the SPE/ISRM Rock Mechanics in Petroleum Engineering Conference* (2002), p. 186-193.
- [122] Chun-Liang ZHANG. « Deformation of clay rock under THM conditions ». In : *Geomechanics and Tunnelling* 8.5 (2015), p. 426-435.
- [123] Chun-Liang ZHANG. « Sealing of fractures in claystone ». In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 5.3 (2013), p. 214-220.
- [124] CL ZHANG, K WIECZOREK et ML XIE. « Swelling experiments on mudstones ». In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 2.1 (2010), p. 44-51.
- [125] Fan ZHANG, Yun JIA, HB BIAN et Gilles DUVEAU. « Modeling the influence of water content on the mechanical behavior of Callovo-Oxfordian argillite ». In : *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C* 65 (2013), p. 79-89.
- [126] Xiangxiang ZHANG, J. G. WANG, Feng GAO, Yang JU et Jia LIU. « Impact of water and nitrogen fracturing fluids on fracturing initiation pressure and flow pattern in anisotropic shale reservoirs ». In : *Computers and Geotechnics* 81 (2017), p. 59-76.

- [127] Xinglong ZHAO, Bingxiang HUANG et Jie XU. « Experimental investigation on the characteristics of fractures initiation and propagation for gas fracturing by using air as fracturing fluid under true triaxial stresses ». In : *Fuel* 236. October 2018 (2019), p. 1496-1504.
- [128] Guo Wei ZHU, Yu Xi JIA, Peng QU, Jia Qi NIE et Yun Li GUO. « Effect of characteristic parameters of exponential cohesive zone model on mode I fracture of laminated composites ». In : *Key Engineering Materials*. T. 525. Trans Tech Publ. 2013, p. 409-412.
- [129] Mark D ZOBACK et Steven M GORELICK. « Earthquake triggering and large-scale geologic storage of carbon dioxide ». In : *Proceedings of the National Academy of Sciences* 109 (2012), p. 10164-10168.
- [130] MD ZOBACK, F RUMMEL, R JUNG et CB RALEIGH. « Laboratory hydraulic fracturing experiments in intact and pre-fractured rock ». In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*. T. 14. Elsevier. 1977, p. 49-58.