



HAL
open science

Comportement mécanique différé et mouillabilité d'une craie pétrolifère

Grégoire Priol

► **To cite this version:**

Grégoire Priol. Comportement mécanique différé et mouillabilité d'une craie pétrolifère. Géotechnique. Ecole des Ponts - ParisTech, 2005. Français. NNT : . tel-01381298

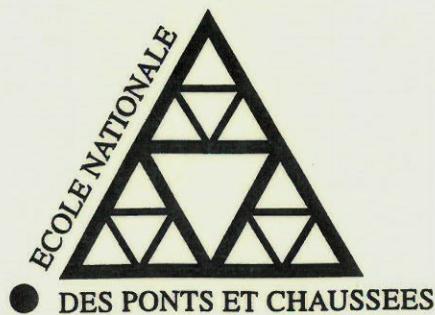
HAL Id: tel-01381298

<https://enpc.hal.science/tel-01381298>

Submitted on 20 Oct 2016

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

Présentée pour l'obtention du diplôme de

**DOCTEUR
DE
L'ECOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES**

Spécialité : géotechnique
Par
Grégoire PRIOL

COMPORTEMENT MECANIQUE DIFFERE ET MOUILLABILITE D'UNE CRAIE PETROLIFERE

Centre d'Enseignement et de Recherche en Mécanique des Sols (CERMES)
ENPC – LCPC – Institut NAVIER

Membres du jury :

M. Antonio GENS
M. Robert CHARLIER

Examineur
Examineur

M. Jian-Fu SHAO
M. Christian SCHROEDER
M. Vincenzo DE GENNARO
M. Pierre DELAGE

Examineur
Examineur
Conseiller d'étude
Directeur de thèse

[Date de soutenance : 30 septembre 2005]



© ENPC, 2005

Imprimée par le service reprographie de l'ENPC.

Ecole Nationale des Ponts et Chaussées
6-8, avenue Blaise Pascal
Cité Descartes Champs-sur-Marne
77 455 MARNE-LA-VALLEE cedex 2

Serveur web : www.enpc.fr

La loi du 11 mars 1957 n'autorise, aux termes des alinéas 1 et 3 de l'article 41, que "les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective d'une part, et, d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration". " Toute représentation ou reproduction, intégrale ou partielle, faite sans le consentement de l'auteur, ou de ses ayant droits ou ayants cause, et illicite" (loi du 11 mars 1957, alinéa 1^{er} de l'article 40). Cette représentation ou reproduction, par quelque procédé que ce soit, constituerait une contrefaçon sanctionnée par les articles 425 et suivant du code pénal.

THESE

Présentée pour l'obtention du diplôme de

**DOCTEUR
DE
L'ECOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES**

Spécialité : géotechnique

Par

Grégoire PRIOL



**COMPORTEMENT MECANIQUE DIFFERE ET
MOUILLABILITE D'UNE CRAIE PETROLIFERE**

Centre d'Enseignement et de Recherche en Mécanique des Sols (CERMES)
ENPC – LCPC – Institut NAVIER

Membres du jury :

M. Antonio GENS
M. Robert CHARLIER

Examineur
Examineur

M. Jian-Fu SHAO
M. Christian SCHROEDER
M. Vincenzo DE GENNARO
M. Pierre DELAGE

Examineur
Examineur
Conseiller d'étude
Directeur de thèse

12/1/20

**COMPORTEMENT MECANIQUE DIFFERE ET
MOUILLABILITE D'UNE CRAIE PETROLIFERE**

REMERCIEMENTS

*« Un seul mot usé, mais qui brille comme
une vieille pièce de monnaie : merci ! »
Pablo Neruda*

La réalisation d'un travail de recherche dans le cadre d'une thèse est une aventure. Celle-ci commence par le choix d'un sujet dans lequel chaque mot ou presque est une énigme. Elle se poursuit par une succession de périodes d'enthousiasmes et doutes. Elle se conclut enfin par la rédaction du mémoire, qui constitue la dernière épreuve. Cet exercice est au final passionnant et enrichissant tant professionnellement que humainement, et il n'aurait été possible sans le soutien de quelques personnes à qui je souhaite exprimer ici ma reconnaissance.

Tout d'abord, j'exprime ma reconnaissance à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées qui m'a donné l'opportunité de réaliser ce travail de recherche scientifique. Pendant trois années passées au sein de cette école, j'ai pu apprendre, comprendre et développer ce projet. Et, j'adresse mes sincères remerciements à M. Pierre Delage, professeur de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et directeur du CERMES, pour avoir permis mon intégration au laboratoire, m'avoir fait bénéficier de son expérience et de ses conseils et qui a bien voulu porté mon travail en tant que directeur de thèse.

Je voudrais témoigner ensuite ma gratitude envers Vincenzo De Gennaro, maître de conférence au CERMES, pour m'avoir proposé un sujet de recherche ouvert. Sa disponibilité et son enthousiasme ont été sans faille. Il a su également me laisser une grande liberté de manœuvre pour explorer mes propres idées, ce dont je lui suis particulièrement gré. Je remercie Antonio Gens et Christian Schroeder d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail ainsi que les autres membres du jury, Robert Charlier et Jian-Fu Shao.

Une thèse est un travail long et solitaire, qui s'effectue en équipe, et nous avons pu profiter de matériel et de la connaissance de plusieurs équipes de recherche parmi lesquelles il est nécessaire de signaler le département Géomac de l'université de Liège Robert Charlier, Christian Schroeder et Frédéric Collin ; et la division GMRGE du LCPC Philippe Mestat, Sylvine Guédon-Dubied, François Martineau.

Mes remerciements vont également à Emmanuel de Laure, François Martineau et Xavier Boulay pour les discussions intéressantes, l'apport technique et la sympathie qu'ils m'ont témoignée. Je ne pourrais aussi oublier les collègues doctorants, Merete Madland, Duilio Marcial, Hichem Ouffroukh, Altin Mantho, Trung le Thiet, Anh Minh Tang, qui m'ont aidé et encouragé tout au long de ce travail, et qui par leur conseil m'ont permis de mener à bien mon travail de recherche.

Une dernière pensée va pour les différents stagiaires qui ont apporté à leur manière une pierre à l'édifice de la thèse, et à l'apprentissage du métier de chercheur. Que Boumedienne Ghennane, José Candel-Hernandis et Thibaut Servant trouvent ici le témoignage de ma gratitude. De même, un grand merci à tous ceux qui m'ont supporté (au sens propre comme au figuré) lors de ces trois années de labeur et aux joueurs de football et de rugby, qui ont rendu mon séjour moins cérébral.

Enfin, ce mémoire de thèse est l'occasion de rendre hommage et de conserver le souvenir du professeur R. Risnes.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIE : LES CRAIES	5
1. INTRODUCTION	5
2. PETROGRAPHIE ET PROPRIETES PHYSIQUES DE LA CRAIE.....	6
2.1. <i>Microstructure et propriétés physiques de la craie</i>	6
2.2. <i>Stratigraphie et répartition</i>	8
2.3. <i>Densité, porosité</i>	10
2.4. <i>Synthèses des propriétés physiques de la craie</i>	13
3. INFLUENCE DU FLUIDE SATURANT SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA CRAIE.....	13
3.1. <i>Généralités sur le comportement mécanique des craies</i>	13
3.2. <i>L'effet de l'eau</i>	17
3.3. <i>L'effet de l'huile</i>	21
3.4. <i>Interaction physico-chimiques entre le fluide et la calcite</i>	22
4. COMPORTEMENT MULTIPHASIQUE DE LA CRAIE.....	25
4.1. <i>Introduction</i>	25
4.2. <i>La mouillabilité de la craie</i>	26
4.3. <i>La courbe de rétention</i>	28
4.4. <i>La perméabilité</i>	30
4.5. <i>Comportement mécanique en fonction du degré de saturation</i>	31
5. MODELES RHEOLOGIQUES FORMULES POUR LA CRAIE	32
5.1. <i>Modèles rhéologiques élastoplastiques</i>	32
5.2. <i>Les modèles visco-élastoplastiques</i>	33
5.3. <i>Modèles hydromécaniques</i>	35
5.4. <i>Modèle Pasachalk (Charlier et al., 2002)</i>	38
5.5. <i>Comparaison des modèles</i>	39
6. CONCLUSION.....	40
CHAPITRE II : CARACTERISATION PHYSIQUE DE LA CRAIE DE LIXHE.....	41
1. GENERALITES.....	41
1.1. <i>Petrographie et composition minéralogique</i>	41
1.2. <i>Pycnométrie à Hélium sur la craie de Lixhe</i>	42
1.3. <i>La porosité</i>	43
1.4. <i>La perméabilité</i>	45
2. REALISATION DES ECHANTILLONS	46
2.1. <i>L'utilisation d'un tour mécanique</i>	46
2.2. <i>Le carottage à l'eau</i>	47
2.3. <i>La saturation des échantillons</i>	47
2.4. <i>La contraction libre</i>	48
2.5. <i>Accessibilité de la porosité de la craie de Lixhe</i>	49
3. VITESSE DE PROPAGATION DES ONDES LONGITUDINALES.....	49
3.1. <i>La propagation des ondes longitudinales dans un milieu élastique</i>	49
3.2. <i>Mode opératoire</i>	51
3.3. <i>Résultats expérimentaux</i>	52
4. ETUDE AU POROSIMETRE A MERCURE	55
4.1. <i>Mode opératoire</i>	55
4.2. <i>Interprétation des essais porosimétriques</i>	60

5. RESISTANCE A LA COMPRESSION.....	63
5.1 Dispositif expérimental.....	63
5.2 Résultats des essais de résistance à la compression.....	64
6. CONCLUSION.....	65
CHAPITRE III : RETENTION ET MOUILLABILITE DE LA CRAIE DE LIXHE	67
1. INTRODUCTION	68
1.1. Définitions	68
1.2. Techniques de mesure de la saturation.....	71
2. DETERMINATION DES COURBES DE RETENTION DE LA CRAIE DE LIXHE.....	79
2.1. La méthode osmotique.....	73
2.2. La méthode de la phase vapeur	77
2.3. La méthode par translation d'axes.....	78
3. SYNTHÈSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	81
3.1. Courbes de rétention – système eau/huile	81
3.2. Courbes de rétention – système eau/air.....	82
3.3. Comparaison entre les deux systèmes	82
3.4. Détermination de la mouillabilité.....	83
4. REINTERPRETATION DES ESSAIS POROSIMETRIQUES.....	85
4.1. Calcul de l'angle de contact.....	85
4.2. Comparaison entre les courbes de rétention et les courbes capillaires	87
5. CONCLUSIONS.....	88
CHAPITRE IV : COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA CRAIE DE LIXHE.....	91
1. ESSAI ŒDOMETRIQUE POUR L'ETUDE DE LA CRAIE MULTIPHASIQUE	91
1.1. Application aux roches tendres et sols durs	91
1.2. Le contrôle de la succion.....	93
2. ESSAIS A CHARGEMENT PAR PALIERS ET ESSAIS DE FLUAGE.....	94
2.1. Stratégie d'étude.....	94
2.2. Courbe de tassement en fonction du temps.....	95
2.3. Description du fluage	97
2.4. Méthodologie appliquée au fluage de la craie	100
2.5. Résultats expérimentaux	102
3. ESSAIS A VITESSE DE DEFORMATION CONTROLEE	105
3.1. Principe de l'essai.....	105
3.2. Effets de la vitesse de déformations.....	106
3.3. Adaptation pour l'étude du fluage.....	113
4. ESSAIS DE COMPRESSION SIMPLE	114
4.1. Descriptif du montage expérimental.....	114
4.2. Mise en évidence du fluage déviatorique.....	115
5. CONCLUSION.....	118
CHAPITRE V : COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA CRAIE DE LIXHE	119
1. DESCRIPTIF DU MONTAGE EXPERIMENTAL	119
1.1 La cellule triaxiale Géodesign.....	119
1.2. Le contrôle de la succion.....	120
1.3. Méthodologie d'étude.....	125
2. COMPORTEMENT MECANIQUE MULTIPHASIQUE	127
2.1. Effets du fluide saturant.....	128
2.2. Effet de la succion sur la surface de charge.....	132
3. COMPORTEMENT VISQUEUX.....	139
3.1. Ecroutissage dû à la vitesse.....	139
3.2. Autres effets observés	142
4. ANISOTROPIE	144
4.1. Mise en évidence de l'anisotropie	144
4.2. Forme de la surface de charge.....	145
4.3. Directions d'écoulement plastique	146
5. CONCLUSION.....	147

CHAPITRE VI : APPLICATION AUX CRAIES DE CARRIERE(S)	149
1. INTRODUCTION	149
2. CARACTERISATION PHYSIQUE DE LA CRAIE D'ESTREUX	150
2.1. <i>Masse volumique et porosité</i>	151
2.2. <i>Teneur naturelle en eau</i>	152
2.3. <i>Porosimétrie au mercure (PAM)</i>	153
2.4. <i>Observations au microscope électronique à balayage</i>	156
3. CARACTERISTIQUES DE RETENTION DE LA CRAIE D'ESTREUX	157
3.1. <i>Introduction</i>	157
3.2. <i>La succion dans le système air-eau</i>	158
3.3. <i>Succion initiale : méthode du papier-filtre</i>	158
3.4. <i>Détermination de la courbe de rétention par la méthode osmotique</i>	160
3.5. <i>Détermination de la courbe de rétention d'eau par phase vapeur</i>	161
3.6. <i>Courbe de rétention de la craie d'Estreux</i>	162
3.7. <i>Comparaison de la courbe de rétention avec les résultats des essais porosimétriques</i>	164
4. COMPORTEMENT HYDRO-MECANIQUE DE LA CRAIE D'ESTREUX	166
4.1. <i>Essais oedométriques</i>	166
4.2. <i>Courbes de compressibilités</i>	168
4.3. <i>Courbes de déformations en fonction du temps</i>	170
4.4. <i>Essais d'effondrement sur la craie d'Estreux</i>	171
5. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	174
CHAPITRE VII : MODELISATION NUMERIQUE	175
1. GENERALITES	
1.1. <i>Introduction</i>	175
1.2. <i>Viscoélasticité : modèles rhéologiques</i>	176
1.3. <i>Les modèles élastoplastiques visqueux</i>	177
2. LA CRAIE MULTIPHASIQUE	181
2.1. <i>Le comportement élastoplastique</i>	181
2.2. <i>Les effets de la succion</i>	185
2.3. <i>Les effets temporels</i>	186
3. FORMULATION GENERALE DU MODELE PROPOSE	191
3.1. <i>Elasticité</i>	191
3.2. <i>La surface de charge</i>	191
3.3. <i>La prise en compte des effets de la succion</i>	192
3.4. <i>Modélisation visco-élastoplastique</i>	192
4. RESULTATS NUMERIQUES ET COMPARAISONS	193
4.1. <i>Comportement élastoplastique</i>	193
4.2. <i>Prise en compte de la viscosité</i>	198
5. CONCLUSION	199
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	201
BIBLIOGRAPHIE	205

INTRODUCTION

*« La lecture est au seuil de la vie spirituelle ; elle
peut nous y introduire : elle ne la constitue pas »
Marcel Proust*

I. INTRODUCTION GENERALE

La mécanique des sols et des roches, issue des sciences des matériaux et de la mécanique des milieux continus, est une science riche et complexe qui n'intéresse pas uniquement le génie civil mais trouve aussi des applications dans l'agronomie, la pédologie, la géologie, le génie pétrolier... La difficulté principale réside dans le fait que les sols et les roches sont des matériaux naturels très variés qui présentent un large éventail de comportement en réponse à un nombre relativement important de sollicitations. Ces sollicitations sont d'origines mécaniques (efforts), thermiques, physiques et chimiques ; impliquant les effets du fluide (ou des fluides) au sein des pores. De plus, la réponse à ces sollicitations n'est pas immédiate, les sols et les roches sont des matériaux évolutifs, possédant une histoire géologique leur procurant un certain nombre de propriétés et inscrivant leur réponse à une sollicitation dans la durée. Il apparaît donc clairement que le comportement d'un sol ou d'une roche met en jeu des couplages entre les différentes sollicitations et qu'il est nécessaire de prendre en compte tous les aspects interconnectés de la réponse pour offrir une compréhension et une estimation des phénomènes étudiés. A ce titre, la connaissance et la caractérisation du comportement mécanique des craies est depuis quelques décennies un sujet d'intérêt majeur, en Europe (*e.g.* France, Royaume Uni, Norvège), mais également dans d'autres pays extra-européens (*e.g.* les cavernes de Beit Guvrin en Israël). Des raisons multiples sont associées à cet intérêt croissant, comme par exemple les enjeux économiques liés aux phénomènes de subsidence lors de l'exploitation, par injection d'eau de mer, des gisements pétrolifères en Mer du Nord (plate-forme Ekofisk); mais, également, la nécessité de mieux comprendre les mécanismes de vieillissement, qui sont à l'origine des instabilités des massifs rocheux lorsque ceux-ci subissent une exposition prolongée à des variations naturelles d'hygrométrie et de température, comme dans les cas des carrières, des mines, des versants naturels et des falaises.

Les recherches sur les craies pétrolifères de Mer du Nord ont montré que, dans ces matériaux poreux multiphasiques, la présence conjointe de plusieurs fluides saturants (pétrole et eau de mer) et du squelette, sont à l'origine d'interactions physico-chimiques, parfois complexes, ayant une grande influence sur la résistance macroscopique du matériau, et sur son évolution dans le temps. En raison de

ce lien étroit existant entre les aspects hydrauliques et mécaniques, une attention particulière a été consacrée à la définition des caractéristiques de rétention de ces matériaux aux différents couples de fluides considérés. Plusieurs analogies avec le comportement mécanique d'un sol non saturé ont été observées. En particulier, il a été vérifié que la diminution de volume observée dans une craie envahie par l'eau est associée à un mécanisme d'effondrement par hydratation typique des sols fins lâches non saturés soumis à un remouillage sous charge constante. Le temps est signalé comme un paramètre déterminant lors de l'explication de certains aspects du comportement mécanique des craies. En effet, le fluage (déformation différée sous chargement mécanique constant) est un phénomène très important dans les craies, qui rend indispensable son étude lors de l'analyse des conditions de stabilité du matériau à long terme et la compréhension des mécanismes qui en sont à l'origine.

La compréhension du phénomène de subsidence des réservoirs de craie soumise à l'injection d'eau est à l'origine de notre étude ; la craie pétrolifère étant sujette à des couplages hydro-mécaniques, magnifiés par une sensibilité supérieure de la craie à l'eau. Cependant, nous avons cherché à étendre les concepts et les résultats obtenus par des essais physiques et mécaniques variés et complémentaires aux cas plus courants de craie soumise à la variation de la quantité d'eau au sein des pores

2. PLAN DE L'ETUDE

Ce mémoire de thèse s'organise en sept chapitres distincts et complémentaires ; quatre axes principaux s'en dégagent néanmoins: une étude bibliographique présentant les différents aspects de la craie, une caractérisation expérimentale du matériau d'étude, une étude expérimentale du comportement hydro-mécanique différé de la craie multiphasique et une approche numérique de modélisation du comportement visco-élastoplastique couplé observé. Tout d'abord, une synthèse bibliographique a été réalisée en vue de présenter l'ensemble des facettes de la craie. En effet, les craies varient énormément d'un site à l'autre et leurs caractéristiques physiques et mécaniques sont très dispersées. Cet état de l'art possède pour but de situer le matériau d'étude parmi l'éventail de comportements proposés par la craie et de définir l'intérêt de notre recherche. En effet, la craie a été soumise depuis plusieurs décennies à d'importantes recherches ; l'influence significative du fluide saturant a notamment été établie, celle-ci doit être prise en compte sérieusement pour de nombreux problèmes de stabilité. Les comportements extrêmes, sec ou saturés, étant bien caractérisés; l'attention se focalise actuellement sur le comportement multiphasique complet expliquant la transition entre ces états, qui a été partiellement étudié par Delage *et al.* (1996), Papamichos *et al.* (1997), et Risnes *et al.* (1999 & 2000).

Pour des raisons économiques, le matériau d'étude n'a pu être la craie de réservoir et l'ensemble des travaux ont porté sur une craie similaire : la craie de Lixhe. Dès lors, une série d'expériences (pycnomètre à Hélium, Microscope Electronique à Balayage, porosimètre à mercure, essai de compression simple, mesure de vitesse du son) a permis de caractériser le matériau et de fournir une carte d'identité pour la craie de Lixhe. Cette caractérisation, relatée dans le chapitre II, a mis en

lumière la variabilité de la craie, la dispersion relative de ses caractéristiques tant structurelles (porosité, taille des pores,...) que mécaniques (résistance à la compression). Cette variabilité a été consécutivement prise en compte dans la réalisation et l'interprétation des essais mécaniques. Une étape importante pour la compréhension du comportement de la craie est la description des relations existant entre la phase fluide (liquide dans notre étude, pas de phase gazeuse) et la phase solide. La mouillabilité de la craie de Lixhe a ainsi été étudiée au moyen de procédures expérimentales issues de la mécanique des sols non saturés adaptées à l'étude de la craie multiphasique contenant de l'eau et de l'huile (chapitre III). La méthode osmotique et la méthode de translation d'axes ont permis d'établir les courbes de rétention, les relations entre le degré de saturation relatif en eau et le niveau de succion, sur des chemins de drainage et d'imbibition.

Les Chapitres IV et V sont consacrés à l'exposé de l'étude expérimentale menée principalement au moyen des deux instruments classiques de la mécanique des sols : l'oedomètre et l'appareil triaxial de révolution. L'utilisation de l'oedomètre pour une roche tendre telle la craie est relativement inhabituelle ; pour autant l'adaptation de l'oedomètre pour des essais à vitesse constante de déformation et pour des essais classiques par paliers a fourni des résultats satisfaisants. Une procédure d'essai et d'analyse a été définie afin de mettre en évidence le fluage oedométrique de la craie. Cette procédure a été appliquée à l'étude du comportement mécanique différé d'une craie de carrière (chapitre VI) lors de travaux en collaboration avec l'INERIS. Par ailleurs, le comportement tridimensionnel a été approché par l'utilisation d'une cellule triaxiale auto-compensée avec mesure locale des déformations ; cette cellule permet l'application de charges élevées (contraintes de confinement maximum de 62 MPa) sur divers chemins de chargement. Deux vitesses de chargement furent mises en œuvre afin de quantifier les effets de la vitesse. Ces deux systèmes, essais oedométrique et essai triaxial de révolution, étaient complétés de dispositifs de contrôle de la succion (et par conséquent du niveau de saturation en eau de la craie). L'influence de la quantité d'eau (respectivement d'huile) au sein des pores de la craie fut établie par la réalisation d'essais à différents niveaux de succion, révélant les couplages hydromécaniques dans la craie.

Enfin, le chapitre VII aborde succinctement la modélisation numérique du comportement de la craie multiphasique. Le modèle rhéologique construit à l'ULG (Charlier *et al.* 2002) a tout d'abord été validé sur les essais triaxiaux isotropes, l'introduction d'une surface de charge a été rendue nécessaire à la vue des résultats expérimentaux, et programmée au moyen du code Fortran. La pertinence de la modélisation a été étudiée au moyen de comparaisons entre les résultats des essais triaxiaux et les simulations fournies par le programme formulé et par le code en éléments finis Lagamine. Ces comparaisons permettent d'une part de vérifier la validité des modèles et d'autre part d'ouvrir l'horizon vers des améliorations futures.

Chapitre I.

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE : LES CRAIES

*« Du temps que les femmes ne votaient pas, on
faisait la guerre pour elles. Maintenant qu'elles votent,
on la fait pour le pétrole. Est-ce un progrès? »
Boris Vian*

1. INTRODUCTION

La connaissance et la caractérisation du comportement mécanique des craies sont depuis quelques décennies un sujet d'intérêt majeur, en Europe (*e.g.* France, Royaume Uni, Norvège), mais également dans d'autres pays extra-européens (*e.g.* les cavernes de Beit Guvrin en Israël, Talesnick *et al.* 2001). Des raisons multiples sont associées à cet intérêt croissant, comme par exemple les enjeux économiques liés aux phénomènes de subsidence lors de l'exploitation, par injection d'eau de mer, des gisements pétrolifères en Mer du Nord (plate-forme Ekofisk) ; mais, également, la nécessité de mieux comprendre les mécanismes de vieillissement, qui sont à l'origine des instabilités des massifs rocheux lorsque ceux-ci subissent une exposition prolongée à des variations naturelles d'hygrométrie et de température, comme dans les cas des carrières, des mines, des versants naturels et des falaises. Cependant, avant d'étudier le comportement mécanique d'un matériau, il est nécessaire d'exposer ses caractéristiques physiques.

Les craies forment une famille hétéroclite de roches sédimentaires, de nature complexe et variable. Le terme de craie est souvent réservé aux seules *craies blanches 'pures'* peu remaniées, uniques pour leur extension, leur importance pour l'hydrogéologie (aquifères), le génie pétrolier (réservoirs pétrolifères) et la construction ; mais d'autres roches sédimentaires possèdent des propriétés similaires (Mortimore, 1989). La variabilité rend son étude difficile et les comparaisons entre les différents types de craie nécessitent un grand nombre de précautions, notamment sur sa caractérisation physique et mécanique. Le rapport CIRIA (Lord *et al.*, 2002) et Bell *et al.* (1999) résument les propriétés de craies anglaises, le Bulletin spécial du LCPC (1973) celles des craies du Nord de la France et Andersen (1995) récapitule les recherches menées sur les craies pétrolifères de Mer du Nord (JCR, *Joint Chalk Research*). Cependant, la diversité des craies ne permet pas de définir un comportement et des caractéristiques universelles pour ce matériau (Duthoit & Hazebrouk, 1976) et souvent des études spécifiques et approfondies sont nécessaires en phase, préliminaire à la construction, de

reconnaissance et caractérisation des sols *in situ* (Burland *et al.*, 1983). De plus, à l'instar des autres géomatériaux naturels, leurs propriétés sont modifiées d'une région à l'autre selon leur mode de déposition, leur âge et leur histoire géologique (Masson, 1973 ; Clayton, 1983 ; Doremus et Henry, 1985 ; Lord *et al.*, 2002).

A ceci, s'ajoute une question propre à la craie ; s'agit-il d'un sol fortement consolidé ou bien d'une roche tendre (Burland *et al.*, 1983)? Nous tenterons d'y répondre en récapitulant les propriétés et les différents aspects du comportement mécanique, puis en présentant les modèles numériques construits pour sa description. Nous établirons au préalable le caractère multiphasique du matériau craie soumis aux variations de saturations et aux changements de fluides.

2. PETROGRAPHIE ET PROPRIETES PHYSIQUES DE LA CRAIE

2.1. *Microstructure et pétrographie*

Les horizons de craie sont la conséquence de la déposition d'algues planctoniques unicellulaires : les coccolithophoridés¹ (Figure 1 et Figure 2a). La diagenèse, *i.e.* l'ensemble des transformations subies par les sédiments postérieurement à leur dépôt, constitue un paramètre important pour définir le comportement de la craie (Clayton, 1983). De ce mode de dépôt découlent de nombreuses singularités, procurant à la craie un intérêt scientifique important. Ces coccolithes sont souvent désagrégées en grains (Figure 2b), qui sont en réalité des cristaux de calcite (masse volumique $\rho_s = 2,72 \text{ Mg/m}^3$). Dès lors, les craies sont classées parmi les roches sédimentaires dans les biomicrites friables (*bio*, d'origine biologique ; *micrite*, le ciment entre les éléments est de la calcite microcristalline signalant des courants faibles). Par conséquent, chimiquement et minéralogiquement, la craie est une roche formée de carbonate de calcium CaCO_3 , à l'état de calcite. Son pourcentage peut dépasser 90, voire 95%. Il peut s'ajouter de la dolomite $\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$, du phosphate de calcium $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, de la glauconie², des argiles, de la silice, des sulfures de fer, en proportions variables. Lorsque la teneur en l'un des composants devient élevée, on distingue les craies dolomitiques, phosphatées, glauconieuses, mameuses (argiles) ou des tuffeaux (calcarénites³). De plus, les craies peuvent contenir des fossiles carbonatés ou siliceux tels des oursins, des foraminifères (fougères), des bélemnites (mollusques céphalopodes)... Les limites de la dénomination craie sont très vagues incluant les craies mameuses,

¹ **Coccolithophoridés** : n.m. pl. [du grec *kokkos*, pépin, *lithos*, pierre et *phoros*, qui porte] algues unicellulaires pélagiques de petites tailles (environ 0,01 mm) s'entourant d'une enveloppe sphérique (coccosphère) constituée par l'assemblage de plaques calcaires discoïdes (coccolithes). D'après le *dictionnaire de géologie* de Foucault A. et Raoult J.-F.

² **Glauconie** : silicate hydraté de fer et de potassium qui se présente sous forme de grains arrondis de couleur verte plus ou moins foncée

³ **Calcirudite, calcarénite, calcisiltite, calcilutite** : calcaires détritiques dont les débris ont la dimension respective des graviers, des sables, des silts et des argiles.

les craies remaniées voire broyées... Notre étude se focalisera sur les craies blanches *pures*, caractéristiques de la transgression marine, dites parfois 'vraies craies' (Mortimore, 1989).

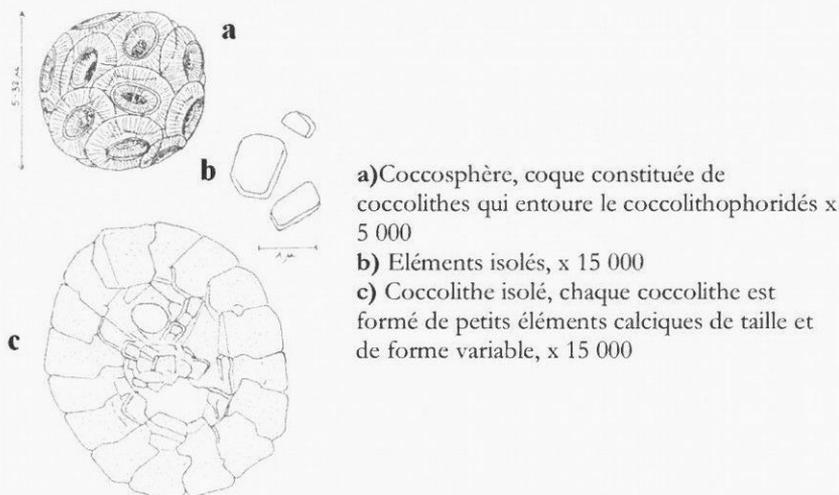
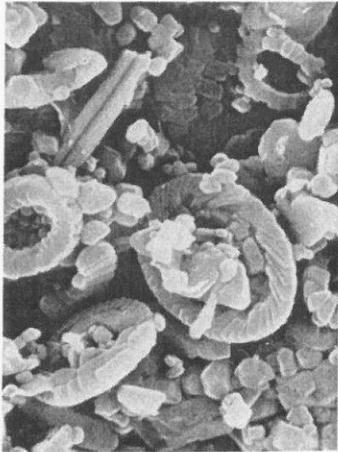
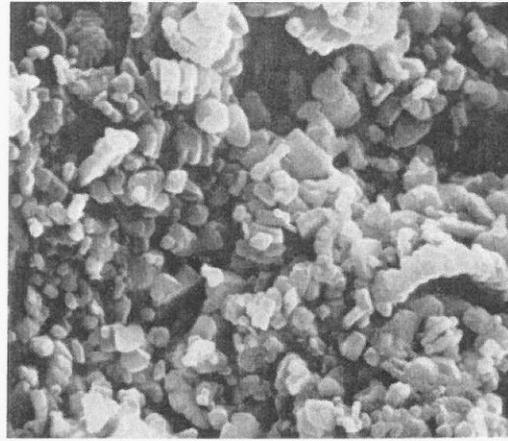


Figure 1 : Constituants de la craie (Masson, 1973)

La composition de la craie peut modifier notablement son comportement, notamment dans le cas de fraction argileuse. Doremus & Henry (1985) proposent une limite à 10% de fraction argileuse pour délimiter les craies blanches des craies argileuses, du fait de propriétés variables et distinctes. D'autre part, la fraction glauconieuse, lorsqu'elle devient relativement élevée, diminue les caractéristiques mécaniques (Bonvallet, 1979). Enfin, Mortimore *et al.* (1990) ont montré par l'utilisation d'indice texturaux (angularité de grains, forme des grains, uniformité de la taille des grains...) que ceux-ci avaient une influence importante sur le comportement macroscopique de la craie. Il en résulte que la masse volumique des craies blanches est variable entre 2,65 et 2,77 Mg/m³ (Bonvallet, 1979 ; Lord *et al.*, 2002) selon la teneur en calcite (2,72 Mg/m³). Cependant, l'analyse de la composition de la craie ne permet pas de caractériser la craie exhaustivement, car il n'existe pas de relation unique entre la structure et le comportement mécanique (Bell *et al.*, 1989) qui dépend, entre autre, de la cimentation des grains (Clayton, 1983), et de la nature du fluide saturant (Schroeder, 2002).



(a) Coccolithes entiers ou désagrégés
Sauqueville (France) x 4500 (Masson, 1973)



(b) Craie essentiellement constituée de grains
(Angleterre) x 2000 (Bell *et al.*, 1999)

Figure 2 : Photographies microscopiques de la matrice solide crayeuse

Les observations au Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.) montrent que les plaquettes de calcite sont de formes plus ou moins anguleuses et de tailles variées de 0,5 à 2,5 μm (Le Roux, 1973 ; Andersen, 1995). On peut aussi observer des cristaux de petites tailles (autour de 0,1 μm) faisant la liaison entre les grains de forme rhomboédrique qui forment un pont de cimentation (voir §3.4.2) (Le Roux, 1973). D'autre part, il n'est pas rare de retrouver des formes intactes entre 5 et 30 μm (Figure 2a), ou des fossiles. Mata (2001) relate qu'il existe des arrangements microscopiques à *arches* ou à *poutres* qui confèrent une rigidité par blocs et un comportement particulier.

2.2. Stratigraphie et répartition

Les craies ont une extension géographique considérable. Elles présentent différents faciès dus aux fluctuations de la transgression marine (Andersen, 1995) qui envahit progressivement, à partir du Cénomaniens, l'Europe du Nord et la plateforme russe (Duthoit & Hazebrouck, 1976). Géologiquement, la craie provient de la période du Crétacé supérieur (66,5-96 millions d'années) (Clayton, 1983), plus précisément de la période entre le Maastrichien et le Campanien (Figure 3). Quelques craies ont été trouvées dans l'ère tertiaire, au Miocène, mais cela semble rester anecdotique. Le terme de craie est en effet associé à *creta* en latin qui a donné Crétacé. Elle s'est déposée dans les eaux tempérées à faible profondeur (estimée entre 50 à 500 mètres), principalement dans les zones d'extension rapide des plaques continentales (Figure 4).

En gris sur la Figure 4, apparaissent les zones d'affleurement principalement en Europe dans le bassin anglo-parisien, le couloir dano-polonais et la Mer du Nord (craies pétrolifères pour partie), et en Amérique du Nord. Ceci explique la localisation géographique des recherches menées sur la craie, essentiellement anglaises, françaises, belges et israéliennes. Le mode de dépôt ayant varié selon l'endroit, il résulte que les propriétés pétrophysiques varient beaucoup d'un site à l'autre, d'un pays à l'autre (Patsoules & Cripps, 1989).

2.3. Densité, porosité

Le milieu poreux est la partie la plus difficile à appréhender, car la structure et la distribution des pores ont très délicates à observer. De nombreuses études portant sur ce sujet ont été menées à l'aide de la technique du porosimètre à mercure, consistant en l'intrusion sous pression de mercure, choisi pour son caractère inerte et non mouillant. On distingue deux grands ensembles de vides interstitiels : (i) les fractures, fissures et diaclases ; (ii) les vides de la matrice crayeuse : les pores et la microfissuration.

2.3.1. Les fissures et fractures

Elles se caractérisent par le fait que deux des dimensions sont très grandes par rapport à la troisième. Il existe des fissurations à diverses échelles (au niveau du massif, de l'éprouvette). Ce type de porosité est essentiellement la trace d'une réponse à des contraintes thermiques ou mécaniques, voire chimiques. Elles concernent essentiellement le matériau à l'échelle du réservoir et leur étude est fondamentale pour la compréhension des mécanismes de rupture et de déformation. De plus, elles modifient les réseaux d'écoulement de fluides (Gutierrez *et al.*, 2000) et, en augmentant la perméabilité globale du massif (Bell *et al.*, 1999 ; Lord *et al.*, 2002), elles permettent un meilleur recouvrement du pétrole (Andersen, 1995 ; Graue *et al.*, 2001). Cependant, elles sont très préjudiciables pour la stabilité des massifs crayeux et induisent un comportement par bloc où les interfaces et les frictions le long des fractures et diaclases jouent un rôle prépondérant.

2.3.2. Les pores et la microfissuration

Ce sont les vides dont au plus une dimension est beaucoup plus grande que les deux autres. Leur description comporte deux éléments essentiels : l'un qualitatif (forme, localisation, origine...), l'autre quantitatif (dimensions principales, nombre). On distingue dès lors deux types de porosité. La porosité intragranulaire est la porosité présente dans les grains carbonatés, elle se caractérise par la petite dimension de ses accès qui se font entre les microcritaux. La porosité intergranulaire est présente entre les grains et au sein de la phase de liaison ; elle est constituée par les joints des grains, les lacunes de cimentation et les vides de dissolution (e.g. Masson, 1973 ; Bousquié 1979). La taille et la morphologie de cette porosité vont dépendre évidemment de la nature et du degré de cimentation ; c'est-à-dire de la température, des fluides saturants et de l'histoire du matériau. La porosimétrie a été très utilisée car la pression d'entrée du mercure au sein d'un pore est proportionnelle au rayon d'accès

de celui-ci. Cette méthode permet notamment de reconstruire les courbes d'intrusion des fluides autres que le mercure (*l.c.* §0) et de caractériser le réseau poreux. Globalement, la craie présente une seule classe de pores (Figure 5) dont le rayon moyen et l'étendue sont variables selon les craies. Les rayons d'accès des pores oscillent entre 0,1 et 1,5 μm (Masson, 1973 ; Lord *et al.*, 2000) mais aussi demeurent très variables selon la teneur en fines argileuses (Doremus & Henry, 1985) pour des craies du Nord de la France.

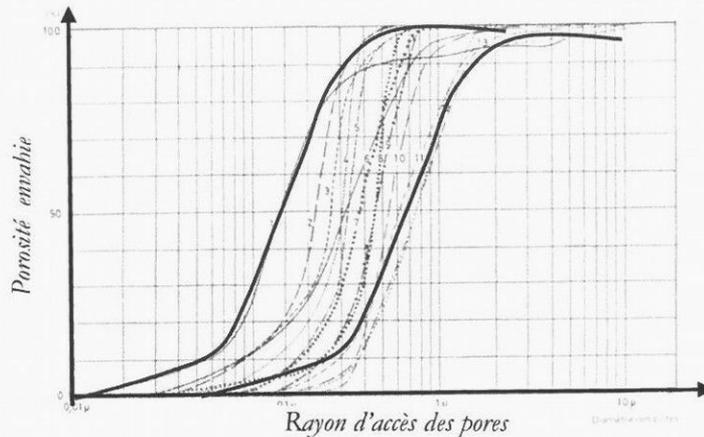


Figure 5 : Fuseau de courbes porosimétriques pour des craies du Nord de la France (Masson, 1973)

La microfissuration est observable au microscope électronique à balayage sous certaines conditions (Figure 6) mais le moyen le plus courant d'identification est la propagation des ondes acoustiques. La vitesse du son permet en effet de caractériser la porosité de microfissuration (Homand, 2000). Cependant, du fait de la faible taille des grains de la craie et du niveau de cimentation, la microfissuration de la craie est faible, entre 0 et 5 % de la porosité totale. Gommessen & Frabicius (2001) ont établi des corrélations entre la porosité totale (et la porosité microfissurée) et les vitesses du son.



Figure 6 : Microfissuration de la craie (Gutierrez *et al.*, 2000)

2.3.3. Accessibilité de la porosité de la craie

Scholle (cité par Bell *et al.*, 1999) a précisé que la porosité des craies pouvait atteindre 70 à 80% au moment de la déposition, puis diminuer par consolidation et cimentation (Clayton, 1983) pour atteindre des valeurs moyennes comprises entre 25 et 40 %, voire jusqu'à moins de 5% (Jones *et al.*,

1984). Cette constatation montre bien l'importance du milieu poreux dans le comportement de la craie ; évoluant conjointement avec la matrice solide (consolidation, cimentation) et la perméabilité, la porosité se caractérise aussi par les connections entre les pores. Nous pouvons observer sur la Figure 7 le réseau poreux injecté de résine d'une craie du Yorkshire. En concordance avec les observations faites au MEB (Figure 2), nous pouvons affirmer que la craie possède un réseau de pores interconnectés *via* des tubes plus étroits que les pores eux-mêmes. La majorité des pores sont de forme ellipsoïdale ou sphérique.

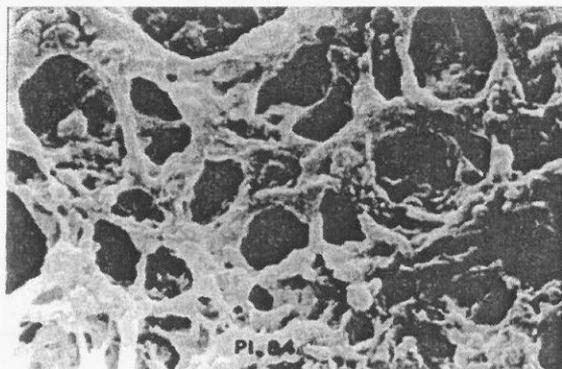


Figure 7 : Photographie au M.E.B. du moulage en résine du milieu poreux (Bell *et al.*, 1999)

La Figure 8 montre l'évolution de la désorption d'eau par paliers de température d'une craie blanche très poreuse (Lord *et al.*, 1998). Préalablement séché, l'échantillon subit des paliers de température successifs démontrant que de l'eau demeure adsorbée malgré des températures élevées (cuisson à 400°C). Cette eau est constitutive de la matrice solide, sous forme de complexes hydratés (cf. §3.4) ou bien piégée dans les infrapores, et donc sans effet capillaire. De plus, la quantité d'eau retirée au-delà de 105°C, qui est la température de séchage des sols, ($2000 - 200 = 1800 \mu\text{g/g}$ d'après la Figure 8) est relativement faible par rapport à la quantité d'eau libre retirée par étuvage. Pour une craie très poreuse, $n = 42\%$, la teneur en eau à l'état saturé vaut $w = 0,267$, soit $267\ 000 \mu\text{g/g}$. Le pourcentage d'eau constitutive (ou structurelle) par rapport à l'eau libre devient : $\frac{1800}{267\ 000} = 0,67\%$.

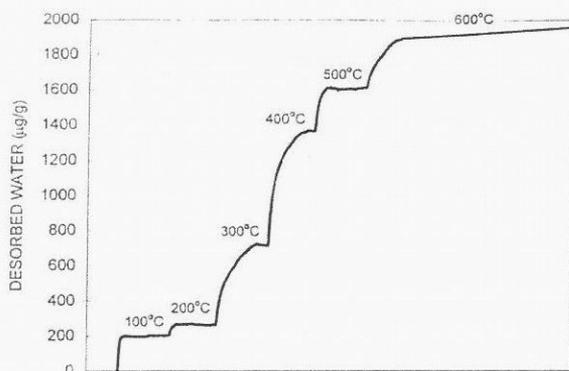


Figure 8 : Evolution de l'eau adsorbée éliminée par paliers de température (Lord *et al.*, 1998)

Lord (1998) a mis en évidence des couches d'eau adsorbées, seulement sont-elles en nombre suffisant pour jouer un rôle significatif par rapport à l'eau interstitielle et cela implique-t-il des effets autres que capillaires au sein de pores de la craie ?

2.4. Synthèses des propriétés physiques des craies

Le Tableau 1 récapitule l'ensemble des caractéristiques physiques observées dans la littérature pour les craies. On peut constater premièrement un grand étalement des valeurs ; certains paramètres classent la craie parmi les sols mous et d'autres parmi les roches dures (Jones *et al.*, 1984). La réponse à la question de Burland *et al.* (1983) ne trouve pas de réponse claire. Toutes les publications préconisent une étude préalable du matériau et plusieurs méthodologies de classement permettent de replacer le matériau d'étude au sein de la famille des craies (LCPC, 1973 ; Bonvallet, 1979 ; Spink & Norbury, 1989 ; Rat & Schaeffner 1989 ; LCPC/SETRA, 1987; Mortimore & Fielding, 1990 ; Bell *et al.* ; 1999 ; CIRIA report, 2002 ; Bowden *et al.*, 2003) principalement au moyen de l'essai de compression uniaxial, en considérant donc la résistance à la compression comme un paramètre discriminant.

Propriétés	Gamme
Poids volumique sec	12,6-24,6 kN/m ³
Porosité	9-52%
Indice des vides	0,1-1,10
Teneur en eau	4-40%
Teneur en Ca	55-99%
Masse volumique du solide	2,65-2,77 Mg/m ³
Limite de liquidité	18-53%
Indice de plasticité	4-30%
Vitesse du son	1300-2800 m.s ⁻¹

Tableau 1 : Récapitulatif des propriétés de la craie complété à partir de Lord *et al.* (2002)

3. INFLUENCE DU FLUIDE SATURANT SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA CRAIE

3.1. Généralités sur le comportement mécanique des craies

3.1.1. Elastoplasticité de la craie

L'observation microscopique des échantillons de craie, effectuée avant et après chargement mécanique, permet de se faire une idée qualitative de l'évolution microstructurale de la craie au cours du chargement. Un domaine élastique existe où l'organisation des coccolithes et des plaquettes résiste aux sollicitations extérieures en se déformant peu. Lorsque les structures en voûtes ou en poutres se rompent, il est observé une rupture en chaîne, soit localisée au niveau des microfissures, soit généralisée dans tout l'espace poreux. Cette réduction violente de la porosité est appelée : l'effondrement des pores, ou *pore collapse* en anglais. D'une façon générale, il est observé une compaction initialement localisée dans les zones les plus poreuses qui s'étend ensuite dans les zones

plus denses (Powell & Lovell, 1994). Ces mécanismes d'effondrement des pores réalisent la transition entre le comportement élastique et plastique de la craie au moment où, la structure ayant cédé, la quantité de déformation est plus élevée. A très fort chargement, la craie exhibe un comportement raidissant : l'espace poreux ayant été réduit de manière importante, la déformation induite devient plus faible. Ce mode de comportement explique l'influence de la porosité sur les caractéristiques mécaniques de la craie. Plus la porosité initiale est élevée, moins la structure microscopique est solide et se rompt pour une charge moins importante (Matthews & Clayton, 1993). Cependant, la résistance des ponts (mailles en voûte ou poutre) dépend également du niveau de cimentation.

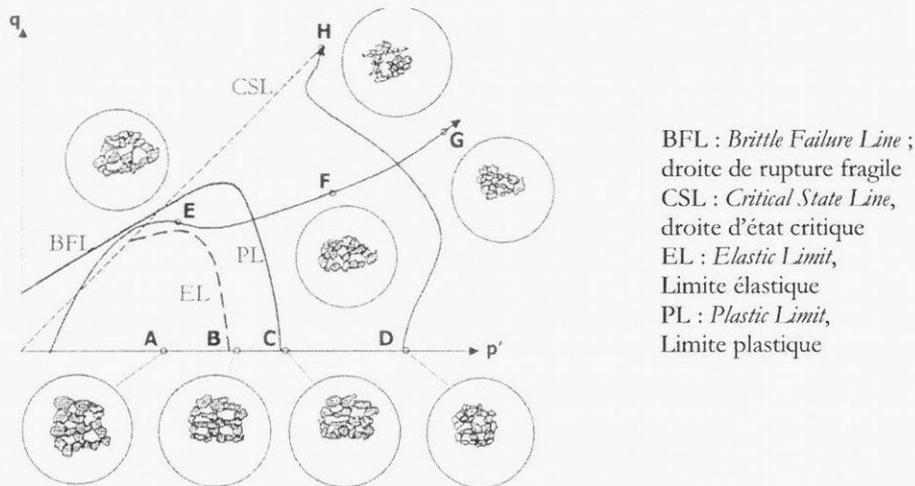


Figure 9 : Mécanismes microscopiques de déformation selon le chemin de chargement (Kageson & Loe, cités par Andersen, 1995)

Deux mécanismes de rupture coexistent dans la craie, comme pour la plupart des géomatériaux : une rupture fragile en cisaillement qui mobilise le frottement et qui se caractérise par une droite, et une surface de rupture ductile ou plastique. L'ampleur des déformations plastiques peut être relativement importante, notamment lorsque la craie est saturée d'eau ; sous certaines conditions, la craie devient très molle (Figure 10) et peut se comporter comme un sol dans son état critique (Leddra & Jones, 1989). Les deux mécanismes sont largement affectés par les différences de densité, de microfissuration et par le fluide saturant. Ainsi, Bahat *et al.* (2001) étudient le mode de propagation et d'amorçage des fractures en rupture, en cisaillement, à l'essai uniaxial et triaxial. Le comportement des contacts est déterminant pour expliquer les déformations de la craie, que ce soit au niveau des fractures (Holloway-Strong & Hughes, 2001 ; Gutierrez *et al.*, 2000) ou des microfissures (Risnes & Flaageng, 1999). En effet, les zones microscopiques de contact entre les grains sont impliquées dans le comportement global comme lieux de la cimentation, lieux de dépôts des fines argileuses, terrains d'interactions fortes avec les fluides. Malgré une répartition chaotique des grains, la craie est majoritairement considérée comme isotrope. Cependant, à l'échelle du massif, du fait de la présence de diaclases et de fractures, la réponse à un chargement est bien plus anisotrope. Signalons, par ailleurs les travaux de Talesnick *et al.*, 2001 et de Hatzor *et al.*, 2002 qui établissent sur une craie israélienne un

comportement anisotrope. D'autre part, quelques auteurs relèvent un comportement poroélastique, en déterminant des coefficients de Biot (Gourri, 1991 ; Engstrom, 1992 ; ...). Enfin, Charlez *et al.* (1994) ont établi que seul le mécanisme plastique d'effondrement des pores est thermo-dépendant dans une gamme de 20-120°C, sans modifier la droite de rupture fragile (Andersen, 1995).

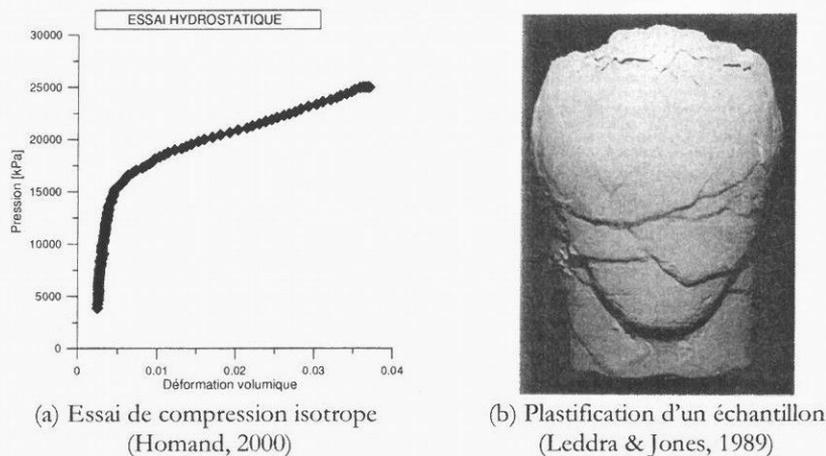


Figure 10 : Illustrations du comportement élastoplastique de la craie

3.1.2. Comportement visqueux

La craie est un matériau évolutif sous l'effet de contraintes statiques ou de chargement répétés. L'identification d'une craie doit donc mettre en évidence cette aptitude à changer de texture par resserrement ou fragmentation (Masson, 1973). Une identification fondée sur l'analyse de résultats d'essais simples (densité sèche, vitesse de propagation d'ondes longitudinales, microdureté, vitesse d'ascension capillaire, rapport de la résistance à la compression à sec et saturé) permet de classer les craies en dures, moyennes et tendres. La craie sera d'autant plus évolutive qu'elle sera tendre (LCPC, 1973). Le temps est signalé comme un paramètre déterminant lors de l'explication de certains aspects du comportement mécanique des craies (Duthoit & Hazebrouk, 1976 ; Addis & Jones, 1989 ; Andersen *et al.*, 1992 ; Gutiérrez & Kolderup, 1999 ; De Gennaro *et al.*, 2003). En effet, le fluage (déformation différée sous chargement mécanique constant) est un phénomène très important dans les craies, qui rend indispensable son étude lors de l'analyse des conditions de stabilité du matériau à long terme et la compréhension des mécanismes qui en sont à l'origine. Le vieillissement du matériau, à interpréter dans ce contexte comme une altération progressive des caractéristiques mécaniques sous l'effet de facteurs internes et/ou externes, est probablement la cause principale du fluage. De plus, la craie présente un comportement dépendant de la vitesse de chargement consécutif à la diffusion visqueuse des déformations (Figure 11).

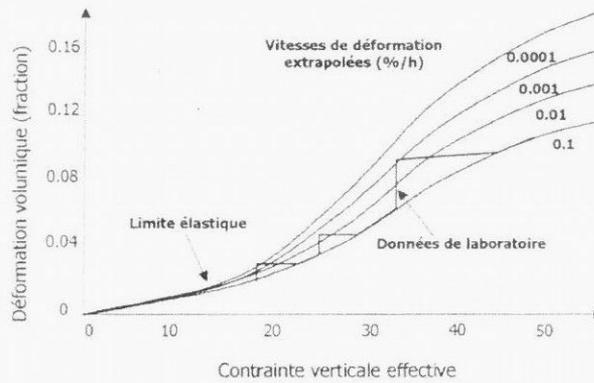


Figure 11 : Renforcement de la craie par augmentation de la vitesse (Andersen, 1995)

3.1.3. Influence de la densité/porosité

La variabilité de la porosité pour la craie est relativement importante, et nuit particulièrement à la réalisation et la répétition d'essais. A l'état naturel, la porosité des craies varie de manière importante (de 5 à 50%, Tableau 1) et des travaux ont étudié l'effet de cette densification du matériau sur les caractéristiques mécaniques, notamment sur les valeurs élastiques et de résistance à la compression (Clayton, 1983 ; Engstrøm, 1992 ; Matthews *et al.*, 1993 ; Bowden *et al.*, 2003). Les auteurs présentent des évolutions du module d'Young (ou du module oedométrique), du coefficient de Poisson et de la résistance à la compression pour différentes valeurs de porosité (respectivement du poids volumique sec) comme illustré sur la Figure 12.

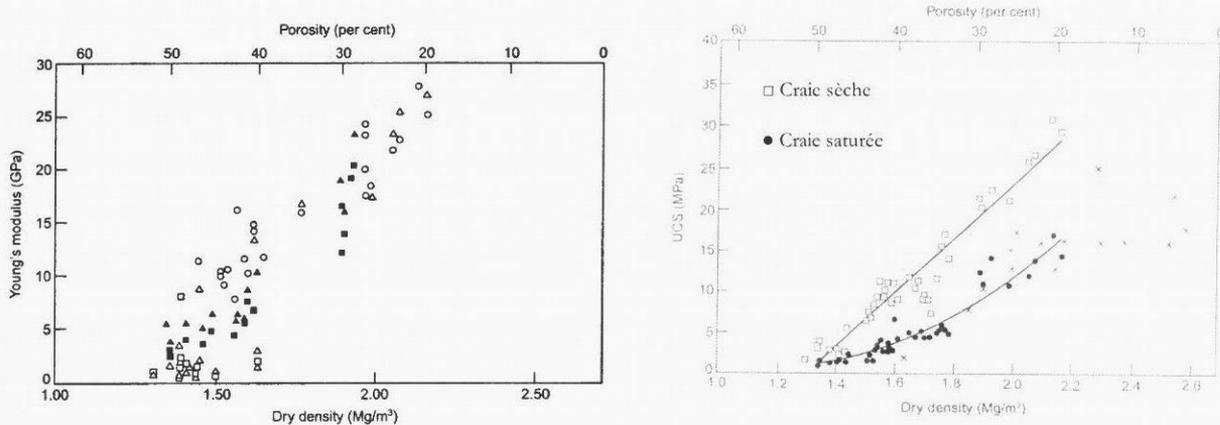


Figure 12 : Evolution du module d'Young et de la résistance à la compression en fonction de la porosité de la craie (Matthews & Clayton, 1993)

De ce type de graphique ont été établies des fonctions de corrélation ; ainsi Engstrøm (1992) propose-t-il les lois suivantes pour prendre en compte la variabilité de craies danoises :

$$[\text{eq. I.1}] \quad E = 224800 \exp(-11,2n) \text{ et } \nu = 0,117 + 0,21n$$

Cependant, ce genre de corrélations est établi pour une gamme importante de porosité (autour de 20-30%) qui n'est pas la dispersion observée sur le champ d'un massif (41% +/- 4% pour Ekofisk, Montjoie *et al.* 1985), et sur les échantillons sélectionnés en laboratoire. Ces corrélations sont

impropres à l'étude d'une même craie, car établies pour des porosités très variables et donc sur plusieurs types de craies. Il est important, néanmoins, de noter sur la Figure 12 que la porosité n'a pas les mêmes effets sur un matériau sec et sur un matériau saturé d'eau. Il sera donc nécessaire d'établir des corrélations propres pour chaque configuration hydrique dans le cadre de recherches sur la craie impliquant un ou plusieurs fluides. L'influence de la porosité s'étend sur l'ensemble du comportement mécanique de la craie, ce qui est confirmé par la dispersion des valeurs des paramètres mécaniques déterminées pour les craies (Tableau 2). D'autres publications font ainsi état d'effets de la porosité sur l'essai brésilien (Lord *et al.*, 2002), sur la droite de rupture (le comportement est plus fragile si la craie est très poreuse et les fractures sont plus violentes et nombreuses pour une craie dense (Bahat *et al.*, 2001)), et aussi sur le coefficient de Biot (Engstrom, 1992).

3.1.4. Synthèse

L'inspection et la détermination complète du comportement mécanique d'une craie requièrent un grand nombre et une grande variété d'essais mécaniques (Tableau 2). De plus, ces essais doivent permettre la mise en évidence des effets annexes de la température, du degré de saturation et de la viscosité. De même, la modélisation numérique du comportement de la craie se focalise généralement sur un ou plusieurs aspects particuliers du comportement. Comme nous le montrons dans le paragraphe suivant, une approche multiphasique complète nécessite un nombre très (trop) important de paramètres.

Paramètres	Valeurs
Coefficient de Poisson	0,18-0,27
Module d'Young	200 kPa (remanié) 50 GPa (dense)
Cohésion effective c'	-----
Résistance à la compression R_c	0,7-40 MPa
Angle de frottement interne φ'	15-40°
Coefficient de Biot α	0,8-1

Tableau 2 : Récapitulatif des valeurs de paramètres mécaniques classiques des craies intactes

3.2. L'effet de l'eau

A l'instar de la porosité, la nature du fluide au sein des pores caractérise très nettement le comportement mécanique observé. Deux fluides sont mis en jeu : l'eau dans les cas courants et le pétrole (l'huile) dans le cas des craies pétrolifères. L'eau intervient dans les cas courants tels celui des falaises (Sedki *et al.*, 2002), de la stabilité des carrières (Bell *et al.*, 1999), ou des aquifères (Zaidman *et al.*, 1999) et des constructions artificielles dans la craie (pieux : Matthews *et al.* 2000 ; fondations : Burland *et al.*, 1983 ; CIRIA report, 2002) ; l'huile intervient dans le cas des réservoirs pétrolifères crayeux en Mer du Nord. Le fluide saturant affecte l'ensemble des propriétés hydromécaniques de la craie : perméabilité, résistance, rigidité, degré de saturation. Ces modifications proviennent de l'existence d'interactions multiples avec les grains de calcite.

3.2.1. La perte de résistance à l'eau

Il est très largement reconnu que l'eau interstitielle attendrit de manière significative la craie et ceci est notamment illustré par l'essai de compression simple (Figure 13). Cependant, la résistance à la compression R_c (en anglais UCS *Unconfined Compressive Strength*), dépend des dimensions de l'échantillon, de la procédure expérimentale et du dispositif anti-fretage (Lord *et al.*, 2002). Il n'en demeure pas moins que l'utilisation de l'essai de compression simple est très répandue et permet de classer les différentes craies selon l'influence de l'eau (Bonvallet, 1979 ; Mortimore *et al.*, 1990 ; Matthews *et al.*, 1993 ; Papamichos *et al.*, 1997 ; Bell *et al.*, 1999 ; Bowden *et al.*, 2003).

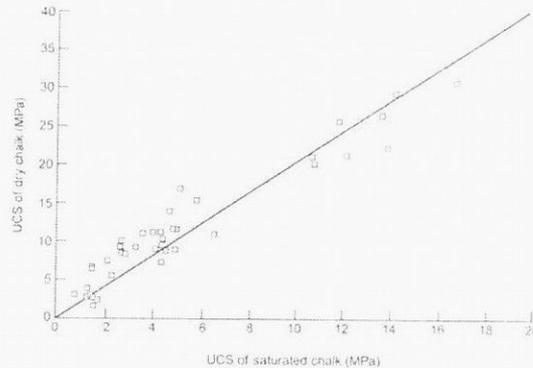


Figure 13 : Rapport de la résistance à la compression entre les états secs et saturés (Matthews & Clayton, 1993)

Le rapport entre R_{c-sec} / R_{c-sat} , où R_{c-sec} caractérise la résistance à compression du matériau à l'état sec et R_{c-sat} caractérise la résistance à compression du matériau saturé en eau, est caractéristique du comportement mécanique des craies et permet de les classer par rapport à l'action de l'eau (Figure 13). La valeur élevée du rapport R_{c-sec}/R_{c-sat} , différencie nettement la craie des roches calcaires, pour lesquelles la valeur du rapport est proche de l'unité (Masson, 1973). La variabilité du rapport R_{c-sec}/R_{c-sat} avec l'état de saturation de la roche est un premier indicateur de la sensibilité du matériau aux conditions ambiantes. Cette perte de résistance s'observe sur l'ensemble du comportement de la craie, l'eau provoque une restriction généralisée du domaine élastique en modifiant les contraintes à la rupture observée au triaxial, à l'essai brésilien, à l'oedomètre (*e.g.* Talesnick & Hatzor, 2001 ; Lord *et al.*, 2002 ; Schroeder, 2002).

3.2.2. Les phénomènes liés aux effets de l'eau

La perte de résistance et la diminution généralisée des paramètres mécaniques de la craie en présence d'eau ont pour conséquence deux phénomènes importants. Lorsque l'eau se substitue naturellement ou artificiellement et envahit les pores de la craie, on observe :

- i. dans le cas d'un système air-eau, des perturbations et parfois l'effondrement de carrières souterraines, de cavités naturelles, de remblais ou de falaises;

- ii. dans le cas d'un système huile-eau, un phénomène de subsidence de la surface avec des conséquences sur les plates-formes offshore en Mer du Nord.

Nous montrerons tout au long de notre travail que les deux phénomènes peuvent être interprétés dans un cadre théorique unique et cohérent.

a. L'affaissement de carrières, falaises ou remblais

L'effet affaiblissant de l'eau sur la craie génère l'instabilité des falaises en craie du Nord de la France par les variations de la pluviométrie mettant en mouvement les fractures (Sedki *et al.* 2002). Clayton (1980) a observé l'effondrement de remblais en craie compactée grâce à des essais d'infiltration d'eau sur une craie ($1,43 \text{ Mg/m}^3$). Il a par ailleurs signalé que la présence de fines engendre plus d'effondrement dans les remblais crayeux concassés. D'autre part, Rat & Schaeffner (1989) précisent les conditions d'utilisation de la craie pour les remblais en fonction de la pluviométrie et de la sensibilité à l'eau, notant qu'il est impossible de construire des remblais avec des craies sèches et sensibles lorsque la pluviométrie est élevée. De même, Stroud & Mitchell (1989) reviennent sur l'effondrement d'un remblai crayeux (Brighton) et montrent que, outre l'augmentation de la contrainte appliquée et la mauvaise exécution du remblai, un des facteurs prépondérants pour expliquer l'effondrement est l'importance de la pluviométrie et la concentration de flux d'eau dans le massif. Bell *et al.* (1999) recensent les dangers potentiels des flux d'eau dans les mines et carrières souterraines en notant que la présence d'eau accélère l'effondrement des carrières par plusieurs mécanismes : la dissolution, l'affaiblissement de la craie et l'accélération du fluage (aussi observée par Nagel, 1998). Ces mécanismes ont aussi été signalés pour les aquifères (Zaidman *et al.*, 1999, Price *et al.*, 2000).



Figure 14 : Ecoulement de craie au pied d'une falaise (Leddra & Jones, 1989)

b. La subsidence des réservoirs de pétrole, l'injection d'eau dans la craie saturée d'huile

La subsidence des fonds marins observée en Mer du Nord est l'objet principal de notre étude. Du fait de sa porosité élevée, la craie constitue un réservoir potentiel pour le pétrole, en particulier en Mer du Nord. Afin d'améliorer la production de pétrole, de maintenir constante la pression interstitielle et

d'éviter la déplétion naturelle (Goult, 2003), de l'eau de mer a été injectée massivement dans les réservoirs. Suite à l'injection d'eau de mer (*waterflooding*), le tassement n'a pas été diminué. L'affaissement mesuré en 1984 (soit 14 ans après le début de la production du pétrole) était déjà de 3 mètres ; en 1994 (6 ans après le début de l'injection d'eau), il a été décidé de remplacer graduellement les vieilles installations existantes, et de commencer la construction de nouvelles plateformes afin de pourvoir de nouvelles installations de production pour le long terme. Le recouvrement estimé du gisement de pétrole Ekofisk atteignait en 1998 le niveau de 38%, supérieur à la valeur de 18% qui avait été estimé au début de l'exploitation (1970). Ceci est dû principalement au vaste à l'injection d'eau de mer qui permet le balayage du pétrole par l'eau de mer non miscible, et qui a engendré des tassements supplémentaires atteignant à l'heure actuelle environ 13 mètres, remettant en péril les installations (Figure 15).

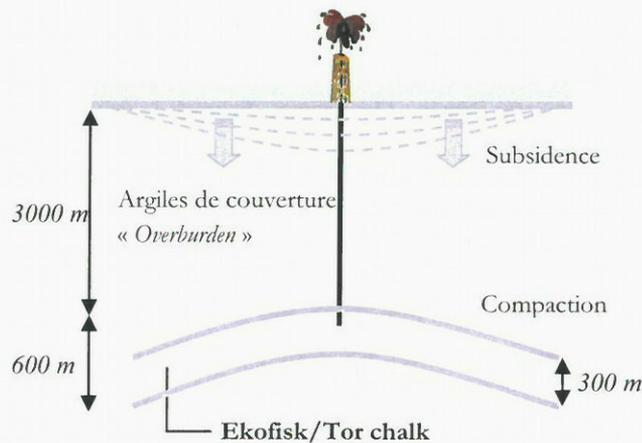


Figure 15 : Schéma de la subsidence des fonds marins par compaction des réservoirs pétrolifères crayeux

Du fait de son intérêt économique, la subsidence des réservoirs de pétrole a été un phénomène intensément étudié ces deux dernières décennies ; des groupes de recherches ont été constitués (*Joint Chalk Research I-V*) et des collaborations sont nées (projets européens Pasachalk I & II) pour étudier les effets de l'eau sur la craie saturée d'huile. L'importance des interactions entre les deux fluides et celles entre les fluides et la craie ont été signalées pour la compréhension du phénomène. Les recherches sur les craies pétrolifères de Mer du Nord (Andersen 1995 ; Delage *et al.*, 1996 ; Risnes *et al.*, 1999 & 2000 ; Pasachalk1, 2001; Collin *et al.*, 2002; De Gennaro *et al.*, 2003 et 2004; Pasachalk2, 2004) ont montré que dans ces matériaux poreux multiphasiques, l'interaction entre les fluides saturants et le squelette, impliquent des interactions physico-chimiques complexes, qui ont une grande influence sur la résistance macroscopique du matériau et sur son évolution dans le temps. Des essais d'injection d'eau réalisés en laboratoire (*e.g.* Figure 16) ont ainsi montré la compaction progressive de la craie suivant le front d'eau (Newman, 1983 ; Mata, 2001 ; Schroeder, 2002). L'injection d'eau de mer réactive des fractures et diminue la résistance à la rupture fragile (Christensen *et al.*, 1996 ; Gutierrez *et al.* 2000).

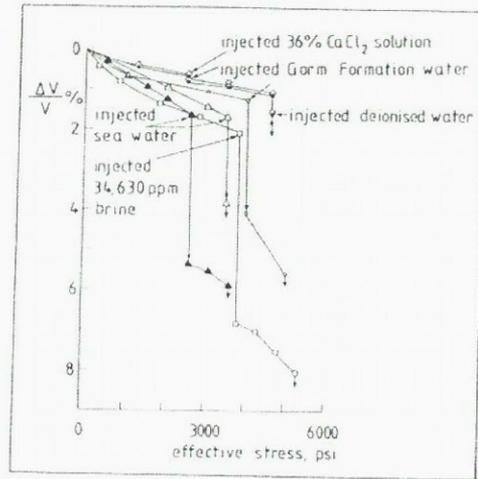


Figure 16 : Effondrements observés suite à l'injection de différentes eaux (Newman, 1983)

3.3. L'effet de l'huile

L'huile, comme l'eau, possède un effet affaiblissant sur la craie. Schroeder et Shao (1996) ont observé une réduction de la contrainte de plastification et de la cohésion entre une craie saturée d'eau et une craie saturée d'huile. Cette différence ne peut être imputée à la viscosité de l'huile (Schroeder *et al.*, 1996). Risnes & Flaageng (1999) montrent que l'affaiblissement est imputable aux contacts entre les grains et aux interactions physico-chimiques. Cet effet se retrouve aussi sur le comportement des fractures, qui sont moins frottantes (Figure 17) et donc sur l'angle de frottement résiduel (Gutierrez *et al.*, 2000).

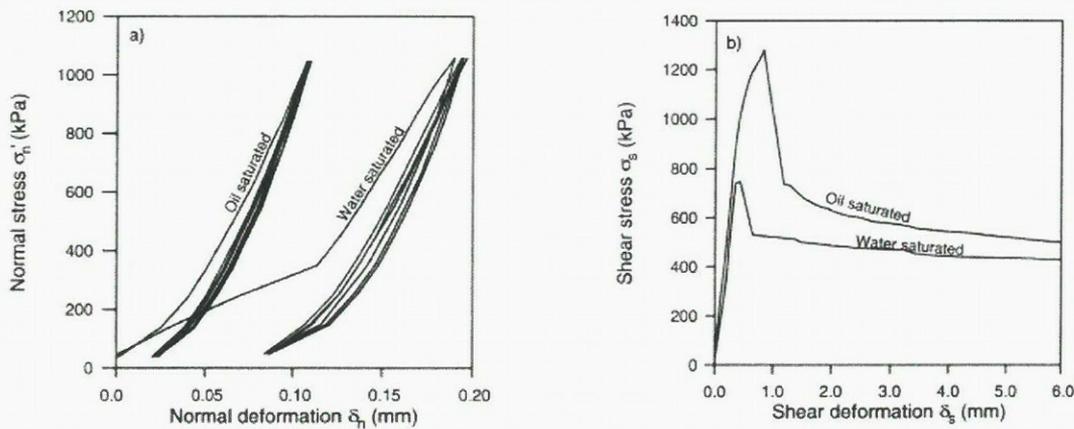


Figure 17 : Influence du fluide saturant sur le comportement des fractures (Gutierrez, 2000)



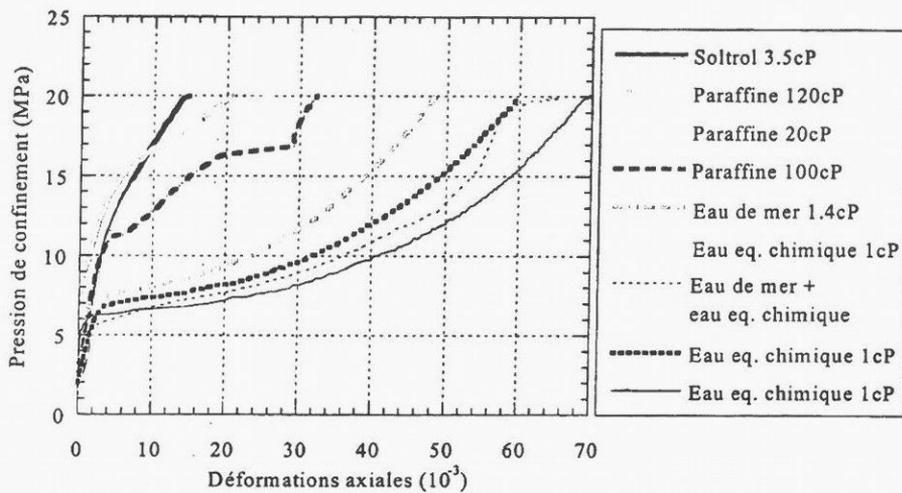


Figure 18 : Effets d'huiles sur le comportement de la craie (Schroeder *et al.*, 1996)

L'effet affaiblissant de l'huile n'est pas impliqué à notre connaissance dans des phénomènes naturels ou artificiels. Notons toutefois que des études ont porté sur la possibilité pour la craie de constituer des réservoirs de stockage de pétrole (Polishook *et al.*, 1998).

3.4. Interaction physico-chimiques entre le fluide et la calcite

3.4.1. La dissolution

La craie, à l'instar des autres roches carbonatées (gypse, calcaire...), est sujette à la dissolution du carbonate de calcium (Lord *et al.*, 2002). La craie de surface peut être altérée (par la circulation de l'eau) au niveau de fissures et de diaclases ; mais elle peut, lorsqu'elle est soumise à un certain nombre de conditions bien définies, donner naissance à des poches de dissolution. Le degré d'agressivité de l'eau est fonction du pH et de la température (Bell *et al.* 1999), et la solubilité de la craie dépend de la nature de la calcite et de la pression partielle de CO₂ (Lord *et al.*, 2002). L'infiltration des eaux pluviales conduit à une dissolution localisée de la craie. Cette dissolution est l'amorce de la formation d'une poche. Ces poches de dissolution ont à l'origine une forme d'entonnoir et peuvent se prolonger vers le bas par un tuyau conique (Duthoit & Hazebrouck, 1976 ; Matthews *et al.*, 2000). Elles sont donc remplies de couches emboîtées de matériaux déconsolidés qui posent des problèmes pour la construction, des effondrements brusques des couches sus-jacentes pouvant survenir (Lord *et al.* 2002) (voir Figure 19). Cependant, le taux de dissolution naturel dans la craie de la calcite est relativement faible et les cas de subsidence des mines rencontrés en Angleterre sont bien plus le fait de flux concentrés d'eau (au niveau des fissures), de la modification des conditions hygrométriques (ouvertures des carrières), ou de la diminution de la pression interstitielle (Bell *et al.*, 1999). Cependant, ces mécanismes sont lents et mettent en relation bien plus l'activation précoce du comportement visqueux par la présence d'eau (Nagel, 1998 ; Priol *et al.*, 2004 ; De Gennaro *et al.*, 2005).

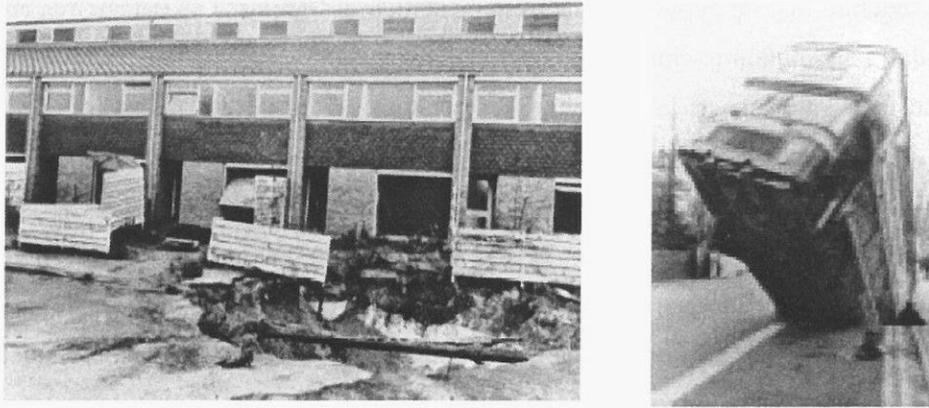
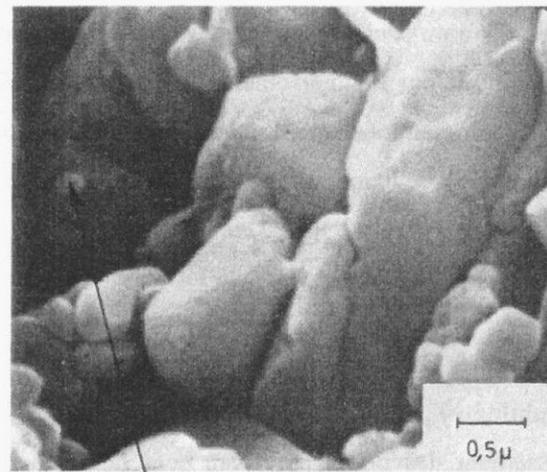


Figure 19 : Photographies d'effondrements dus à la dissolution (Bell *et al.*, 1999)

3.4.2. La cimentation



Traces de pont

Fig. 5.

Figure 20 : Mise en évidence de l'existence de pont de calcite dans la craie au M.E.B. (Le Roux, 1973)

La craie est constituée d'un agencement de coccolithes désagrégés reliés parfois par un ciment provenant de la dissolution re-précipitation de carbonate de calcium postérieure à son dépôt (Bell *et al.*, 1999) formant l'ensemble solide composé à plus de 99% de calcite (Siwak, 1992 ; Risnes *et al.*, 2003). Les effets de l'eau sur le comportement et l'agencement des craies ont été mis en évidence depuis des décennies (Masson, 1973), notamment du fait de l'existence de réactions chimiques telles que la cimentation. La cimentation intervient par deux effets temporels : conséquence de la diagénèse, le niveau de cimentation de la craie conditionne ses caractéristiques physiques (porosité) et mécaniques (rigidité et résistance) (Bell *et al.*, 1999 ; Clayton & Serratrice, 1997) ; l'évolution temporelle des équilibres chimiques suite à des sollicitations (*effets différés*) modifie le comportement mécanique du matériau. La dissolution re-cimentation tient une place importante dans la consolidation du matériau (Jones *et al.*, 1984 ; Clayton, 1983). Lord *et al.* (2002) proposent deux mécanismes pouvant expliquer le gain progressif (*in situ*) de résistance des craies très poreuses : premièrement, la diminution de la teneur en eau par drainage ou évaporation et deuxièmement la déposition de

carbonate de calcium dissout permettant une re-cimentation des grains. Les paramètres contrôlant la cinématique de la dissolution re-cimentation sont mal connus à l'échelle macroscopique (influence de la distribution intergranulaire de la contrainte, température, tortuosité des pores, présence d'argiles, Perry, 1979). Le niveau de cimentation n'est pas quantifiable physiquement (Spink & Norbury, 1989), il semble être seulement observable au M.E.B. pour un œil exercé (très petits cristaux de calcite reliant des morceaux de coccolithes ; Mata, 2001). Seule l'interprétation d'autres données physiques telles la porosité ou la résistance mécanique permet de quantifier le niveau de cimentation (Clayton & Serratrice, 1997). A titre indicatif, signalons quelques études parmi celles effectuées sur les mécanismes de précipitation et dissolution de la calcite : Tribble *et al.* (1994), Liang *et al.*, (1996), Nilsson & Sternbeck (1999).

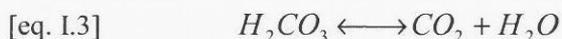
3.4.3. Les effets chimiques et physico-chimiques

La seule présence physique de l'eau au sein des pores ne saurait expliquer la perte de résistance qui accompagne la substitution de l'huile par l'eau (Buthenut & De Freitas, 1989). Les effets chimiques sont à prendre en compte dans le comportement de la craie, la salinité (activité) de l'eau est notamment un paramètres important (Newman, 1983). En chimie, les réactions du calcium sont bien établies.



A température et pression courantes, la solubilité de la calcite est de 14,3 mg/L (15,3 mg/L pour l'aragonite, le produit de solubilité pK_s du carbonate de calcium étant égal à 8,3 ; Drever, 1997). La dissolution lors de l'envahissement des pores par l'eau sera négligée compte tenu du niveau de solubilité faible : pour un échantillon standard (120g) de porosité 42 %, le volume des vides vaut 0,032 m³ correspondant à 0,45 mg dissout (soit 1.10⁻³% de masse dissoute).

La concentration de l'ion carbonate CO_3^{2-} est contrôlée par de nombreuses réactions, acide/base principalement ([eq. I.3]), mais aussi réduction/oxydation (Goddy *et al.*, 2002) ou précipitation selon les cations présents dans la saumure ou dans les grains (Na^+ , Si^{2+} ...):



De la même manière, la concentration du cation calcium II est gouvernée par une série de réactions secondaires impliquant les anions de la saumure : précipitation, complexation (SO_4^{2-} , OH^- ...). L'ensemble de ces équilibres chimiques participe à l'activité de l'eau par le biais de potentiels chimiques qui évoluent en fonction de la teneur en eau du matériau (*i.e.* la molarité évolue). En présence de pétrole, ces équilibres thermodynamiques peuvent être modifiés ou remplacés par d'autres du fait de l'action de certains composants (surfactants) du pétrole (Graue *et al.*, 1999). La mise en circulation d'ions de la calcite réagissant avec les ions en solution modifie aussi la surface (Buthenut

& De Freitas, 1989) et la polarité des grains de calcite (Gutierrez *et al.*, 2000). La mesure du pH fournit une bonne appréhension de la sensibilité de la surface minérale au changement en présence d'eau (Buthenut & De Freitas, 1989). Heugas & Charlez (1990) et Risnes *et al.* (2001) affirment néanmoins que les effets chimiques ne sont pas prépondérants, et qu'ils représentent un mécanisme secondaire.

Les phénomènes de corrosion par la contrainte (stress corrosion) sont bien établis en mécanique des roches, mais aucune étude n'en fait référence pour la craie (Gutierrez *et al.*, 2000). Plusieurs auteurs rapportent cependant que l'érosion provenant des flux d'advection des fluides (Andersen, 1995) et la pression interstitielle (Risnes *et al.*, 2003 ; Hellman *et al.*, 2002) jouent un rôle aggravant. Les concentrations de contraintes induites au niveau de contact intergranulaires, ainsi que la température, sont des éléments catalyseurs pour les réactions chimiques, l'érosion et la corrosion pouvant expliquer pour partie l'effondrement de la craie soumise à l'injection d'eau. Selon son histoire géologique (nature du fluide saturant), les grains de calcite de la craie présentent une surface plus ou moins polaire résultant de nappage divers (complexes, polyuréthannes...). De cette polarité découlent des forces électrostatiques de répulsion ou d'attraction de type Van der Waals (Risnes *et al.*, 2003).

La présence d'un fluide au sein des pores de la craie implique donc un nombre variable d'équilibres thermodynamiques, physico-chimiques, micro-mécaniques. Cet ensemble d'interactions prend une part certaine dans le comportement mécanique macroscopique. Cependant, il est nécessaire de se poser la question de leurs évolutions lorsque l'huile et l'eau, ou l'air et l'eau, se partagent le volume poreux. Quel fluide envahit préférentiellement la craie ? Comment évolue la répartition des fluides au sein des pores ? Comment évoluent les équilibres et potentiels physico-chimiques, auxquels il convient dès lors d'ajouter les forces capillaires ? Il est par conséquent nécessaire d'étudier les états intermédiaires que ce soit dans un système air-eau ou huile-eau.

4. COMPORTEMENT MULTIPHASIQUE DE LA CRAIE

4.1. Introduction

Lorsque l'eau envahit le milieu poreux de la craie, elle se substitue à l'air ou au pétrole ; le milieu poreux devient donc partiellement saturé d'eau et d'huile (respectivement d'air). Dans un souci d'améliorer la récupération du pétrole ou d'en estimer le potentiel (Tweheyo *et al.*, 1999), la capacité de la craie à être envahie (mouillée) par un fluide a été étudiée sous le terme de mouillabilité. La mouillabilité d'un matériau se définit comme suit : « la capacité ou le degré auquel il [le matériau] peut être mouillé par un fluide ». Il est en effet critiquable de parler de préférence (ce qui implique un désir ou un souhait), il est bien plus question d'un état énergétique plus favorable (Andersen, 1995). Cependant, appréhender ce degré est ardu (conférence spéciale sur évaluation de la mouillabilité des

réservoirs, JPSE 20 1998), plusieurs manières existent ainsi pour quantifier la mouillabilité. La mouillabilité d'un solide à une phase fluide correspond au fait que le fluide le plus mouillant demeure en contact avec le solide tandis que le fluide le moins mouillant (ou non mouillant) est rejeté au-delà. Il en résulte des tensions, ayant différentes origines, au niveau de l'interface. Elles varient selon la répartition et la quantité respective de chaque fluide, et un travail est nécessaire afin de remplacer la goutte par le fluide non mouillant. Le degré, ou indice, de saturation permet d'appréhender la distribution des fluides au sein de la porosité de la craie. Le degré de saturation est le volume de fluide rapporté au volume total des vides ([eq. I.4]), le degré du fluide mouillant S_w est complémentaire à celui du fluide non mouillant S_{nw} . L'évolution de cet indice répond aux déplacements des équilibres des tensions à l'interface fluides-solide, cette relation est traduite par des courbes dites capillaires ou dites de rétention, selon la variable associée à l'indice de saturation. Nous montrerons qu'il existe une distinction importante entre ces deux types de courbes qui tendent à représenter le même phénomène. A la lumière des constatations précédentes, il apparaît clairement que l'évolution de l'indice de saturation de l'eau va engendrer des modifications de comportement mécanique. Cependant, il est intéressant de comprendre et de représenter conceptuellement les phénomènes expliquant cette transition et d'expliquer le processus de transformation entre les états totalement saturés.

$$[eq. I.4] \quad S_w = \frac{V_{\text{fluide mouillant}}}{V_{\text{total des vides}}} = 1 - \frac{V_{\text{fluide non mouillant}}}{V_{\text{total des vides}}} = 1 - S_{nw}$$

4.2. La mouillabilité de la craie

D'un point de vue microscopique (ou surfacique), la mouillabilité d'un solide à une phase fluide correspond à la valeur de l'angle de contact θ entre l'interface fluide et le solide (Figure 21). Le fluide le plus mouillant demeure en contact avec le solide tandis que le fluide le moins mouillant (ou non mouillant) est rejeté au-delà.

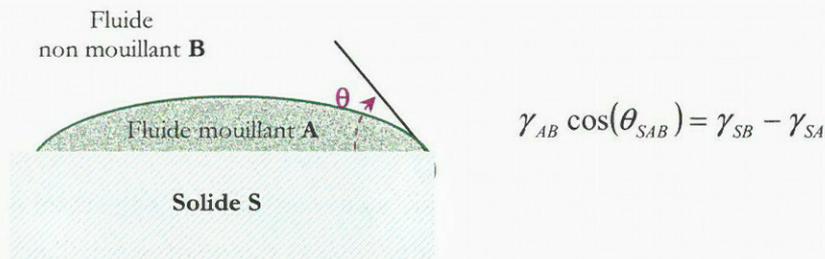


Figure 21 : Définition de l'angle de contact

Sur la Figure 21, θ_{SAB} est l'angle de contact entre les deux fluides pour le solide S, γ_{AB} la tension interfaciale entre les deux fluides (N/m), γ_{SB} et γ_{SA} sont les tensions interfaciales entre le solide S et l'un des fluides (N/m).

Le Tableau 3 regroupe les valeurs usuelles de tension interfaciale γ et d'angle de contact pour différents couples de fluides. Cependant, les valeurs varient selon la nature et l'histoire du matériau. A titre d'exemple, la valeur de l'angle de contact pour la craie du réservoir Ekofisk (huile-eau) varie de manière significative et dépend de la nature de l'huile utilisée, de la variabilité naturelle du matériau, de la procédure d'échantillonnage (intact, nettoyé, reconstitué) et de la méthode de mesure. Ringheim *et al.* (1992) ont établi les angles de contact suivant : 73° (30°C), 47° (50°C) et 32° (80°C). Ces valeurs placent la craie d'Ekofisk parmi les craies moyennement mouillables (entre 0 et 80°; Anderson, 1986).

Interface	γ (N/m)	θ
Air-eau	0.072	0°
Huile-eau	0.048	30°
Air-huile	0.024	0°
Air-mercure	0.480	140°

Tableau 3 : Tensions d'interface et angle de contact pour quelques couples de fluides (Guéguen & Palciauskas, 1992)

L'angle de contact est fortement variable macroscopiquement, selon la rugosité des grains, la tortuosité des pores, la nature du solide, et durant l'évolution de l'adsorption. Xie *et al.* (2002) ont observé une hystérésis lors de cycle de mouillage remouillage. Il s'avère donc relativement difficile d'extrapoler ce paramètre déterminé par des systèmes optiques microscopiques à l'échelle de l'échantillon ou du massif de sol. C'est pourquoi, le génie pétrolier fait appel à différentes méthodes plus pertinentes pour la mesure de la mouillabilité macroscopiquement (Andersen, 1995). Dans la littérature, les méthodes les plus citées sont celle de *Amott-Harvey* et le test *USBM*. Morrow *et al.* (2001) a par ailleurs développé une méthode à partir de la vitesse d'envahissement d'un fluide au sein du matériau à pression atmosphérique (imbibition libre).

Les asphaltènes⁴ et plus généralement les composants naturels de l'huile (*surfactants* type polyuréthannes) modifient la mouillabilité des craies sous condition d'acidité et de salinité élevée, en réduisant la tension interfaciale (Drummond *et al.*, 2002). Drummond & Israelachvili (2002) ont montré que la mouillabilité d'un système huile/eau/roche dépend des conditions de pH, de la salinité de la saumure (effets des sels et ions, Ma *et al.* 1999), de la température et de la nature de la surface solide (Ringheim *et al.* 1992). Ces processus sont bien connus et maîtrisés, et des travaux portent sur l'altération de la mouillabilité selon l'acidité, la température et les surfactants (Standes & Austad, 2000 ; Graue *et al.*, 1999). Pour cette raison, il semble complètement inapproprié de caractériser la mouillabilité d'un matériau sans avoir précisé l'ensemble du système. Risnes *et al.* (2003) proposent une évaluation des différentes forces intervenant entre la craie, l'eau et l'huile ; ils précisent que seules jouent un rôle au niveau du comportement mécanique macroscopique la pression interstitielle et la

⁴ **Asphaltènes** : classe d'hydrocarbures très lourds entrant dans la composition de l'asphalte et du bitume.

pression adsorbée. Ces réactions chimiques (redox acide-base, complexation) ont pour conséquence de modifier la surface des grains et altérer ainsi la mouillabilité (Gooddy *et al.*, 2002). Ainsi le nappage d'asphaltènes sur le grain modifie la polarité du grain (Risnes *et al.*, 2003), tandis que l'eau assure la présence de complexe hydraté de calcium notamment chargé électriquement.

La caractérisation de la mouillabilité de la craie est ardue, mais elle s'avère essentielle pour la compréhension du comportement de la craie en caractérisant sa sensibilité aux fluides et en estimant le potentiel de production du pétrole. Il faut pour cela comprendre les interactions physico-chimiques à l'origine des équilibres des forces et trouver une variable capable de décrire l'ensemble des potentiels.

4.3. La courbe de rétention

Des forces capillaires apparaissent à l'interface entre les fluides non miscibles dont l'intensité est inversement proportionnelle au rayon des pores (loi de Laplace-Jurin). A de faibles niveaux de saturation, l'eau est liée aux grains et forme des ménisques qui relient les grains entre eux. Cet effet de resserrement capillaire peut expliquer l'augmentation de la vitesse de propagation du son entre l'état sec et saturé (Bourbié *et al.*, 1986 ; Schroeder 2002) et la contraction d'échantillons de craie lors de la saturation (Duthoit & Hazebrouk, 1976). Ces forces capillaires ont été proposées comme mécanisme prépondérant pour expliquer les interactions eau craie (Andersen, 1995 ; Papamichos *et al.* 1997 ; Schroeder & Shao, 1996). Piau & Maury (1994) utilisent aussi les forces capillaires mais nuancent en précisant que les effets chimiques jouent un rôle non négligeable. Comme mentionné ci avant, Schroeder & Shao (1996), en utilisant des fluides avec différentes tensions interfaciales, arrivent à la conclusion que les forces capillaires sont responsables des différences de comportement entre l'eau et l'huile. Les courbes reliant la pression capillaire au degré de saturation, *courbes capillaires* (Figure 22), sont extrapolées en utilisant les différentes valeurs de tension et de l'angle contact à partir des courbes porosimétriques obtenues par intrusion de mercure

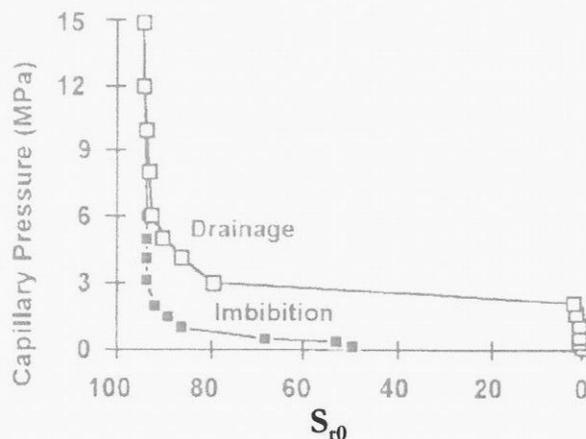


Figure 22 : Courbes de drainage et d'imbibition [Hermansen, 1999]

Néanmoins, comme montré précédemment, la répartition des fluides au sein d'un pore répond à un équilibre des forces de trois types : forces solide/fluide A, solide/fluide B, fluide A/fluide B. Et de leur importance relative, découlent le niveau de saturation de chacun et la mouillabilité. L'origine des forces provient de tous les champs de la physique : mécanique, thermodynamique (énergie libre, Morrow 1970), physique (force électrostatique), chimique (Newman, 1983 ; Hellman *et al.*, 2002a ; Hellman *et al.*, 2002b). Anderson (1986) et Buckley & Liu (1998) recensent et classent les différents mécanismes impliqués dans les interactions huile-eau-solide. Les forces capillaires contribuent, avec les forces d'attraction électrique, les forces d'hydratation et les forces de Van der Waals, à l'équilibre et donc à la répartition des fluides. Dès lors, la notion de *succion*, utilisée en mécanique des sols non saturés, qui englobe non seulement le potentiel capillaire, mais aussi les potentiels chimiques, osmotiques, thermodynamiques ; semble plus pertinente pour représenter l'état énergétique des fluides au sein des pores.

Les courbes de rétention relient la succion s à la présence des différents fluides, exprimée par le degré de saturation souvent calculé pour le fluide mouillant (sur la Figure 22, c'est l'indice de saturation en huile, *i.e.* le fluide non mouillant, qui est reporté). Deux chemins existent, celui correspondant à une infiltration du fluide mouillant (*imbibition*) et l'expulsion du fluide mouillant par le fluide non mouillant (*drainage*). Le chemin parcouru lors du séchage se situe en dessous du chemin d'imbibition (*remouillage*) ce qui met en évidence le phénomène d'hystérésis. Il n'existe donc pas de relation biunivoque entre la succion et le degré de saturation (*e.g.* Delage & Cui, 2000) : la valeur de l'indice dépend du chemin hydrique parcouru pour parvenir à ce point et de l'état initial. La courbe limite de *drainage* part de l'état totalement saturé en fluide mouillant et converge asymptotiquement vers une teneur résiduelle. La courbure de la relation S_w s fournit des informations sur l'accessibilité du réseau poreux, ainsi que sur le travail nécessaire (énergie) pour déplacer entièrement un fluide. Cette caractérisation est très utile pour le recouvrement du pétrole.

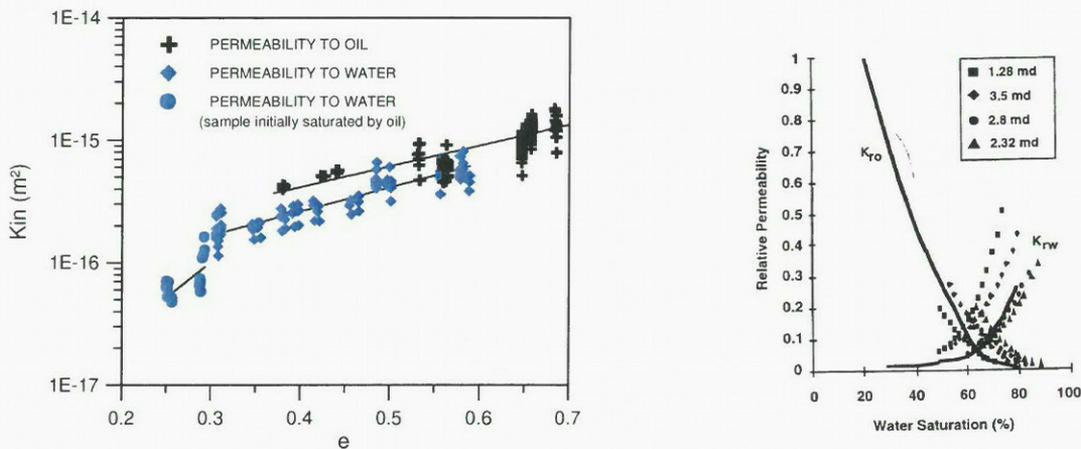
Dans le génie pétrolier, trois techniques de laboratoire sont utilisées pour déterminer les courbes de rétention : la méthode d'injection de mercure (Andersen, 1995), celle de la plaque poreuse et enfin la centrifugation (Bladwin & Spinler, 1998). Le mercure est une phase non-mouillante pour les roches du réservoir, donc les courbes de capillarité peuvent être obtenues en forçant le mercure à entrer dans les pores. Il existe de nombreuses modélisations proposées dans la littérature, visant à simuler les cycles d'imbibition et de drainage. Deux méthodologies cohabitent les modèles empiriques et les modèles conceptuels (Leong & Rahardjo, 1997 ; Aubertin *et al.*, 2002 ; Kazimoglu, 2004). Les lois empiriques proviennent d'interpolation de la courbe expérimentale, tandis que les modèles conceptuels tentent à partir des données de physique (notamment la porosité, la distribution des pores, la perméabilité) de remonter à la courbe de rétention. Les modèles les plus utilisés sont ceux de Brooks & Corey (1964) et de Van Genuchten (1980).

4.4. La perméabilité

La perméabilité de la matrice crayeuse (sans les fissures) est une caractéristique importante du comportement hydromécanique. La craie intacte possède des pores relativement étroits qui lui confèrent une perméabilité faible avec un point d'entrée d'air souvent inférieur à 300 kPa (Lord *et al.*, 2002). La perméabilité est corrélativement variable en fonction de la porosité, de la composition chimique, de son état de remaniement, et de la profondeur (contrainte géostatique ; Leddra *et al.*, 1989). Le Tableau 4 récapitule l'ordre de grandeur des perméabilités mesurées pour une craie intacte saturée d'eau.

Perméabilité de la matrice à l'eau	10^{-6} - 10^{-9} m.s ⁻¹
Perméabilité de la craie fissurée à l'eau	10^{-3} - 10^{-5} m.s ⁻¹
Perméabilité de la matrice à l'huile	10^{-8} - 10^{-10} m.s ⁻¹
Perméabilité de la craie fissurée à l'huile	10^{-8} - 10^{-5} m.s ⁻¹

Tableau 4 : Valeurs de perméabilités observées dans une craie (Andersen, 1995 ; Lord *et al.*, 2002)



(a) Mesures de perméabilités (Schroeder, 2002)

(b) Perméabilités relatives (Oyno & Torsaeter, 1992)

Figure 23 : Mesures de perméabilité sur une même craie en fonction des fluides

La reconstruction du milieu poreux par analyse d'image permet aussi d'évaluer la perméabilité (Ioannidis *et al.*, 1996). Cependant, une meilleure perception des écoulements fluides dans un milieu poreux s'obtient au moyen d'essais de perméabilité. En effet, l'analyse photographique ne permet pas de rendre compte de l'interaction entre les grains et le fluide. Une étude de la perméabilité est nécessaire pour analyser les flux de fluides ; elle requiert cependant une attention particulière compte tenu de la nature multiphasique des phénomènes. Il a été montré (Pasachalk1, 2001 ; Schroeder, 2002) que la perméabilité à l'eau ($2\text{-}5 \cdot 10^{-8}$ m.s⁻¹ soit 2-5 md) était légèrement supérieure à celle à l'huile ($6\text{-}10 \cdot 10^{-9}$ m.s⁻¹) pour une même craie blanche poreuse (craie de Lixhe, Figure 23a). L'influence de la charge hydraulique sur les perméabilités a aussi été appréciée ainsi que l'influence de la porosité comme illustré Figure 23a (Schroeder, 2002). Nous retrouvons ici une influence de la porosité, comme présentée paragraphe 3.1.3, qui explique, avec le niveau de fissuration, la dispersion des valeurs observées (Tableau 4). Enfin, lorsque le milieu poreux est envahi d'eau et d'huile, il est nécessaire

d'introduire la notion de perméabilité relative pour chacun des deux fluides. Cette perméabilité relative évolue en fonction du degré de saturation (Oyno & Torsaeter, 1992 ; Andersen, 1995). Ce phénomène bien connu en mécanique des sols non saturés (Delage & Cui, 2000) peut être modélisé par une loi de type de Van Genuchten (1980).

4.5. Comportement mécanique en fonction du degré de saturation

Papamichos *et al.* (1997) ont étudié l'affaiblissement de la craie suite à l'injection d'eau et ont observé une diminution du module d'Young E, du module de compression K, et de la limite de plastification en fonction du degré de saturation (Figure 24). Cependant, ils concluent que le coefficient de Poisson, le module plastique d'érouissage et l'angle de frottement interne restaient plus ou moins constants. De même, Risnes (1999) a montré, en utilisant des mélanges eau-glycol, que la transition entre les états secs et saturés n'est pas linéaire, comme l'envisagent Piau & Maury (1994).

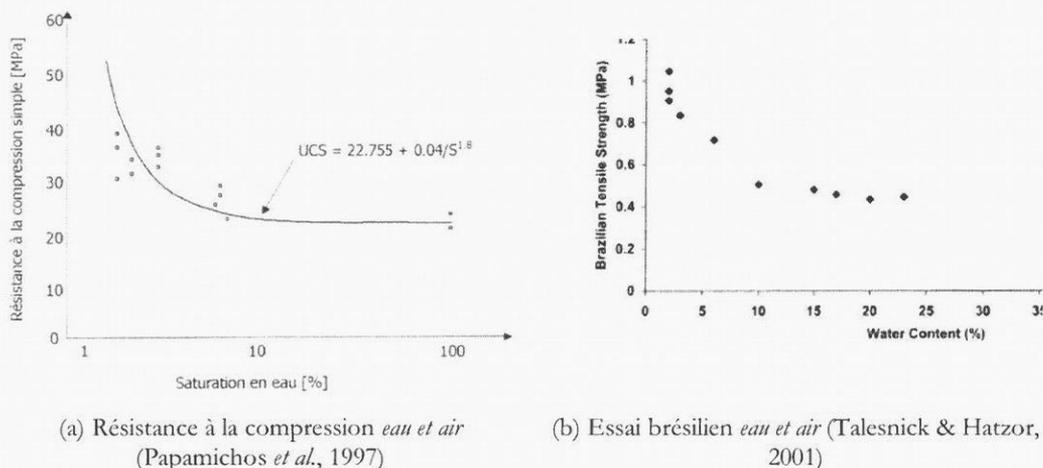
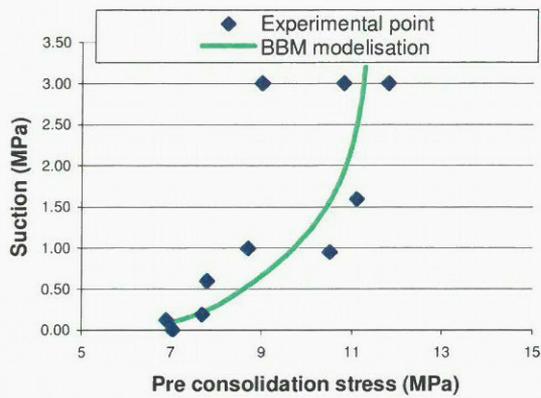
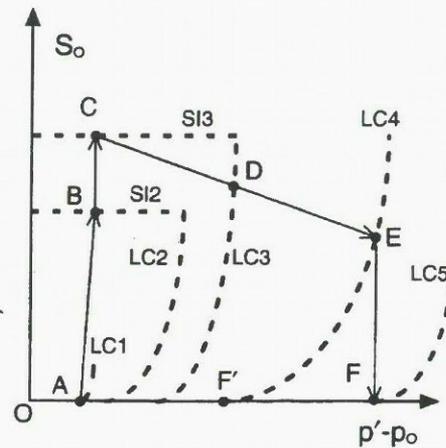


Figure 24 : Effet de la teneur en eau sur le comportement mécanique

En raison de ce lien étroit existant entre les aspects hydrauliques et mécaniques, une attention particulière a été consacrée à la définition des caractéristiques de rétention de ces matériaux aux différents couples de fluides considérés. Plusieurs analogies avec le comportement mécanique d'un sol non saturé ont été observées (Delage *et al.* 1996). En particulier, il a été vérifié que la diminution de volume observée dans une craie envahie par l'eau est associée à un mécanisme d'effondrement par hydratation typique des sols fins lâches non saturés soumis à un remouillage sous charge constante. *Via* la notion de succion, Delage *et al.* (1996) ont proposé un cadre conceptuel, fondé notamment sur l'évolution de la limite élastique en fonction de la succion du modèle de Alonso *et al.* (1990) (LC curve, Figure 25a), permettant d'expliquer les mécanismes d'effondrement de la craie de réservoir soumise à l'injection d'eau et l'histoire du réservoir (Figure 25b).



(a) Evolution de la pré consolidation en fonction de la suction (Pasachalk I, 2001)



(b) Histoire du réservoir matérialisée par le modèle de Barcelone (Delage *et al.*, 1996)

Figure 25 : Comportement hydro-mécanique couplé de la craie pétrolière

Ces constatations conviennent par ailleurs aussi au cas plus courant de la craie soumise à des variations d'hygrométrie ou de pluviométrie, dont le comportement est influencé par la teneur en eau. (Sedki *et al.*, 2002 ; Talesnick, 2001). L'air joue un rôle similaire à celui de l'huile, et nous observons un comportement intermédiaire air-eau lors de chemins de séchage (Figure 24b). Ces essais à différentes saturations ont été réalisés dans des conditions où l'évolution des potentiels d'interactions ne sont pas contrôlés ou même mesurés. Il est intéressant de chercher à apporter une réponse, un cadre complet pour l'étude du comportement multiphasique et de vérifier les assertions de Delage *et al.* (1996).

5. MODELES RHEOLOGIQUES FORMULES POUR LES CRAIES

Plusieurs modèles rhéologiques ont été proposés pour représenter spécifiquement le comportement mécanique de la craie. Un ou plusieurs aspects du comportement complexe du matériau est modélisé : le comportement mécanique typique de la craie est envisagé par Shao (1991), Leddra & Jones (1993), la viscosité du matériau est prise en compte par les modèles de Shao (1992), de Krosboll (1998), de De Waal (Andersen, 1995); la transition entre les états saturés et le comportement multiphasique a été simulée de manière plus ou moins simplifiée par Piau & Maury (1994), Brignoli & Santarelli (1994), et Charlier *et al.* (2002). Le modèle de Charlier *et al.* (2002) a été étendu par Collin *et al.* (2003) pour la prise en compte des aspects visqueux par introduction du modèle de Shao (1993).

5.1. Modèles rhéologiques élastoplastiques

Mikolajczak *et al.* (1995) ont comparé quatre modèles de comportement classiques sur des craies blanches : ceux de Lade, Desai, Nova et le Cam-Clay modifié. Il apparaît que le modèle de Lade à deux mécanismes est le plus approprié pour de faibles pressions de confinement, au-delà de la pression

isotrope de rupture ; le modèle Cam-clay est plus performant mais plus coûteux en paramètres. Barla et Sulem (1995) présentent un modèle du type Mohr-Coulomb avec écrouissage et loi d'écoulement non associée, où la dépendance en pression est prise en compte par une loi d'évolution non linéaire du critère de rupture. Le modèle de Leddra & Jones (1993) est formulé en trois dimensions (q, p',e), et deux surfaces sont utilisées pour appliquer les concepts d'états critiques. La surface de Roscoe relie la courbe de consolidation à la courbe d'état critique, tandis que la surface de Hvorslev joint la rupture en cisaillement et la courbe d'état critique (Figure 26). Ce type de représentation, bien connu pour les argiles, a été ici adapté pour la craie.

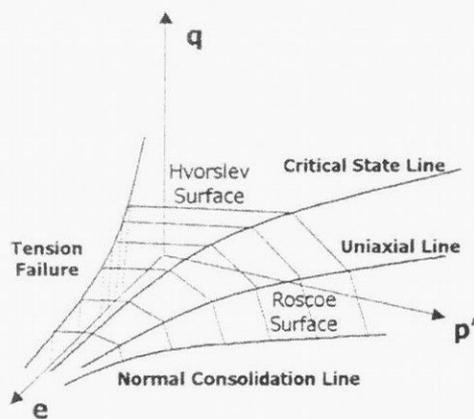


Figure 26 : Représentation du modèle de Leddra & Jones (Andersen, 1995)

5.2. Les modèles visco-élastoplastiques

5.2.1. Modèles de Shao

Shao *et al.* (1991, 1992) proposent une première version de modélisation du comportement mécanique de la craie appelée *Laderock*, fondée sur le modèle élastoplastique de Lade. Deux mécanismes plastiques sont retenus : l'un en chemin isotrope, l'autre pour des chemins triaxiaux par l'introduction d'une distorsion plastique déviatorique dépendant de la pression de confinement. L'élasticité est non linéaire isotrope, le module cubique élastique K évolue en fonction de la contrainte moyenne (Figure 27) de la façon suivante:

$$[\text{eq. I.5}] \quad K = K_0 \left(\frac{p}{p_0} \right)^n$$

Cette relation s'applique jusqu'à une valeur de coupure de la contrainte moyenne. Les déformations plastiques sont produites par un mécanisme volumique (*pore collapse*) et un mécanisme déviatorique. La surface de plasticité d'effondrement des pores est définie indépendamment des contraintes déviatoriques. La loi d'écoulement plastique liée au mécanisme hydrostatique est isotrope et associée, et la fonction d'écrouissage Y_c dépend des déformations plastiques isotropes ; le critère

déviatorique de plasticité est celui de Lade. La loi d'écoulement plastique reliée au mécanisme déviatorique est non associée, et la surface d'écoulement plastique est définie par : $Q_d = I_1^3 - 27I_3$, I_1 et I_3 étant respectivement le premier et le troisième invariant des contraintes.

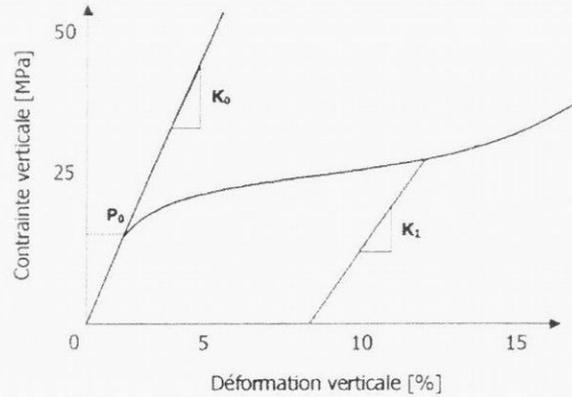


Figure 27 : Représentation du modèle de Shao

En reprenant ensuite la théorie de Perzyna, Shao *et al.* (1992) transforment les mécanismes volumique et déviatorique en mécanismes viscoplastiques. L'écoulement viscoplastique est représenté par une fonction scalaire pour chaque surface de rupture et les incréments de déformations viscoplastiques s'écrivent comme suit:

$$[eq. I.6] \quad d\epsilon^i = \gamma_i \langle \phi_i(F_i) \rangle \frac{\partial Q_i}{\partial \sigma}$$

où l'indice $i=c$ pour le mécanisme plastique ou i pour le mécanisme déviatorique/

Les fonctions et paramètres viscoplastiques ont les formes suivantes, déterminées à partir de données expérimentales :

$$[eq. I.7] \quad \phi_c = \left(\frac{f_c}{y_c} - 1 \right)^{\alpha_c} \quad \text{et} \quad \gamma_c = \omega_1 \left(\frac{I_1}{3p_a} \right)^l$$

$$[eq. I.8] \quad \phi_d = \left(\frac{f_d}{y_d} \right)^{b_2} \left(\frac{f_d}{y_d} - 1 \right)^{\alpha_d} \quad \text{et} \quad \gamma_d = \gamma_c a_2$$

5.2.2. Modèle de Krosbøll

Krosbøll (1998) reprend la décomposition élasto-viscoplastique et formule un modèle isotrope en terme de contraintes effectives. Dans ce modèle, la craie est assimilée à un matériau surconsolidé (Figure 28). Le module élastique évolue en fonction d'un scalaire plastique y lors de l'écrouissage : $E = A_e y$, A_e est un paramètre d'endommagement. La surface de chargement (*loading surface*), de même forme que la surface de charge (*yield surface*), est utilisée afin de définir dans l'espace des contraintes la zone de transition où la déformation viscoplastique augmente progressivement. La

surface de chargement contient le niveau de chargement actuel : $f(\sigma') = s$ où s est un paramètre définissant dans le plan des contraintes la surface de chargement. La surface de rupture est quant à elle définie par $f=y$. L'incrément de déformation viscoplastique est établi comme suit :

$$[eq. I.9] \quad d\epsilon^{vp} = \mathbf{C}\Phi(s, y)dt \text{ avec } C = \frac{\frac{\partial f}{\partial \sigma}}{\left\| \frac{\partial f}{\partial \sigma} \right\|}$$

Le tenseur \mathbf{C} est perpendiculaire à la surface de charge, la loi est donc associée. Le multiplicateur viscoplastique est défini par une fonction de fluage qui détermine la quantité de déformation viscoplastique lorsque la surface de chargement se situe au-delà de la surface de charge :

$$[eq. I.10] \quad \Phi(s, y) = c \left(\frac{s}{y} \right)^\alpha$$

L'érouissage est considéré en augmentant le scalaire y et est uniquement engendré par la déformation viscoplastique. La forme de la surface proposée pour la modélisation est celle de Lade :

$$[eq. I.11] \quad f = \left(\psi_1 \frac{I_1^3}{I_3} - \frac{I_1^2}{I_2} \right) \left(\frac{I_1}{p_a} \right)^m$$

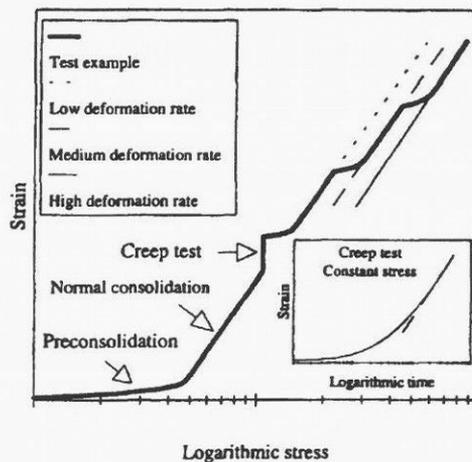


Figure 28 : Principe du modèle de Krosbøll (1998)

5.3. Modèles hydromécaniques

5.3.1. Modèle de Brignoli-Santarelli

A partir de résultats d'essais sur la craie, Brignoli *et al.* (1994) ont développé un modèle élastoplastique à un seul mécanisme utilisant un critère de Drucker Prager refermé sur l'axe hydrostatique (Figure 29).

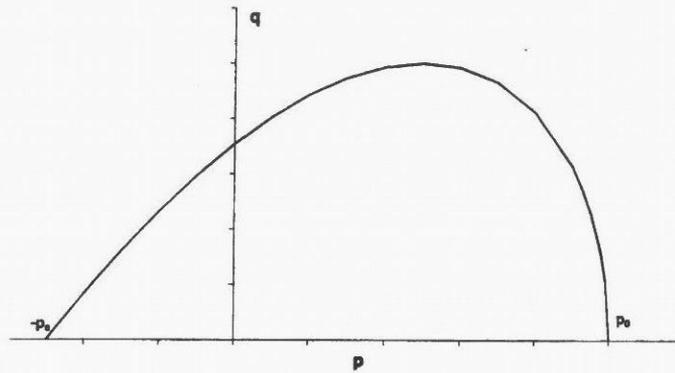


Figure 29 : Surface de charge du modèle Brignoli & Santarelli (1994)

La principale particularité de ce modèle est l'introduction de l'effet de la saturation partielle de la craie. Les auteurs utilisent une approche en contraintes effectives fondée sur la contrainte de Bishop où le paramètre χ est pris égal au degré de saturation en eau S_w :

$$[\text{eq. I.12}] \quad \sigma'_{ij} = \sigma_{ij} - p_a \delta_{ij} + S_w (p_a - p_w) \delta_{ij}$$

où p_a et p_w sont respectivement les pressions d'air et d'eau, et S_w est la saturation en eau. L'élasticité est linéaire isotrope. La surface de charge est définie par une courbe tangente au critère de Drucker Prager qui se referme sur l'axe de la contrainte moyenne selon l'expression suivante:

$$[\text{eq. I.13}] \quad F\left(\frac{\underline{\sigma}'}{\underline{\sigma}}\right) = q \left(\cos \beta - \frac{\mu}{\sqrt{3}} \sin \beta \right) - \mu (p_s - p) \sqrt{\frac{p_0 - p}{p_0 - p_s}}$$

où p est la contrainte moyenne, q la contrainte déviatorique, β l'angle de Lode, p_s et p_0 des paramètres d'écroûissage qui dépendent des déformations plastiques et de la saturation S_w (Figure 29). Le paramètre μ est une fonction du sinus de l'angle de frottement interne. La plasticité est non associée, la surface d'écoulement possède une équation similaire à la surface de plasticité en utilisant un angle de dilatance ψ à la place de l'angle de frottement. D'un point de vue formel, ce modèle est intéressant car il intègre l'ensemble des mécanismes plastiques de la craie dans une seule surface de charge et prend en compte l'effet du degré de saturation. Cependant, sa principale faiblesse est son incapacité à reproduire l'effondrement au mouillage (Collin, 2003) du fait de sa formulation en contrainte effective de Bishop. C'est un inconvénient majeur pour traiter du problème de la subsidence engendrée par l'injection d'eau.

5.3.2. Modèle de Piau & Maury

Piau & Maury (1994, 1995) proposent une modélisation très simplifiée des effets de l'injection d'eau dans la craie pétrolière. Le modèle ne prend pas en compte les effets visqueux car la vitesse des essais de compression uniaxiaux est considérée suffisamment lente. Fondé sur l'application du concept de contraintes effectives, validé sur la craie poreuse saturée (Engstrom, 1992), le comportement est modélisé par une loi isotrope élasto-plastique avec écroûissage linéaire de forme incrémentale :

$$[\text{eq. I.14}] \quad d\varepsilon^e = \frac{d\sigma'}{E} \text{ et } d\varepsilon^p = \frac{d\sigma'}{H}$$

Les auteurs ont développé une loi constitutive de type Cam Clay en se fondant sur une transition brutale entre deux états : la craie saturée en huile et la craie saturée en eau. Les variations de pressions interstitielles pendant l'injection d'eau sont négligées. Le modèle possède l'avantage de ses défauts, très adapté à l'injection d'eau dans les craies pétrolifères, il n'offre pas un cadre mécanique couplé adaptable à toutes les craies multiphasiques.

5.3.3. Modèle de Homand & Shao

Une tentative de prise en compte des effets du fluide saturant a été réalisée par le modèle de Homand (Homand, 2000 ; Homand & Shao, 2000). Il s'agit d'un modèle élastoplastique, l'élasticité est linéaire isotrope et la plasticité est divisée en deux composantes comme dans le précédent modèle de Shao (voir §5.2.1). Le mécanisme de pore collapse est modélisé par une surface de charge fermée sur l'axe de la contrainte moyenne p , d'équation suivante :

$$[\text{eq. I.15}] \quad f_c = h_f^2 q^2 + p^2 - k^2 = 0 \text{ où } k = p_0 e^{a \cdot \varepsilon_v}$$

Une loi d'écoulement non associée est adoptée, le potentiel plastique à partir duquel la loi d'écoulement est dérivée, est de forme elliptique en correspondance avec la surface de charge : $g_c = h_c^2 q^2 + p^2 = 0$. Le mécanisme plastique déviatorique correspond au critère de Drucker-Prager :

$$[\text{eq. I.16}] \quad f_d = q \left(\cos \beta + \frac{t_c}{\sqrt{3}} \sin \beta \right) - \alpha (p - p_0)$$

Le paramètre α est relié à l'angle de frottement mobilisé tandis que p_0 représente la résistance hydrostatique à la traction. Le paramètre t_c est relié à la différence de résistance du matériau en compression uniaxiale et en tension. Le paramètre d'écrouissage suit la règle suivante :

$$[\text{eq. I.17}] \quad \ln \left(\frac{\alpha_m - \alpha}{\alpha_m - \alpha_0} \right) = -b \gamma_d.$$

La loi d'écoulement plastique déviatorique est non associée et dérive du potentiel suivant : $g_d = q + \beta_d p = 0$ avec $\beta_d = \beta_0 e^{-b \gamma_d}$

La formulation générale correspond aux états saturés à l'eau et à l'huile. Homand *et al.* (2000) proposent un mécanisme afin de relier les deux états de la craie mono saturée. Les surfaces de plasticité sont déterminées dans les deux configurations hydriques en ajoutant une déformation plastique additionnelle induite par la présence d'eau :

$$[\text{eq. I.18}] \quad d\varepsilon = d\varepsilon^e + d\varepsilon^p + d\lambda_w^p \frac{\partial g_w}{\partial \sigma}$$

Le potentiel plastique g_w possède une surface similaire à celle du mécanisme hydrostatique de pore collapse : $g_w = h_w^2 q^2 + p^2 = 0$. Le multiplicateur plastique $d\lambda_w$ est non nul si le degré de saturation est inférieur à un degré critique ou si celui-ci passe d'un niveau inférieur à un niveau supérieur au degré critique. Il prend la forme suivante :

$$[\text{eq. I.19}] \quad d\lambda_w^p = \frac{1}{2pa} \ln\left(\frac{k_0^{oil}}{k_0^{wat}}\right)$$

Les auteurs introduisent donc un saut de surface de charge produit par les variations de teneur en eau, cependant ce saut n'est pas réversible et n'est possible que dans le sens d'une injection d'eau. De plus, le modèle n'explique pas le chemin de contraintes suivi lors de l'injection et n'implique aucune évolution de la surface de plasticité par hydratation.

5.4. Modèle Paschalk (Charlier et al., 2002)

Fondé sur les résultats expérimentaux des deux projets européens Pasachalk (Pasachalk1, 2001 ; Pasachalk2, 2004) et dans le prolongement de l'analyse proposée par Delage *et al.* (1996), un modèle a été développé par Charlier *et al.* (2002). Il s'agit d'un modèle élastoplastique avec écrouissage élaboré à partir du modèle de Barcelone (Alonso *et al.*, 1990) reprenant la succion comme variable de contrainte indépendante (Figure 30). Afin de prendre en compte les effets de la succion, le modèle est totalement couplé et considère les évolutions des pressions d'huile et d'eau. Comme les modèles précédents, deux mécanismes plastiques, l'effondrement des pores ou '*pore collapse*' et la rupture due au frottement interne, sont matérialisés par deux surfaces. La modélisation reprend les concepts développés par Alonso *et al.* (1990), le mécanisme de plastification par écrouissage en succion est pris en compte *via* la courbe LC (*Loading Collapse*) en introduisant la succion et la déformation volumique de succion. Plusieurs méthodes ont été envisagées pour la droite de rupture : une droite de Drucker Prager, et une dérivée de la droite de Van Eekelen. La deuxième méthode a été utilisée pour rendre compte d'un écrouissage non associé de la droite de rupture. Quant au mécanisme d'effondrement des pores, plastification ; il est reproduit par un modèle Cam Clay modifié.

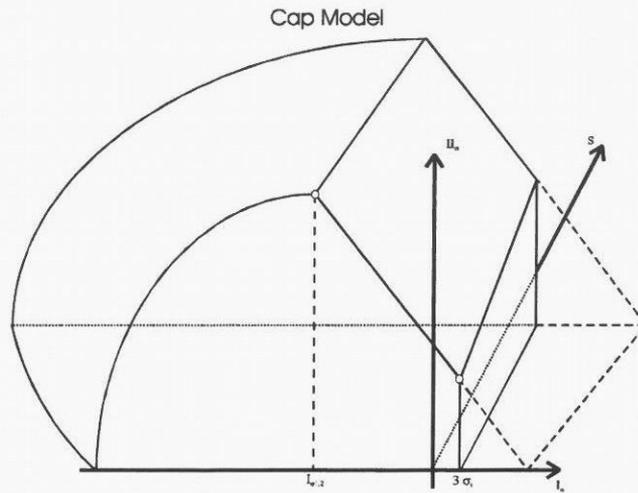


Figure 30 : Surfaces de charge représentées dans le plan $(I_{\sigma}, II_{\sigma}, s)$

Ce modèle permet une approche plus complète du comportement multiphasique de la craie. Cependant, le couplage hydromécanique n'est pas entièrement assuré, car la modification mécanique du degré de saturation par réduction du volume poreux n'affecte pas la valeur de la succion. Une extension visqueuse, fondée sur les travaux de Shao *et al.* (1993) a été apportée dans un deuxième temps. Ce modèle sera présenté plus en détail dans le chapitre VII.

5.5. Comparaison des modèles

Le Tableau 5 résume les différentes caractéristiques des modèles rhéologiques présentés pour la craie. Il ressort que la modélisation complète du comportement hydromécanique de la craie est complexe et nécessite de nombreux paramètres (au moins une vingtaine). En effet, l'introduction des deux mécanismes de plasticité requiert un nombre conséquent de paramètres d'écrouissage, surtout lorsque l'on introduit le fluage. Enfin, les modèles à ressaut (Piau & Maury, 1994 ; Homand & Shao, 2000) présentent l'inconvénient de distinguer deux états extrêmes, doublant ainsi le nombre de paramètres. A ce titre, le modèle Pasachalk offre l'avantage de décrire la transition entre les états par une variable de contraintes indépendante, la succion; le nombre de paramètres s'en trouve allégé.

Modèle	Elasticité	Plasticité	Effet des fluides	Viscosité
Shao <i>et al.</i> (1991)	Non linéaire	Deux mécanismes Traction	NON	OUI
Leddra & Jones (1993)	Au choix	Au choix	NON	NON
Brignoli <i>et al.</i> (1994)	Linéaire	Un mécanisme Non associé (dilatance)	OUI	NON
Piau & Maury (1994)	linéaire	Un mécanisme Ecrouissage linéaire	OUI Deux états : saut	NON
Krosbøll (1998)	Non linéaire	Deux surfaces, Ecrouissage	NON	OUI
Homand (2000)	Linéaire	Deux surfaces, Non associé	OUI Deux états : saut	NON
Pasachalk 2 (2004)	Au choix	Deux surfaces associées	OUI Un état évolutif	OUI

Tableau 5 : Récapitulatif des modèles rhéologiques présentés pour la craie

6. CONCLUSION

La synthèse bibliographique réalisée ici a mis en évidence la diversité des propriétés et du comportement de la craie. Les caractéristiques des craies varient énormément d'un site à l'autre. Plusieurs méthodologies d'étude et de classement permettent de situer un matériau d'étude parmi l'éventail de comportements proposés pour la craie. Il est en effet nécessaire et recommandé de bien caractériser la craie d'étude afin d'adapter sa stratégie et ses dispositifs expérimentaux. D'autre part, l'influence du fluide saturant a été établie depuis des décennies, et les effets de l'eau sur le comportement de la craie sont importants et ils doivent être pris en compte pour de nombreux problèmes de stabilité. De même, l'huile perturbe le comportement de la craie modifiant notamment sa capacité à être envahie par l'eau (mouillabilité). L'injection d'eau dans un massif crayeux sec ou saturé de pétrole provoque l'affaiblissement généralisé de la craie et réduit son domaine élastique. De nombreuses publications concernent le tassement de réservoirs pétrolifères en Mer du Nord suivant le front d'injection d'eau de mer. L'importance des tassements engendrés en surface, de l'ordre de douze mètres, a conduit aux développements de nombreuses recherches, notamment dans le cadre des projets européens Pasachalk I & II auxquels nous avons pris part. Les comportements extrêmes, sec ou saturés, étant bien caractérisés; l'attention s'est portée sur le comportement multiphasique complet et sur la transition entre ces états.

A partir de cet état de l'art, l'objet de notre étude est d'apporter une réponse globale au comportement de la craie saturée avec deux fluides, notamment en vérifiant les hypothèses de Delage *et al.* (1996). Fondé principalement sur l'étude des craies pétrolifères exposées à l'injection d'eau de mer, notre travail a été étendu au cas plus courant de la craie des carrières dans un système air-eau. Par une étude expérimentale et numérique, ce travail vise à conceptualiser le *comportement multiphasique différé de la craie*, en considérant les interactions entre la craie et les fluides saturants au moyen de la maîtrise des potentiels physico-chimiques.

Chapitre II.

CARACTERISATION PHYSIQUE DE LA CRAIE DE LIXHE

*« La limite entre le bien et le mal est aussi mobile et instable qu'un sentier de crête en craie fondante »
Stefan Zeromski*

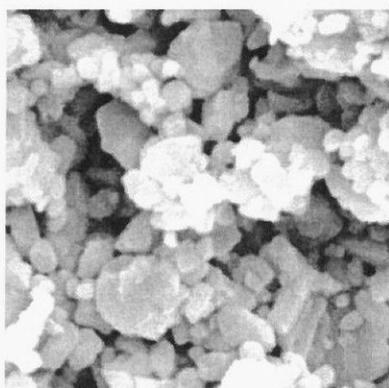
L'étude bibliographique précédente a montré que les craies forment une famille vaste de roches sédimentaires; dont le comportement mécanique diffère selon les propriétés physiques qu'il est donc nécessaire d'identifier précisément. La craie de Lixhe, extraite d'une carrière près de Liège (Belgique), qui a été choisie pour notre étude provient du même niveau géologique et possède des propriétés semblables à la craie de réservoir du champ Ekofisk (Mer du Nord, Norvège). Du fait de la facilité d'extraction, la craie de Lixhe a été intensément étudiée (Gourri, 1991, Schroeder & Shao, 1996 ; Mata, 2001 ; Schroeder, 2002 ; Pasachalk I & II), permettant ainsi des comparaisons et des validations. Divers moyens ont été mis en œuvre pour classer la craie de Lixhe, et nous exposerons ici les différentes méthodes et résultats de caractérisation de cette craie. Cette étude a aussi eu pour but de valider les techniques d'obtention des échantillons (carottage, séchage, saturation) et de vérifier qu'elles ne modifient pas la microstructure de la craie. Afin de mieux appréhender les différents paramètres, trois études ont été menées de concert. Premièrement, l'étude des vitesses de propagation des ondes dans le milieu poreux a permis de mettre en évidence la microfissuration et la structure poreuse de la craie, permettant une sélection multicritère des échantillons. Deuxièmement, la porosité a été étudiée au moyen du porosimètre à mercure, qui fournit des informations sur la distribution et l'accessibilité des pores. Enfin, les essais de résistance à la compression simple nous ont permis une classification et une estimation préalable du comportement mécanique. Une description des différents éléments constitutifs de la craie est présentée préalablement.

1. GENERALITES

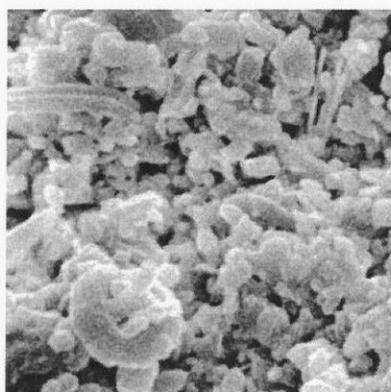
1.1. Pétrographie et composition minéralogique

La craie de Lixhe est une craie pure et blanche contenant environ 99% de calcite. La craie de Lixhe a été sélectionnée car, comme la craie du réservoir Ekofisk, elle provient Campanien supérieur appelé "HOD Formation" dans la dénomination pétrolifère norvégienne (Andersen 1995). Elle est originaire d'une déposition pélagique caractérisée comme très calme et lente, ce qui a pour conséquence, nous le verrons plus tard, une distribution de porosité relativement homogène. Sa porosité moyenne se situe

entre 40 et 43 % et son poids volumique atteint jusqu'à $19,7 \text{ kN/m}^3$. La teneur en eau mesurée sur les blocs provenant de la carrière varie selon la saison, et nous avons observé des teneurs en eau de 3 à 10%. De plus, l'observation au microscope électronique à balayage (M.E.B.) (Figure 1) a montré que la taille moyenne des grains - souvent désagrégés en petits amas scellés - s'étend de 2 à 3 μm . La taille des grains solides et l'hétérogénéité microscopique rendent toute étude de la structure difficile et le M.E.B. est donc principalement utilisé dans un but pétrographique. Cependant, comme nous le montrerons plus tard, cette hétérogénéité et cette inorganisation apparente ne confèrent pas à la craie un comportement mécanique macroscopique inhomogène. Il en résulte néanmoins une grande variabilité des paramètres physiques et mécaniques, dont nous avons cherché à minimiser les effets, notamment au moyen de l'essai de propagation des ondes acoustiques.



Matrice constituée d'éléments isolés,
Pores de tailles variables et connectés
(x 4 000)



Coccolithe et un foraminifère
(x 2 000)

Figure 1 : Détails de la craie de Lixhe au M.E.B.

1.2. Pycnométrie à hélium sur la craie de Lixhe

Le fonctionnement du pycnomètre est fondé sur le principe d'Archimède, *i.e.* le déplacement d'un fluide par immersion d'un corps. L'hélium est choisi pour sa facilité à s'immiscer dans de petits interstices (de l'ordre de l'Angström, soit 0,1 nm). La poudre de craie est séchée en étuve à une température voisine de 80°C pendant quatre jours. Avant de procéder aux essais, la craie est transférée de l'étuve vers un dessiccateur pour que la température revienne à la valeur ambiante. Deux fractions de 10 à 15 grammes ont été prélevées de manière arbitraire, et sur chacune d'entre elles, nous avons effectué trois mesures consécutives de masse volumique. Nous avons donc obtenu deux fois trois valeurs de masse volumique, figurant dans le Tableau 1 :

Nom	Valeur mesurée (Mg/m ³)
I-1	2,69(0)
I-2	2,70(4)
I-3	2,70(1)
II-1	2,68(9)
II-2	2,69(1)
II-3	2,69(0)
Moyenne	2,69(5)
Ecart-type	0,007

Tableau 1 : Récapitulatif des valeurs de masse volumique mesurées

La poudre était bien sèche, car aucune dérive sur les valeurs affichées n'a été observée ; en effet toute trace d'humidité détectée par le pycnomètre se traduit par une instabilité de la valeur lue. Les étalonnages du pycnomètre avant et après les essais n'ont rien mis en évidence. La valeur moyenne de la densité pour la craie de Lixhe est donc de 2,69 Mg/m³ (la troisième décimale est donnée à titre indicatif), ce qui est cohérent pour ce genre de matériau, la densité des craies blanches varie entre 2,65 et 2,72 Mg/m³ (Bonvallet, 1979 ; Lord *et al.*, 2002); lors du projet Pasachalk la valeur retenue était 2,68 (Schroeder *et al.*, 2002). Pour l'ensemble de nos calculs, nous utiliserons la valeur moyenne déterminée, soit 26,9 kN/m³.

1.3. La porosité

1.3.1. Définitions

La définition de porosité revêt plusieurs acceptions. Tout d'abord, la porosité dépend des moyens d'étude mis en œuvre. Dans le cas des essais porosimétriques par injection de mercure, détaillés par la suite (*cf.* §II.4), nous considérons la porosité dite *occluse* (à l'opposé, nous parlerons de porosité accessible) comme la porosité qui ne peut être atteinte du fait de rayons d'accès trop étroits ou pores clos non connectés. Il s'agira principalement des pores intragranulaires (intercristallins) ou d'inclusions résiduelles. De manière mathématique, la porosité se définit comme suit :

$$[eq II.1] \quad n = \frac{\text{Volume} \cdot \text{des} \cdot \text{vides}}{\text{Volume} \cdot \text{total}} = \frac{e}{1 + e}$$

e est l'indice des vides, le rapport entre le volume des vides et le volume solide.

La détermination de la porosité est rendue difficile par les problèmes de détermination du volume des vides. La méthode générale consiste à introduire un fluide dans les pores, fluide dont on connaît les variations de volume ; cependant l'efficacité de cette méthode tient à l'accessibilité de tous les pores par le fluide. C'est pourquoi, il est possible de recouvrer une porosité plus importante en introduisant de l'eau qu'en introduisant de l'huile.

1.3.2. Détermination de la porosité

La méthode la plus simple afin de déterminer la porosité totale d'un matériau est de confectionner un échantillon parfaitement cylindrique dans le but d'obtenir la mesure du volume total. Cependant, le

volume total de l'éprouvette peut être déterminé de façon moins archaïque par immersion dans le mercure, par pesée après paraffinage (citée par Schroeder, 2002). La validité tient en la précision du volume total du cylindre obtenu (voir § II.4), et en la précision de la masse volumique du solide ρ_s (et donc le poids volumique sec du solide γ_s) selon la relation suivante :

$$[\text{eq II.2}] \quad n = \frac{V_T - V_S}{V_T} = 1 - \frac{m/\rho_s}{V_T} = 1 - \frac{\gamma_D}{\gamma_s}$$

La précision du diamètre et de la hauteur d'une éprouvette, en prenant la moyenne sur trois valeurs afin d'éviter les défauts de parallélisme, est de l'ordre de 5 μm . La masse volumique de la matrice solide vaut en moyenne 2.69 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ avec un écart-type de 0,01. La précision des balances pour la détermination de la masse sèche est de 5mg. Il découle donc de l'équation [eq II.2] par combinaison de la variance des trois variables aléatoires (diamètre, hauteur, masse volumique des grains solides) une précision arrondie de la méthode par pesée de 0,05%.

La précision de cette méthode est en grande partie liée à celles des balances, mais est largement suffisante compte tenu des objectifs et de l'utilisation finale (Mata 2001). L'analyse des images issues du M.E.B. permet également une détermination de la porosité par reconstitution stochastiques (2D ou 3D) du milieu poreux (Talukdar *et al.*, 2001 et 2002 ; Bekri *et al.*, 2000). En outre, il est possible d'obtenir de cette analyse des informations sur la perméabilité et la rétention du matériau; cependant, cette méthode est très coûteuse en temps car de nombreuses photographies sont nécessaires pour un travail rigoureux. Rogen *et al.* (2001) ont montré par la comparaison entre la porosité déduite par l'imagerie et celle déterminée par l'hélium que la variabilité de la porosité correspondait à la présence de gros grains allongés. Enfin, nous pouvons aussi citer la tomographie au rayon X (Mata, 2001).

La méthode de pesée a été appliquée pour déterminer la porosité de plus de 100 échantillons de type triaxiaux (H = 76 mm, D = 36 mm) carottés à l'eau. Nous avons observé sur les échantillons issus d'un même bloc une distribution non négligeable de la porosité. La Figure 2 présente la dispersion de la porosité sur un bloc, la fréquence (sous forme fractionnelle, nombre d'échantillons sur le nombre total) est exprimée en fonction de la porosité.

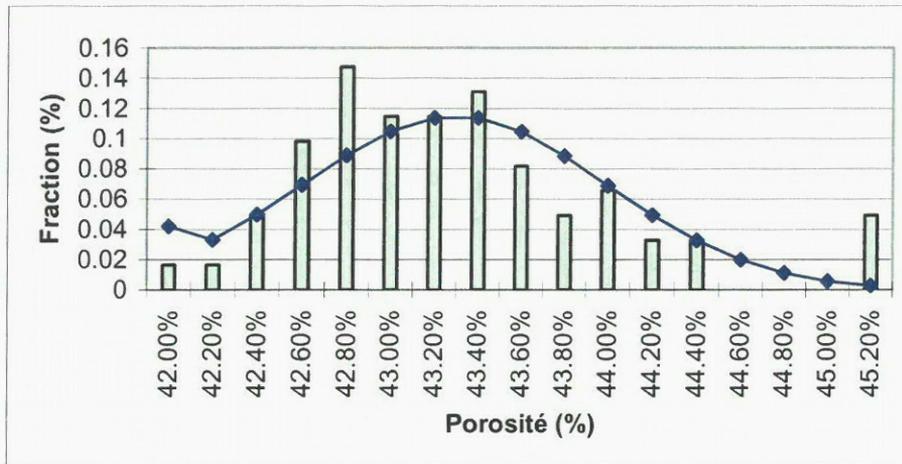


Figure 2 : Variabilité de la porosité d'échantillons provenant du bloc L

La distribution de la porosité peut être représentée par une loi de probabilité du type Laplace –Gauss (loi normale) centrée réduite :

$$[eq II.3] \quad f(n, \bar{n}, \sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} e^{-\left(\frac{(n-\bar{n})^2}{2\sigma^2}\right)}$$

Où n est la porosité, \bar{n} est l'espérance mathématique de la loi, la porosité moyenne du bloc (=43,20%) et σ^2 est la variance de la variable aléatoire porosité (=0,2034)

Cette distribution aléatoire de la porosité se retrouve sur les autres blocs et entre les blocs eux-mêmes, la loi normale pourra donc être utilisée pour la modélisation du champ pétrolifère et la mise à l'échelle des données extraites en laboratoire. Nous nous sommes efforcé d'utiliser des échantillons de porosité moyenne (42 - 43%, $e = 0,72 - 0,75$), les autres ayant permis (pour certains) d'établir une relation avec les paramètres mécaniques.

1.4. La perméabilité

Une étude de la perméabilité est nécessaire pour analyser les flux de fluides. Elle requiert cependant une attention particulière compte tenu de la nature multiphasique des phénomènes. Une série d'essais avec l'eau et l'huile a été conduite dans le cadre du projet européen Pasachalk I sur la craie de Lixhe. Un dispositif expérimental a été spécialement développé pour la mesure à charge hydraulique constante et à diverses valeurs de confinement de trois types de perméabilités : perméabilité à l'huile d'un échantillon saturé d'huile, perméabilité à l'eau d'un échantillon saturé d'eau, perméabilité à l'eau d'un échantillon saturé d'huile. Il a été montré (Pasachalk I, 2001) que la perméabilité à l'eau ($2-5 \cdot 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$) était légèrement supérieure à celle à l'huile ($6-10 \cdot 10^{-9} \text{ m.s}^{-1}$). L'influence de la charge hydraulique sur les perméabilités a aussi été appréciée, ainsi que l'influence de la porosité correspondant à celle observée sur la craie de réservoir (Schroeder, 2002) comme illustré sur la Figure 3.

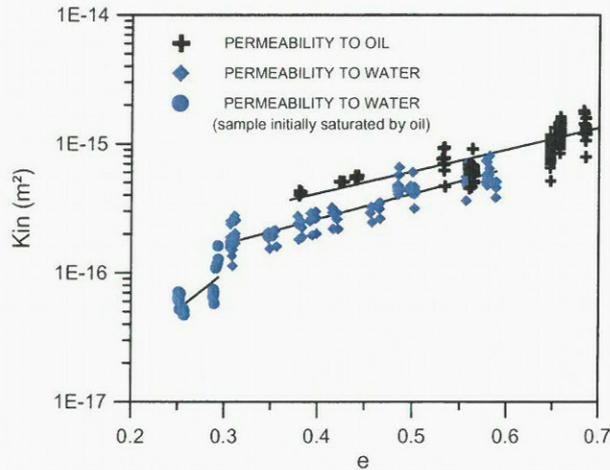


Figure 3 : Mesures de perméabilité sur la craie de Lixhe (Pasachalk I, 2001)

2. REALISATION DES ECHANTILLONS

La qualité des essais dépend de la qualité des échantillons et le soin apporté à leur réalisation. En effet, considérant la ductilité et le comportement friable de la craie ; les détails de la réalisation des échantillons doivent être présentés pour nuancer les résultats et expliciter les influences des conditions du processus d'échantillonnage sur les propriétés mécaniques de la craie. Deux méthodes ont été employées pour fabriquer les échantillons : le tour mécanique pour la réalisation d'échantillons aux dimensions particulières (petits échantillons, diamètres inhabituels) et d'échantillons pour les essais oedométriques (conditions latérales restrictives) ; le carottage à l'eau pour la réalisation d'échantillons en grand nombre (de type triaxial).

2.1. L'utilisation d'un tour mécanique

Nous usinons les blocs de craie en plusieurs passages pour égaliser les deux faces horizontalement et la surface latérale, particulièrement pour une bonne mesure de K_0^1 à l'oedomètre. La fabrication de spécimens réclame de la patience et beaucoup de précautions (bonne fixation des blocs, adaptation de la vitesse de rotation ...) pour ne pas casser les échantillons ou remanier la craie. Les blocs de craie sont préalablement sciés grossièrement aux dimensions désirées, et limés pour assurer une bonne prise des mors de serrage. L'usinage est réalisé à sec, ce qui peut engendrer la rupture de l'échantillon et la présence de impuretés, telles des points durs ou des silex, s'avère préjudiciable. C'est pourquoi, la méthode a été retenue pour la réalisation des échantillons oedométriques cylindriques de craie de 50 (voire 38) millimètres environ de diamètre et avec une hauteur telle que le rapport H/D soit égal à 2,5. Par ailleurs, le tour permet la création de tout type de cylindre, ce qui n'est pas permis par le carottage à l'eau.

¹ K_0 : coefficient des terres au repos, est le rapport entre la contrainte latérale et la contrainte verticale.



Figure 4 : Photographie du tour mécanique

2.2. Le carottage à l'eau

Après obtention de tubes par forage avec circulation d'eau pour éliminer la poussière et attendrir le matériau, les échantillons sont dégrossis par sciage à une hauteur supérieure à celle désirée. La hauteur finale est enfin obtenue par passage successif (20 μ m maximum) d'une ponceuse. Alors qu'une demi-journée serait nécessaire à la production au tour de 3 échantillons pour une personne exercée, une journée complète permet la réalisation d'une cinquantaine de spécimens avec le carottier. En plus d'être efficiente, la méthode est plus répétable et fournit des échantillons aux mêmes dimensions (par lot de 4). Cependant, l'inconvénient principal est lié à l'utilisation d'eau et à ses effets sur le matériau. Par rapport aux échantillons de roches pétrolifères où des modifications de mouillabilité sont à craindre (Ringheim, 1992), les échantillons de carrières à ciel ouvert semblent moins affectés par les effets de l'eau.

2.3. La saturation des échantillons

La saturation en eau ou en huile est une étape préliminaire extrêmement importante dans la préparation des échantillons, car le comportement mécanique en est très dépendant. Les spécimens sont, d'abord, séchés à 105°C² pour éliminer toute l'eau résiduelle, puis saturés sous vide par le fluide choisi. Les masses de l'échantillon avant, après séchage, et après la saturation sont mesurées pour calculer la porosité moyenne ainsi que la densité moyenne des solides. Pour les roches (NF P 94-410-3)³, la température requise pour le séchage est de 60°C ; cependant, les analyses opérées au porosimètre à mercure (voir paragraphe II.4) n'exhibent pas d'influence de la température sur la distribution des pores et sur la porosité déduite si la durée est allongée. Notons que l'étuvage ne permet pas l'élimination intégrale de l'eau présente dans la craie (*cf.* § I.2.3.3.)

² Norme A.F.N.O.R. NF P 94-050 *Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux, méthode par étuvage*

³ Norme AFNOR NF P 94-410-3 *Essais pour déterminer les propriétés physiques des roches Parties 3 détermination de la porosité.*

La saturation des échantillons s'effectue dans un dessiccateur hermétiquement fermé relié à une pompe pneumatique appliquant une dépression de -94 kPa (soit environ 6 kPa de pression). Les étapes de la saturation suivent les recommandations des normes relatives aux essais en mécanique des roches: premièrement, une désaération du dessiccateur contenant l'échantillon, puis l'immersion d'un tiers de celui-ci et enfin l'immersion complète pendant 24 heures sous vide. Dans nos expériences, le Soltrol 170[®] est utilisé pour simuler l'action de l'huile. Le Soltrol[®] est en effet non miscible à l'eau et sa solubilité dans l'eau est très faible. De plus, son utilisation est appréciable compte tenu de sa non-toxicité, de sa non aromaticité⁴. Comme il a été artificiellement produit par raffinage, ses caractéristiques sont bien contrôlées et des valeurs moyennes peuvent être récapitulées dans le Tableau 2.

ρ_h (Mg/m ³)	η (Pa*s)	η_a (Pa*s)
0,780	$2.028 \cdot 10^{-3}$	$1.83 \cdot 10^{-5}$

Tableau 2 : Caractéristiques du Soltrol[®] 170

2.4. La contraction libre

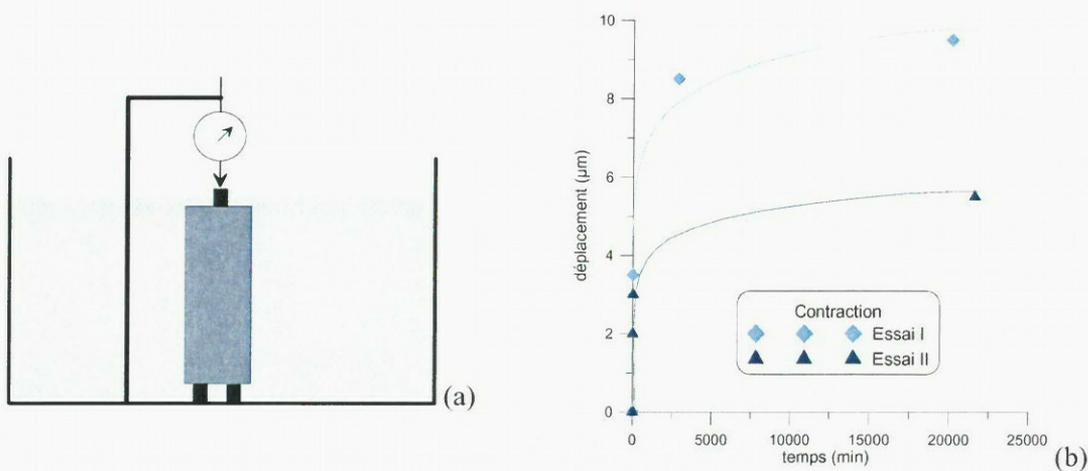


Figure 5 : Schéma (a) et résultats (b) de l'essai de gonflement axial de la craie de Lixhe soumise à l'eau

Afin d'étudier les variations volumiques engendrées lors de la saturation, un échantillon de type triaxial ($h=76$ mm, $\Phi=36$ mm) a été placé dans un cristallisateur sur des plots plastiques inertes à l'eau. Les déplacements verticaux (positifs vers le bas) ont été mesurés avec précision à l'aide d'un capteur ($\pm 1 \mu\text{m}$) ; le palpeur ne pouvant être immergé, un plot a été intercalé (voir Figure 5a). Le cristallisateur est ensuite rempli d'eau (respectivement d'huile), et les déplacements sont suivis pendant les 15 jours d'immersion. Cette durée est nécessaire pour considérer la saturation complète atteinte par imbibition libre (cf. chapitre III). Deux essais ont été effectués pour chaque fluide et seuls les essais à l'eau ont abouti à des résultats significatifs (voir Figure 5b). Il est intéressant de souligner que la contraction

⁴ *Aromaticité* : propriété d'un composé organique présentant des cycles benzéniques.

longitudinale de la craie suit le processus de saturation et que les déplacements évoluent dans le temps concurremment avec le degré de saturation. C'est bien l'eau, en envahissant progressivement les pores, qui attire les grains entre eux par capillarité en provoquant la contraction macroscopique de l'échantillon. Cependant, il est possible que le processus soit similaire pour l'huile pour une craie sensible à l'huile (voir chapitre III). Cette petite expérience permet de mettre en évidence l'existence des phénomènes d'interaction entre l'eau et la craie.

2.5. Accessibilité de la porosité de la craie de Lixhe

Le réseau poreux s'est révélé globalement bien accessible aux fluides (huile, eau, mercure). En effet, nous avons réalisé une série de comparaison entre les volumes d'eau, d'huile, ou de mercure injectés sous pression (par dépressurisation -94 kPa ou par porosimétrie au mercure) et le volume des vides total théorique déduit de la méthode des pesées. La méthode de saturation sous vide permet de recouvrer 99,5% en moyenne des vides avec le Soltrol, 100 % dans le cas de l'eau (il est à noter que la méthode peut fournir des valeurs supérieures à 100% du fait de sa précision et de l'eau résiduelle). De plus, le volume total de mercure injecté sous pression (200 MPa) concorde avec le volume des vides théoriques déduits considérant la perte de matériau, la précision des balances. Donc, la porosité déduite des essais porosimétriques peut être légèrement supérieure à celle déduite de la méthode par pesée et étuvage (100-105%) car on peut atteindre les infrapores. Le volume cumulé des ces infrapores est négligeable au regard de l'accessibilité du réseau poreux aux fluides ; et nous considérons que l'eau et l'huile peuvent accéder à l'ensemble du réseau poreux. Ce qui distingue donc les fluides, c'est le travail total nécessaire pour accéder à l'intégralité (respectivement un niveau partiel) du volume des pores et non l'accessibilité totale.

3. VITESSE DE PROPAGATION DES ONDES LONGITUDINALES

La caractérisation des matériaux poreux par des méthodes ultrasoniques est couramment utilisée. L'étude de la propagation des ondes de compression (longitudinales) et de cisaillement (transversales) dans un matériau à l'état sec et saturé permet d'évaluer les propriétés physiques du matériau telles que sa porosité, son état de fissuration et ses propriétés élastiques (module de Young, coefficient de Poisson). L'analyse des signaux ultrasoniques en terme d'atténuation a été surtout exploitée en physique des roches pétrolières. Ce paramètre est particulièrement intéressant pour l'analyse de l'anisotropie d'un matériau, soit structurale, soit liée à une microfissuration.

3.1. La propagation des ondes dans un milieu élastique

La physique des roches classique s'intéresse à la propagation des ondes de volume P et S, caractérisées par leurs vitesses (première et seconde, d'après l'ordre de leur réception) et leur atténuation (Homand & Duffaut, 2000 ; Bourbié *et al.*, 1986).

a. Pour un milieu élastique isotrope

Pour une onde P, le mouvement vibratoire a lieu suivant la direction de propagation et affecte le volume de la roche. V_p est donc la vitesse d'une onde de compression (ou onde longitudinale) et V_s la vitesse d'une onde de cisaillement (ou onde transversale) dont le mouvement vibratoire a lieu dans un plan normal à la direction de propagation. Les ondes S sont plus lentes que les ondes P et ne se propagent pas dans les fluides. La propagation des ondes longitudinales et transversales est une conséquence de l'élasticité du milieu poreux, et les vitesses en compression et en cisaillement s'expriment en fonction des coefficients élastiques E et ν et on a dans le cadre d'un milieu élastique linéaire :

$$[\text{eq II.4}] \quad \nu = \frac{\frac{1}{2} - \left(\frac{V_s}{V_p}\right)^2}{1 - \left(\frac{V_s}{V_p}\right)^2} \quad \text{et} \quad E = \rho \frac{V_p^2 (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)}$$

b. Pour un milieu élastique anisotrope

Pour un milieu anisotrope transverse, on considère le paramètre n, qui est le rapport des modules axial et transversal ($n = \frac{E_3}{E_1}$) afin d'obtenir la matrice de rigidité **D**.

$$[\text{eq II.5}] \quad \mathbf{D} = \begin{bmatrix} \frac{c}{n}(1 - \nu_1^2) & c\nu_3(1 + \nu_1) & c\nu_3(1 + \nu_1) & 0 & 0 & 0 \\ c\nu_3(1 + \nu_1) & c(1 - n\nu_3^2) & c(\nu_1 + n\nu_3^2) & 0 & 0 & 0 \\ c\nu_3(1 + \nu_1) & c(\nu_1 + n\nu_3^2) & c(1 - n\nu_3^2) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{E_3}{(1 + \nu_3)} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2G & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2G \end{bmatrix}$$

$$\text{avec } c = \frac{nE_1}{(1 + \nu_3)(1 - \nu_3 - 2n\nu_3^2)}$$

Considérons un front d'onde de normale unitaire \mathbf{v} et de vitesse normale V, alors les solutions de l'équation $\mathbf{D} \, d\mathbf{u} = \rho d\ddot{\mathbf{u}}$ sont (Bourbié *et al.*, 1986) :

$$[\text{eq II.6}] \quad \text{Ondes P : } \begin{cases} \text{axiale} & \mathbf{v} = \mathbf{v}_1 \quad V_p = \sqrt{\frac{D_{11}}{\rho}} \\ \text{transversale} & \mathbf{v} \cdot \mathbf{v}_1 = 0 \quad V_p = \sqrt{\frac{D_{22}}{\rho}} \end{cases}$$

Il vient donc pour la propagation axiale ([eq II.7][eq II.8]) et pour la propagation transversale ([eq II.8]):

$$[\text{eq II.7}] \quad V_p^2 = \frac{c}{n\rho} (1 - \nu_1^2) \text{ et } E_1 = \rho V_p^2 \frac{(1 + \nu_3)(1 - \nu_3 - 2\nu_3^2)}{(1 - \nu_1^2)}$$

$$[\text{eq II.8}] \quad V_p^2 = \frac{c}{\rho} (1 - n\nu_3^2) \text{ et } E_3 = \rho V_p^2 \frac{(1 + \nu_3)(1 - \nu_3 - 2\nu_3^2)}{(1 - n\nu_3^2)}$$

c. Pour un milieu saturé

Plusieurs études rapportées par Eissa et Kazi (1988) établissent une relation entre les modules d'Young statique et dynamique pour les roches. Le coefficient entre les deux modules (E_{dy}/E_{st}) varie selon la nature du matériau de 0,8 à 1. L'état de saturation du matériau influe donc sur l'évolution de ses propriétés ultrasoniques. Ce point a fait l'objet de nombreux travaux dont une grande partie concerne les calculs prédictifs de vitesses ultrasoniques sur un matériau multiphasique et traite généralement d'un état totalement saturé par rapport à un état sec. La propagation purement élastique dans un matériau biphasique solide/liquide a été décrite par Biot qui a introduit les notions de couplage inertiel fluide/solide et de déplacements relatifs de ces deux phases. Les relations entre saturation partielle et propriétés ultrasoniques sont plus complexes ; leur analyse nécessite des suivis expérimentaux très rigoureux et fait intervenir, d'un point de vue théorique, des mécanismes d'écoulements locaux à l'échelle du pore et des notions de distribution de fluides dans les réseaux poreux.

Bourbié *et al.* (1986) ont montré que pour les roches sédimentaires, l'atténuation des ondes dépend principalement du fluide saturant et de la pression ; il conseille la méthode de la basse fréquence de résonance. D'autre part, la masse volumique totale augmente avec le degré de saturation, ce qui provoque une augmentation des vitesses soniques (Gassman cité par Schroeder, 2002). Ce phénomène observé aussi sur nos essais (une augmentation de 150 – 200 m.s⁻¹ de la vitesse de propagation) peut aussi s'interpréter au regard de la contraction observée de la craie lorsqu'elle est envahie par l'eau. Le rapprochement des grains et leur mise en contact par action capillaire de l'eau permettent une meilleure transmission de l'onde acoustique. Il est à noter que Bonvallet (1979) trouve une diminution de la vitesse due à la saturation en eau pour un certain nombre de craies du Nord de la France.

3.2. Mode opératoire

L'échantillon est placé entre l'émetteur et le récepteur, une légère pression ainsi que de la vaseline sont nécessaires à assurer un bon contact et une bonne transmission de l'onde (Figure 6). Les signaux sont récupérés au moyen d'un oscilloscope et traités sur ordinateur. Le temps de propagation est le paramètre calculé par différence entre le déclenchement du signal carré et l'amorce de la réponse. Les essais ont été effectués au sein de la division MSRGI du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

selon les normes⁵ en vigueur. De même, *in situ*, un dispositif muni de deux sondes a été employé afin de sélectionner les blocs de craie à prélever en carrière. La distance entre les deux points d'application (émission, réception) est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse.

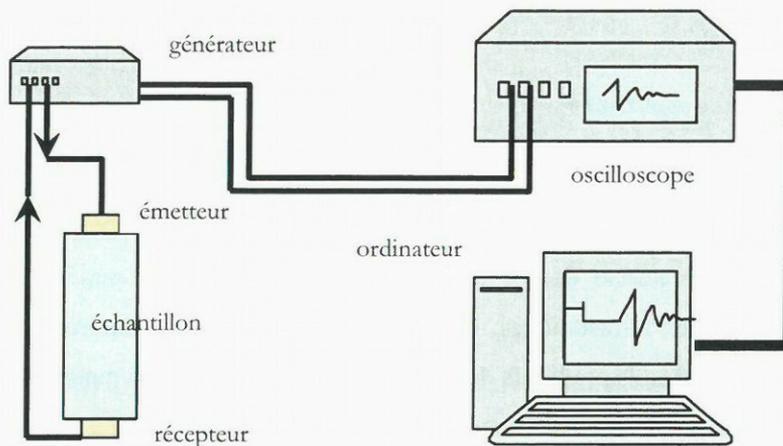


Figure 6 : Schéma de principe du dispositif expérimental (LCPC-MSRGI)

3.3. Résultats expérimentaux

3.3.1. Vitesses de propagation – mise en évidence de l'anisotropie

a. Sur les blocs de craie prélevés

La mesure de la vitesse de propagation des ondes acoustiques a permis de définir l'orientation des blocs lorsque ceux-ci étaient recueillis à même le sol (blocs prélevés). La comparaison avec les blocs dits bruts, car extraits manuellement du front de taille, montre que la différence entre la vitesse dans le sens horizontal et la vitesse dans le sens vertical reste du même ordre (Tableau 3). Cette légère anisotropie est due au mode de dépôt de la craie, soit une densification par gravité dans le sens vertical. La teneur en eau moyenne des blocs de craie se situe aux environs de 3% (jusqu'à 10%), elle varie notamment selon la saison et influe sur la valeur de vitesse mesurée.

Nous avons préféré ne retenir qu'uniquement les blocs découpés à même le front de taille, car nous avons jugé que les blocs recueillis sur le sol présentaient des anomalies signalées par des vitesses de propagation du son plus faibles.

⁵ Voir Norme A.F.N.O.R. NF P 94-411 Détermination de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores – Méthode par transparence.

N° repère	Longueur (mm)	Temps VL (μ s)	VL en m.s-1	Sens	Observations
G1	286	109	2623.85		Mesures faites sur site
G2	250	102	2450.98	---	
I	237	104	2278.84	---	Bloc prélevé
I	354	143	2475.52		
J	216	87	2482.75		Bloc brut
J	374	154	2428.57	---	
K	109	45	2422.22		Bloc brut
K	267	104	2567.30		
L	342	147	2326.53		Bloc brut
D1	132	57	2315.79	---	Bloc prélevé
D2	130	54	2407.41		
D3	129	50	2580.00		
D4	410	182	2252.75	---	
E1	100	45	2222.22	---	Bloc prélevé
E2	110	52	2115.38	---	
E3	259	101	2564.36		
E4	269	115	2339.13		
F1	122	56	2178.57	---	Bloc prélevé
F2	111	48	2312.50		
F3	284	125	2272.00		
F4	202	94	2148.94	---	

Tableau 3 : Récapitulatif des mesures effectuées sur les blocs

b. Sur les échantillons

Afin d'effectuer un tri sur la porosité et sur les valeurs de vitesse du son ; les essais présentés ci-dessous (Figure 7) ont été réalisés sur plus de 100 éprouvettes de craie de 36 mm de diamètre et de 76 mm de hauteur, carottées dans les blocs découpés. Pour chaque échantillon, trois mesures du temps de parcours de l'onde sont effectuées et la moyenne est reportée pour le calcul de la vitesse.

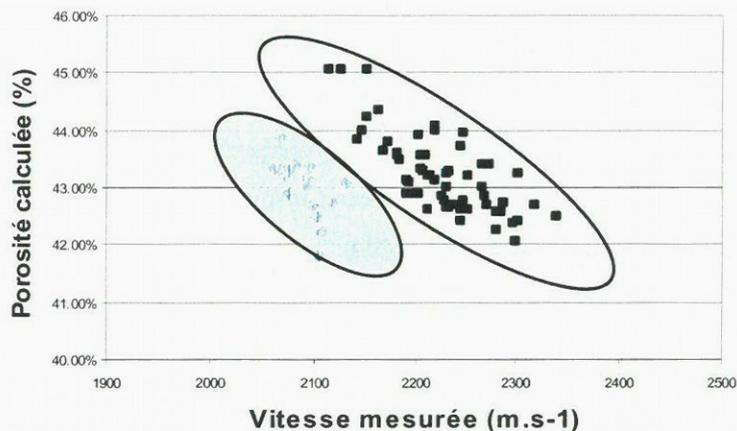


Figure 7 : Vitesses de propagation longitudinale selon les sens de carottage

Schroeder (2002) a obtenu pour des craies campaniennes sèches des valeurs de V_p comprises entre 2260 et 2440 m.s⁻¹ (respectivement 2530 m.s⁻¹ pour des craies saturées en eau), tandis que Gourri (1991) pour la craie de Lixhe observe une moyenne de 2170 m.s⁻¹ (respectivement 2343 m.s⁻¹ pour la

craie saturée en eau). Cependant, il faut noter, au vu des résultats présentés Tableau 4, la grande variabilité des mesures à laquelle nous devons rajouter la précision de la mesure, classiquement de l'ordre de 50 m.s^{-1} . Les valeurs obtenues sont donc cohérentes avec celles de la littérature, légèrement inférieures à celle présentées par Schroeder (2002). Par ailleurs, plusieurs éprouvettes ont été carottées dans le sens horizontal, parallèlement au plan de sédimentation, ce qui a mis en évidence une anisotropie du matériau. Cette anisotropie n'est cependant pas visible au microscope électronique.

	Vitesse de propagation (m.s^{-1})		Porosité		Nombre
	moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	
Vertical	2228	51	43,20%	0,7%	61
Horizontal	2082	86	43,00%	0,48%	16

Tableau 4 : Récapitulatif des vitesses et porosités mesurées

Les mesures effectuées sur les échantillons en laboratoire coïncident avec celles effectuées sur site, sur les blocs de craie. Malgré la présence d'eau (entre 4 et 10% de teneur en eau) et le facteur d'échelle qui engendre des vitesses supérieures (environ 200 m.s^{-1}), les mesures sur les blocs montrent une anisotropie qu'il est légitime d'associer au mode de dépôt.

3.3.2. Corrélation porosité vitesse – sélection des échantillons

La mesure de la vitesse de propagation des ondes acoustiques permet de quantifier la qualité de l'agencement des différents constituants du matériau, *via* l'indice de continuité. L'indice de continuité est défini comme suit:

$$[\text{eq II.9}] \quad I_c = \frac{V_p \text{ mesurée}}{V_p \text{ théorique}} \text{ avec } V_p \text{ théorique} = \sum_i c_i \times V_i$$

La vitesse théorique est déduite de la composition du matériau, et de la vitesse de chaque cristal. Dans le cas de la craie de Lixhe, presque exclusivement composée de calcite (99%), la vitesse théorique correspond à la vitesse de propagation dans un grain de calcite égale à 6500 m.s^{-1} selon Gourri (1991), 6650 m.s^{-1} selon Guéguen et Palciauskas (1994), 6320 m.s^{-1} selon Homand et al (2000) et 6660 m.s^{-1} selon Schroeder (2002). En pratique, la vitesse de propagation ne résulte pas uniquement de la constitution de la matrice solide, et la microfissuration influence la valeur de l'indice de continuité (Figure 8) selon la relation (Homand & Duffaut, 2000):

$$[\text{eq II.10}] \quad I_{CP} = 1 - An_p - Bn_f \text{ avec } n_T = n_p - n_f$$

Les coefficients A et B varient selon la nature de la craie. Globalement nous observons une porosité de fissures (n_f) très faible et l'ensemble des échantillons présente un indice de continuité proche de celui établi pour la droite de Fourmaintraux (1970) calculée avec $n_f = 0$ (Figure 9). Les échantillons qui s'écartent trop de cet axe ont été éliminés car ils présentaient une fissuration excessive de nature à fausser les essais mécaniques. Par ailleurs, la porosité et la vitesse sont corrélées, c'est-à-dire que les échantillons d'un même bloc présentent une microfissuration relativement identique. Cependant, nous

avons retiré les échantillons présentant un degré de fissuration et donc une vitesse non conforme, afin de déterminer la droite de corrélation :

$$[eq II.11] \quad v = 4720 - n * 5850 \text{ en m.s}^{-1}$$

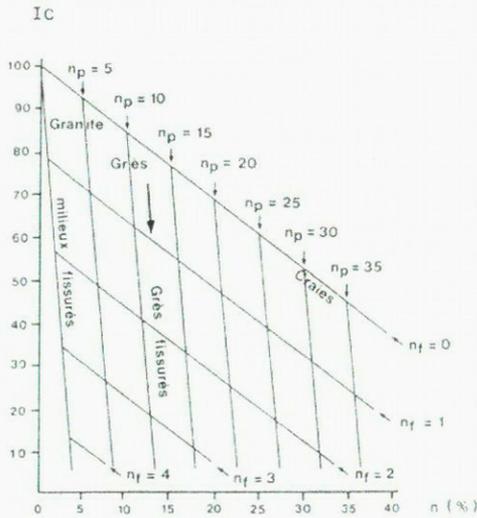


Figure 8 : Diagramme de Fourmaintraux (1970)

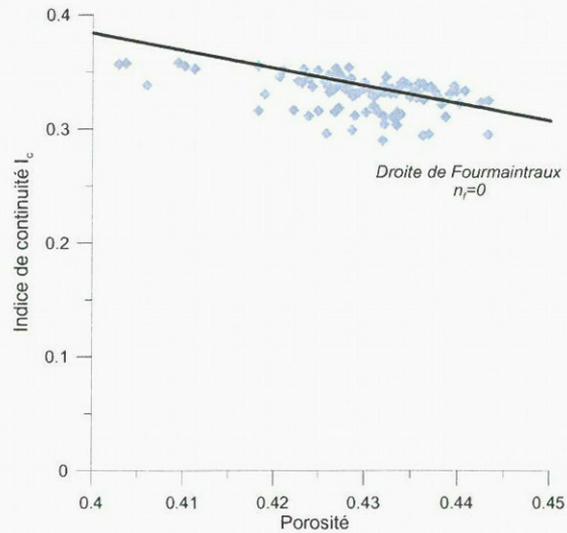


Figure 9 : Indice théorique de continuité en fonction de la porosité

L'utilisation des essais de propagation des ondes acoustiques a donc mis en évidence l'absence quasi globale de microfissuration pour la craie de Lixhe et permis d'écarter des échantillons non significatifs pour ne retenir que des spécimens de même porosité et de même fissuration, afin de déterminer les caractéristiques mécanismes du matériau.

4. ETUDE AU POROSIMETRE A MERCURE

Le porosimètre à mercure permet d'une part l'investigation du milieu poreux en fournissant la distribution des rayons d'accès des pores ; et d'autre part il donne également des informations sur la relation fluides-solide.

4.1. Mode opératoire

4.1.1. Principe de la mesure

Le principe du porosimètre à mercure repose sur la loi de Laplace-Jurin adapté à un cylindre comme suit: pour faire pénétrer le mercure dans un tube capillaire de rayon R, il est nécessaire d'appliquer une pression P_c donnée par :

$$[eq II.12] \quad P_c = \frac{2.T.\cos(\theta)}{R} \approx \frac{7500}{R}$$

Où, θ est l'angle de raccordement du ménisque mercure-vapeur de mercure au capillaire, la tension superficielle du mercure égale à $482,2 \text{ N.m}^{-1}$ à 25°C .

Pratiquement constant pour les minéraux carbonatés, $\theta \sim 141^\circ$ (Bousquié, 1979), l'angle de contact est usuellement adopté entre 139° et 147° pour des matériaux argileux (Romero, 1999), 146° pour la calcite (Anderson cité par Léon y Léon, 1999). On fait l'hypothèse que cette loi est encore applicable lorsqu'il s'agit de faire pénétrer le mercure dans les pores d'un échantillon. On peut d'ores et déjà remarquer qu'un vide est caractérisé par son rayon d'accès et non par son rayon réel. En effet, le milieu poreux se remplira complètement si l'on exerce une pression capillaire avec R , bien que le volume le plus important ait un rayon réel r supérieur à R . L'essai consiste à faire pénétrer du mercure dans un échantillon de poids et volume connus, préalablement désaéré, en exerçant des pressions croissantes. Pour chaque palier de pression, on mesure le volume de mercure qui a pénétré. L'échantillon étant préalablement dégazé, les seules forces qui s'opposent à la pénétration du mercure sont les forces capillaires. A condition que la montée en pression se fasse par paliers suffisamment longs pour passer par une suite d'états d'équilibre (paliers de 2 minutes dans cette étude), on obtient la courbe de pression capillaire du matériau considéré en termes de volume de mercure injecté en fonction de la pression d'injection. Il s'agit en fait d'une courbe de drainage, le fluide mouillant étant ici là la vapeur de mercure et le fluide non mouillant le mercure liquide.

Lorsque la pression maximale de l'appareil est atteinte, on peut abaisser la pression par paliers au cours desquels une partie du mercure injecté peut ressortir. En réalisant des paliers suffisamment longs pour atteindre des états d'équilibre, on obtient une courbe de retrait du mercure. En faisant l'approximation que le milieu poreux est équivalent à un faisceau de capillaires, il y a équivalence entre rayon d'accès des pores et pression capillaire d'après la loi de Laplace. Ceci permet de tracer les courbes d'injection et de retrait du mercure en reportant le volume de mercure injecté en fonction du rayon d'accès R .

4.1.2. Modes de désaérations

Dans le but de valider nos procédures expérimentales, nous avons utilisé deux méthodes de séchage des échantillons, le séchage à l'étuve et la lyophilisation, afin de remarquer une quelconque modification de la microstructure induite par l'étuvage de la craie.

a. Séchage à l'étuve

Les échantillons de quelques grammes sont placés à l'étuve pendant 48 heures. Nous utilisons des petits échantillons compte tenu du volume poreux total induit et du volume poreux permis par le système. Deux températures de séchage ont été utilisées, respectivement 35°C et 105°C . La seconde correspond à la température de séchage recommandée par la norme sur les sols (AFNOR NP P 94-050), la première a été choisie de façon arbitraire.

b. Lyophilisation

La technique de lyophilisation a été utilisée en premier pour les géomatériaux dans le cas des argiles (Delage *et al.*, 1995) afin d'éviter des modifications microstructurales lors du séchage. La glace microcristalline est obtenue par immersion des échantillons dans de l'azote liquide préalablement mis sous vide pour abaisser sa température (environ -200°C). La solidification est quasi-instantanée ce qui ne dilate pas les pores. La sublimation de la glace microcristalline se déroule dans un lyophilisateur (Figure 10) où la température est constante (-40°C) et où le vide est appliqué ($1,5 \cdot 10^{-2}$ bars). Un papier absorbant est inséré avec l'échantillon; les échantillons sont retirés après 24 heures sous vide. Les masses, avant et après séchage, mettent en évidence la qualité du séchage par rapport à la porosité calculée théoriquement grâce à la masse volumique. Compte tenu de l'effet de l'accessibilité de la porosité et de la précision du calcul, nous observons une différence négligeable de l'ordre de 0,13% en moyenne.



Figure 10 : Dispositif de la lyophilisation

4.1.3. Dispositif expérimental

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un porosimètre FISIONS 2000 WS qui autorise une gamme de pression de 0,1 à 200 MPa en fonctionnement automatique (Figure 11). Ceci permet de déterminer théoriquement le volume partiel des pores dont le rayon d'accès est compris entre 7,5 et $0,0035 \mu\text{m}$. Le dispositif expérimental utilisé comporte deux caractéristiques importantes :

- une temporisation automatique qui permet de moduler la longueur des paliers de montée en pression en fonction de la quantité de mercure qui rentre. Ceci permet d'être sûr que l'on passe bien par une suite d'états d'équilibre et que l'on s'affranchit ainsi de l'influence de la perméabilité qui provoque un retard pour l'équilibrage de la pression capillaire (Bousquié, 1979).
- Un thermostat à 25°C qui assure une bonne reproductibilité des courbes vis-à-vis du fort coefficient de dilatation thermique du mercure

L'échantillon est placé dans un dilatomètre, ampoule munie d'un tube de mesure, dont le remplissage de mercure est effectué sous vide. Un dispositif de visée optique permet de mesurer la chute éventuelle de mercure lors de la rupture du vide et de l'application d'une pression de 1 bar. Néanmoins, cet appareillage s'est avéré inutile dans le cas de la craie et aucun pore de rayon d'accès supérieur à 7,5 μm n'est reporté. Au cours de l'essai, la variation de volume se traduit par une variation de hauteur dans le tube, ce qui modifie la constante diélectrique. Après des essais préliminaires, nous avons pu noter que la distribution des pores est très homogène et ne nécessite pas de très hautes pressions ; nous avons volontairement limité les cycles d'injection à une pression maximale de 50 MPa (soit un rayon de 14 nm).



Figure 11 : Dispositif expérimental

4.1.4. Mesures et exploitation des résultats

Le dépouillement des mesures se fait par report sur un diagramme avec en abscisses le logarithme des pressions capillaires P_c (respectivement le rayon d'accès des pores). La dilatation propre du dilatomètre en verre est retranchée des variations de volume afin de ne prendre en compte que le mercure envahissant les pores. Pour cela, nous avons procédé à un étalonnage régulier (tous les deux essais) des dilatomètres uniquement remplis de mercure. Les pressions capillaires sont croissantes depuis l'origine alors que les rayons sont dans le sens décroissant. En ordonnées, on reporte la porosité envahie pour une pression capillaire donnée, ou lorsque la porosité totale est connue la porosité normée définie comme le rapport de la porosité envahie sur la porosité totale. Pour chaque essai, deux expérimentations sont réalisées de façon à en vérifier la répétabilité.

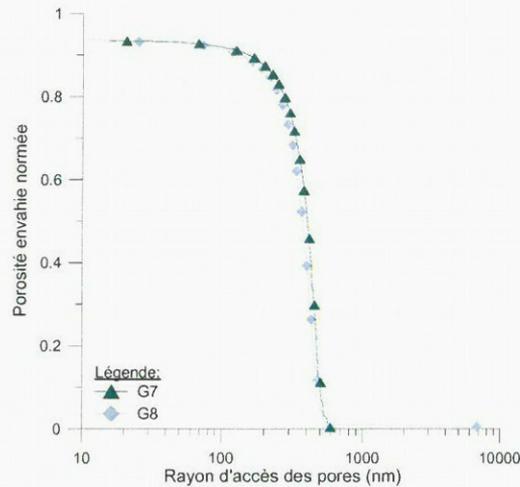


Figure 12 : Comparaison de deux essais réalisés sur le même type d'échantillon

La Figure 12 illustre clairement la répétabilité des essais, deux essais réalisés sur le même type d'échantillon produisent des résultats similaires. Pour les roches carbonatées provenant de la sédimentation, les courbes se présentent généralement sous la forme de paliers de faible pente, séparés par des décrochements brusques (Bousquie, 1979). On en déduit que les dimensions des pores ne sont pas réparties de façon aléatoire mais qu'il existe une ou plusieurs "familles" importantes caractérisées par les coordonnées du point d'inflexion du décrochement subvertical (Figure 12).

4.1.5. Des cycles d'injection et de retrait

Si après la première injection de mercure, on effectue des cycles complets injection-retrait, ces cycles sont parfaitement fermés et superposés, ce qui atteste de la reproductibilité de l'expérience. La différence entre injection et retrait est due au fait que les constantes mises en jeu changent entre les deux étapes. Lors de l'injection le mercure doit franchir une barrière de potentiel pour "mouiller" la calcite, ce qui n'est pas le cas lors du retrait. Un pore sphérique peut n'être relié au milieu extérieur que par des étranglements de rayon inférieur au sien (Delage & Lebfèvre, 1984). Au cours de la décompression, le mercure aura tendance à se rompre dans les rétrécissements trop marqués, abandonnant au sein du milieu poreux des volumes de mercure sous pression limités par les parois solides et des ménisques qui ont des rayons correspondant à la pression d'emprisonnement. Ce volume s'appelle "volume piégé". La porosité correspondante "porosité piégée" (N_p). La mesure précise de cette porosité piégée se fait par pesée de l'échantillon qui, après les cycles injection- retrait, est laissé 24 heures à l'air libre. La différence de poids avec le poids sec initial permet de connaître le volume de mercure piégé. En effet, après 24 h qui permettent d'atteindre l'état d'équilibre, on peut considérer que le mercure piégé est soumis à une pression capillaire nulle (la pression atmosphérique s'exerçant en tout point), à la hauteur de l'échantillon près. Le volume piégé varie entre 0 à 10 % du volume total des vides pour la craie de Lixhe, des gouttes de mercure ayant perlées à la surface de la craie. Ces valeurs faibles montrent bien l'accessibilité du réseau poreux. De plus, nous pouvons observer (Figure 13) que la porosité piégée correspond à des rayons d'accès relativement grands et nombreux. La partie du

mercure qui a pénétré dans le milieu poreux et qui n'est plus jamais remise en mouvement peut s'expliquer par la morphologie du milieu poreux et les énergies de surface des contacts fluide-fluide et fluide-solide.

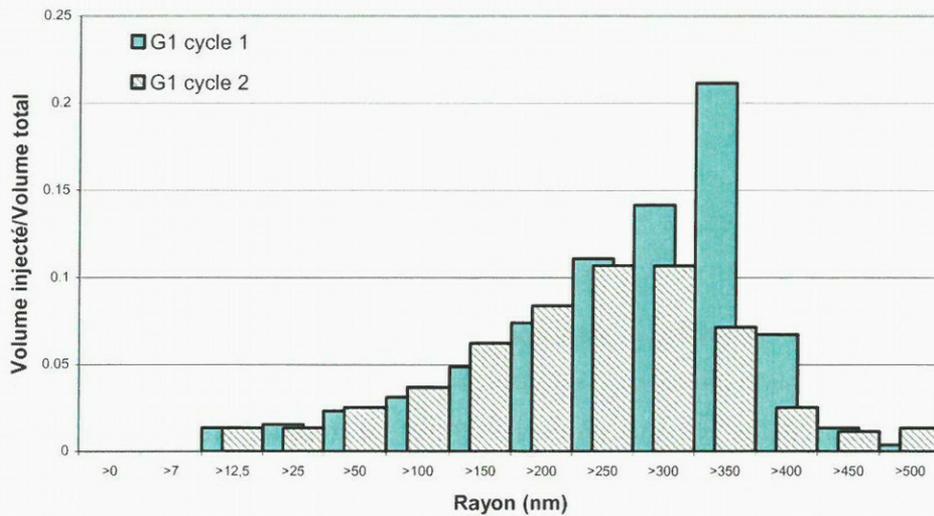


Figure 13 : Effet du cycle sur la distribution des pores

4.2. Interprétation des essais porosimétriques

4.2.1. Distribution des pores

La distribution des pores est très homogène, présentant une seule gamme de porosité. Le porosimètre a été bridé à 50 MPa ce qui ne permet pas d'atteindre les infrapores. En effet, il faut que la variation du volume de mercure soit significative par rapport à la dilation du dilatomètre pour pouvoir identifier des infrapores, ce qui est rarement le cas pour la craie de Lixhe. Nous avons mis en évidence que le réseau poreux peut être modélisé au moyen d'une loi statistique, loi Laplace-Gauss (dite aussi loi normale). La méthode des moindres carrés a été utilisée pour caler les paramètres, qui sont la moyenne (ou espérance mathématique) et l'écart type (ou la variance) (Figure 14). La distribution de la porosité envahie peut être représentée par une loi de probabilité du type Laplace –Gauss (loi normale) centrée réduite:

$$[eq II.13] \quad n_e = f(r, \bar{r}, \sigma, n) = \left(1 - \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} e^{-\frac{(r-\bar{r})^2}{2\sigma^2}} \right) * n$$

où r est le rayon des pores, \bar{r} l'espérance mathématique de la loi, le rayon de l'échantillon, σ^2 est la variance de la variable aléatoire, n la porosité totale et n_e la porosité envahie pour le rayon considéré.

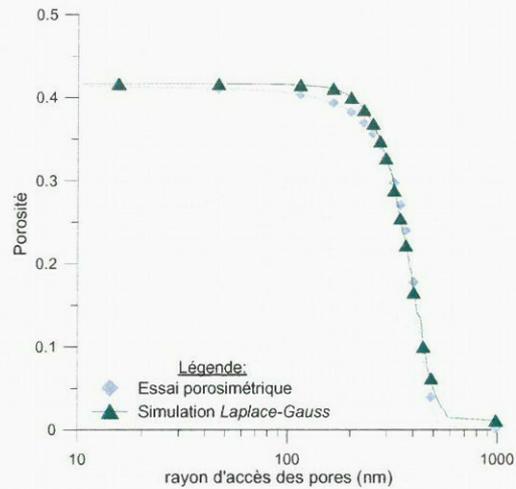


Figure 14 : Modélisation de la distribution des pores au sein de la craie de Lixhe

La modélisation du milieu poreux à l'aide de la loi Laplace-Gauss fournit une bonne quantification de la distribution de pores ainsi que des paramètres de comparaison. Appliquée pour tous les essais, les valeurs du rayon moyen des pores et de l'écart type ont été reportés sur la Figure 15 en fonction de la porosité totale mesurée par saturation sous vide. Il apparaît clairement que la réduction de la porosité s'accompagne d'une diminution du rayon moyen des pores et de la dispersion. Nous observons un resserrement de la taille du rayon d'accès des pores autour d'une valeur du rayon moyen plus petite. La densification provoque une translation de la distribution des pores, ce phénomène largement prévisible et intuitif se traduit par deux droites d'interpolation pour les paramètres statistiques de la loi. Ces deux droites nous permettront de distinguer plus loin les effets de la densification mécanique de celle variabilité naturelle de la porosité.

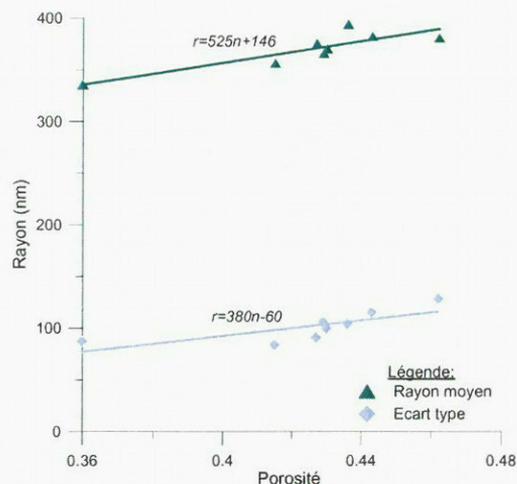


Figure 15 : Evolution de la distribution des pores en fonction de la porosité

En conclusion, on peut remarquer que 80% de la porosité provient de la contribution de pores dont la pression capillaire mercure/vapeur se situe entre 1,5 MPa et 3 MPa, soit pour des rayons compris entre 250 nm et 500 nm.

4.2.2. Effet du mode de séchage

Afin de comparer les modes de séchage (lyophilisation, étuvage), des essais ont été réalisés sur le matériau brut séché (teneur en eau naturelle 3%), et sur des morceaux de craie préalablement resaturés. L'utilisation de différents types d'échantillon ne permet pas d'utiliser la porosité normée, c'est pourquoi les différents modes de séchage sont comparés en terme de porosité ou de volume injecté sur masse sèche. La Figure 16 semble montrer que le mode de désaération modifie légèrement la courbe porosimétrique ; cependant, la porosité totale des échantillons n'est pas connue. En comparant les masses des échantillons utilisés, nous pouvons avancer que, sans présence d'un fluide interstitiel, la lyophilisation et le passage à l'étuve délivrent des résultats similaires en terme de désaération. De plus, la Figure 16 explicite les effets de l'imbibition préalable sur les courbes porosimétriques : l'imbibition semble jouer un rôle uniquement si le séchage est effectué par étuvage, le passage par une glace crypto cristalline (lyophilisation) quant à lui ne modifie pas la structure et la distribution des pores. Cependant, l'imbibition préalable permet une détermination de la porosité par la masse d'eau ayant pénétré. En comparant les porosités déduites, on remarque que l'échantillon séché à l'étuve est plus poreux que l'échantillon lyophilisé. En effet, la courbe représentant l'essai étuvé présente un palier au même niveau (400 nm) mais se distingue finalement pour des rayons d'accès très petits (en terme de quantité totale). Les pores ne sont donc pas rendus plus accessibles par le changement d'état du fluide (vaporisation) ; on observe seulement deux échantillons à des porosités différentes. Notons, à ce titre, que la modélisation statistique des deux essais imbibés se trouve sur la droite de corrélation établie, correspondant donc à l'évolution normale de la distribution en fonction de la porosité (Figure 15).

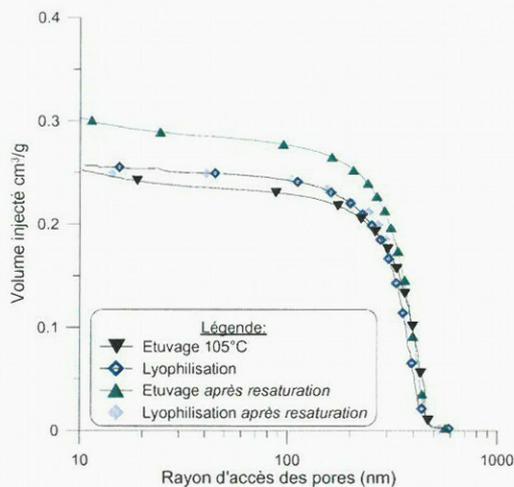


Figure 16 : Effet du mode de désaération

4.2.3. Effet de la température

Sont reportés sur la Figure 17 quatre essais à différentes températures d'étuvage pour des échantillons resaturés sous vide. Seule les valeurs moyennes des deux essais de répétabilité pour chaque fluide et chaque température sont présentées ; les résultats sont donnés en terme de rapport de la porosité envahie par le mercure par rapport à la porosité totale mesurée lors de la saturation des échantillons

(eau, huile). Cette représentation de la porosité normée possède deux avantages : d'une part, de gommer la variabilité de la porosité et d'autre part de matérialiser l'accessibilité relative de chaque fluide. Aucun effet clair de la température ne semble se dégager ; en effet toutes les courbes se trouvent dans un même fuseau. La distribution des pores est conforme à la corrélation déterminée entre le rayon moyen, la variance et la porosité (Figure 15). Donc, le fait que les pores semblent plus petits dans le cas de l'eau et plus encore lorsque la température de séchage atteint 105°C, est englobé dans la variabilité naturelle de la craie. Nous ne pouvons pas conclure à un effet de la température (dans la gamme 35-105°C) ; ces températures permettent une désaturation satisfaisante de l'eau et de l'huile sans modifier significativement la distribution des pores et la porosité.

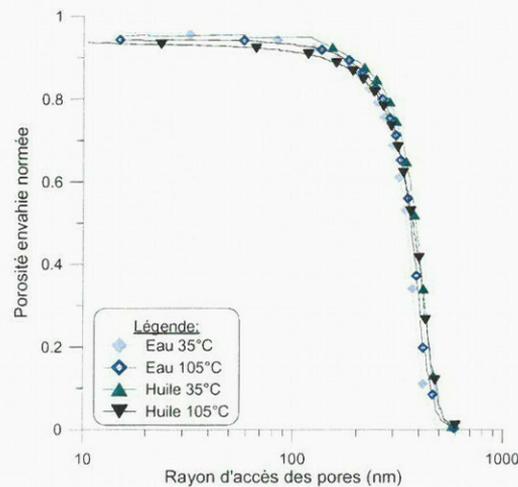


Figure 17 : Etude de l'effet de la température de séchage et de la nature du fluide

5. RESISTANCE A LA COMPRESSION

Par sa simplicité, l'essai de compression simple est largement utilisé pour mesurer la résistance à la compression d'un matériau et permettre ainsi sa caractérisation et sa classification préliminaires. Cependant, la valeur calculée dépend des dimensions de l'échantillon, de la procédure expérimentale et du dispositif anti-fretage (Lord *et al.*, 2002). Les résultats ne sont pas une mesure fondamentale de la résistance au cisaillement. Il n'en demeure pas moins que l'utilisation de l'essai de compression simple (et de la mesure de la résistance à la compression) est très répandue et permet de classer les différentes craies (Bonvallet, 1979 ; Mortimore *et al.*, 1990 ; Matthews *et al.*, 1993 ; Papamichos *et al.*, 1997 ; Bell *et al.*, 1999, Bowden *et al.*, 2003).

5.1. Dispositif expérimental

Les échantillons de type triaxiaux ($H = 76$ mm et $D = 38$ mm) d'élanement égal à 2 sont placés sur une presse mécanique permettant de contrôler la vitesse de déplacement du plateau (Figure 18). Sur la partie supérieure fixe, un capteur de force mesure la contrainte axiale résultant de la compression de l'échantillon et du système d'application (piston et capteur) entre la partie fixe et le plateau. Les

déformations axiales et radiales sont suivies au moyen de trois capteurs de déplacement (comme illustré par les photographies Figure 18). Un dispositif anti-frettage constitué de disques en latex lubrifiés est disposé aux extrémités inférieures et supérieures pour minimiser les frottements parasites aux bords. Enfin, dans le cas d'échantillon saturé, une membrane néoprène imperméable ainsi qu'un papier filtre enrobe l'échantillon latéralement afin d'éviter le séchage.



Figure 18 : Photographies du dispositif expérimental

5.2. Résultats des essais de résistance à la compression

5.2.1. Mise évidence de l'effet des fluides

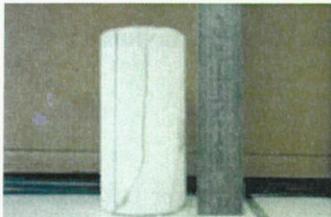


Figure 19 : Mode de rupture

	UCS (Mpa)	rapport
Sec	6	1,00
Huile	4	1,50
Eau	2.8	2,15

Tableau 5 : Récapitulatif des moyennes mesurées

Tout d'abord, il est important de noter que le mode de rupture (Figure 19) est longitudinal ce qui est conforme pour ce type d'essai (El Bied, 2001). Le dispositif anti-frettage est donc relativement efficace. D'autre part, la craie de Lixhe possède des caractéristiques de résistance R_C à la compression simple de l'ordre de 3 MPa à l'état saturé en eau. Cette valeur est doublée lorsque les essais de compression sont réalisés sur des échantillons secs. Le rapport entre R_{c-sec} / R_{c-sat} est caractéristique du comportement mécanique des craies et permet de les classer par rapport à l'action de l'eau (BLLPC, 1973; Bonvallet, 1979, Bell *et al.*, 1999). La valeur élevée du rapport R_{c-sec}/R_{c-sat} , où R_{c-sec} caractérise la résistance à compression du matériau à l'état sec, différencie nettement la craie des roches calcaires, pour lesquelles la valeur du rapport R_{c-sec} / R_{c-sat} est proche de l'unité. La variabilité du rapport R_{c-sec}/R_{c-sat} avec l'état de saturation de la roche est un premier indicateur de la sensibilité du matériau aux conditions ambiantes, et plus particulièrement à l'hygrométrie. Cette perte de résistance est moins

exacerbée lors d'une saturation en Soltrol, du fait d'interactions huile-craie moins fortes. Les résultats de la résistance à la compression permettent de classer la craie de Lixhe parmi les craies moyennes résistantes, et sensibles à l'eau (Bell *et al.*, 1999 ; Bowden *et al.*, 2003).

5.2.2. Mise en évidence de la viscosité

Nous avons augmenté la vitesse de montée du plateau afin de mettre en évidence l'effet de la vitesse de déformation sur la résistance à la compression. La Figure 20 signale une augmentation significative de la résistance consécutivement à l'augmentation de la vitesse de déformation dans les trois cas. D'autre part, nous observons que la vitesse de déformation tend à estomper les effets des fluides ; l'écart entre les valeurs de la contrainte à la rupture diminuant tandis que la vitesse augmente. L'effet des fluides affecte moins la résistance quand la vitesse est élevée. Cependant, ces résultats sont à nuancer compte tenu de la dispersion des résultats qui provient de la variabilité de la porosité (*cf.* chapitre I). Dès lors, nous ne pouvons qu'approuver Lord *et al.* (2002) lorsqu'ils mettent en garde contre les comparaisons entre les valeurs avec la littérature car celles-ci dépendent des conditions d'essai.

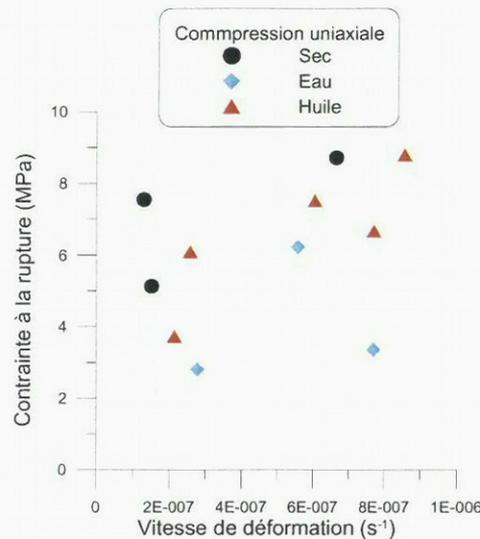


Figure 20 : Résistances en fonction de la vitesse de déformation

6. CONCLUSION

Les craies constituent une famille complexe de roches sédimentaires aux multiples facettes. Peu étudiées au regard des sables ou des argiles, elles n'en constituent pas moins un ensemble particulièrement intéressant. Cependant, à l'instar des autres matériaux naturels, elles doivent être caractérisées en détail et c'est pourquoi nous avons mené une série d'expériences pour bien définir notre matériau d'étude. La craie de Lixhe, utilisée du fait de ses origines géologiques similaires à celle du champ pétrolifère d'Ekofisk, est une craie blanche campanienne constituée à plus de 99% de calcite provenant de la désagrégation d'algues planctoniques. La porosité moyenne, de 42-43 %, varie de

manière importante d'un échantillon à l'autre ; la teneur en eau naturelle est en moyenne de 3%, mais varie selon la saison de prélèvement (jusqu'à 10%). Une loi statistique a été définie afin de faciliter la mise à l'échelle des résultats expérimentaux. L'étude de la propagation des ondes acoustiques a mis en évidence l'absence de microfissuration et une légère anisotropie. Couplée à la porosité, la vitesse du son a permis la sélection d'échantillons calibrés aux propriétés proches. L'accessibilité et la distribution du réseau poreux ont été aussi quantifiées au moyen d'essais porosimétriques. Aucun effet notable de la température et du mode de séchage n'a été observé sur la porosité, et nous avons pu ainsi valider nos procédures de réalisation d'échantillons.

Enfin, des caractéristiques mécaniques simples ont été approchées à l'aide de l'essai de compression simple, nous permettant de classer la craie de Lixhe grâce aux résultats de la littérature. La craie de Lixhe se situe ainsi parmi les craies moyennement résistantes, mais sensibles à l'eau. En effet, nous avons pu observer que les effets de l'eau entraînent la contraction de l'échantillon et la perte de résistance mécanique. Finalement, la variation de la vitesse de déformation à la compression simple a mis en lumière le comportement visqueux de la craie de Lixhe, montrant une dépendance de la résistance à la vitesse de déformation. En perspective, nous pouvons signaler l'étude de l'anisotropie par des essais sur des échantillons taillés transversalement à l'axe de dépôt et l'établissement d'une corrélation entre la résistance au cisaillement et la porosité (corrélation seulement effectuée à l'appareil triaxial de révolution sur des essais isotropes, cf. chapitre IV).

Chapitre III.

RETENTION ET MOUILLABILITE DE LA CRAIE DE LIXHE

*« La pirogue ne tient pas compte de la noblesse,
tous ceux qui chavirent sont mouillés. »
Adage malgache*

Le comportement multiphasique est bien connu des mécaniciens des sols, notamment dans le domaine des sols partiellement saturés d'eau, largement étudiés dans la littérature (*e.g.* Fredlund & Rahardjo, 1993 ; Delage & Cui, 2000 ; Karube & Kawai, 2001 ; Coussy & Fleureau, 2002). Delage *et al.* (1996) ont montré l'applicabilité des concepts de la mécanique des sols non saturés à l'étude du comportement de la craie. En effet, les caractéristiques mécaniques d'une craie varient selon la nature du fluide saturant. Dans le cas de la craie pétrolifère, il convient de distinguer conventionnellement les états extrêmes saturés en eau et saturé d'huile (*i.e.* de pétrole), auxquels il faut adjoindre toutes les conditions de saturation intermédiaires. Il s'agit dès lors d'appréhender les mécanismes qui gouvernent la transition entre ces différents états. D'autre part, les sols et les roches tels que la craie transitent entre des états saturés et des états partiellement saturés où l'air et l'eau cohabitent au sein des pores du fait de l'humidité relative (Moiriat, 2002 ; Auvray *et al.*, 2004), des précipitations, du rayonnement solaire ou bien des végétaux (Cui & Delage, 2001 ; Mantho, 2005)... Il apparaît donc clairement que les mécanismes de saturation découlent d'un couple de fluides non miscibles : air-eau, air-huile, huile-eau... Le concept de mouillabilité permet de classer la faculté d'un fluide d'envahir librement les pores (Morrow *et al.*, 2001). Cependant, cette notion doit être interprétée en considérant le couple de fluides, car le travail nécessaire à la saturation varie à la fois selon le fluide entrant et selon le fluide expulsé des pores. L'analyse et la compréhension de ces phénomènes s'appliquent hors du contexte seul de la craie pétrolifère et du génie pétrolier et s'étendent bien au-delà à la pollution des sols, à la stabilité de massifs rocheux ou de carrières souterraines. Ce chapitre est consacré à la caractérisation de la rétention et de la mouillabilité de notre craie d'étude, *la craie de Lixhe*, dans un système eau-huile ; néanmoins, une attention particulière a été portée à l'analyse des phénomènes contrôlant la saturation des pores notamment en faisant varier le fluide non mouillant. Ainsi avons-nous également considéré le couple air-eau afin d'illustrer la complexité des mécanismes qui gouvernent la transition entre les états de saturation.

Nous rappellerons dans un premier temps les concepts utilisés, ainsi que les méthodes d'investigation disponibles pour l'étude de la rétention et de la mouillabilité de la craie de Lixhe rendue multiphasique. Seront détaillées ensuite les méthodes adaptées et mises en place pour le contrôle de la

teneur en eau via la notion de succion. Différentes méthodes (osmotiques, par phase vapeur, méthode par 'translation d'axes', porosimètre à mercure) nous ont permis d'établir un ensemble de courbes de rétention pour les systèmes craie-eau-huile et craie-eau-air. Ces données ont été *in fine* interprétées à la lumière des différents potentiels d'interaction existants entre la craie et les fluides interstitiels.

1. INTRODUCTION

1.1. Définitions

1.1.1. La pression capillaire

Dans la craie, le pétrole agit comme l'air, fluide non mouillant, une tension capillaire en résultant au niveau des interfaces pétrole-eau (*cf.* chapitre I). La différence de pression capillaire est généralement définie comme représentant la différence entre la pression atmosphérique et la pression d'eau, comme l'illustre une ascension de l'eau dans un tube capillaire (Figure 1). On pourrait expliquer cette pression négative, dans le cas d'un tube capillaire cylindrique, selon la loi de Jurin :

$$[\text{eq III.1}] \quad u_a - u_w = \frac{2 \cdot \sigma \cdot \cos(\theta)}{r}$$

Où u_a est la pression d'air (resp. fluide non mouillant), u_w la pression d'eau (fluide mouillant), σ est la tension de surface air/eau, valant 0.073N/m ; r , le rayon du tube ; θ , l'angle de connexion, souvent égal à zéro pour l'eau.

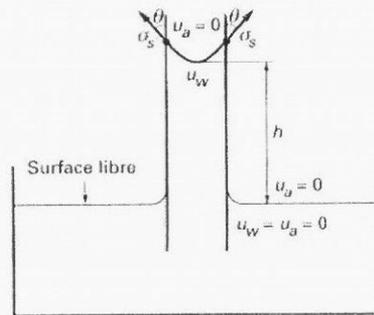


Figure 1 : Ascension capillaire dans un tube rempli d'eau (Delage & Cui, 2000)

1.1.2. Définition de la succion

La succion dans les sols a été définie en géotechnique en 1965 (Symposium on Moisture Equilibria and Moisture Changes in Soils Beneath Covered Areas, Statement of the advisory panel, cité par Delage & Cui, 2000) comme une énergie potentielle comparable à la charge hydraulique dans les sols saturés. Ainsi la succion est « la quantité de travail par unité de volume d'eau pure nécessaire pour transporter de façon réversible, isotherme, à altitude constante et à la pression atmosphérique, une quantité infinitésimale d'eau depuis un état d'eau pure loin du sol, à celui d'eau interstitielle dans le

sol non saturé ». On peut trouver différentes composantes du potentiel de l'eau d'un sol non saturé (composantes de la succion), comme pour la charge hydraulique des sols saturés :

$$[\text{eq III.2}] \quad \Psi = \Psi_p + \Psi_g + \Psi_m + \Psi_o$$

Où : Ψ représente la succion, Ψ_p les potentiels de pression externe, Ψ_g les potentiels de pression gravitaire, et les potentiels capillaires et d'adsorption dont Ψ_m le potentiel matriciel et Ψ_o le potentiel osmotique. A l'exception du potentiel gravitationnel, le potentiel succion s_o peut être intégré dans la notion plus générale de potentiel chimique μ de la solution interstitielle (*e.g.* Musy & Soutter, 1991) et dérivé de la notion d'énergie libre de Gibbs, on a alors :

$$[\text{eq III.3}] \quad s_o = \mu_w^o - \mu_w = -RT \ln a_w$$

où μ_w^o est le potentiel chimique de l'eau pure, μ_w le potentiel chimique de la solution interstitielle, a_w l'activité de la solution interstitielle, T la température absolue et R la constante des gaz (8,3143 Jmol⁻¹K⁻¹). La relation ([eq III.3]) permet de relier la succion à l'activité de l'eau interstitielle, et dans le cas d'un sol non saturé, à la pression partielle de la vapeur d'eau. L'activité, s'écrivant dans le cas eau-air comme le rapport de la pression de vapeur u_v sur la pression de vapeur saturante $u_{v,0}$, permet d'associer à une hygrométrie donnée une valeur de succion ($HR = u_v / u_{v,0}$). Les unités de la succion peuvent être des unités de pression ou d'hauteur d'eau.

Les concepts thermodynamiques s'appliquent dans le cas du système craie-eau-pétrole, où il faut sommer l'apport de l'activité de chaque phase fluide. Dès lors, il apparaît que le potentiel succion prend en compte les effets physicochimiques ainsi que la température.

1.1.3. Pression capillaire ou succion ?

Le génie pétrolier utilise préférentiellement le terme différence de pression capillaire (*capillary pressure*) comme la différence de pression entre les deux phases fluides saturant le réseau poreux (Andersen, 1995 ; ...). En mécanique des sols, le terme succion est utilisé pour indiquer à l'échelle macroscopique les différences d'états entre les fluides, prenant en compte ainsi l'aspect chimique, électrostatique, thermodynamique et capillaire. Ainsi existe-t-il une différence entre la différence de pression capillaire, et la succion ; les phénomènes ne sont pas purement capillaires, ils mettent en jeu entre autre l'adsorption (voir paragraphe précédent). Si le milieu poreux a une distribution variable de pores alors il existe aussi une distribution variable de pressions capillaires dans le milieu. Dès lors, il est aisément compréhensible que la pression capillaire est une caractéristique microscopique du milieu. Et nous admettons par la suite que la succion peut être considérée comme la seule grandeur moyenne de nature macroscopique. Pour autant, le contrôle de la succion est rendu complexe par cette nature volumique, alors que l'application de pression est aisée par l'intermédiaire de matériels tels que les contrôleurs pression-volume (type GDS). Nous garderons à l'esprit ces différences, en essayant de relier les deux notions et en admettant les limites de chacune.

1.1.4. La courbe de rétention

a. Drainage et imbibition

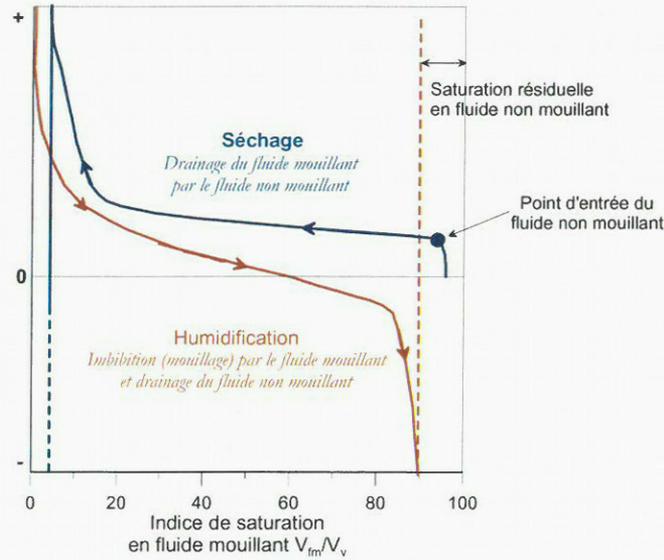


Figure 2 : Courbe de rétention

Les courbes de rétention sont très utilisées en mécanique des sols non-saturés où les phases fluides présentes sont l'air et l'eau. Il s'agit, en fait, de relier un niveau de succion (respectivement une différence de pression capillaire) à la présence des différents fluides. A un niveau de succion donné correspond un état d'équilibre entre les deux fluides, traduit par le degré de saturation souvent calculé pour le fluide mouillant:

$$[eq III.4] \quad S_w = \frac{V_{\text{fluide mouillant}}}{V_{\text{total des vides}}} = 1 - \frac{V_{\text{fluide non mouillant}}}{V_{\text{total des vides}}} = 1 - S_{nw}$$

Deux chemins existent (Figure 2), celui correspondant à une infiltration du fluide mouillant et le séchage ou drainage du fluide mouillant par le fluide non mouillant. La courbe limite de drainage part de l'état totalement saturé en fluide mouillant et converge asymptotiquement vers une teneur résiduelle. Le chemin parcouru lors du séchage se situe en général en dessous du chemin d'imbibition ce qui met en évidence un phénomène d'hystérésis. Il n'existe donc pas de relation biunivoque entre la succion et l'indice de saturation (Delage & Cui, 2000): la valeur de l'indice dépend du chemin hydrique parcouru pour parvenir à ce point et de l'état initial.

b. Modélisation de la courbe de rétention

Il existe de nombreuses modélisations proposées dans la littérature, visant à simuler les cycles d'imbibition et de drainage. Deux méthodologies cohabitent : les modèles empiriques et les modèles conceptuels (Leong & Rahardjo, 1997 ; Aubertin *et al.*, 2002 ; Kazimoglu, 2004). Les lois empiriques proviennent d'interpolations de la courbe expérimentale, tandis que les modèles conceptuels tentent à partir des données physiques (notamment la porosité, la distribution des pores, la perméabilité) de

remonter à la courbe de rétention. Pour autant, les modèles empiriques les plus utilisés sont ceux de Brooks & Corey (1964) et de Van Genutchen(1980) dont les expressions sont :

$$[\text{eq III.5}] \quad S_w^* = \frac{S_w - S_{wi}}{1 - S_{wi}} = \left(\frac{s_e}{s} \right)^{-\frac{1}{\lambda}} \text{ Brooks \& Corey (1964)}$$

$$[\text{eq III.6}] \quad S_w = S_{wr} + (S_{ws} - S_{wr}) \left[\frac{1}{1 + (\alpha s)^n} \right]^m \text{ Van Genutchen(1980)}$$

où m peut être pris égal à 1-1/n

Wheeler *et al.* (2003) représentent les variations de l'indice de saturation en fonction d'une succion modifiée prenant en compte la porosité : $s^* = n(u_a - u_w)$. Ils réalisent un couplage entre un modèle élastoplastique et les propriétés hydrauliques d'un sol non saturé. Afin de modéliser ce comportement, ils matérialisent la courbe de rétention par deux droites dans un plan semi-logarithmique (la succion étant exprimée en logarithme) ainsi définie :

$$[\text{eq III.7}] \quad dS_r^e = -\frac{\kappa_s ds^*}{s^*} \text{ et } dS_r^p = -(\lambda_s - \kappa_s) \frac{ds^*}{s^*}$$

Où dS_r^e et dS_r^p sont les variations du degré de saturation respectivement élastique et plastique, λ_s et κ_s des coefficients dans un plan semi logarithmique élastique et plastique. Collin *et al.* (2002) introduisent, dans le code en éléments finis Lagamine, une courbe de mouillage définie point par point et une courbe de séchage déterminée par l'équation suivante:

$$[\text{eq III.8}] \quad S_w = \frac{A}{\pi} \arctan\left(-\frac{s+B}{C}\right) + \frac{A}{2}$$

1.2. Techniques de mesure de la saturation

1.2.1. Les différentes méthodes de mesure

Afin de suivre l'évolution de la répartition des fluides au sein du réseau poreux, plusieurs méthodes de mesure de la quantité d'eau existent et sont exposées dans le paragraphe suivant. De nombreuses branches industrielles doivent mesurer l'humidité de leur produit. Du fait de la grande diversité des produits et matériaux à tester (bâtiments, recherche, agroalimentaire, ...), de nombreuses méthodes se sont développées. Ainsi, on retrouve des appareils et des méthodes dans quasiment tous les compartiments de la physique : méthodes nucléaire, fondée sur les ondes (sonores ou électromagnétiques), thermodynamique (calorimétrie), optique ou bien électrique (résistive et diélectrique).

Plusieurs méthodes de mesure de la quantité d'eau présente au sein d'un matériau sont disponible (*e.g.* Fen Chong *et al.*, 2004) selon le niveau de précision à atteindre :



- *Méthode nucléaire* : selon le degré d'adsorption de rayons gamma bombardant un échantillon, on peut déterminer la composition et de nombreuses autres informations, comme l'architecture structurale et la porosité.
- *Méthode calorimétrique* : elle consiste à mesurer, en fonction de la température, la différence de flux thermique entre un échantillon et une référence.
- *Méthode résistive* : l'application d'une tension électrique aux bornes de deux électrodes plongées dans un milieu conducteur crée, au sein de ce milieu, un champ électrique E et un courant électrique I dus soit à des déplacements d'électrons (conductibilité électronique : cas des métaux), soit à des déplacements d'ions (conductibilité ionique : cas des solutions électrolytiques).
- Les *méthodes diélectriques* (Tran & Dupas, 1988) utilisent les propriétés électriques du matériau ; il s'agit d'obtenir la teneur en eau de l'échantillon par mesure de la constante diélectrique de ce dernier. Pour ce faire, on peut mesurer la capacité de l'échantillon qui est en relation directe avec la constante diélectrique (méthode capacitive) ou bien calculer le temps de propagation d'une onde dans le matériau (méthode dans le domaine temporel (TDR) de réflectométrie).

1.2.2. La méthode de pesée

La méthode de mesure de la constante diélectrique a été utilisée pour notre étude, un étalonnage ainsi qu'un essai de mesure de la teneur en eau pendant le séchage de la craie ont démontré son applicabilité à la craie. Cependant, la méthode, bien qu'intéressante pour suivre l'évolution de la saturation en eau, est lourde et requiert un étalonnage avant chaque essai des électrodes et du matériau. C'est pourquoi nous avons utilisé la méthode de la pesée pour la détermination des indices de saturation en eau et en huile, respectivement en eau et en air. Les masses avant et après séchage sont déterminées, la perte de masse correspond à l'élimination estimée complète du ou des fluides. Le volume des fluides 1 et 2 au sein des pores se détermine alors aisément. La variation de masse observée lors du séchage correspond à l'évacuation des deux fluides ([eq III.9]) tandis que le volume des vides était entièrement rempli des deux fluides ([eq III.10]) :

$$[\text{eq III.9}] \quad \Delta M = M_{\text{Totale}} - M_{\text{Sèche}} = M_1 + M_2 = \rho_1 V_1 + \rho_2 V_2$$

$$[\text{eq III.10}] \quad V_V = eV_S = V_1 + V_2 = V_V (S_{r1} + S_{r2}) \text{ avec } S_{r1} = \frac{V_1}{V_V} = 1 - S_{r2}$$

$$\text{On déduit de [eq III.9] et [eq III.10]: } S_1 = \frac{\Delta M \rho_s - \rho_2 M_s e}{M_s e (\rho_1 - \rho_2)}$$

$$[\text{eq III.11}] \quad V_1 = S_1 V_v = S_1 \frac{e M_s}{\rho_s} = \frac{\Delta M \rho_s - \rho_2 M_s e}{\rho_s (\rho_1 - \rho_2)}$$

La mesure du volume d'eau (respectivement de la masse) d'eau saturante dépend de la présence du deuxième fluide (ρ_2) ; lorsque celui-ci est de l'air, non pesant, la mesure devient indépendante de l'indice des vides. Dans le cas de la craie saturée d'eau et d'huile (ρ_2 non nul), la quantification de l'indice de saturation nécessite la connaissance du volume total des vides (respectivement de l'indice des vides e). C'est pourquoi, nous n'utilisons que des échantillons cylindriques de volume total connu ; la méthode de la pesée est donc délicate et sa précision dépend de la qualité de mesure des diamètres et hauteur.

2. DETERMINATION DES COURBES DE RETENTION DE LA CRAIE DE LIXHE

L'étude de la rétention et de la mouillabilité a été menée dans le but d'identifier et d'appréhender les mécanismes d'interaction solide/huile/eau ou solide/air/eau à l'origine des couplages hydromécaniques de la craie. Comme nous l'avons déjà mentionné, plusieurs méthodes et techniques ont été mises en place :

- La méthode osmotique,
- La méthode dite 'par translation d'axes',
- La méthode par phase vapeur.
- Le porosimètre à mercure,

L'utilisation de ces méthodes dépend du type d'investigations : imbibition ou drainage, et de la valeur de la succion imposée. Par ailleurs, la définition de la courbe de rétention d'eau de la craie de Lixhe saturée en eau dépend du fluide utilisé (huile ou air) pour modifier la saturation relative du matériau. La rétention de la craie de Lixhe se caractérise par un ensemble de courbes de drainage et d'imbibition influencées par l'ensemble des phénomènes cités chapitre I. Les courbes de rétention ainsi obtenues nous ont permis de définir la mouillabilité de la craie de Lixhe.

2.1. La méthode osmotique

2.1.1. Principe et dispositif expérimental

La technique osmotique est basée sur l'utilisation de membranes semi-perméables MWCO 14000 (*Molecular Weight Cut Off*) et d'une solution aqueuse de molécules organiques de PEG 20000, PolyEthylène Glycol, caractérisées par une masse molaire de 20000 grammes et constituées de longues chaînes de radicaux éthyle C_2H_5 (Figure 3). Au contraire de l'eau, les molécules de PEG ne peuvent pas traverser la membrane à cause de leur grande taille. Donc un échantillon, mis au contact d'une membrane semi-perméable derrière laquelle circule une solution de PEG, est soumis à une succion osmotique qui est d'autant plus forte que la concentration en PEG est élevée. Des études

montrent que la relation entre concentration de la solution et la succion ne dépend pas de la masse molaire du PEG employé; pour les succions inférieures à 6,25 MPa la relation succion concentration est (Delage *et al.* 1998): $s = 11 c^2$

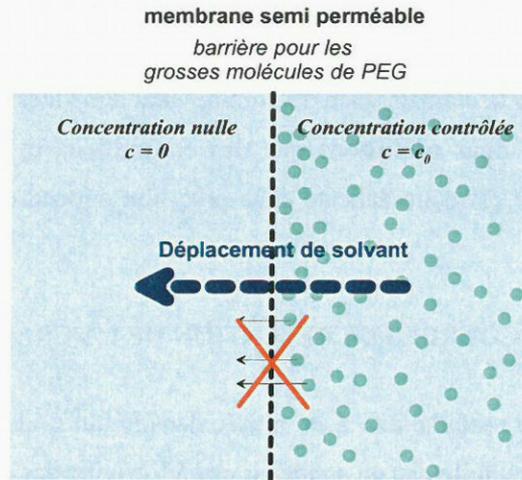


Figure 3 : Principe de la méthode osmotique

Nous plaçons l'échantillon, entouré d'une membrane semi-perméable (Figure 4), dans un bain de solution de PEG 20000 (dont nous avons mesuré la concentration au préalable par réfractomètre qui indique le degré Brix et donc, par corrélation, la succion appliquée) sur un agitateur magnétique dont le but est de maintenir uniforme la concentration à l'intérieur de la solution. Un film plastique est utilisé pour empêcher l'évaporation de l'eau et ainsi conserver la concentration c_0 constante. Nous plaçons un élastique au tour de l'échantillon de façon à assurer un bon contact échantillon membrane. Le transfert d'eau jusqu'à l'équilibre dure quelques jours (voire plusieurs semaines). La succion est obtenue par contrôle du potentiel osmotique de l'eau, la pression de l'huile (resp. d'air) est laissée libre en équilibre avec la pression atmosphérique. Cette technique permet de générer une succion positive sans appliquer une surpression d'air (respectivement une surpression d'huile) à l'intérieur de l'échantillon et la succion peut atteindre en théorie la valeur de 6 MPa sans précautions particulières (Delage & Cui, 2000).

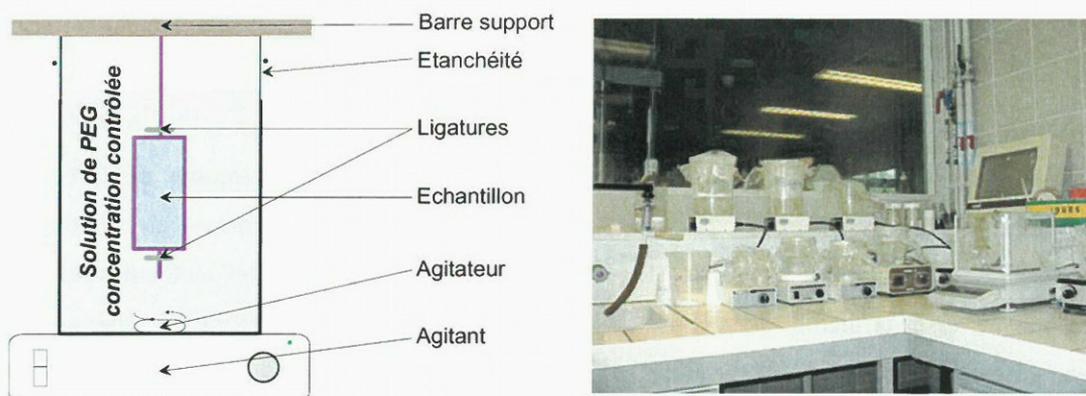


Figure 4 : Dispositif pour la méthode osmotique

Les mesures de succion effectuées par Dineen & Burland (1995) au moyen d'un tensiomètre ont montré que la corrélation établie entre la succion et la concentration en PEG devait être ajustée pour prendre en compte l'effet de la membrane. C'est pourquoi, nous avons corrigé les valeurs de succion imposées en fonction de leur mesure.

2.1.2. Stabilisation osmotique et résultats expérimentaux

La méthode osmotique a été appliquée à la détermination de courbes d'imbibition d'eau d'un échantillon initialement saturé d'huile, le fluide mouillant (eau) chassant le fluide non mouillant (Soltrol[®] 170) des pores. Les échantillons, manufacturés au tour mécanique, sont de taille moyenne (une trentaine de millimètres de diamètre et une quarantaine de hauteur) mais cylindriques afin de pouvoir établir la répartition des fluides par la méthode de pesée. Préalablement saturés en huile (*i.e.* sans eau à l'état initial $S_{rwi} = 0\%$), la masse des échantillons augmente progressivement du fait que l'eau entrante ($\rho_w = 1 \text{ Mg/cm}^3$) est plus lourde que l'huile expulsée ($\rho_o = 0,78 \text{ Mg/cm}^3$). Cependant, nous considérons que le volume d'eau entrant est égal au volume d'huile expulsée, c'est-à-dire que le milieu demeure entièrement saturé et biphasique. Les échantillons sont retirés régulièrement afin d'être pesés et de manière à changer la membrane semi-perméable. En effet, les pores de la membrane peuvent être obstrués par des bactéries nécessitant un renouvellement tous les 12 jours maximum et ce malgré l'utilisation de pénicilline prévenant de la prolifération des bactéries.

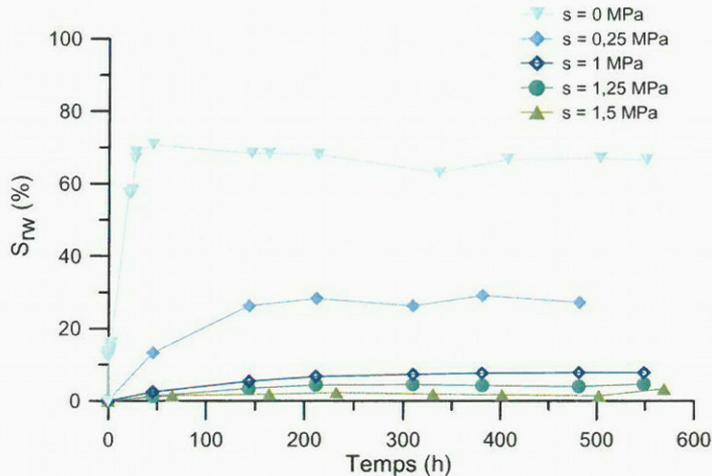


Figure 5 : Evolution de la saturation en fonction du temps à différentes succions (imbibition)

Nous obtenons des courbes d'évolution du degré de saturation en fonction du temps (Figure 5), qui nous permettent de conclure quant à la stabilisation en succion. On notera que la cinétique d'échange dépend du niveau de succion imposé. Elle est plus rapide aux faibles succions (environ 50 heures), et peut atteindre plus de 10 jours pour des niveaux plus élevés. Le degré de saturation à l'équilibre correspond au point de la courbe d'imbibition (Figure 6). La méthode osmotique ne peut pas être mise en œuvre pour la détermination de la courbe de drainage, car il faut alors fournir l'huile nécessaire au remplacement de l'eau mise en dépression. Cette adaptation de la méthode n'est pas réalisable

actuellement. La courbe de drainage a été étudiée au moyen de la méthode de translation d'axes, qui permet le contrôle séparé des deux pressions de fluides (voir § 2.3).

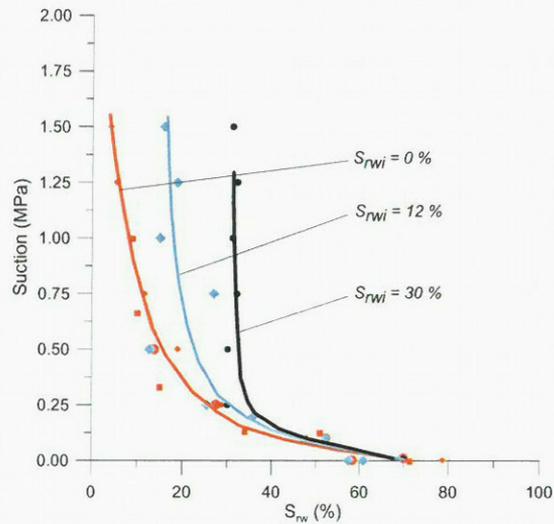
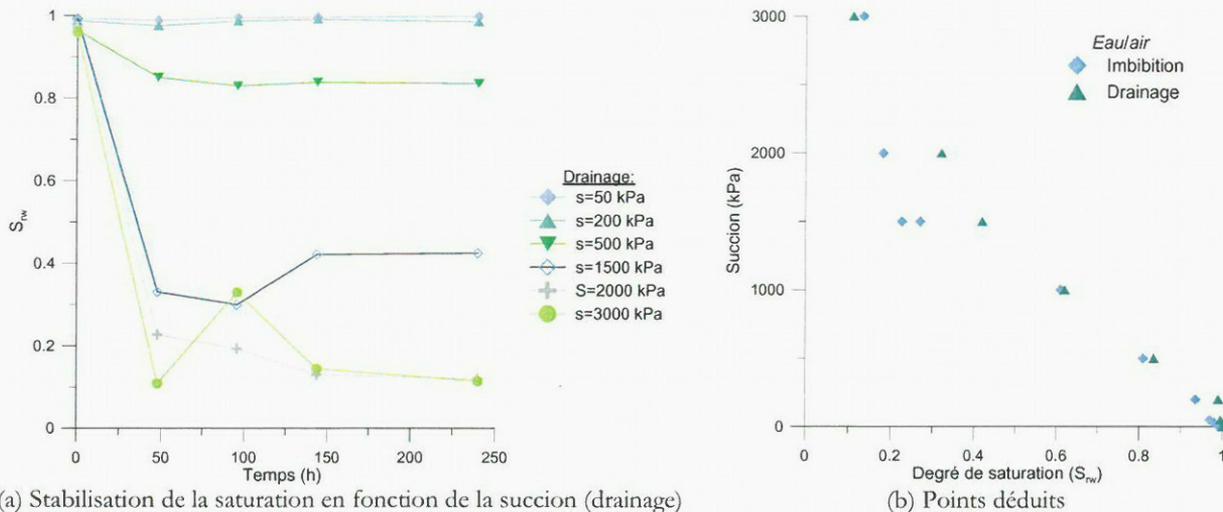


Figure 6 : Courbes d’imbibition selon la saturation initiale

L’effet de l’indice de saturation initial en eau est illustré sur la Figure 6. Les valeurs d’équilibre pour le niveau de succion correspondant se situe sur la courbe limite établi pour $S_{rwi} = 0\%$, et nous pouvons remarquer que des valeurs de l’indice de saturation 12% et 30% ne sont pas des états stables pour des niveaux de succion supérieur à 0,25 MPa. La craie peut uniquement prendre de l’eau (pas d’huile disponible) et la méthode osmotique ne permet pas le rééquilibrage de l’échantillon, l’indice de saturation demeure donc égal à sa valeur initiale. Les deux courbes d’imbibition rejoignent la courbe limite lorsque la succion est inférieure au niveau pour lequel le degré de saturation est égal au degré de saturation initial. Par la méthode osmotique, nous avons aussi déterminé des points des courbes de drainage et d’imbibition de la craie dans un système eau-air (Figure 7).



(a) Stabilisation de la saturation en fonction de la succion (drainage)

(b) Points déduits

Figure 7 : Méthode osmotique pour le système eau-air

Les points représentant l'équilibre entre le niveau de succion et le degré de saturation (Figure 7b) ont été obtenus pour la courbe de drainage en plaçant des échantillons totalement saturés d'eau enrobés de la membrane dans des solutions de PEG. La Figure 7a présente les évolutions du degré de saturation en eau en fonction de la durée d'immersion. De même, les points de la courbe d'imbibition ont été déterminés sur des échantillons secs immergés dans des solutions de PEG. Nous pouvons observer sur la Figure 7b que peu de différence existe entre la courbe de drainage et d'imbibition ; l'hystérésis est peu prononcé voire inexistant aux faibles succions. D'autre part, il apparaît que le niveau de succion 3000 kPa n'est pas situé sur l'asymptote de l'état résiduel de saturation ; c'est pourquoi nous avons dû utiliser la méthode de phase vapeur pour atteindre des niveaux supérieurs.

2.2. La méthode de la phase vapeur

La méthode de la phase vapeur permet le contrôle de la succion totale de l'échantillon par contrôle de l'hygrométrie sur la base de l'équation [eq III.3] introduite précédemment. Les échantillons, initialement secs ou saturés, sont conditionnés dans une atmosphère étanche, à humidité relative et température contrôlées. Le déséquilibre entre le niveau de succion de l'échantillon et la succion imposée par la phase vapeur génère donc un transfert d'eau entre l'échantillon et l'atmosphère, qui s'arrête lorsque la teneur en eau de l'échantillon est en équilibre avec la pression partielle imposée. Pour établir l'humidité relative qui correspond au niveau de succion désiré, on a utilisé deux moyens : des solutions salines saturées et des solutions de PEG 20000. La méthode de contrôle par phase vapeur nécessite un dessiccateur, qui empêche les échanges avec l'extérieur, une solution saline saturée, qui contrôle l'humidité relative, et une pompe pneumatique, pour la circulation de l'air à humidité contrôlée en circuit fermé (Figure 8). L'utilisation de la circulation d'air est utile pour accélérer le processus d'échange.

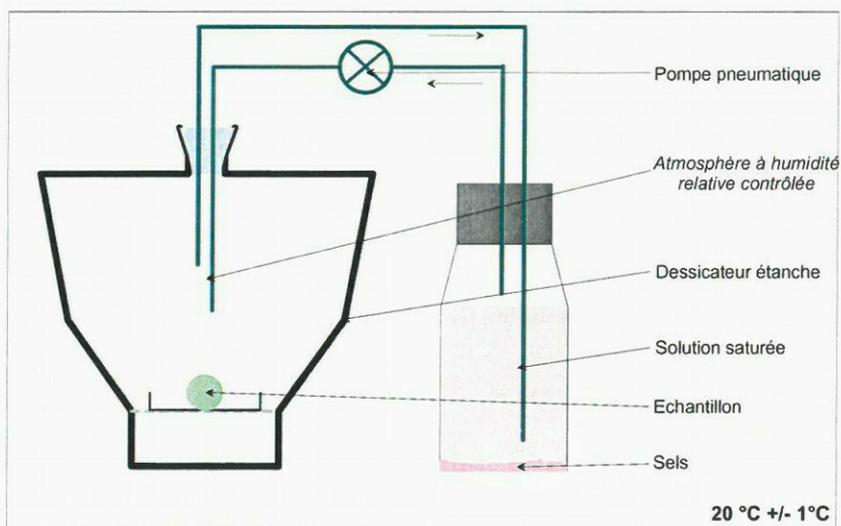


Figure 8 : Contrôle de la succion par phase vapeur

La solution à humidité relative contrôlée est contenue dans un récipient, où l'air est pompé à l'aide de la pompe pneumatique. L'air à humidité relative contrôlée sortant du récipient passe dans le dessiccateur où est placé l'échantillon, enfin, il est récupéré par la pompe et réinjecté dans le système. Pour éviter les possibles influences de la température sur les résultats, la solution et le dessiccateur contenant l'échantillon sont placés dans un bain à température constante ($20^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$).

Solution saline saturée	Humidité relative (%)	Succion (MPa)
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	55	82
K_2SO_4	97	4,2

Tableau 1 : Récapitulatifs des sels utilisés

En permettant des niveaux de succion élevés (jusqu'à des centaines de MPa), nous avons cherché *via* la méthode par phase vapeur à compléter les courbes d'imbibition (Figure 6) par deux essais à 4,2 MPa pour le système eau/huile et 82 MPa pour le système eau/air. L'huile utilisée, le soltrol, n'a pas d'effet sur l'humidité relative du fait de sa très faible volatilité. Ces deux essais nous ont fourni les valeurs des indices de saturation résiduelles de la craie dans les deux systèmes envisagés. Les caractéristiques des deux solutions salines utilisées, saturées, sont données dans le Tableau 1. La Figure 9 présente le résultat de l'application d'une succion de 82 MPa par la méthode par phase vapeur sur la craie dans un système air-eau. Dans le cas eau-huile, quasiment aucune évolution ($S_{rw}=2\%$) de poids n'a été mesurée, montrant que 4,2 MPa de succion se situe déjà sur l'asymptote de saturation résiduelle. Pour le système de la craie saturée d'eau et d'air, le niveau semble plus élevé puisque la Figure 9 présentée un palier d'équilibre à 5% pour une succion de 82 MPa.

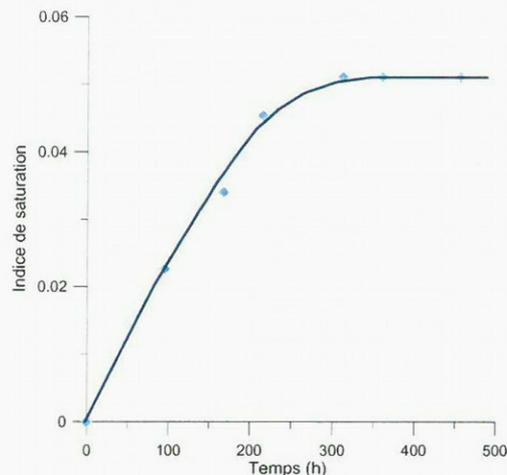


Figure 9 : Imbibition de la craie sèche à $s=82$ MPa

2.3. La méthode par translation d'axes

2.3.1. Dispositif expérimental

La méthode de translation d'axe est la technique la plus utilisée pour contrôler la succion dans les sols non saturés. Elle permet d'imposer des valeurs de succion en contrôlant les pressions du fluide non-mouillant (huile), ainsi que celle du fluide mouillant (eau). Après saturation, un échantillon est inséré

dans une cellule cylindrique initialement développé par Alzoghbi (2001) pour l'étude de la pollution des sols (Cui *et al.*, 2003). La face supérieure de l'échantillon est en contact avec une pierre céramique hydrophile qui ne laisse pas l'huile passer lorsqu'elle est saturée à l'eau. Les caractéristiques de la pierre céramique, aussi employée pour l'essai triaxial de révolution à succion contrôlée, sont données au chapitre V. La pression d'entrée d'huile est ainsi estimée à 750 kPa, et les essais ont démontré qu'elle était supérieure (>1000 kPa). La base de la cellule est connectée à un contrôleur pression-volume (GDS) empli d'eau afin d'appliquer les pressions voulues (u_w) et de mesurer le volume d'eau entrant ou sortant de l'échantillon (Figure 10). Le haut est connecté à un GDS d'huile qui permet de contrôler la pression d'huile u_o , mesure la variation de volume et donc de connaître par la suite la pression capillaire qui en est déduite: $u_o - u_w$. Le premier inconvénient de cette méthode est la limitation des valeurs de succion en raison des caractéristiques de la pierre (fissuration, pression d'entrée du fluide non mouillant). L'autre inconvénient est la durée du test, qui peut être très longue à cause de la faible perméabilité et de l'épaisseur de la pierre poreuse (cf. chapitre V, $1.10^{-10} \text{m.s}^{-1}$).

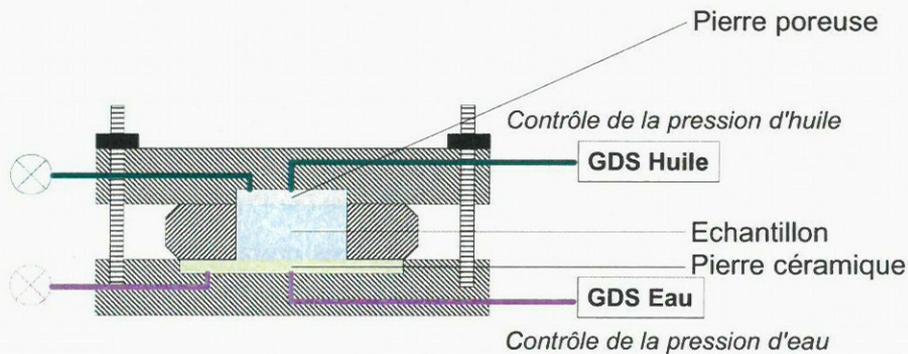


Figure 10 : Schéma de la cellule multiphasique (méthode de translation d'axes)

2.3.2. Courbe de drainage (système eau-huile)

Afin d'obtenir la courbe de drainage, on procède comme suit ; on place l'échantillon dans la cellule, après avoir saturé toutes les connections, on applique une contre pression d'eau égale afin de s'assurer de la complète saturation du système et particulièrement de la pierre. Ensuite, on applique une pression d'huile en mesurant les volumes d'eau sortant et d'huile entrant. Ce volume d'eau nous permet de calculer la teneur en eau de notre échantillon, qui correspond à une succion donnée. Des courbes typiques de stabilisation des volumes d'huile et d'eau sont présentées sur la Figure 11. A partir de 350 kPa les volumes ne sont pas concordants, nous pouvons attribuer ceci à la mise sous pression du réseau d'huile et une micro fuite non résorbée. C'est pourquoi, nous avons fondé nos calculs sur le volume sortant d'eau. Après stabilisation, on augmente progressivement la pression d'huile.

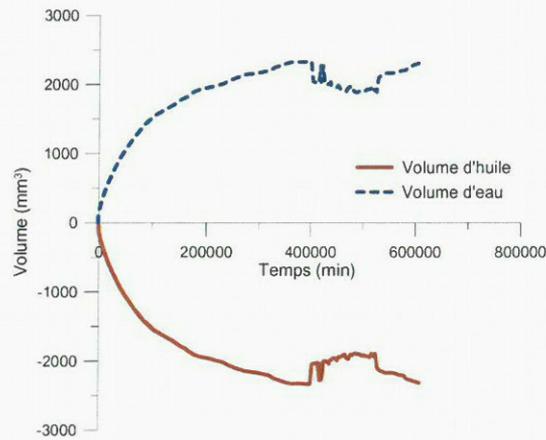


Figure 11 : Essai I, palier à 200 kPa, évolution des volumes des fluides

Deux essais ont été réalisés en vue d’analyser la courbe de drainage de la craie de Lixhe dans un système eau-huile. Sur les courbes, est représenté le degré de saturation correspondant au volume d’eau évacuée à l’équilibre en fonction de la différence de pression (*i.e.* succion) appliquée au palier considéré. Les résultats des deux essais sont représentés Figure 12. Tout d’abord, nous pouvons noter la bonne répétabilité de nos essais (sauf à 200 kPa); cependant la courbe de drainage est écrêtée à 300 kPa. Le limite de coupure de la pierre céramique est estimée pourtant à plus de 750 kPa ; néanmoins, A 300 kPa, la cellule présente une fuite d’huile importante qui perturbe les résultats et nous observons d’autre part un phénomène de cavitation au niveau de la pierre (de l’huile passe par de micro canaux dans la pierre puis dans le GDS empli d’eau). Nous pouvons néanmoins déterminer une pression d’entrée d’huile égale à 150 kPa. De plus, la craie de Lixhe semble complètement désaturée d’eau pour des valeurs de succion relativement faibles ($S_{rw}=10\%$ pour $s=300$ kPa).

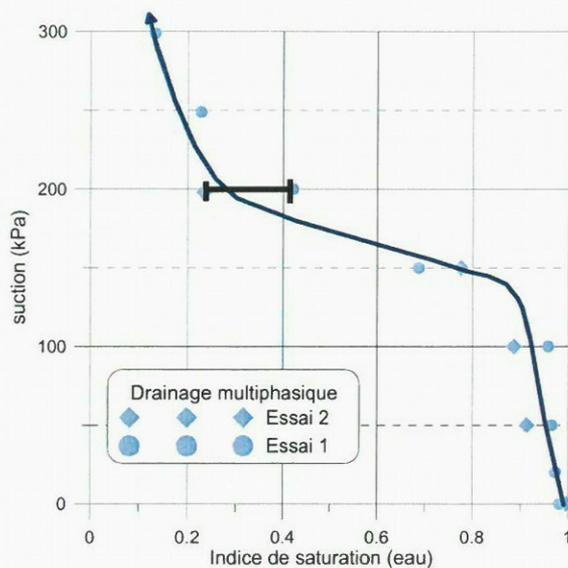


Figure 12 : Courbe de drainage obtenue à la cellule multiphasique

3. SYNTHÈSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

3.1. Courbes de rétention – système eau/huile

L'ensemble des trois méthodes a permis de déterminer le jeu de courbes de rétention pour la craie dans un système hydrique eau-huile (Figure 13a). Tout d'abord, il convient d'apprécier la complémentarité des différentes méthodes ; *i.e.* le point déterminé par la phase vapeur (4,2 MPa) s'adapte bien sur la courbe d'imbibition déduite par la méthode osmotique. Les corrections appliquées sur les valeurs de succion osmotiques (Dineen & Burland, 1995) rapprochent la courbe de drainage à la courbe d'imbibition. Il subsiste néanmoins un hystérésis important, notamment du fait que, simplement par immersion de la craie saturée d'huile dans de l'eau (*imbibition libre*), celle-ci ne réalise pas une substitution complète. Afin de forcer intégralement l'huile à sortir, il est nécessaire d'atteindre des valeurs de succion négative, *i.e.* avec une pression d'huile supérieure à la pression d'eau. Ceci peut être réalisable avec la cellule multiphasique dotée d'un système lipophile et hydrophobe de séparation performant.

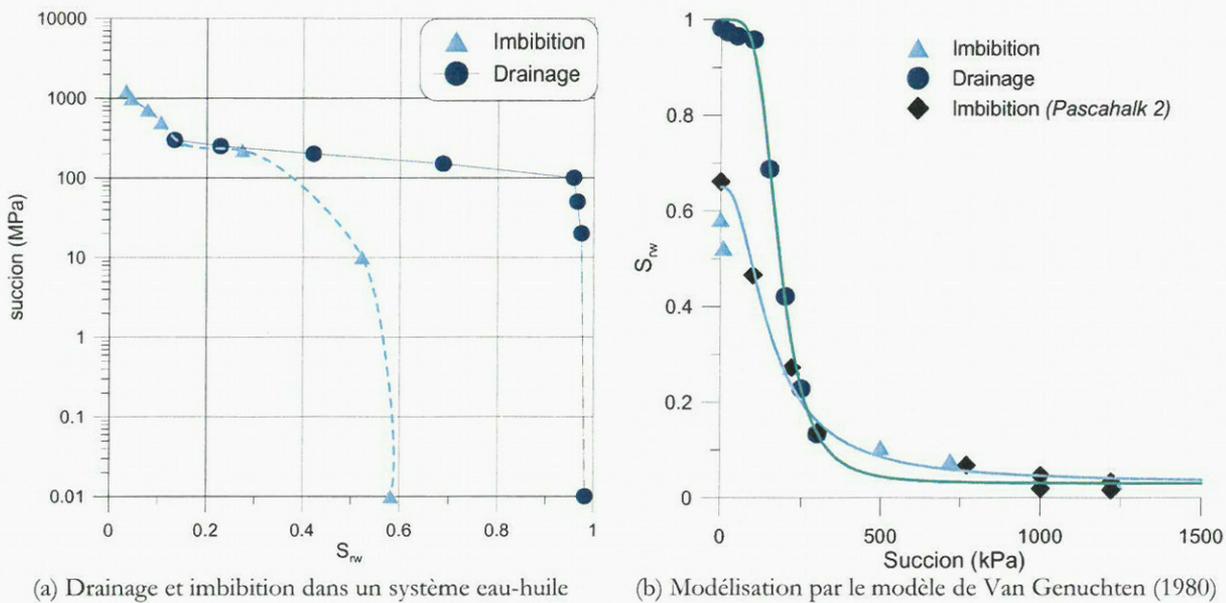


Figure 13 : Courbe de rétention obtenue pour le système eau-huile

L'utilisation du modèle de Van Genuchten (1980) (Figure 13b) démontre que les courbes de rétention de la craie de Lixhe peuvent se modéliser avec des outils utilisés pour les propriétés de rétention des sols non saturés. Les valeurs des paramètres de la modélisation sont regroupées dans le Tableau 2. Nous avons pu mettre en évidence le point d'entrée d'huile qui, sur la courbe de drainage, matérialise le niveau de succion pour lequel l'huile commence à entrer dans les pores. Ce point se situe à 150 kPa pour le système eau-huile.

3.2. Courbe de rétention – système Eau/air

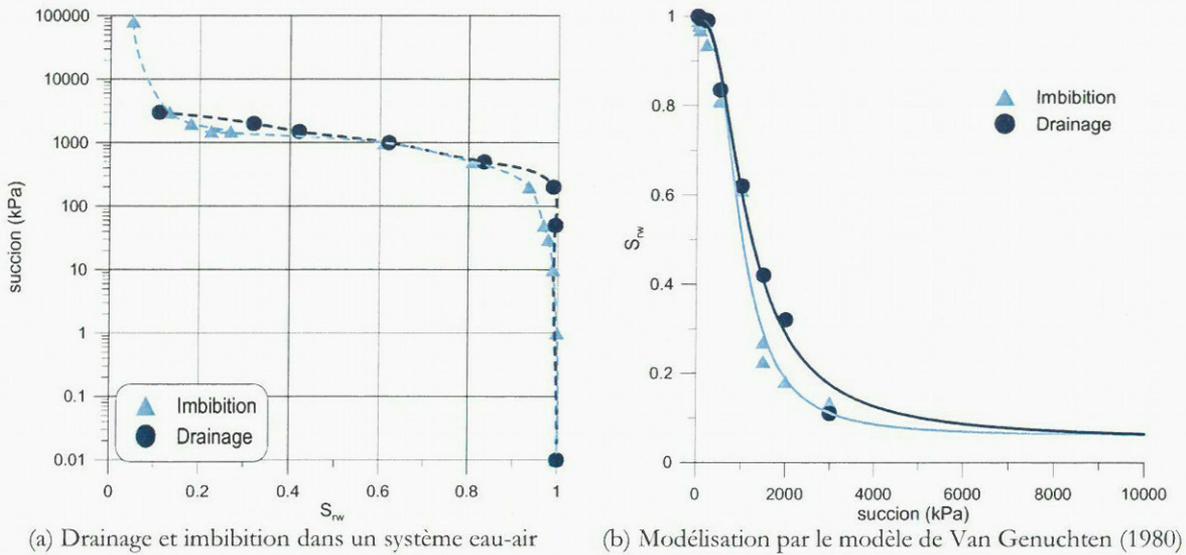


Figure 14 : Courbe de rétention obtenue pour un système air/eau

A l'instar de ce qui a été démontré pour le système eau-huile, les méthodes de contrôle de la succion s'adaptent bien à la caractérisation de la rétention de la craie dans un système air-eau et montrent leur complémentarité. Contrairement à l'huile, nous pouvons observer (Figure 14) un hystérésis très faible entre les courbes de drainage et d'imbibition. Cependant, ce décalage n'implique pas l'irréversibilité du cycle de saturation désaturation. Il n'est pas en effet nécessaire d'entrer en succion négative pour que l'eau envahisse entièrement l'espace poreux. L'eau se substitue entièrement à l'air en phase d'imbibition libre, ce qui est généralement observé pour les sols partiellement saturés. Par ailleurs, l'air ne semble pas pouvoir sécher totalement la craie, et de l'eau résiduelle subsiste (5%) à des niveaux de succion très élevés. Enfin, la Figure 14 permet de définir le point d'entrée d'air qui s'évalue pour le système air-eau à 250 kPa.

3.3. Comparaison entre les deux systèmes

La Figure 15 présente les jeux de courbes de rétention obtenues pour les deux systèmes hydriques. Globalement le niveau de succion nécessaire au déplacement de l'eau par l'air est plus élevé que dans le cas de l'huile. L'huile pénètre mieux la craie saturée d'eau. D'autre part, le modèle de Van Genuchten (1980) ([eq III.12]) fournit des paramètres de comparaison.

$$[\text{eq III.12}] \quad S_w = S_{wr} + (S_{ws} - S_{wr}) \left[\frac{1}{1 + (\alpha s)^n} \right]^{1-1/n}$$

où S_{wr} et S_{ws} sont les indices de saturation résiduel et limite du fluide le plus mouillant (*i.e.* l'eau), α et n des paramètres de calage. L'ensemble des valeurs déterminées pour les quatre courbes est reporté dans le Tableau 2. La majeure différence réside dans le niveau de saturation atteint par l'huile 30-35%

de l'espace poreux tandis que l'air est entièrement chassé par l'eau simplement par imbibition libre. Ce constat s'illustre aussi pour une éponge : lorsqu'elle est sèche, elle absorbe très bien l'eau ; alors que, imbibée d'huile, l'eau pénètre moins facilement. *A contrario*, l'air doit franchir un cap plus important afin de s'insérer dans les pores saturés d'eau ; il en découle un point d'entrée d'air supérieur à celui de l'huile. L'eau résiste mieux à l'arrivée d'air ; de plus, la forme des courbes est légèrement différente : dans le cas eau-huile, la craie présente un palier très plat lors du drainage de l'eau. Dans le cas eau-air, la courbe de drainage se raidit après l'entrée d'air. Ceci démontre que le travail nécessaire à la substitution de l'eau par le fluide moins mouillant est supérieur dans le cas de l'air.

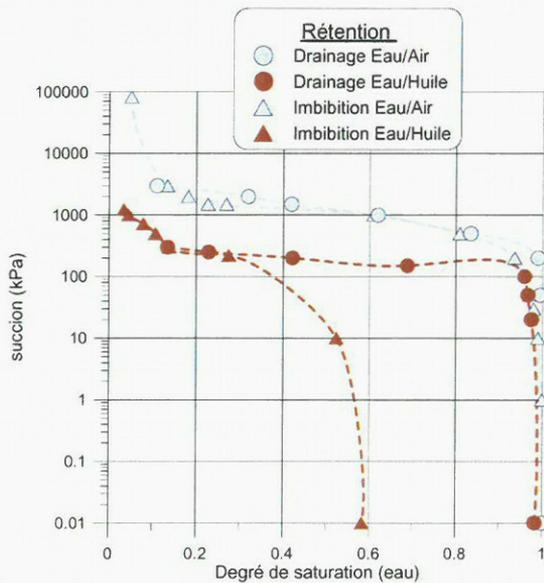


Figure 15 : Comparaison des deux couples de fluides

	Courbe	Swr	Sws	α	n
Eau-air	Drainage	100%	5%	0,00112	-1,899
Eau-air	Imbibition	100%	5%	0,00122	-2,388
Eau-huile	Drainage	100%	3%	0,00595	-4,020
Eau-huile	Imbibition	65%	3%	0,00855	-1,899

Tableau 2 : Modélisation de Van Genuchten (1980) pour la craie multiphasique

3.4. Détermination de la mouillabilité

Les résultats obtenus à partir des différentes méthodes rendent possible la détermination de la mouillabilité de la craie de Lixhe aux différents fluides en utilisant le test de Amott-Harvey (Andersen, 1995) donné par les relations suivantes :

$$[eq\ III.13] \quad WI = WWI - OWI$$

$$[eq\ III.14] \quad WWI = \frac{\Delta S_{rw-imb}}{\Delta S_{rw-imb} + \Delta S_{rw-dr}} ; \quad OWI = \frac{\Delta S_{ro-imb}}{\Delta S_{ro-imb} + \Delta S_{ro-dr}}$$

Deux indices sont en fait calculés: le *Water Wetting Index* WWI (indice de mouillabilité de l'eau) et le *Oil Wetting Index* OWI (indice de mouillabilité de l'huile). La combinaison des deux ([eq III.13]) fournit la valeur de l'indice de mouillabilité du matériau (WI : *Wetting Index*) au système étudié. L'indice WI varie entre -1 et 1, entre très mouillable à l'huile et très mouillable à l'eau. Les valeurs des degrés partiels sont définis par l'équation [eq III.14], où les variations de degré de saturation en

eau (w) ou en huile (o) en imbibition libre (*imb*) sont reportées en fonction de la variation totale (libre ou forcée *drv*). Cependant, la Figure 16 n'estime pas le niveau final de saturation lors de l'imbibition (ROS, *Residual Oil Saturation*, Anderson 1986) mais le niveau résiduel d'eau est connu (IWS, *Irreducible Water Saturation*) et estimé à 3%. C'est pourquoi la variation ΔS_{rw-drv} peut être estimée entre 0% et 30%, matérialisant l'évolution possible de l'indice de saturation en forçant l'huile à pénétrer par des succions négatives. Un échantillon plein d'eau n'évolue pas par imbibition libre d'huile, et la désaturation est quasi complète lorsque nous forçons le drainage. L'indice OWI vaut donc 0, tandis que WWI varie entre 0,7 et 1. L'indice de mouillabilité WI pour la craie de Lixhe avec du soltrol varie par conséquent entre 0,7 et 1.

Cependant, pour les craies de réservoirs, Ringheim *et al.* (1992) ont obtenu des WI variant entre 0,2 et 0,6 (intact), entre 0,8 et 0,9 (nettoyé). Andersen (1995) rapporte une valeur de WI oscillant entre 0,2 et 0,5 pour la craie du réservoir Ekofisk. Cette différence réside dans le fait que la craie de Lixhe est une craie de carrière soumise à des variations de teneur en eau, et n'a jamais été au contact de pétrole. De plus, une meilleure caractérisation de la mouillabilité est requise notamment en prenant en compte la partie en succion négative et en effectuant des cycles complets d'imbibition et de drainage. Ceci aurait pour effet de déterminer la valeur résiduelle en huile ROS et d'évaluer son évolution en fonction des cycles d'imbibition d'eau.

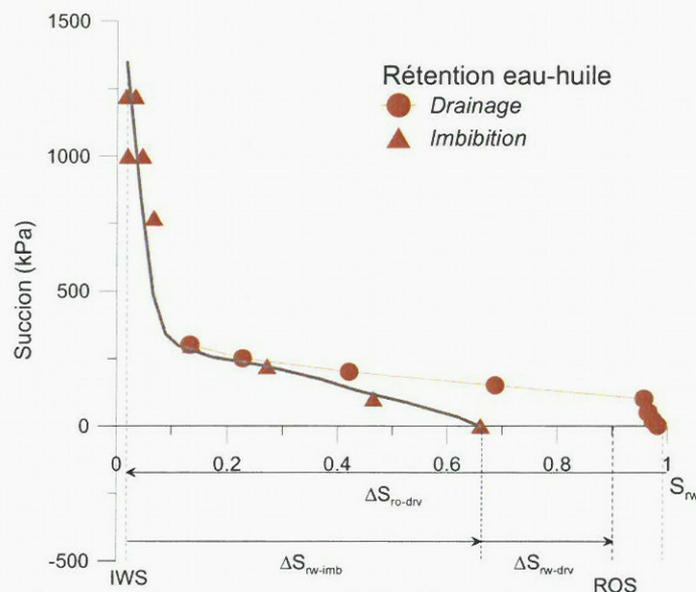


Figure 16 : Estimation de la mouillabilité (Indice d'Amott-Harvey)

Si on définit de la manière similaire un indice pour l'air, nous obtenons : $WWI=1$ et $AWI=0$. La craie est donc totalement mouillable à l'eau dans le système eau-air, ce qui n'est pas le cas dans le système eau-huile. Cependant, le test USBM ne peut rendre compte des effets physico-chimiques induits par un changement de composition chimique de l'eau car l'air est totalement non mouillant, alors que l'huile est peu mouillante. En revanche, la nature de l'huile peut vraisemblablement modifier la valeur de l'indice. Dans le cas de l'air et de l'eau, les cycles d'imbibition et de drainage sont réversibles en

succions positives malgré une faible hystérésis et par conséquent la mouillabilité (et l'indice de Amott-Harvey) est nulle. L'obtention des courbes complètes de rétention reste néanmoins la meilleure source d'informations quant à l'évolution de la saturation et l'appréhension du travail nécessaire au déplacement relatif d'un fluide par rapport à un autre. Le test USBM fournit un ordre d'idée du caractère mouillant d'un fluide, et permet de classer différents fluides mouillants ou différents matériaux vis-à-vis d'un même fluide. Il serait apparemment hasardeux d'extrapoler des courbes de rétention obtenues avec un système de fluide à un autre système *via* la valeur de l'indice.

4. REINTERPRETATION DES ESSAIS POROSIMETRIQUES

4.1. Calcul de l'angle de contact

L'analyse des courbes d'injection du mercure obtenues au porosimètre permet d'obtenir des courbes de rétention. En effet, nous pouvons assimiler l'intrusion de mercure (fluide non -mouillant) au drainage de la vapeur de mercure (fluide mouillant) ; ainsi l'injection de mercure avec un angle de contact moyen de 146° (Léon y Léon, 1999) est équivalent à l'injection d'huile dans les pores avec une tension capillaire à l'interface huile/eau de 44 N/m. Tout d'abord, la Figure 17 présente les résultats obtenus au porosimètre en terme de rétention de mercure (degré de saturation en mercure). Les deux mécanismes de drainage (drainage de l'eau par translation d'axes, et drainage de la vapeur de mercure par le mercure au porosimètre) étant similaires, nous avons reporté sur la Figure 18 les pressions capillaires et succion en fonction de l'indice de saturation du fluide mouillant.

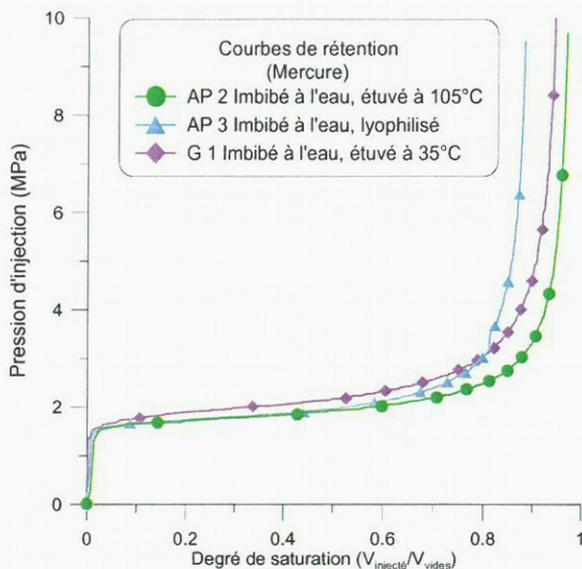


Figure 17 : Relation pression d'injection indice de saturation en mercure

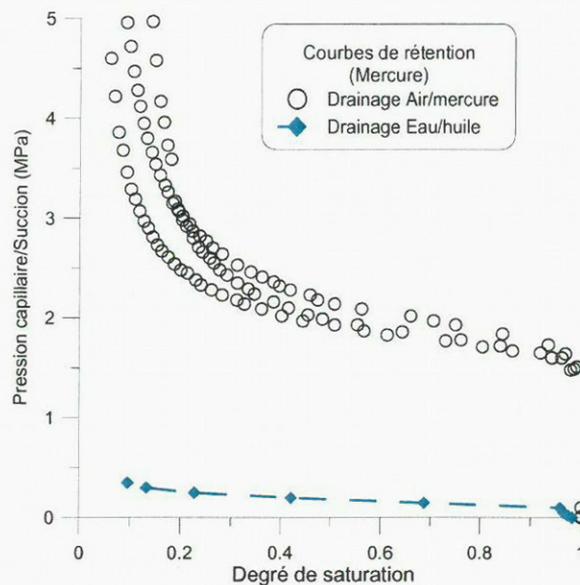


Figure 18 : Comparaison des drainages porosimétriques et multiphasiques (eau-huile)

La craie possédant une distribution de pores très homogène, nous avons admis que les effets d'échelle entre un échantillon de 1g (porosimètre) et un spécimen de quelques dizaines de grammes (translation d'axes) sont nuls. C'est pourquoi, à partir de la loi de Laplace-Jurin, nous pouvons relier les courbes de rétention des couples air (vapeur de mercure)/mercure, eau/huile, et eau/air (Figure 18). Pour la même distribution de pores (rayon d'accès), nous disposons des égalités ci-dessous:

$$[eq\ III.15] \quad r = \frac{2\sigma_{\text{mercure-vapeur}} \cos \theta_{\text{mercure-vapeur}}}{Pc_{\text{mercure-vapeur}}}$$

$$[eq\ III.16] \quad r = \frac{2\sigma_{\text{huile-eau}} \theta_{\text{huile-eau}}}{Pc_{\text{huile-eau}}}$$

Ainsi, nous pouvons, soit déduire la succion correspondant à un degré de saturation en fluide mouillant par la relation, soit comparer les résultats de la cellule multiphasique et la rétention du mercure, en calculant le rapport Pc/s à même degré de saturation. La deuxième méthode permet en outre de déterminer l'angle de contact existant entre la phase aqueuse et la phase huileuse. Nous avons :

$$[eq\ III.17] \quad s = P_{\text{huile}} - P_{\text{eau}} = Pc_{\text{mercure-vapeur}} \frac{\sigma_{\text{huile-eau}} \cos \theta_{\text{huile-eau}}}{\sigma_{\text{mercure-vapeur}} \cos \theta_{\text{mercure-vapeur}}}$$

$$[eq\ III.18] \quad \frac{s \cdot \sigma_{\text{mercure-vapeur}} \cos \theta_{\text{mercure-vapeur}}}{Pc_{\text{mercure-vapeur}} \cdot \sigma_{\text{huile-eau}}} = \cos \theta_{\text{huile-eau}}$$

Où, $\sigma_{\text{mercure-vapeur}} = 480 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}$; $\sigma_{\text{huile-eau}} = 44,1 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}$; $\theta_{\text{calcite-mercure-eau}} = 125-152^\circ$ en moyenne = 146° pour la calcite (Léon y Léon, 1999)

Degré de saturation	Succion (MPa)	Pc mercure (MPa)	Rapport moyen Pc/s	Angle de contact moyen (°)
97,5%	0,1	1,33	13,3	48
70,5%	0,15	1,80	12	39
44%	0,2	2,05	10,2	29
24,5%	0,25	2,51	10	29
15%	0,3	3,39	11,2	35
11%	0,35	6,01	17,2	41
			moyenne	37°

Tableau 3 : Valeurs de l'angle de contact calculées en fonction de la succion

Le Tableau 3 présente les valeurs de l'angle de contact moyen établi par rapport à tous les essais porosimétriques, en considérant les tensions interfaciales constantes et bien déterminées ([eq III.18]). Comme le montre la Figure 18, le rapport Pc/s est relativement constant, surtout pour les saturations intermédiaires entre 70 et 20%. La valeur de l'angle de contact déduite ([eq III.18]) est relativement constante entre 35 et 48°. Cependant, lorsque l'on se situe au bord de l'asymptote, *i.e.* pour des indices de saturation de l'ordre de 10-15%, l'angle de contact calculé correspond moins aux valeurs théoriques. Ceci laisse penser que les phénomènes guidant la rétention ne sont plus essentiellement

capillaires mais plus chimiques. L'angle de contact macroscopique varie selon la tortuosité des pores, et les caractéristiques de la mouillabilité (angle de contact) possèdent un hystérésis, dû notamment à un arrangement entre les fluides à l'intérieur des pores de faibles rayons d'accès différent de celui observé sur les pores moyens (Xie *et al.*, 2002). La valeur moyenne de l'angle de contact 37° nous permet de construire la courbe capillaire du système eau/huile pour la craie de Lixhe comme illustré Figure 19. Cette valeur classe la craie de Lixhe parmi les craies très mouillables à l'eau (Anderson, 1986).

4.2. Comparaison entre les courbes de rétention et les courbes capillaires

La bonne concordance entre le point d'entrée d'air et le point d'entrée d'huile avec la valeur calculée à partir de la distribution des pores (Figure 20) suggère que la capillarité gouverne l'entrée des fluides dans le matériau saturé d'eau dans le cas d'un réseau poreux ouvert et accessible comme celui de la craie de Lixhe. Ce n'est pas le cas des argiles. Cependant, nous avons fait remarquer sur la Figure 19 que pour des niveaux élevés et faibles de saturation la courbe de drainage s'écarte de la courbe capillaire déduite ; alors que nous observons une bonne concordance sur le palier de remplissage, aux saturations intermédiaires. Les mécanismes capillaires semblent prépondérants pour le remplacement de l'eau libre au centre des pores, et le travail nécessaire pour arracher et substituer l'eau en interaction avec les grains est important et ne correspond pas à des forces capillaires. Il en découle des valeurs variables de l'angle de contact (Tableau 3) ; *i.e.* la valeur est constante et bien établie sur le palier d'écoulement et d'envahissement puis diverge pour des niveaux de succion élevés (respectivement des degrés de saturation en eau faibles). D'autre part, l'huile interagit, en compétition avec l'eau, avec le squelette en formant un film hydrophobe ou en occupant des espaces intergranulaires ; elle provoque ainsi un hystérésis tandis que, dans un système air-eau, les interactions de l'air sont négligeables vis-à-vis de celles de l'eau. L'analyse des courbes de rétention permet la mise en évidence des interactions physico-chimiques autres que la capillarité (*cf.* chapitre I) et ceci grâce à l'utilisation de méthodes de contrôle et de mesure des potentiels résultants de ces interactions. Sans en expliciter la nature ni l'importance, la succion permet la prise en compte de l'ensemble des interactions physico-chimiques ayant lieu au sein de la craie multiphasique.

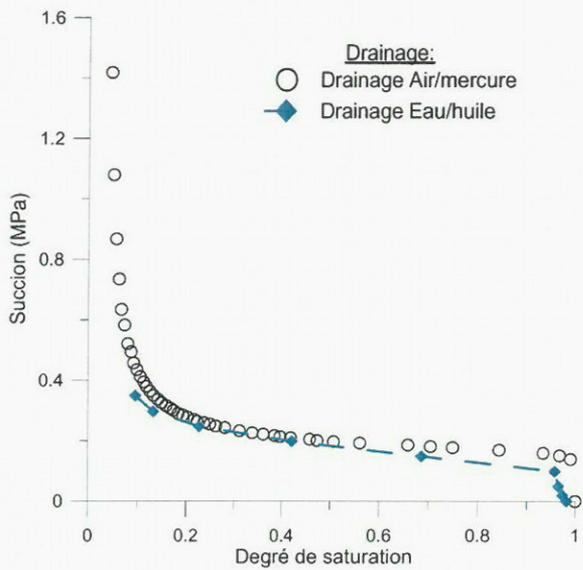


Figure 19 : Analyse comparée des courbes de rétention

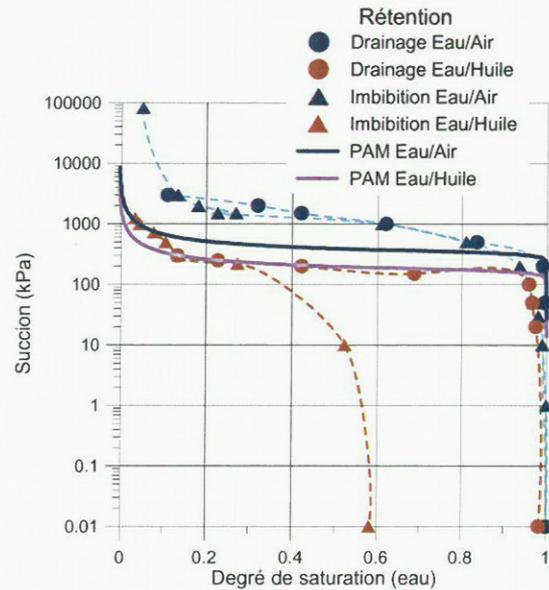


Figure 20 : Relations multiphasiques et rétention de la craie de Lixhe

Il apparaît clairement que ces interactions sont plus fortes dans le cas du couple eau-air car la courbe de drainage obtenue diverge totalement de la courbe capillaire ; seul le point d'entrée d'air est bien retrouvé. Le travail nécessaire à l'air pour déplacer et arracher l'eau est nettement supérieur à celui prévu par la capillarité. A titre de comparaison, nous avons étudié les résultats de la littérature (Delage *et al.* 1995), dans le cas du grès de Fontainebleau et d'une argile surconsolidée. Le même parallèle entre la courbe de rétention d'eau et la courbe porosimétrique a été effectué, il apparaît que le comportement de la craie se rapproche de celui d'une argile surconsolidée. Les actions capillaires ne sont pas, en effet, prédominantes dans le cas des argiles ; tandis que le grès tertiaire du Stampien, qui présente un réseau poreux très ouvert, exhibe une très bonne correspondance entre ces deux courbes.

5. CONCLUSION

Certains aspects multiphasiques du comportement de la craie ont été étudiés ainsi que les modes de transition entre les états saturés aux moyens de différentes méthodes complémentaires. Les méthodes de contrôle des potentiels thermodynamique et osmotique ont démontré leur intérêt ; l'application des méthodes osmotiques et de la phase vapeur permet la caractérisation des courbes de drainage de la craie. Il a par ailleurs été établi que la capillarité seule ne saurait expliquer la rétention des fluides et que l'ensemble des interactions eau-calcite et huile-calcite influence le mode de répartition des fluides au sein des pores et donc la mouillabilité. L'extrapolation des données obtenues par porosimétrie au mercure ne peut à elle-seule constituer une étude satisfaisante de la rétention. En effet, elle nécessite d'une part une bonne détermination de la tension interfaciale et de l'angle de contact macroscopique, et d'autre part fait l'hypothèse de la prépondérance du potentiel capillaire par rapport aux autres potentiels. Par ailleurs, la rétention ne peut s'interpréter que pour un système de fluide donné (à

température, et activité chimique constante). Même pour un réseau poreux ouvert et interconnecté comme celui de la craie de Lixhe, les potentiels physico-chimiques augmentent le travail nécessaire à la désorption différemment selon le couple de fluide étudié. La notion de succion semble donc mieux convenir à la description des phénomènes d'accumulation d'eau. Et l'utilisation de méthodes de contrôle et de mesure des potentiels semblent beaucoup plus appropriées à l'étude des phénomènes multiphasiques de la craie.

Il apparaît dorénavant nécessaire d'établir un couplage entre la saturation partielle (respectivement la succion) et le comportement mécanique de la craie, en intégrant les effets visqueux.

Chapitre IV.

COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA CRAIE DE LIXHE

Essais oedométriques et de compression simple

*« Si tu peux voir s'effondrer l'ouvrage de ta vie et,
sans dire un seul mot, te remettre à le rebâtir, tu
seras un homme, mon fils. »
[Rudyard Kipling]*

Essais mécaniques parmi les plus simples, les essais oedométriques et de compression simple n'en demeurent pas point très utiles et très intéressants pour l'étude du comportement différé des sols et roches. En effet, leur simplicité relative permet l'investigation du comportement mécanique unidimensionnel par la répétition des essais et par les différentes procédures de chargement. De plus, ces deux essais sont complémentaires car l'oedomètre examine un comportement pseudo volumique tandis que l'essai de compression simple s'intéresse à un comportement essentiellement déviatorique. Ils possèdent cependant les défauts de leurs avantages, et l'étude du comportement n'est que partielle et sera complétée par des essais triaxiaux pour une étude tridimensionnelle du comportement multiphasique de la craie de Lixhe (chapitre V). Deux procédures expérimentales de chargement ont été employées à l'oedomètre afin de caractériser les deux effets temporels majeurs ; des essais par paliers de charge pour étudier le fluage oedométrique et des essais à vitesse de déformation constante (CRS, *Constant Rate of Strain*) afin de déceler les effets de la vitesse. Les essais de compression simple réalisés sur un matériel du LCPC ont été uniquement effectués par paliers de charge. Après avoir présenté les dispositifs et les méthodes expérimentaux, les résultats de ces trois types d'essais seront analysés pour mettre en lumière les effets du fluide saturant et de la succion sur le comportement mécanique unidimensionnel de la craie.

I. ESSAI OEDOMETRIQUE POUR L'ETUDE DE LA CRAIE MULIPHASIQUE

1.1. Application aux roches tendres et sols durs

1.1.1. Principe fondamental

Le principe fondamental de l'essai oedométrique est de charger une éprouvette de sol contenue latéralement par une paroi lisse indéformable (Figure 1). Les essais oedométriques se définissent comme étant : « réalisés sur des éprouvettes de sol placées à l'intérieur d'un moule cylindrique rigide

qui empêche toute déformation radiale lors du chargement »¹. Les essais qui sont décrits dans ce document ont été réalisés selon la norme A.F.N.O.R. NP 94-090-1 (Association Française de NORmalisation), ainsi que suivant les recommandations du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. Les méthodes, systèmes et intensité de chargement ont été adaptés pour la craie, fragile et fracturable, tolérant peu les chargements intensifs et brusques, et aux objectifs de cette étude, le caractère différé et le fluage.

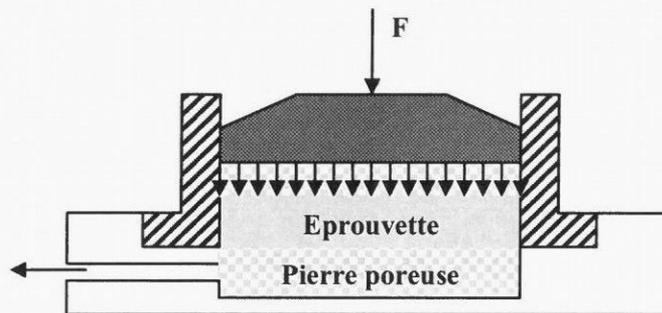


Figure 1 : Coupe schématique d'une cellule oedométrique

L'essai œdométrique, classique pour les sols, fins nécessite un ensemble d'adaptations et de précautions pour les roches tendres et les sols durs. En effet, les sols sont soit taillés soit reconstitués directement dans la cellule par compaction ou consolidation. Ces opérations permettent le moulage parfait de l'échantillon aux dimensions de la cellule. Cependant, ces opérations ne sont pas possibles pour les roches tendres et les sols durs ; en fait, ils sont rigides et cohésifs ce qui rend la taille de l'échantillon délicate. Par ailleurs, ils sont généralement fragiles, pouvant se casser ou se fracturer sous l'action mécanique. Plusieurs auteurs ont présentés dans la littérature des travaux portant sur l'adaptation de l'essai œdométrique pour les sols durs et roches tendres ; une synthèse est présentée par Serratrice & Clayton (1997).

1.1.2. Réalisation des échantillons

Les blocs de craie sont usinés au tour mécanique, en plusieurs passages, pour égaliser la circonférence latérale et les deux faces horizontales. L'usinage est réalisé à sec, ce qui peut engendrer la rupture de l'échantillon et la présence de duretés s'avère très préjudiciable. Les échantillons œdométriques cylindriques de craie font 50 mm (voire 38mm) environ de diamètre et une hauteur constante autour de 19 mm telle que le rapport D/H soit supérieur à 2. Un écueil important, lors de la réalisation d'essais œdométriques sur la craie, correspond à la nécessité d'avoir des déformations radiales nulles du fait du jeu qui peut apparaître entre les surfaces latérales de l'échantillon et les parois du moule œdométrique. Ce jeu autorise les déformations radiales qui peuvent affecter la détermination des résistances et des compressibilités. Des fractures peuvent aussi être engendrées. Il faut donc fonder

¹ LCPC, *Essais œdométriques méthode d'essai LPC n°13*, Paris, 1985.

l'échantillon, ajusté à un diamètre légèrement supérieur, à l'intérieur de l'enceinte. Un jeu de plus ou moins cinq centièmes de millimètres est toléré, prenant en compte l'imprécision du pied à coulisse. Cependant, des jeux existent néanmoins et afin de minimiser leur influence, nous effectuons en début d'essai quelques cycles de chargement déchargement à faibles contraintes. Enfin, la réalisation d'essai oedométrique sur la craie s'est déroulée avec un moule très rigide et sur des bâtis hautes pressions qui multiplient par 50 le poids appliqué, et qui sont limités à 12 tonnes correspondant à 60 MPa pour des échantillons de 50 mm de diamètre. Ces bâtis proviennent de recherches sur des argiles fortement compactées (Howat *et al.*, 1998 ; Marcial, 2003).

1.1.3. Préparation des échantillons

La procédure suivie pour la saturation des échantillons est celle décrite au chapitre II : séchage à 105°C, saturation sous vide (-94 kPa) et contrôle de la teneur en fluide finale. Des essais à succion eau-huile contrôlée ($s = 200$ kPa) ont été réalisés dans les conditions oedométriques, sous conditions de saturation équivalente à l'eau et à l'huile ($S_w \approx 50\%$). Les échantillons ont subi avant leur insertion dans la cellule une pré-stabilisation osmotique (pouvant durer plusieurs semaines) suivant la procédure décrite au § III.2.1. Lorsque l'échantillon a atteint l'équilibre en succion, il est placé à l'intérieur de la cellule, et la succion est maintenue constante pendant l'essai par l'intermédiaire d'un système de circulation de PEG.

1.2. Le contrôle de la succion

La méthode osmotique pour le contrôle de la succion a été adaptée dans le cas de l'essai oedométrique (Kassif & Ben Shalom, 1971 ; Delage *et al.*, 1992). L'embase inférieure de l'oedomètre permet une circulation d'une solution de PolyÉthylèneGlycol (P.E.G.) au-dessous de la membrane semi-perméable (Figure 2). Pour éviter la dilatation de cellule horizontalement, il est nécessaire de maintenir la température constante (Dyvik, 1985). L'application du principe de l'oedomètre à succion contrôlée par la méthode osmotique à l'étude des effets du temps nécessite plusieurs précautions. La première concerne la durée de l'essai. En effet, la membrane semi-perméable est fragile vis-à-vis des bactéries et de leurs développements, et vis-à-vis des efforts mécaniques. Pour éviter le déchirement de la membrane, de la pénicilline est introduite, prévenant la prolifération des bactéries. Par ailleurs, la membrane pouvant se déchirer au contact de la pierre poreuse, un papier filtre a été placé entre l'échantillon et la pierre poreuse. La seconde précaution à prendre concerne la condition de drainage de l'essai. En effet, l'eau est à la fois drainée, et ses échanges sont suivis par osmose et sont surveillés au moyen d'un tube millimétré (Figure 2). La vitesse de la pompe péristaltique, comme la vitesse de déformations, doivent donc être ajustées pour conserver cette condition de drainage (et respectivement la condition de succion constante).

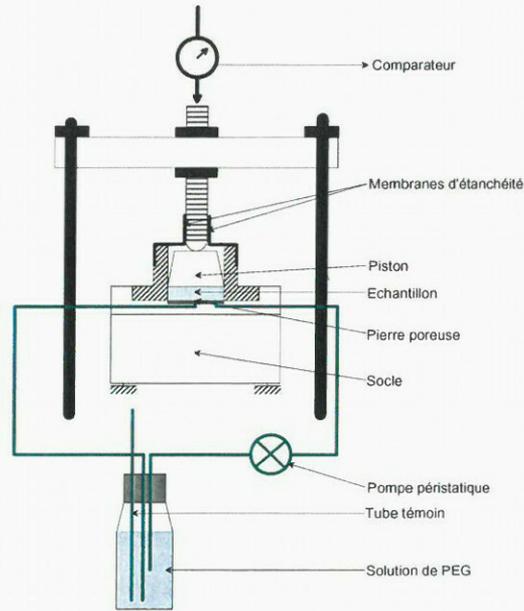


Figure 2 : Oedomètre osmotique

2. ESSAIS A CHARGEMENT PAR PALIERS ET ESSAIS DE FLUAGE

L'essai de compressibilité par paliers consiste à soumettre l'éprouvette à une série de charges définie par une loi de chargement et à mesurer le tassement du sol au cours du temps sous chacune de ces charges. Le principal intérêt de ce type d'essai est d'obtenir des courbes dites de « consolidation » présentant l'évolution temporelle des déformations sous charge constante. Les résultats obtenus sont soumis à plusieurs interprétations, les théories les plus admises étant celle de Casagrande, et celle de Taylor. Notre étude cherchera à développer une approche spécifique pour une roche tendre.

2.1. Stratégie d'étude

Dans un premier temps, quatre essais ont été effectués afin de mettre en évidence l'influence des fluides et d'encadrer le comportement multiphasique sur des échantillons : saturés en eau, en huile, par un mélange eau-huile (suction contrôlée à 200 kPa) et saturés en air (essai sec). Par la suite, nous avons chargé deux échantillons saturés à l'eau et à l'huile suivant la même loi de chargement afin de mettre en lumière la différence de comportement entre ces deux extrêmes. Les durées d'application de la charge sont longues, jusqu'à plusieurs mois et ce afin d'identifier le fluage oedométrique de la craie. Les essais se sont donc étalés sur plus d'une année pour la plupart, malgré l'adaptation de la durée selon la stabilisation du fluage avec des paliers plus courts en partie élastique. De même, les incréments de chargement sont effectués en fonction de la contrainte verticale en évitant des chargements brutaux susceptibles de ruiner l'essai. Un rapport égal à 0,5 fois la contrainte verticale précédente² n'a jamais été dépassé ; quant aux lois de chargement, elles ont été modifiées selon la

² Norme AFNOR NP 94-090-1

configuration hydrique du matériau ; en effet, la craie ne possède pas la même rigidité selon la nature de son fluide interstitielle (chapitre I). Il en découle des lois de chargement très différentes en fonction du temps pour les quatre premiers essais (Figure 3).

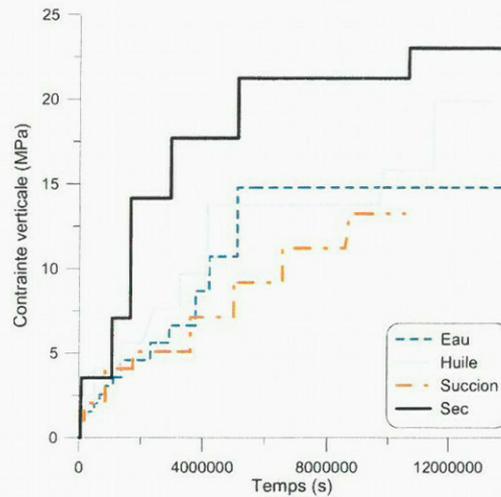


Figure 3 : Mise en évidence des paliers de chargement

2.2. Courbe de tassement en fonction du temps

2.2.1. Théorie de la consolidation unidimensionnelle

On distingue habituellement la consolidation primaire, phase de dissipation des pressions interstitielles engendrées par l'incrément de charge, de la phase de consolidation secondaire (déformation visqueuse intrinsèque du squelette ou fluage). Lors de l'application de la charge, il n'est pas possible de distinguer la déformation visqueuse des effets de la dissipation des surpressions interstitielles. Mesri *et al.* (1985) ont établi que la fin de la consolidation primaire (EOP *End Of Primary consolidation*) est unique ; la relation indice des vides contraintes effectives à l'EOP est indépendante du temps de consolidation. Plusieurs voies sont dès lors possibles afin de déterminer l'EOP, et donc identifier la consolidation secondaire ; les deux méthodes les plus courantes sont celles de Taylor et celle de Casagrande.

2.2.2. Application à la craie

La méthode de Casagrande (Figure 4a) présente les déformations différées dans un plan $e/\log_{10} t$. Du fait de la dissipation des pressions interstitielles, trois étapes sont distinguées par l'intermédiaire de deux changements de concavité. Afin de déterminer le point représentatif de l'état de déformation par rapport à la charge appliquée, deux droites sont définies : une partant de l'infini qui linéarise le comportement à long terme (fluage), une correspondant à la pente au point d'inflexion. L'intersection de ces deux droites correspond à 100% des déformations observées ; le temps relié (t_{100}) permet de construire le moment où 50% des déformations ont été engendrées. A cet instant t_{50} , le coefficient c_v de consolidation est calculé comme étant la pente de la courbe. La méthode de Taylor (Figure 4b) consiste à déterminer la pente à l'origine dans un plan e/\sqrt{t} . Cette pente multipliée par 1,5 coupe la

courbe de consolidation à 90% des déformations, permettant ainsi de définir la valeur de t_{90} et donc le coefficient de consolidation c_V pour le palier considéré. Ces deux méthodes empiriques sont fondées sur la théorie de Terzaghi, reliant les déformations au temps et à l'écoulement unidimensionnel des fluides. On définit donc :

$$[\text{eq IV.1}] \quad c_V = T_V \frac{h^2}{t} \quad \text{et} \quad k = \frac{c_V \gamma_w a_V}{(1+e)}$$

où c_V est le coefficient de consolidation ($c_V = \frac{\Delta e}{\Delta \log(t)}$), h est la hauteur de drainage, t le temps, T_V est une fonction de degré de consolidation, k est la perméabilité, e est l'indice des vides (approximé par e_0 , l'indice des vides initial) et a_V est le coefficient de compressibilité.

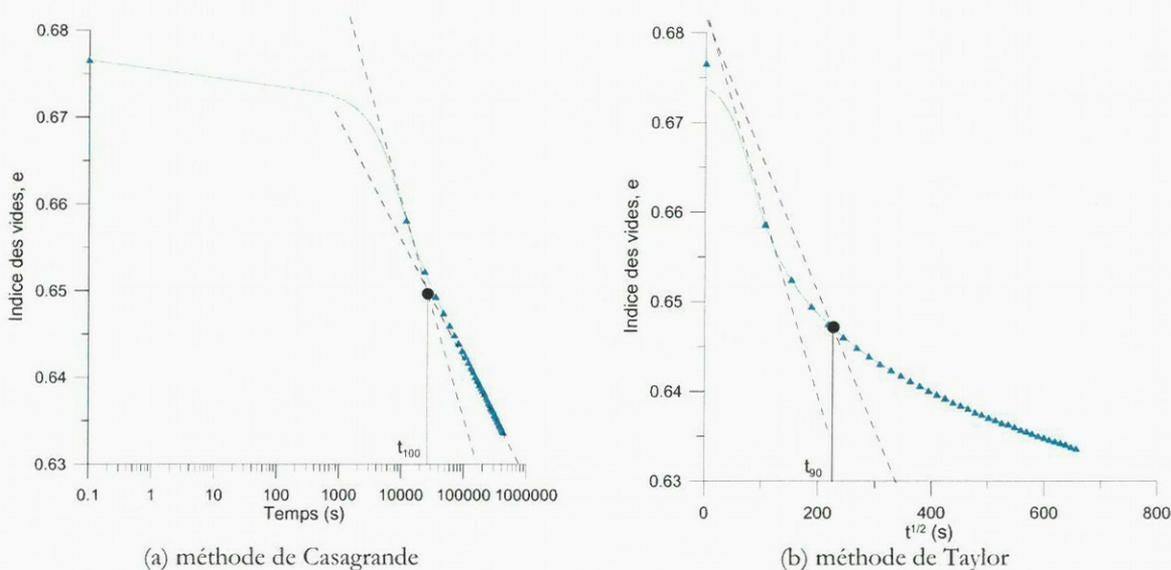


Figure 4 : Courbes de consolidation typiques, craie saturée en eau à 8,6 MPa

La Figure 5 et la Figure 6 mettent en évidence les divergences entre les deux méthodes. En effet, alors que le procédé de Taylor fournit des valeurs pour les paramètres de l'équation [eq IV.1], il est impossible de mettre en évidence le fluage par la méthode de Casagrande. Cette constatation semble d'autant plus avérée qu'un accroissement de la durée de consolidation n'a pas permis de faire apparaître un deuxième changement de concavité. Le palier à 14,8 MPa s'étend sur plus de 100 jours (Figure 5). Cependant, la méthode de Taylor ne semble pas adaptée pour la craie. Le coefficient de 15% de majoration de la pente n'apparaît pas efficace pour rendre compte de la compressibilité du matériau. En effet, une quantité importante de tassements est observée au-delà du t_{90} déterminé. Cette quantité est d'autant plus importante lorsque la craie est entrée en plasticité, *i.e.* lorsque la contrainte dépasse la limite élastique. Ces résultats mettent donc en évidence la difficulté d'appréhender les tassements différés, ou tout au moins de les analyser au moyen de concepts développés pour les sols fins.

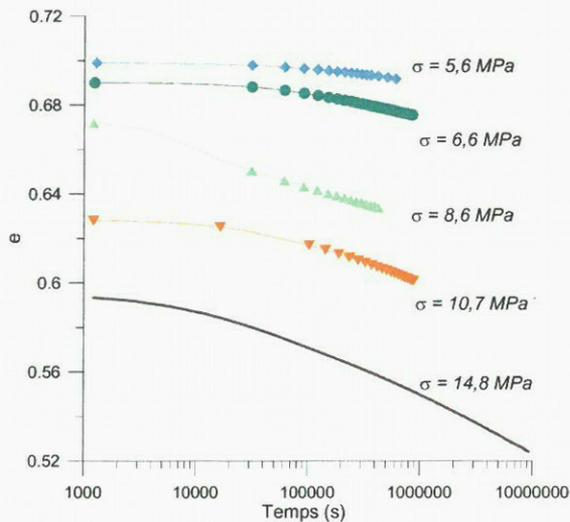


Figure 5 : Consolidation méthode de Casagrande

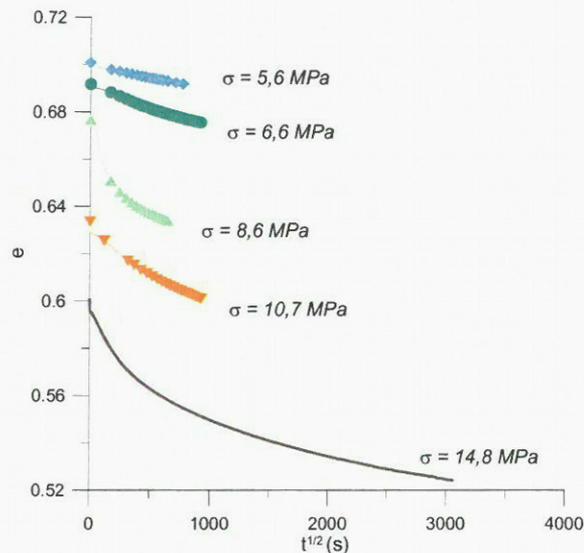


Figure 6 : Consolidation méthode de Taylor

Les évolutions des courbes de consolidation montrées sur les Figure 5 et Figure 6 semblent suggérer que la surpression interstitielle est négligeable ou, en tout cas, qu'elle n'affecte pas significativement le comportement mécanique de la craie en compression œdométrique. Cela pourrait dépendre de la forte rigidité du squelette, comparé à celle d'un sol, et de la perméabilité de la craie relativement élevée (de l'ordre de 10^{-8} m.s^{-1}). De plus, la théorie de la consolidation est fondée sur un certain nombre d'hypothèses qui limitent son application aux roches tendres, notamment le fait que la surpression (Δu) est supposée égale à l'incrément de contrainte ($\Delta \sigma$) en condition non drainée. Cette dernière hypothèse pourrait être inappropriée dans le cas de la craie de Lixhe poreuse ($n > 40\%$) avec un coefficient de Biot entre 0,8 et 1 (Gourri, 1991 ; Engstrom, 1992). A défaut de mesure de la surpression interstitielle générée par le chargement, il n'est pas possible de déterminer une fin de consolidation primaire, il est donc légitime d'associer les déformations différées observées sur les courbes de consolidation au fluage. La question de l'étude des tassements différés rencontrés à l'oedomètre reste cependant en suspens, nous essaierons d'en fournir une interprétation en proposant une méthodologie d'analyse et une description numérique.

2.3. Description du fluage

2.3.1. Définition du fluage

Le fluage est défini comme le phénomène de déformations différées dans le temps sous une charge constante. Pour les sols, le fluage observé à la compression uniaxiale œdométrique correspond à la phase de *compression secondaire* dans laquelle « *le squelette solide du sol continu à tasser bien que la surpression interstitielle soit nulle ($\Delta u = 0$)* »³, qui se distingue de la *consolidation primaire*, phase de dissipation de la surpression interstitielle. Les différentes analyses d'essais sur des argiles de la

³ Schlosser F., *éléments de mécanique des sols*, Presses des Ponts et Chaussées, Paris, 1988, p. 96

littérature (Bjerrum, 1967 ; Leroueil *et al.*, 1985 ; Tatsuoka *et al.*, 2000) considèrent que la pression interstitielle joue un rôle important dans les tassements différés. Cependant, la conservation du même taux de déformations volumiques après la dissipation présumée de la surpression interstitielle tend à montrer qu'il n'y a pas de génération de surpressions interstitielles significative pour la craie de Lixhe.

Le fluage sur une roche est usuellement étudié au moyen de bâti en compression uniaxiale avec des déformations radiales libres. Il y est distingué trois phases de fluage, la première consiste en une augmentation de la vitesse de déformation correspondant à la réponse immédiate à une charge. Cette étape aboutit à l'établissement d'un régime stationnaire correspondant à la deuxième phase où la vitesse de déformation n'évolue que très peu. Enfin, le fluage tertiaire consiste en l'accroissement du taux de déformation volumique pour aboutir à la rupture. En effet, la possibilité offerte à l'échantillon de se déformer latéralement lui permet, contrairement à la cellule oedométrique, d'atteindre une rupture. Il s'agit d'un cisaillement, d'où la nécessité de comparer les résultats oedométriques à des compressions triaxiales.

2.3.2. Loi de fluage courante

Durant la consolidation primaire, il n'est pas possible de distinguer la déformation visqueuse des effets de la dissipation de surpression interstitielle. Le coefficient de compressibilité α_v intègre donc un aspect visqueux difficilement identifiable, et il est souvent approché par la valeur du module élastique (module oedométrique). Lorsque l'E.O.P. est identifié (*cf.* §2.2.1.), le fluage est souvent modélisé par une loi semi-logarithmique de la forme :

$$[\text{eq IV.2}] \quad C_{ae} = \left. \frac{\Delta e}{\Delta \log(t)} \right|_{\Delta u=0}$$

Le coefficient de consolidation secondaire C_{ae} (ou C_{ae} en terme de déformation, ou λ_a en logarithme népérien du temps) est considéré différemment selon les auteurs. Et trois concepts différents existent: (i) constant en fonction de la charge, (ii) avec un rapport C_a / C_c constant (Mesri *et al.*, 1985), (iii) fonction du temps (Yin, 1999). L'hypothèse (iii) d'une évolution du coefficient de consolidation secondaire en fonction du temps aboutit à un fluage non linéaire et remet donc en cause l'utilisation même du coefficient C_{ae} .

2.3.3. Sols normalement consolidés

Singh et Mitchell (1968) ont établi sur des argiles normalement consolidées que le logarithme de la vitesse de déformation diminue avec le logarithme du temps au moyen d'essais triaxiaux drainés et non drainés. La pente $\log \dot{\epsilon}_1 / \log t$ est globalement indépendante du niveau de chargement ; ils ont proposé une relation linéaire entre la vitesse de déformation et la contrainte déviatorique dans le temps :

$$[\text{eq IV.3}] \quad \dot{\varepsilon}_1 = A e^{\alpha \bar{q}} \left(\frac{t_1}{t} \right)^m$$

où $\dot{\varepsilon}_1$ est la vitesse de déformation à l'instant t , \bar{q} est le ratio de la contrainte déviatorique sur la contrainte à la rupture, m est la pente comprise entre 0,7 et 1, t_1 est le temps de référence. A et α sont les paramètres du fluage. Il est intéressant de noter que Murayama *et al.* (1984) ont établi un comportement similaire pour le sable de Toyoura.

2.3.4. Autres lois phénoménologiques

En mécanique des roches, une loi logarithmique linéaire est souvent utilisée pour représenter le fluage primaire et secondaire :

$$[\text{eq IV.4}] \quad \log\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma_c}\right) = A - \log(t)$$

où σ_c correspond au chargement appliqué, et A un paramètre de calage. Une très grande variété de lois de fluage a été exposée dans la littérature pour décrire les résultats expérimentaux. Certains auteurs utilisent des modèles rhéologiques pour décrire le comportement des sols et des roches (*cf.* chapitre VII) ; d'autres formulent les déformations différées sous la forme générale suivante :

$$[\text{eq IV.5}] \quad \varepsilon_d = f(\underline{\underline{\sigma}}, T, t)$$

Avec ε_d la déformation différée, $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes, T la température et t le temps associé. La loi de fluage est souvent simplifiée en une formulation découplée où l'influence des trois variables est définie de manière indépendante (Sulem, 1983):

$$[\text{eq IV.6}] \quad \varepsilon_d = f_1(\underline{\underline{\sigma}}) f_2(T) f_3(t)$$

La difficulté de trouver une fonction d'interpolation qui permette de reproduire le comportement sur de très grands intervalles de temps aboutit à une fonction du temps f_3 qui varie beaucoup selon les auteurs. Sulem (1983) recense les différentes lois proposées pour les roches (granites, gneiss, calcaire, roches salines ou saturées), Pouya (1991) liste de la même façon les lois pour le sel gemme. Il semble néanmoins que la fonction puissance soit la plus adaptée à la modélisation du fluage des roches (Sulem, 1983). Ainsi, Berest (1987) propose une forme générale pour décrire les essais de fluage sous diverses charges dont l'équation est présentée ci-après :

$$[\text{eq IV.7}] \quad \varepsilon_d = A \sigma^\alpha t^\beta$$

Cependant, il est important de noter que ce genre de loi ne décrit que l'essai de fluage, et que l'introduire telle quelle dans une loi rhéologique n'est pas satisfaisant.

2.4. Méthodologie appliquée au fluage de la craie

Afin de proposer une méthodologie d'analyse des courbes de consolidation, nous sommes revenus à une représentation simplifiée, en plaçant l'indice des vides en fonction d'une échelle linéaire du temps. Les déformations sont explicitées en termes d'indice des vides e normé par rapport à l'indice des vides initial e_{0i} , avant application de la charge, afin de pouvoir comparer les paliers entre eux. Nous avons préféré utiliser la fonction puissance qui est celle la plus appliquée et la mieux adaptée. En dépit d'une mésestimation des déformations à long terme (Figure 7), une interpolation par une fonction puissance fournit une bonne simulation. En effet, les indices de corrélation R^2 obtenus sont supérieurs à 0,9 pour la plupart des paliers. Seulement quelques paliers présentent des petites perturbations expérimentales aboutissant à un R^2 supérieurs à 0,8.

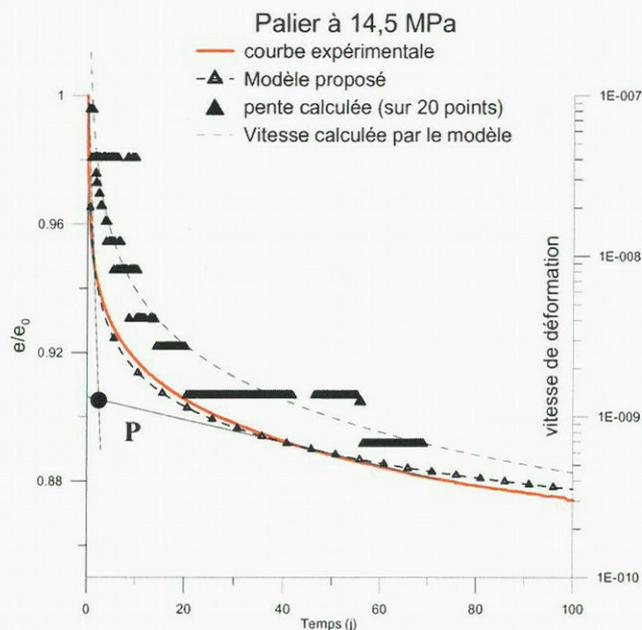


Figure 7 : Comparaison entre vitesse de déformations et vitesse théorique

Les fonctions puissances calculées suivent l'équation ci-dessous:

$$[\text{eq IV.8}] \quad \frac{e}{e_{0i}} = \beta t^{-\alpha} \quad (t > 0)$$

Les paramètres α et β sont les données de la modélisation, β représente les déformations instantanées tandis que α illustre la diffusion des déformations dans le temps en contrôlant la courbure de la relation temps déformations. La Figure 7 montre aussi le bon agrément de la fonction proposée avec la vitesse de déformation déduite des essais. L'interpolation par une fonction puissance, *en sus* de fournir des paramètres explicites pour la comparaison des paliers, s'inspire des modélisations classiques. Cette modélisation simple, dans une représentation logarithmique, se linéarise aisément ([eq IV.9]). Le paramètre α correspond au coefficient de consolidation λ_α de la théorie de Terzaghi, variable en fonction du temps selon Yin (1999).

[eq IV.9] $\lambda_\alpha = e_0 \beta \alpha t^{-\alpha} \xrightarrow{\infty} e_0 \beta \alpha$

L'évolution de α en fonction de la charge appliquée au palier est présentée Figure 8a. Les quantités de déformations différées sont moins importantes en phase pseudo-élastique, et α est donc faible et relativement constant. En phase plastique, de plus en plus de fluage est observé, et par conséquent α augmente. Une linéarisation de l'évolution dans les deux phases permet de trouver une valeur de la contrainte de limite élastique. De même, l'évolution de β est bilinéaire (Figure 8b): très proche de 1 en partie élastique montrant que la déformation instantanée est faible et augmente peu ; puis la déformation instantanée augmente avec des charges croissantes produisant un rapport indice des vides instantané sur indice des vides initial plus important (β). Les évolutions de α et β semblent être intrinsèques, et sont des paramètres élastoplastiques du comportement mécanique du matériau. En effet, les surpressions interstitielles potentiellement générées par des incréments de contrainte croissants ne semblent pas intervenir de manière significative dans son évolution.

De plus, comme nous le verrons plus tard, la craie sèche exhibe un comportement similaire ce qui conforte notre hypothèse selon laquelle les surpressions interstitielles ne jouent pas un rôle prépondérant dans la consolidation observée. C'est pourquoi, nous ne relierons pas à priori α à la perméabilité. Nous pouvons aussi noter Figure 8 que la dispersion des valeurs est plus importante pour β que pour α ; nous pouvons expliquer ceci par le fait que la déformation instantanée est beaucoup plus affectée par le mode de chargement, où l'application de la charge est brutale. D'autre part, les valeurs de α varient successivement au-dessus et en dessous de la droite d'interpolation, ce qui peut s'interpréter par le fait que de la déformation différée est reportée du palier précédent.

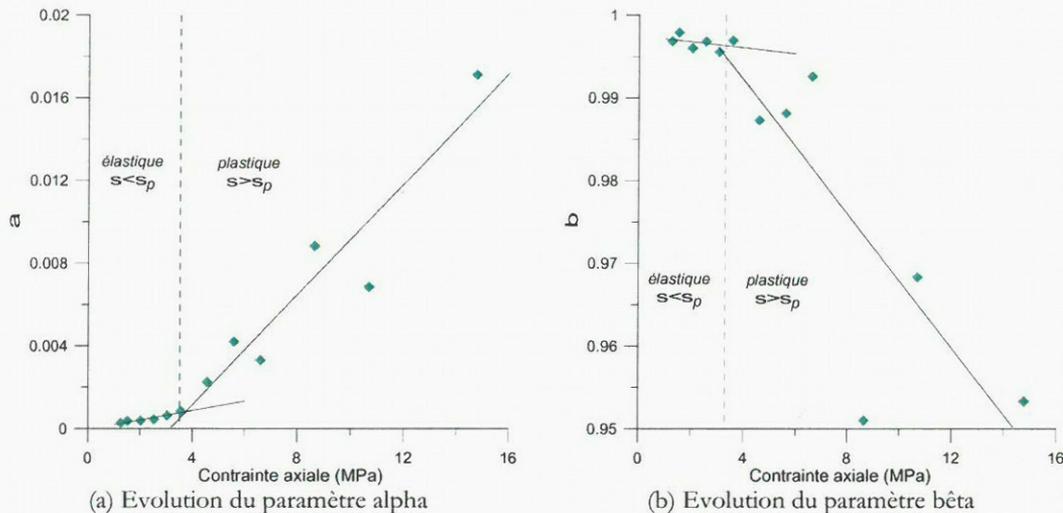


Figure 8 : Evolution des paramètres du modèle en fonction de la contrainte appliquée

2.5. Résultats expérimentaux

2.5.1. Les courbes oedométriques

Au vue des constatations préalables (§2.2), plusieurs attitudes peuvent être envisagées pour construire la courbe oedométrique et définir un point représentatif du palier de chargement en terme de contrainte-déformation. Pour rendre compte au maximum des tassements engendrés pour un palier de charge constante, il est possible d'attribuer la valeur maximale de déformation obtenue. Cependant, celle-ci n'est pas ultime, et ne prend pas en compte les déformations instantanées. De plus, elle varie beaucoup selon la durée des paliers. Comme la méthode de Casagrande, il semble intéressant de relier le point représentatif à la déformation extrapolée à l'infini, afin que la courbe oedométrique déduite matérialise cette part du comportement mécanique. C'est pourquoi, nous avons retenu l'intersection entre la tangente à l'origine et la tangente obtenue à l'infini dans un diagramme linéaire (point P, Figure 7). Les points calculés sur les paliers de chargement sont reportés sur la Figure 9.

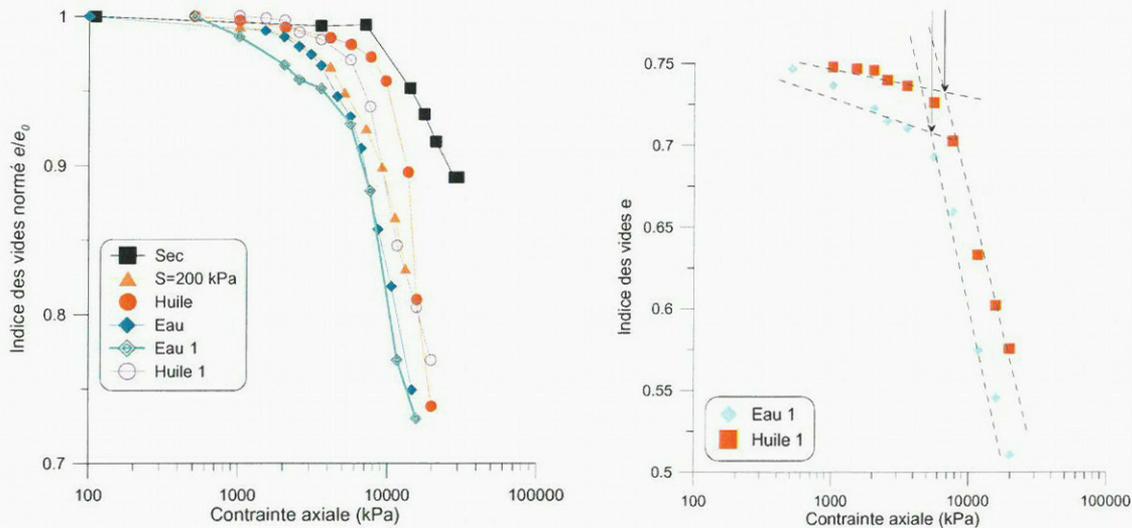


Figure 9 : Courbes oedométriques

Conformément à l'approche du modèle de Barcelone (Alonso *et al.*, 1990 ; Delage *et al.* 1996), et aux résultats précédents (Pasachalk I, 2000 ; De Gennaro *et al.*, 2004) ; nous observons au moyen des essais oedométriques par paliers un affaiblissement du matériau en présence d'eau et selon la succion. Sur la base de la courbe de rétention présentée au chapitre III, nous pouvons associer à la craie saturée d'huile un niveau de succion autour de 1,5 MPa. La contrainte σ_e , qui délimite la partie élastique peu déformante de la partie plastique à fort régime de déformation, augmente avec la succion. Cette contrainte est fonction de la charge maximale subie par la craie, de la cimentation intergranulaire résultant de la diagenèse, des interactions craie fluide(s) et de la vitesse de chargement. C'est pourquoi, nous utiliserons dans la suite le terme de limite élastique σ_e au lieu de contrainte ou pression de pré consolidation utilisée dans les sols. Les valeurs des limites élastiques moyennes sont présentées dans le Tableau 1 ci-dessous. Les rapports entre la limite élastique de la craie sèche et saturée sont du même ordre que les rapports calculés en compression simple (*cf.* chapitre II) et en compression

triaxiale isotrope (cf. chapitre V). Globalement, nous pouvons observer une translation de la limite élastique, sans changements significatifs des coefficients de compressibilités plastiques C_c .

	Limite élastique (kPa)	Rapport	C_c
Eau	4600	2,28	0,29
s=200 kPa	5500	1,90	0,268
Huile	8750	1,2	0,293
Sec	10500	1	---

*L'essai n'est pas entré suffisamment en plasticité pour déterminer l'indice

Tableau 1 : Récapitulatif des valeurs moyennes déterminées

2.5.2. Le fluage oedométrique multiphasique

Outre la possibilité de construire des courbes oedométriques, l'utilisation du modèle puissance ([eq IV.8]) autorise la comparaison des modes de déformations sous charge constante. L'ensemble des valeurs de α est reporté sur la Figure 10. Afin de prendre en compte l'effet du renforcement de la craie dû à la saturation et à la succion, la contrainte axiale appliquée au palier considéré est normée par la valeur de la limite élastique calculée. Cette contrainte normée permet de comparer le fluage au même niveau de surchargement, *i.e.* à la même distance de la limite élastique. Force est de constater que, entrée à un même niveau en plasticité, la craie flue de manière semblable quelque soit la configuration hydrique. Seule la craie sèche montre globalement un fluage moindre. Lorsque la craie est saturée d'eau, d'huile ou d'un mélange des deux, les valeurs de α sont majoritairement centrées autour de deux droites avec une certaine dispersion. Quelques données en phase plastique ($\sigma/\sigma_e > 1$) s'écartent de la droite (points cerclés, Figure 10), le point suivant revient néanmoins au sein du groupe démontrant un report des déformations. Le fluage ne dépend donc que du rapport de la contrainte sur la limite élastique lorsque la craie est saturée. La différence de comportement entre la craie sèche et saturée ou partiellement saturée peut s'interpréter en considérant que les fluides réalisent une lubrification des contacts intergranulaires. Les contacts sont moins frottants du fait de l'adsorption de liquide autour des grains, ce qui rend plus plastique la craie et la rupture moins fragile.

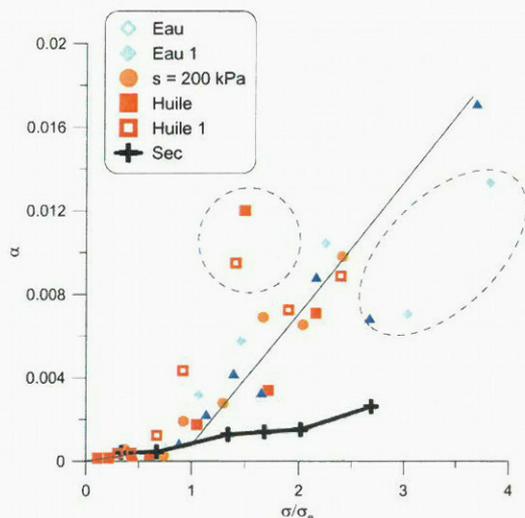


Figure 10 : Mise en évidence du fluage en comportement multiphasique

Ces résultats semblent suggérer que l'effet de la succion se traduit par deux mécanismes distincts : (i) un mécanisme se développant sur une échelle de temps courte influençant la résistance du matériau (écrouissage, augmentation de la limite élastique), et (ii) un mécanisme se développant à plus long terme, dont la succion est la cause, mettant en jeu la réorganisation structurale de la roche et la nature des contact intergranulaires.

2.5.3. L'effondrement de la craie

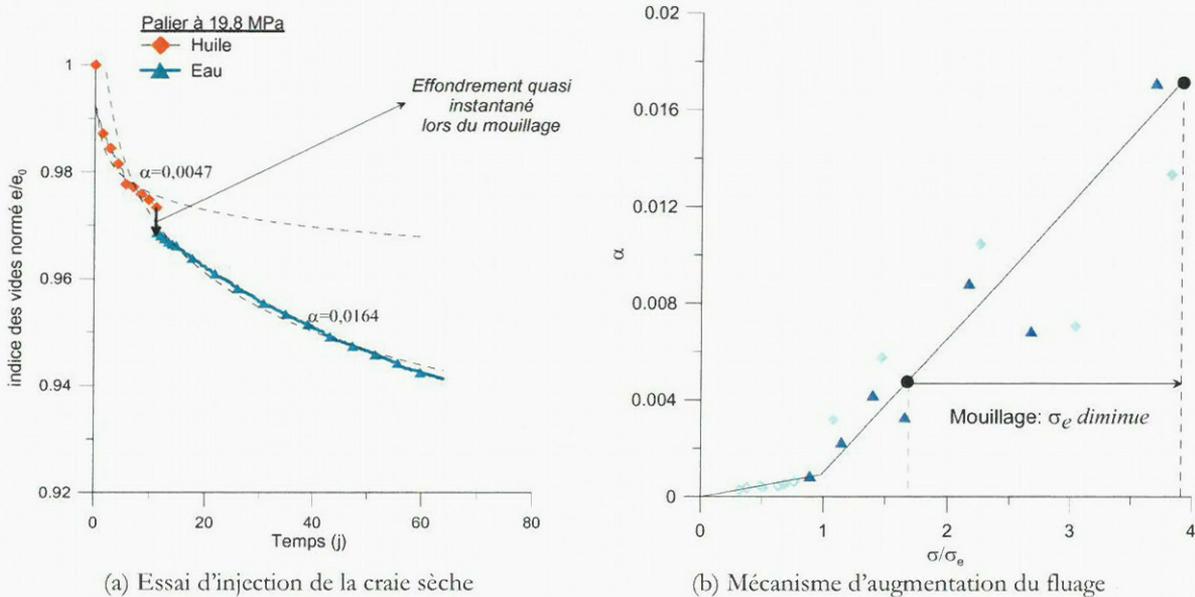


Figure 11 : Essai d'injection d'eau dans la craie saturée d'huile

Un essai d'effondrement a permis de mettre en lumière les constatations précédentes. Sur un palier de l'essai oedométrique à l'huile à 19,8 MPa (en phase viscoplastique), nous avons procédé à une injection d'eau sous faible pression. L'eau s'est infiltrée instantanément et le contrôle final de la saturation a montré que la quantité d'huile restante correspondait à un degré de saturation en huile inférieur à 10%. Dès le début de l'injection d'eau, il se produit un effondrement instantané (Figure 11a), symptomatique de la perte de résistance subite consécutive à la modification de la saturation.

Par ailleurs, le taux de déformation s'est accru, se traduisant par une augmentation de la valeur de α (0,0047 puis 0,0164). Le diagramme de la Figure 11b, obtenu à partir de la Figure 10, nous permet de déterminer la perte de résistance associée à ce phénomène, et de connaître la valeur de la limite élastique du nouveau matériau étudié. L'accroissement de α correspond à un déplacement de la contrainte normée ; comme la contrainte appliquée ne varie pas, ceci est provoqué par une diminution de la limite élastique. La valeur de la limite élastique pour la nouvelle configuration hydrique (90% d'eau) vaut 5100 kPa. Cette valeur supérieure à la limite décelée pour l'eau (4600 kPa) s'explique par deux considérations : d'une part, un peu d'huile subsiste et d'autre part la craie a subi un écrouissage alors qu'elle était saturée d'huile. Le mouillage de la craie engendre un tassement immédiat et l'augmentation de la vitesse de fluage ; car la craie se situe dès lors à une distance supérieure de sa

limite élastique, à un niveau plus élevé de surchargement. L'effondrement de la craie n'est pas uniquement un effet de la variation de la saturation (ou de la succion) mais est aussi le fait d'une augmentation de la viscosité. En effet, l'utilisation de la contrainte normée permet de mettre en évidence que l'accroissement du taux de déformation n'est pas consécutif seulement à la cinétique d'imbibition, il correspond aussi à la perte de résistance de la craie. La distance entre deux courbes établies à deux niveaux de succion différents est comblée par deux mécanismes, d'une part une déformation instantanée irréversible liée à la variation de succion et d'autre part la réactivation à un niveau plus élevé du fluage.

En conclusion, il a été montré que le fluage œdométrique n'est pas couplé avec la succion. L'effondrement associé à l'infiltration d'eau, similaire à celui observé sur les sols non saturés, se prolonge dans le temps concurrentement à une augmentation du fluage due à l'effet affaiblissant de l'eau. Ceci explique le prolongement de la subsidence, à un même rythme de tassement, des plates formes pétrolières après injection d'eau et met en perspective une stabilisation longue du phénomène.

3. ESSAIS A VITESSE DE DEFORMATION CONTROLEE

Afin de quantifier également l'influence du taux de chargement, nous avons procédé à une série d'essais à vitesse de déformations contrôlée. Les résultats sont présentés dans les paragraphes suivants.

3.1. Principe de l'essai

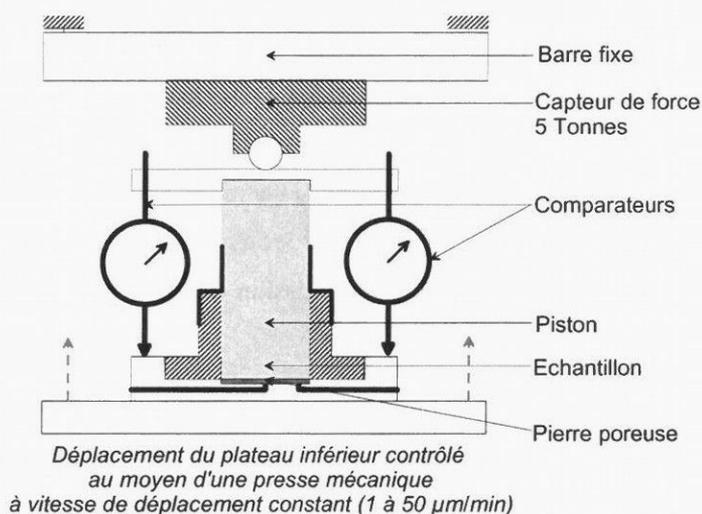


Figure 12 : Schéma du montage de l'essai à vitesse de déformation contrôlée (CRS Test)

L'essai repose sur l'utilisation d'une presse mécanique dont on maîtrise la montée du plateau, et donc la vitesse de déplacement par rapport à une traverse supérieure (Figure 12). Cette traverse rigide permet de contrecarrer la remontée du système et donc applique une force mesurée au moyen d'un

capteur de force. Un piston a été adapté sur une cellule du même type que présentée auparavant. Il permet de placer deux comparateurs de part et d'autre de l'enceinte, donnant ainsi une lecture objective du déplacement de l'échantillon (Figure 13). Ce déplacement corrigé fournit la déformation axiale, et volumique de l'échantillon de craie. Ces données construisent une courbe oedométrique dans le plan $(\log(\sigma), \varepsilon_a)$.



Figure 13 : Photographie du montage expérimental

3.2. Effets de la vitesse de déformations

3.2.1. Effets de la vitesse sur le comportement de la craie multiphasique

Quatre vitesses de remontée du plateau ont été appliquées $1\mu\text{m}/\text{min}$, $5\mu\text{m}/\text{min}$, $10\mu\text{m}/\text{min}$ et $50\mu\text{m}/\text{min}$ aboutissant selon les essais à des vitesses de déformation entre 5.10^{-7} et 5.10^{-5} s^{-1} . Aucune données existaient quant aux vitesses admissibles pour des essais oedométriques sur la craie. Seul un jeu de valeur de vitesse de chargement à l'essai triaxial de révolution est présenté dans la littérature (entre 10^{-3} et $10^{-6} \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$ cf. chapitre V) correspondant à des vitesses de déformations (élastiques ou plastiques) entre 10^{-7} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} . En effet, il est nécessaire d'adopter des vitesses ne générant pas de surpression interstitielle significative. A la vue des constatations précédentes réalisées à l'essai oedométrique par paliers, il semble que la surpression interstitielle ne soit pas significative dans le cadre de chargement brusque par paliers. Afin de valider les essais réalisés dans la gamme de vitesse ; une comparaison avec la craie sèche, non sujette à la pression interstitielle, a été menée. Les résultats typiques sont présentés Figure 14a et Figure 14b.

D'une part, il apparaît clairement une dépendance de la limite élastique en fonction de la saturation et de la succion (Figure 14a). Nous retrouvons ici les résultats établis par paliers, et les effets de la mouillabilité du fluide saturant sur le comportement de la craie : la Figure 14a montre un bon ordonnancement, la craie saturée d'eau est moins résistante que la craie saturée d'huile et que la craie sèche. L'essai à succion 200 kPa (à saturation intermédiaire) s'insère relativement bien entre les comportements extrêmes à l'eau et à l'huile. L'essai à l'huile présente un comportement pseudo-

élastique distinctif, imputable vraisemblablement à un mauvais ajustement de l'échantillon à la cellule oedométrique.

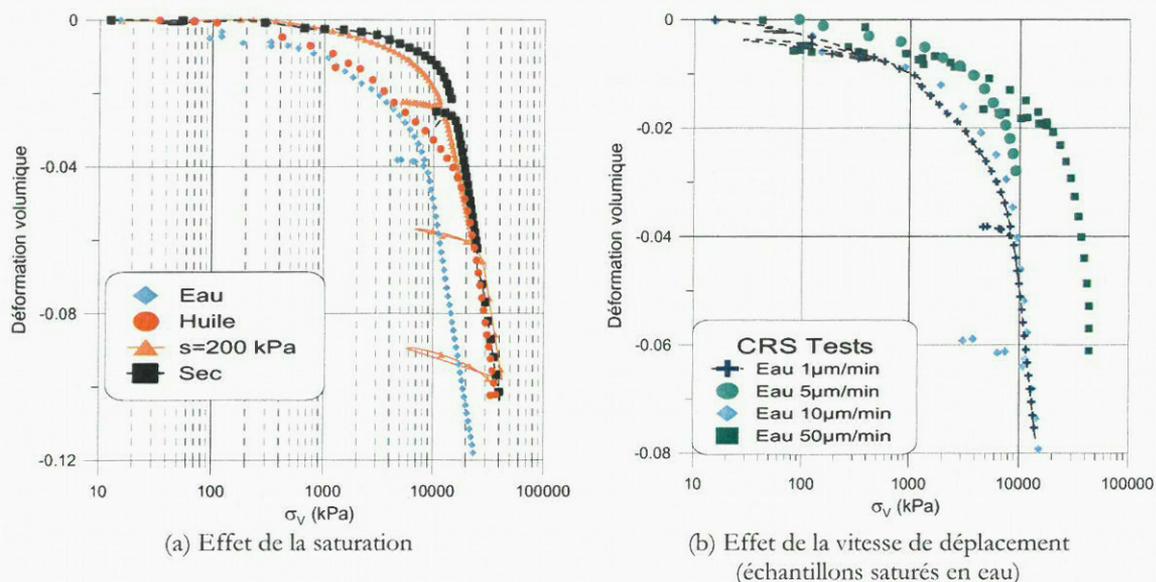


Figure 14 : Résultats typiques des essais oedométriques CRS

D'autre part, la Figure 14b regroupe des essais saturés en eau pour différentes vitesses de déplacement, montrant un étalement des courbes en fonction du taux de déformation. La limite élastique varie par conséquent en fonction de la vitesse de déformation sans que le mode de comportement soit significativement modifié. Nous pouvons observer les évolutions de la limite élastique en fonction du taux de déformations sur la Figure 15. Les valeurs des limites élastiques déterminées par paliers y sont aussi reportées, en considérant la vitesse de déformation totale lors de l'essai (déformation maximale rapportée à la durée total de l'essai).

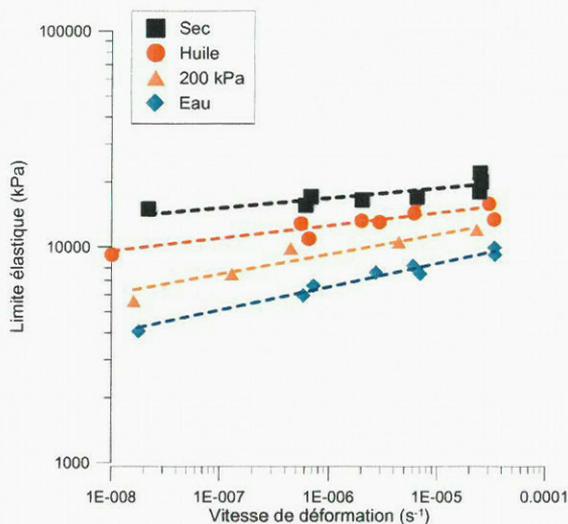


Figure 15 : Evolution de la limite élastique en fonction de la vitesse de déformation

Nous pouvons noter un bon agrément entre les différentes valeurs (essai CRS et par paliers) et un accroissement de la contrainte avec la vitesse et ce dans toutes les configurations hydriques : eau,

huile, sec, avec une succion eau/huile établie (200 kPa). Il s'agit donc d'une translation de la courbe (σ'_a/ε_a) et l'écart entre deux courbes établies pour deux vitesses différentes reste globalement constant. Nous retrouvons un effet bien établi pour les argiles. Leroueil *et al.* (1985) ont réalisé une série d'essais oedométriques sur diverses argiles à différentes vitesses de déformation et ont mis en évidence une relation unique entre la contrainte effective axiale (σ'_p), la déformation axiale (ε_1) et la vitesse de déformation axiale ($\dot{\varepsilon}_1$). Ce type de modèle rhéologique associant à chaque vitesse une courbe de compression ('*isotach*' model) a été proposé à l'origine par Suklje (1957) et confirmé entre autre par Lowe (1974) et Imai (1995). Leroueil *et al.* ont établi que cette relation ($\sigma'_p, \varepsilon_1, \dot{\varepsilon}_1$) se traduit par deux courbes : une relie la contrainte de préconsolidation σ'_p à la vitesse de déformation ; l'autre courbe présente la contrainte effective axiale normalisée en fonction des déformations axiales et montre que le rapport entre la contrainte de préconsolidation et la contrainte appliquée dépendent uniquement du niveau de déformation et demeure constant quelque soit la vitesse de déformation. La droite de Leroueil *et al.* (1985) ([eq IV.10]) a été appliquée et présente une bonne reproduction des effets de la vitesse sur la limite élastique de la craie de Lixhe (Figure 15)

$$[\text{eq IV.10}] \quad \log(\sigma'_p) = A + \frac{1}{m'} \log(\dot{\varepsilon}_1) \quad \text{et} \quad \frac{\sigma'_1}{\sigma'_p}(\dot{\varepsilon}_1) = g(\varepsilon_1)$$

Le tableau ci-dessous rassemble les paramètres des droites calculées selon la configuration hydrique dans laquelle se trouve la craie.

	A	1/m'	m'	Rapport
Eau	4,462	0,108	9,25	2,44
s=200 kPa	4,516	0,092	10,9	2,04
Huile	4,451	0,060	16,66	1,33
Sec	4,499	0,045	22,2	1

Tableau 2 : Valeurs des paramètres de la loi de Leroueil (1985)

La grandeur A est raisonnablement constante, et vaut en moyenne 4,482 avec un écart type de 0,030. De fait, le paramètre m' varie en fonction de la configuration hydrique. A représente la limite élastique du matériau pour une vitesse fictive de 1 s^{-1} , soit 100% de déformation en une seconde. Cette vitesse correspond à un choc, et la loi ([eq IV.10]) ne saurait être appliquée en dehors de la gamme d'étude. Cependant, ceci montre que la craie tend à posséder la même valeur de limite élastique quelque soit sa configuration hydrique. L'effet de l'augmentation de la vitesse estompe les effets du fluide, ou de la succion. C'est pourquoi, nous observons des valeurs différentes de la pente m' en fonction de la nature hydrique, ceci se traduit par un resserrement de la relation limite élastique succion (comme illustré sur la Figure 16). La variation du paramètre m' ne dépend pas de la génération de surpression interstitielle, et correspond bien plus à un comportement intrinsèque de la craie.

Le coefficient m' a été montré égal au rapport $C_c/C_{\alpha e}$ pour les argiles (Mesri *et al.* 1995), ce que nous ne pouvons pas établir pour la craie. Néanmoins, les valeurs mesurées de m' , entre 9 et 22,

placent la craie parmi les tourbes (pour les argiles, m' varie entre 33 et 100). Il est intéressant de noter que le rapport entre m' pour un état saturé et m' sec (Tableau 2) est très similaire au rapport existant entre les limites élastiques (Tableau 1). La pente de la relation de Leroueil explicitant les effets de la vitesse est distribuée en fonction du fluide et de la succion de la même manière que la limite élastique. L'augmentation de la vitesse, dans la gamme d'étude, modifie l'influence des fluides ; les interactions physico-chimiques ont moins le temps d'agir sur le comportement mécanique de la craie et l'influence du fluide s'estompent. Dans un espace $(\sigma, s, \dot{\epsilon})$, la relation entre la limite élastique et la succion se transforme progressivement en une droite (Figure 16). Des précautions semblent donc nécessaires quant à l'étude du comportement multiphasique de la craie, et il apparaît dangereux de comparer des résultats effectués pour diverses vitesses de déformation. La vitesse modifie donc le potentiel d'effondrement. Pour conclure, nous avons montré que l'affaiblissement de la craie est dépendant de la succion et de la vitesse de déformation, de fort taux de chargement minimisant les effets de l'eau. Cependant, ceci n'est pas le fait d'une différence de sensibilité à la vitesse, mais intrinsèque car dû aux effets du temps dans la réorganisation du squelette solide et dans la lubrification des contacts intergranulaires.

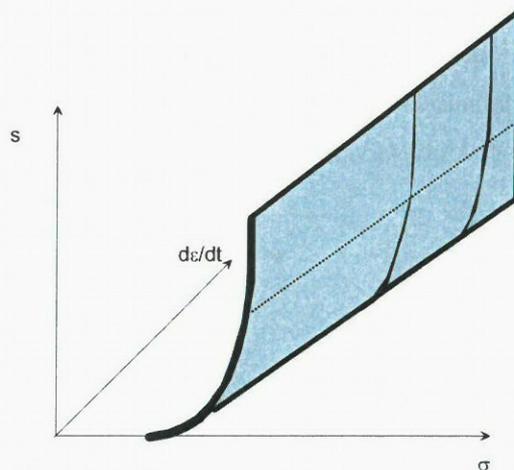


Figure 16 : Effet de la vitesse sur la relation succion vs limite élastique

3.2.2. Paramètres mécaniques

En phase plastique et en phase élastique, nous avons déterminé dans tous les configurations de saturation le coefficient de compression C_c et le coefficient l'indice de gonflement C_s . Le coefficient C_c (λ en utilisant le logarithme népérien) définit pour l'essai œdométrique l'écroutissage du matériau. La Figure 17 présente l'évolution de ces paramètres. Nous avons calculé en conformité avec la norme l'indice de gonflement sur les boucles d'hystérésis de déchargement rechargement, ce qui n'est pas possible pour les essais par paliers. Aucune tendance ne semble se dégager des Figure 17a et Figure 17b ; et de manière générale, les coefficients peuvent être considérés comme indépendants de la vitesse. Notons aussi, pour conclure, que les valeurs moyennes déterminées sur les essais à vitesse de déformation contrôlée sont similaires à celles calculées sur les essais par paliers. La vitesse produit

donc une translation de la courbe œdométrique sans en modifier l'allure ; les comportements élastique et plastique à l'œdomètre ne sont pas modifiés par un accroissement de la vitesse de déformation.

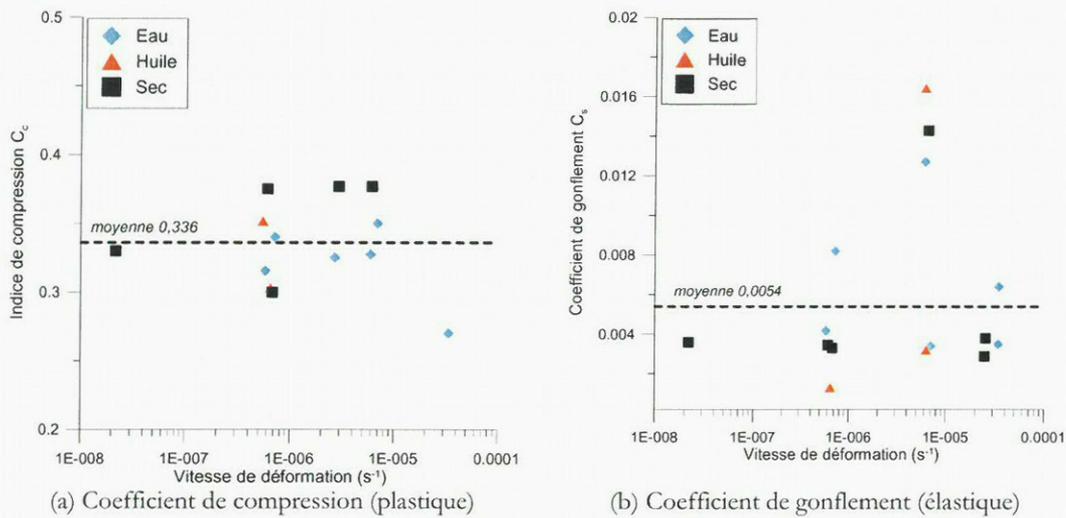


Figure 17 : Coefficient de gonflement et de compression en fonction de la vitesse de déformation

Les coefficients de gonflement et de compression paraissent bien plus affectés par la densité de la craie, et présentent malgré un meilleur ordonnancement en fonction de la porosité (Figure 18). Une densité plus faible de la craie, quelque soit la saturation, semble engendrer plus de déformations plastiques de compression, matérialisées par un coefficient de compression plus important. Cette constatation est en bon accord avec les observations de la littérature (*cf.* chapitre I).

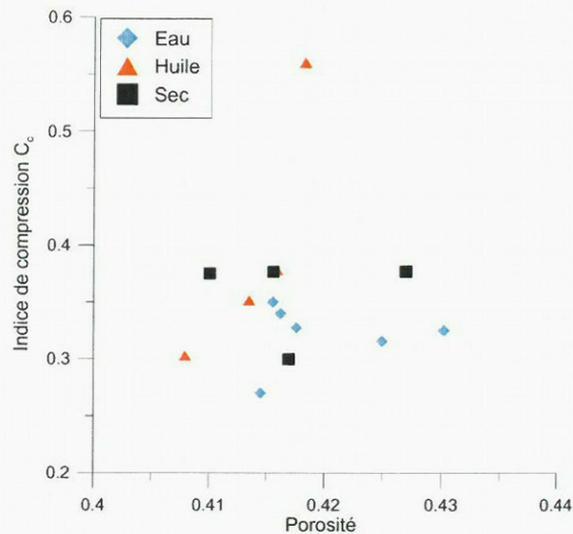


Figure 18 : Influence de la densité sur le comportement œdométrique

3.2.3. Autres effets observés

a. Effets du changement de taux de déformation

Après avoir clairement déterminé la limite élastique ainsi que les coefficients de compression, nous avons réalisés des changements de vitesse de déformation sur l'ensemble des essais ; deux essais représentatifs des résultats obtenus sont présentés dans ce paragraphe. La Figure 19 met en évidence

les effets temporaires d'une variation de vitesse, étudiés à l'aide d'un essai saturé d'huile (essai TS15) où la vitesse de déplacement de 50 $\mu\text{m}/\text{min}$ a été réduite à 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ avant de reprendre sa valeur initiale après fluage. Tout d'abord, nous pouvons remarquer une relaxation de l'échantillon lors de la diminution soudaine de vitesse. La courbe rejoint un niveau inférieur en terme de courbe contrainte déformation. Après la relaxation, la courbe établie à 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ semble rejoindre la courbe extrapolant le comportement initial établi à 50 $\mu\text{m}/\text{min}$. Contrairement aux essais à vitesse de chargement contrôlée, l'utilisation d'une vitesse de déformation ne peut pas mettre en évidence une augmentation de la déformation, suite à un changement de taux, afin de rejoindre la courbe à vitesse inférieure (et donc une enveloppe avec une limite élastique moindre). En effet, le coefficient de compression est inférieur pour la vitesse de 1 $\mu\text{m}/\text{min}$, ce qui démontre une augmentation de la raideur ; pour autant, le comportement à 50 $\mu\text{m}/\text{min}$ a-t-il été suffisamment caractérisé et la rigidification n'est-elle pas qu'une conséquence du niveau de chargement ?

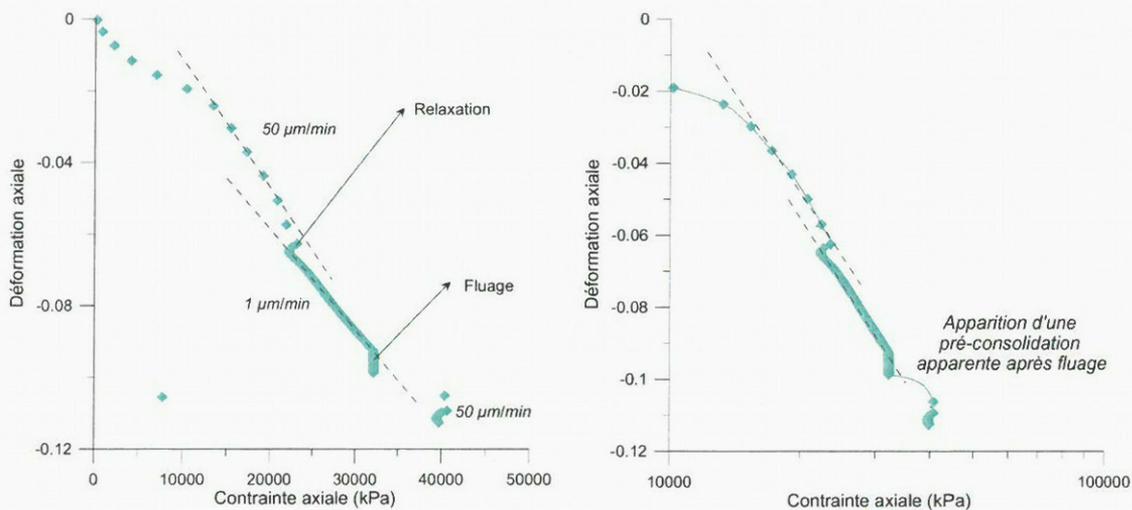


Figure 19 : Effets du changement de taux et du fluage

L'augmentation de la vitesse dans la phase plastique de 1 à 50 $\mu\text{m}/\text{min}$, sur un échantillon à succion 200 kPa (Figure 20, essai *Suc1*), produit un déplacement de la courbe effort déformation établi à la vitesse inférieure. Ce dépassement, observé tant pour la craie saturée, pour la craie multiphasique (Figure 20) que sur la craie sèche, est transitoire car la courbe rejoint la courbe.

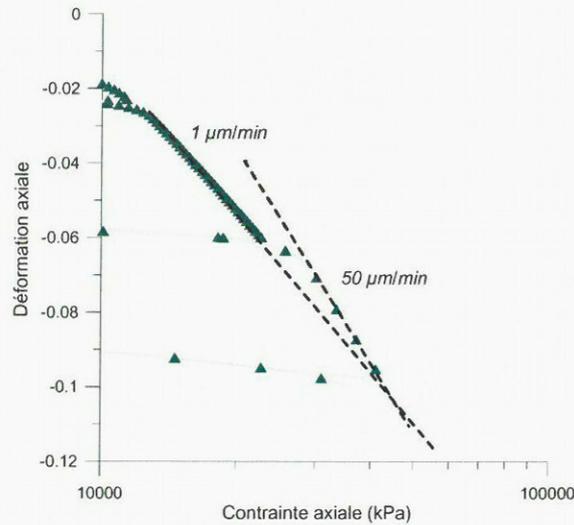


Figure 20 : Mise en évidence des effets de l'accroissement de la vitesse (de 1 à 50 µm/min)

b. Effets cumulés : infiltration d'eau sur un échantillon sec

Un essai d'infiltration d'eau sur un échantillon sec a été réalisé de la façon suivante. L'échantillon sec a été préalablement chargé à une vitesse de 50 µm/min, afin de caractériser le comportement plastique ($C_c = 0,3$). L'échantillon sec est chargé jusqu'à la contrainte axiale de 38MPa, et ensuite déchargé jusqu'à 2 000 kPa. L'échantillon est injecté d'eau par le fond de la cellule lors d'un déchargement, et à nouveau chargé lorsque l'équivalent de trois volumes poreux d'eau sont sortis par le haut. Le même taux de déplacement est conservé après le mouillage de la craie. La vitesse de déformation en phase plastique est quasiment identique avant (échantillon sec, $2,44 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) et après mouillage (échantillon mouillé, $2,14 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$).

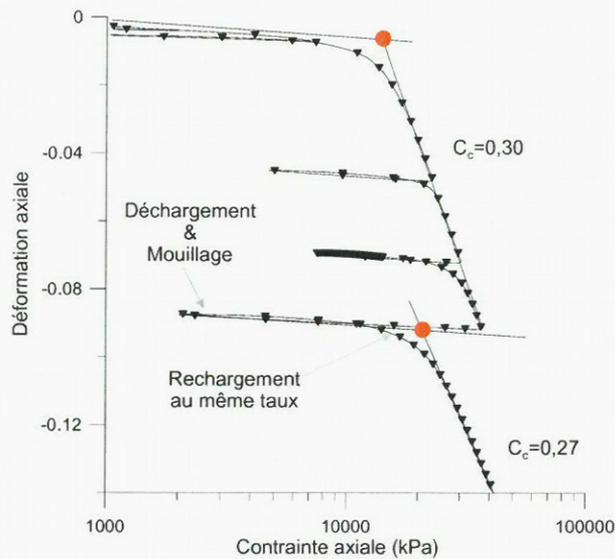


Figure 21 : Essais d'infiltration sur un échantillon sec à 50 µm/min

L'échantillon, saturé d'eau et sollicité à nouveau, exhibe une limite élastique apparente largement inférieure à 38 MPa. La différence est significative et corrobore les précédentes conclusions sur l'effet

affaiblissant de l'eau. Le rapport entre la limite élastique apparente (20MPa) à l'eau et le niveau de consolidation sec (38 MPa) correspond bien avec ceux établis à même vitesse (Figure 15). Cet essai montre l'effet affaiblissant de l'eau quelque soit le niveau d'écroutissage du matériau, et montre la translation de la relation entre la limite élastique et les fluides par écroutissage mécanique sans modification des paramètres mécaniques (C_c). Nous avons observé globalement une translation par l'entremise de la limite élastique du comportement mécanique oedométrique dû aux fluides.

3.3. Adaptation pour l'étude du fluage

Nous avons complété le dispositif expérimental de la Figure 12 par un système de contrôle de la charge appliquée, permettant de maintenir la charge constante par un asservissement du plateau inférieur, de manière à compenser le tassement de la craie. Ce développement a été effectué en vue d'étudier les effets cumulés de la vitesse et du fluage. La Figure 22 illustre le type d'essai réalisé ; nous avons amené la craie dans différentes configurations hydriques jusqu'au niveau de chargement désiré à vitesse de déformation imposée, puis la charge a été maintenue pendant un mois afin de calculer de manière satisfaisante les paramètres α et β du modèle phénoménologique de fluage ([eq IV.8]). 8 essais ont été effectués pour différentes vitesses, et le fluage a été étudié à divers niveaux de surchargement (rapport entre la contrainte appliquée et la limite élastique).

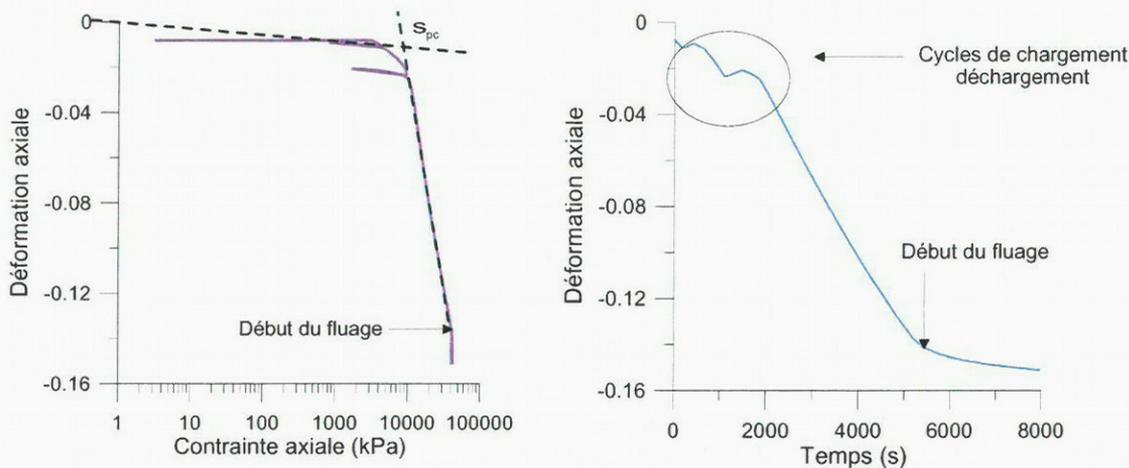


Figure 22 : Fluage après chargement à vitesse de déformation constante

L'augmentation du taux de déformation provoque un accroissement de la limite élastique ; et, comme pour la mouillabilité, il est nécessaire de rapporter la contrainte appliquée lors du fluage à la contrainte limite élastique. L'ensemble des valeurs de α déduite est présenté sur la Figure 23 en fonction du rapport σ/σ_e . Deux tendances y sont observables : celle de la craie sèche et celle du matériau saturé. Tandis que pour un même niveau de chargement le chargement à un taux de déformation constant ne semble pas modifier le comportement visqueux et la vitesse de fluage (α) ; les essais secs montrent une augmentation croissante de la vitesse de fluage avec la vitesse de déformation précédant. Ceci est d'autant plus notable que l'essai sec par paliers présente des valeurs de α plus faibles que celles des

essais saturés (matérialisé sur la Figure 22 par la droite dite *limite sèche*). Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que, lors du chargement à taux de déformation imposé, la craie sèche accumule de l'énergie et de la déformation visqueuse en retard qui se libèrent lorsque l'on arrête le chargement pour passer en phase de fluage. Cette libération peut provoquer de la microfissuration, et la rupture des contacts entre les grains, engendrant plus de déformation différée. En revanche, pour la craie saturée, les déformations différées ne semblent pas être affectées par la vitesse de déformation préalable, car les valeurs de α demeurent au sein de l'enveloppe limite définie par les essais par paliers. Le fluide saturant semble lubrifier les contacts entre les grains en permettant plus de déformations visqueuses mais aussi en répondant plus facilement à l'accroissement de la vitesse de déformation. Les contacts sont moins frottants et accumulent moins d'énergie dans le cas saturé, ne reportant pas de déformations en phase de fluage. En conclusion, l'augmentation de la limite élastique par la vitesse n'affecte pas significativement le mode de comportement visqueux, mis à part pour la craie sèche ; le niveau de surchargement demeure le paramètre déterminant qui explique le niveau de fluage.

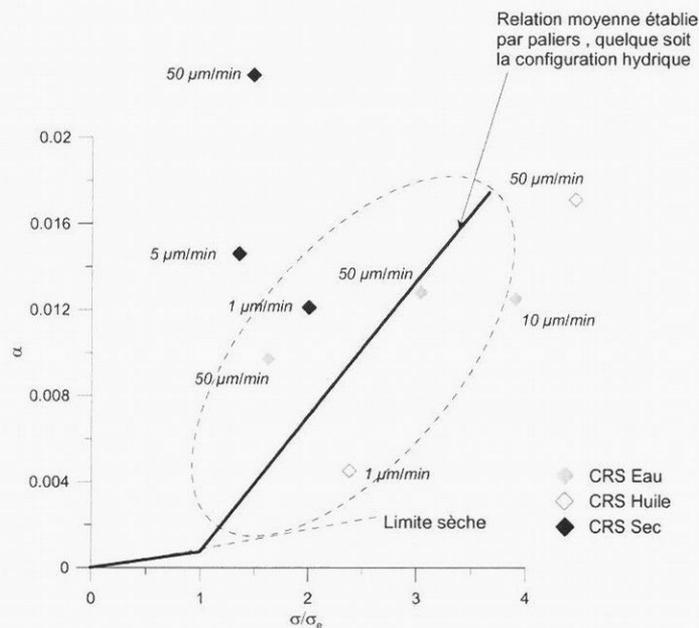


Figure 23 : Effet de la vitesse sur le fluage (paramètre α)

4. ESSAIS DE COMPRESSION SIMPLE

4.1. Descriptif du montage expérimental

L'essai de compression uniaxial est l'essai le plus utilisé en mécanique des roches pour identifier les comportements visqueux. Il s'agit d'un essai simple, facilement interprétable, dont l'application concerne principalement les géomatériaux peu déformables et cohésifs. L'essai consiste en l'application à une éprouvette (en général cylindrique, à l'exception de Li & Xia 2000 qui ont utilisé des éprouvettes parallélépipédiques) d'une contrainte axiale sans confinement radial. Comme, dans le cas de l'essai oedométrique de fluage, une adaptation consiste à faire subir à l'échantillon une série de

paliers de chargement afin de mettre en évidence la déformation visqueuse à forte composante déviatorique. Les essais ont été réalisés au sein de la section de mécanique des roches du LCPC Paris, sur des bâtis où le chargement est appliqué par un système de bras de levier multiples..

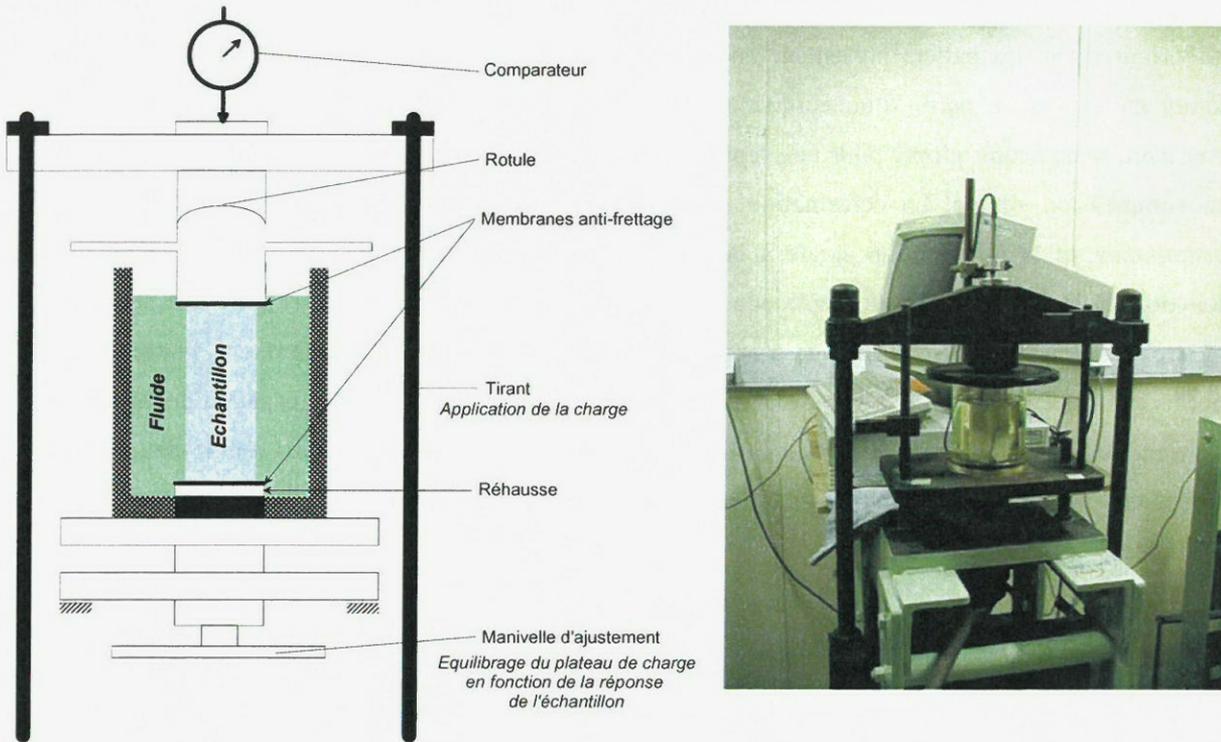


Figure 24 : Schéma du montage de l'essai de fluage en compression simple

Le rapport multiplicateur du système est de l'ordre de 100. Des étalonnages précis et adaptés à la course maximale selon les fluides interstitiels ont été réalisés à l'aide d'un capteur de force précis au kN près et les rapports multiplicateurs oscillent entre 97 et 99. L'éprouvette est comprimée verticalement entre deux plateaux : le plateau inférieur étant fixe (lié au bâti), le plateau supérieur appliquant la charge en se déplaçant (voir Figure 24). Une enceinte remplie du fluide saturant permet de maintenir la saturation lors de l'essai, et la température est maintenue constante (20°C) dans la pièce à l'aide d'un climatiseur. Dans le cas de l'eau, afin d'éviter toute dissolution chimique, la solution est saturée par introduction d'une poudre de craie dans le fond de l'enceinte. La présence de l'enceinte a rendu impossible la mesure des déformations radiales lors de l'essai. La mesure de la déformation axiale est assurée par un capteur micrométrique placé sur l'axe supérieur. La valeur de la déformation est déduite par calcul, après retranchement des déformations propres du système (bâti, réhausse, contacts divers). Les étalonnages en déformation ont été effectués à l'aide d'un échantillon d'acier, de module élastique connu.

4.2. Mise en évidence du fluage déviatorique

Le système ne permet pas le contrôle de la succion, et trois essais ont été effectués dans chacun des cas de saturation : saturé en eau, saturé en huile et sec. A l'instar des essais oedométriques par paliers, Les

lois de chargement varient selon la configuration hydrique du matériau. La Figure 25 présente l'évolution de la déformation axiale en fonction de la durée d'application de la contrainte axiale pour un essai saturé en huile, l'essai huile 2. La quantité de déformation différée est très faible quelque soit la contrainte appliquée, pour tous les échantillons (saturé en huile, saturé en eau, et sec). Majoritairement, les paliers présentent une stabilisation rapide de la déformation, sauf dans le cas saturé en eau où, à partir d'un certain niveau de contrainte, le fluage devient significatif. C'est pourquoi, nous avons adopté pour une représentation différente afin de mettre en valeur des résultats en compression simple. La déformation axiale mesurée juste après application de la charge, dite *instantanée*, et la déformation axiale à la fin de la stabilisation, dite de *fluage*, sont reportées en fonction de la contrainte axiale appliquée lors du palier. Cette représentation (Figure 26) permet de mettre en valeur les effets différés et d'apprécier le fluage tertiaire. Le fluage tertiaire, phase où l'on observe une accélération de la vitesse de déformation consécutivement à la propagation de la rupture, survient soudainement et le zoom sur la Figure 25 montre une propagation très rapide des fissures. Celles-ci sont majoritairement longitudinales, ce qui démontre la bonne qualité du dispositif anti-fretage.

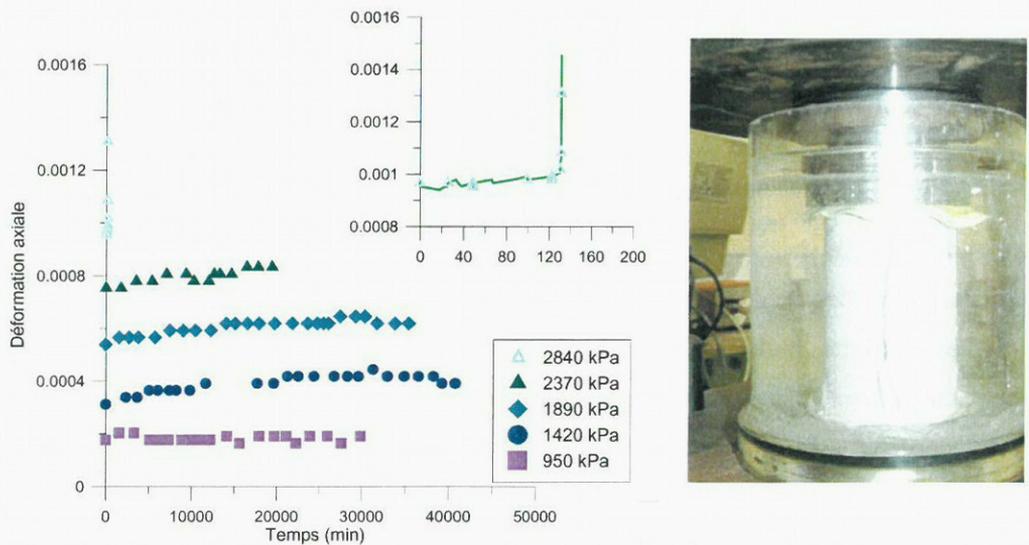
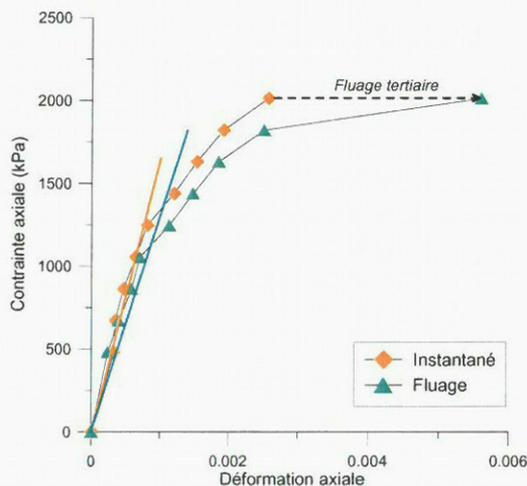


Figure 25 : Evolutions de la déformation axiale en fonction du temps (essai huile 2)

La Figure 26 met en exergue l'apparition du fluage pour la craie saturée en eau ; en effet, un décrochement entre les deux courbes (instantané et après fluage) est notable à 1250 kPa, signifiant que la déformation est différée pendant la durée du palier de contrainte. Cet écart croît légèrement ensuite en fonction de l'accroissement de la contrainte pour aboutir à la rupture à 2042 kPa. La déformation axiale déviatorique s'avère donc dépendante du temps pour la craie saturée d'eau, ce qui n'a été pas observé pour la craie sèche et la craie saturée d'huile. En effet, le déclenchement du fluage, qui se traduit par le rapport entre la contrainte d'apparition du fluage et la contrainte à la rupture, est inexistant en dehors du cas de l'eau (Tableau 3). L'essai *Eau 3* a été effectué suivant une procédure différente des précédents : au lieu de charger la craie par paliers successifs jusqu'à la rupture, nous

avons voulu placer directement l'échantillon à un niveau supérieur au déclenchement du fluage (0,7*2000=1400 kPa) afin d'étudier et d'isoler l'évolution du fluage. Cet essai ne présente pas de fluage, cependant nous pouvons remarquer que la rupture semble être survenue à un niveau faible 1420 kPa (2000 kPa, pour les autres essais). Malheureusement, probablement du fait d'un chargement trop brutal, l'échantillon s'est brisé quasi à l'application de la charge. Ceci se traduit aussi par un module d'Young déterminé très supérieur (3500 MPa). Globalement, le fluage devient significatif pour l'air et l'huile uniquement lorsqu'il s'agit du fluage tertiaire. Il est néanmoins nécessaire de remarquer que la contrainte à la rupture est plus faible que celle déterminée par l'essai classique (*i.e.* à vitesse de chargement constante). La rupture moyenne vaut 2000 kPa pour l'eau (hors essai 3), 3350 kPa pour l'huile, et 4800 pour la craie sèche. Le rapport entre la contrainte à la rupture mesurée par paliers et celle déterminée par l'essai classique vaut 0,8 (sec), 0,83 (huile) et 0,72 (eau).



Essai	amorce	Rupture (kPa)	Module inst (MPa)
Eau1	62%	2042	1700
Eau 2	50%	1917	1800
Eau 3	100%	1422	3500
Huile 3	100%	2350	9000
Huile2	100%	2840	3200
Huile 1	100 %	4900	2300
Sec 1	87%	3800	1700
Sec 2	100%	5500	6200
Sec 3	100%	5200	5600

Figure 26 Apparition du fluage et modification du module d'Young (essai eau 1)

Tableau 3 Récapitulatif des valeurs des essais de fluage en compression simple

La diminution de la résistance à la compression démontre un effet de la vitesse, l'effet de la viscosité sur le comportement déviatorique de la craie. Cet effet semble d'autant plus marqué pour la craie saturée d'eau qui exhibe plus de fluage. Il faut donc considérer que l'enveloppe de rupture fragile de la craie est faiblement dépendante du temps pour la craie saturée d'eau; et, qu'à l'instar de l'essai œdométrique, une faible viscoélasticité apparaît en deçà de la limite élastique.

5. CONCLUSION

Les essais oedométriques et de compression simple, où le chargement est appliqué par paliers, ont tout d'abord permis de mettre en évidence une faible vitesse de fluage de la déformation volumique ou déviatorique dans le domaine élastique. Les essais à vitesse de déformation constante ont d'autre part montré que la limite élastique est dépendante du taux de déformation. L'effet affaiblissant de l'eau a été montré quelque soit le mode de chargement. La succion permet de prendre en compte l'effet de la saturation et les essais à succion contrôlée ont exhibé un comportement intermédiaire entre ceux à l'eau et à l'huile. Cependant, cette perte de résistance ne semble pas affecter le mode de comportement et nous avons pu observer une translation des courbes efforts déformations *via* la limite élastique. Par ailleurs, la nature du fluide saturant ne modifie pas le comportement visqueux ; la différence de sensibilité à la vitesse de déformation s'explique davantage par un effet intrinsèque de la vitesse. En effet, plus le matériau se déforme rapidement; moins les fluides peuvent jouer un rôle dans le comportement. Enfin, il a été montré que le fluage varie uniquement en fonction du surchargement, c'est-à-dire du rapport entre la charge appliquée et la limite élastique, la vitesse de déformation précédant le fluage et la succion modifiant uniquement la limite élastique et pas le fluage. Ce dernier point se traduit par une réactivation du fluage lors de l'infiltration d'eau de la craie saturée d'huile. L'effondrement associé au mouillage de la craie par l'eau, similaire à celui observé sur les sols non saturés, se prolonge au cours du temps en une phase accentuée de fluage due à l'effet affaiblissant de l'eau. Ces phénomènes sont très préjudiciables pour les réservoirs pétroliers soumis à l'injection d'eau, et laissent entrevoir un taux de subsidence élevé prolongé dans le temps.

Chapitre V.

COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA CRAIE DE LIXHE

Essais triaxiaux

*« De nos jours tout le monde a forcément, à un moment
ou à un autre de sa vie, l'impression d'être un raté »
Michel Houellebecq. Extrait de Extension du domaine de la lutte"*

Précédemment, le comportement mécanique différé de la craie multiphasique a été étudié au moyen d'expériences unidimensionnelles, l'oedomètre et la compression uniaxiale. Cependant, malgré son intérêt pour la compréhension du comportement de massifs ou de piliers de carrières en compression, cette étude ne saurait être complète sans une extension au comportement tridimensionnel axisymétrique. Celle-ci a été effectuée au moyen d'une cellule triaxiale haute pression dotée du contrôle de la succion eau-huile. Le couplage multiphasique entre le niveau de succion (et donc de la saturation) de la craie de Lixhe et sa déformabilité a ainsi pu être mis en évidence. La relation entre le comportement saturé en eau et saturé en huile a été expliquée et l'évolution entre ces deux états étudiée au moyen d'essais à différents niveaux de succion. Le dispositif expérimental sera tout d'abord présenté.

1 DESCRIPTIF DU MONTAGE EXPERIMENTAL

1.1. La cellule triaxiale Géodesign

Les essais triaxiaux ont été réalisés au sein d'une cellule triaxiale haute pression, auto-compensée Géodesign[®]. La pression radiale ($\sigma_2 = \sigma_3$) est contrôlée par la pression de l'huile végétale emplissant la chambre de confinement. Une connexion entre la chambre de confinement latéral et la chambre d'auto-compensation permet d'appliquer la même pression axialement par le jeu des surfaces A et B (Figure 1). Lors d'essais déviatoriques, la force appliquée par le piston dans la direction axiale est directement proportionnelle à la contrainte déviatorique ($\sigma_1 - \sigma_3$). La cellule est asservie au moyen de deux contrôleurs de pression volume (GDS) fonctionnant à l'aide de moteurs pas à pas. Le GDS relié à la chambre de confinement permet d'atteindre des contraintes de 64 MPa, tandis que le GDS (32 MPa) appliquant la pression d'eau au piston peut générer des contraintes déviatoriques de l'ordre de 96 MPa pour un échantillon de 36 mm de diamètre. Le frottement du piston dans son enceinte est déterminé avant chaque essai et varie entre 60 et 100 kPa. Ces hautes pressions sont nécessaires pour l'étude de la craie qui est une roche tendre, relativement rigide (cf. chapitre II). Les échantillons d'éclatement supérieur à 2 sont placés à l'intérieur d'une membrane en néoprène imperméable, les isolant ainsi de

l'huile de confinement. L'huile végétale a été préférée à l'eau pour sa faible conductibilité électrique afin de ne pas perturber les capteurs de mesure des déplacements (§ 1.1.3). Le drainage de l'échantillon est facilité par la disposition de papiers filtres sur les pierres poreuses et sur la surface latérale de l'échantillon afin de diminuer la distance de drainage, égale au rayon.

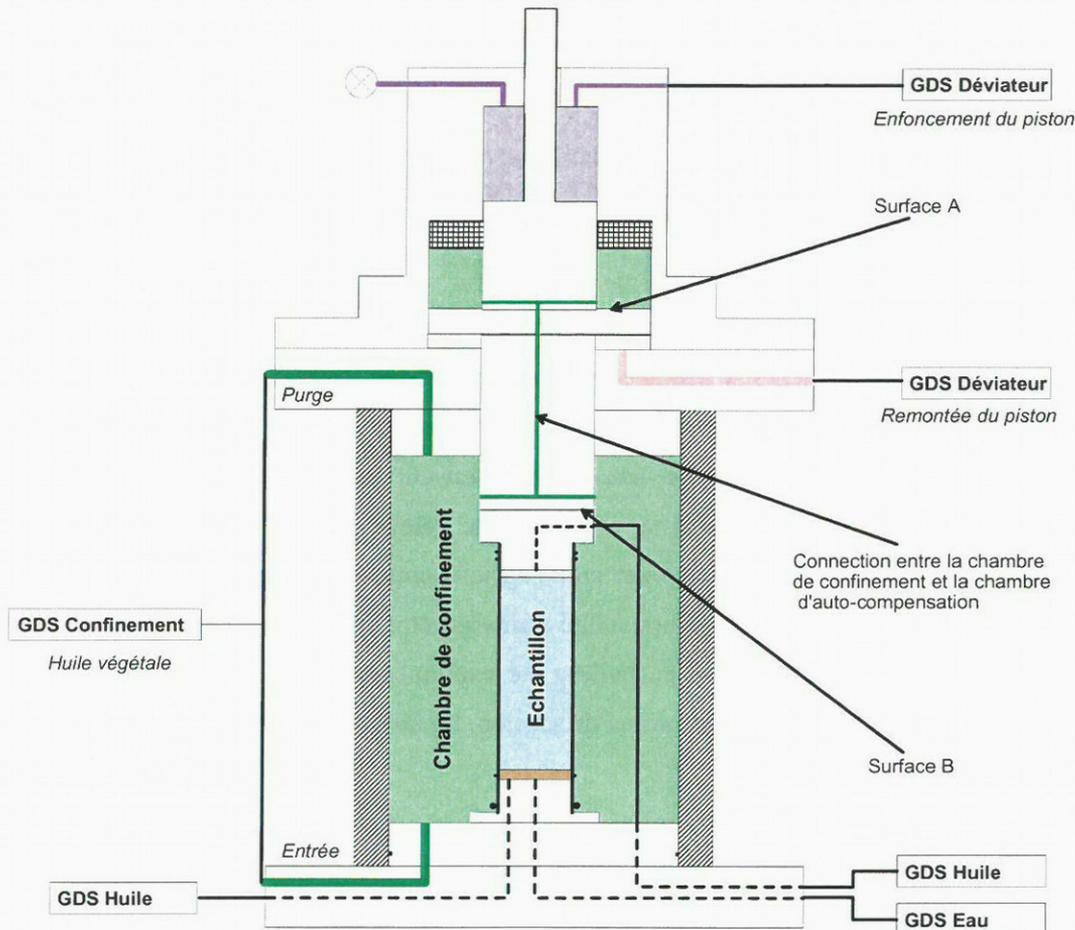


Figure 1 : Schéma du montage expérimental

Les deux contrôleurs de pression volume (GDS) de chargement sont connectés à l'ordinateur d'acquisition, un programme permet de contrôler le chemin de contrainte, ainsi que la vitesse de chargement de l'essai. Ainsi la cellule triaxiale est en mesure d'effectuer tout type d'essai sur des roches tendres : essais de compression isotrope, essais sur chemin radial ($q/p=cste$), essais triaxiaux classiques (essai déviatorique à confinement constant).

1.2. Le contrôle de la succion

1.2.1 La méthode de translation d'axe

La méthode de translation d'axes est la technique la plus employée pour le contrôle de la succion dans les sols non saturés. Développée par les pédologues, elle permet d'imposer des valeurs de succion en travaillant dans la gamme positive de pression. La succion est obtenue en contrôlant indépendamment les deux pressions, d'huile et d'eau ; la pression du fluide mouillant (l'eau) est maintenue constante et

positive tandis que la pression d'huile peut varier. Il peut dès lors en résulter une succion négative, si on possède un dispositif hydrophobe et lipophile efficace.

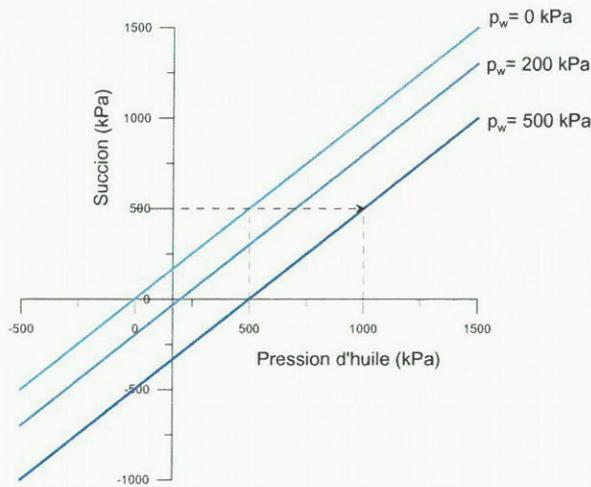


Figure 2 : Méthode de translation d'axes pour le contrôle de la succion

a. Caractérisation de la pierre céramique

Afin d'imposer séparément une pression à chacun des fluides, nous avons utilisé une pierre céramique à haute pression d'entrée d'air. Déterminé à l'aide de deux essais porosimétriques (Figure 3), le rayon d'accès moyen des pores de la pierre céramique est de 30 nm avec un écart-type moyen de 25 nm. La pierre saturée en eau ne permet donc pas, selon la loi de Laplace-Jurin, les échanges d'huile pour une pression inférieure à P_c :

$$[eq. V.1] \quad P_c = u_o - u_w = \frac{2\sigma_{ow} \cos \theta_{ow}}{r}$$

où σ_{ow} est la tension de surface entre l'huile et l'eau ($44,1 \cdot 10^{-3} \text{ N.m}^{-1}$), et θ_{ow} l'angle de contact entre les deux fluides valant en général 30° (Guéguen *et al.*, 1992) et 37° dans le cas calcite-huile-eau (*cf.* chapitre III).

L'équation précédente ([eq. V.1]) permet de calculer à partir du rayon d'accès des pores, obtenu lorsque le mercure envahit le réseau poreux, la pression d'entrée de l'huile dans les pores égale à 2,4 MPa, et la pression d'entrée d'air égale à 4,7 MPa. Dans le sens opposé, la pierre est vendue et garantie pour une pression d'entrée d'air de 1,5 MPa, et nous en déduisons une valeur de coupure pour l'huile de 760 kPa.



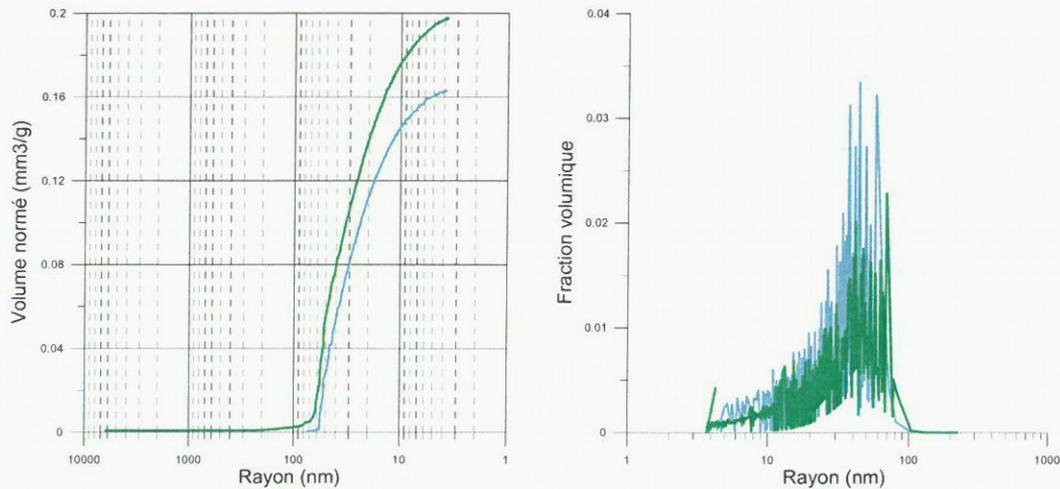


Figure 3 : Essais porosimétriques sur la pierre céramique

Un essai de perméabilité a été réalisé à la cellule multiphasique (cf. chapitre III) équipée d'une pierre céramique similaire. Deux contrôleurs de pression volume ont permis d'appliquer un gradient de pression de 10 kPa entre les extrémités supérieure et inférieure de la pierre. Les variations de volume ont été enregistrées au cours du temps (Figure 4). La perméabilité à l'eau moyenne de la pierre saturée en eau a ainsi pu être déterminée sur plusieurs essais (Tableau 1) : $7.10^{-11} \text{ m.s}^{-1}$. Cette valeur moyenne de la perméabilité nécessite plusieurs précautions : premièrement, elle ralentit la vitesse de drainage de l'échantillon (la perméabilité de la craie de Lixhe étant de l'ordre de 10^{-8} m.s^{-1}) et la vitesse de déformation de l'échantillon doit être maîtrisée en conséquence (Ho & Fredlund, 1982 ; Delage *et al.*, 1987) ; deuxièmement, elle peut conduire à des durées élevées de stabilisation.

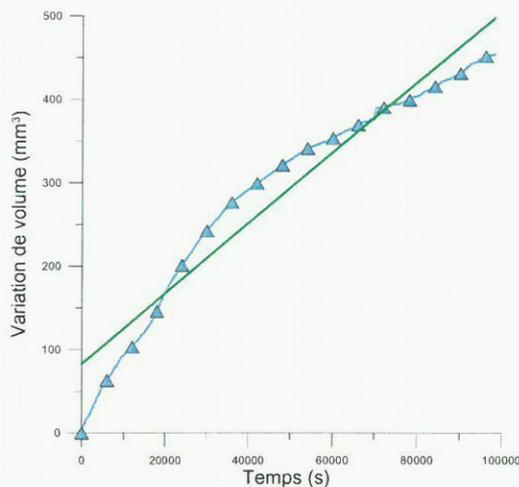


Figure 4 : Essai de perméabilité de la pierre à l'eau

Essai	Perméabilité déduite m.s-1
I	$1 \cdot 10^{-10}$
II	$8 \cdot 10^{-11}$
II bis	$3 \cdot 10^{-11}$
moyenne	$7 \cdot 10^{-11}$

Tableau 1 : Perméabilité moyenne déduite

b. Stabilisation de la succion

Préalablement à la réalisation de l'essai mécanique, les échantillons sont maintenus plusieurs jours dans la cellule à succion contrôlée. En effet, malgré un pré-équilibre réalisé par la méthode osmotique, il faut quelques jours pour stabiliser les échanges de fluide entre les contrôleurs de pression

volume et l'échantillon (De Gennaro *et al.*, 2003). La craie, lors de cet équilibre par la méthode de translation d'axes, présente une faible déformation volumique, que nous pouvons relier à la contraction observée lors de la saturation de l'échantillon. Notons toutefois, que la stabilisation est longue (plusieurs jours) et qu'un taux d'échange de fluides minimal définit la fin de l'équilibre.

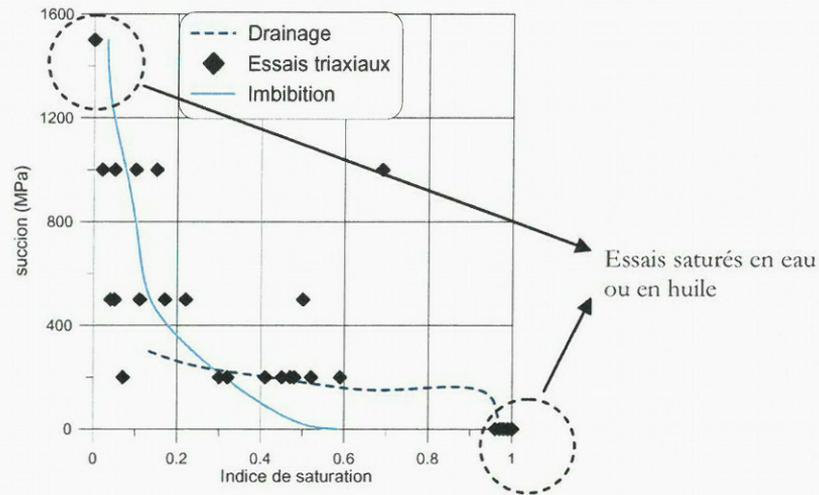


Figure 5 : Comparaison entre les courbes de rétention et les échantillons triaxiaux

Les variations de volume sont suivies et l'indice de saturation final est déterminé. Les niveaux de saturation se trouvent bien sur la courbe d'imbibition (échantillon saturé en huile captant de l'eau) (Figure 5). Les valeurs du degré de saturation varient de manière importante à succion imposée, ceci peut être dû à la variabilité de la porosité. Pour les essais saturés, nous faisons circuler l'équivalent de trois fois le volume poreux de fluides afin de garantir une bonne saturation de l'échantillon et du système dans son ensemble. Les essais saturés en huile sont reportés dans les tableaux suivants comme à un niveau de succion 1500 kPa, et ceux saturés en eau reliés au niveau 0 kPa. Cependant, ces valeurs sont approchées car elles correspondent, en fait, au niveau de saturation résiduelle sur la courbe de drainage.

1.2.2 La mesure locale des déformations

Afin de quantifier précisément les déformations induites par les sollicitations imposées (hydriques ou mécaniques), nous avons utilisé un système de mesure locale des déplacements. L'utilisation de jauges collées sur l'échantillon est néanmoins possible pour la craie (Mata, 2001), mais le système est très délicat du fait de la porosité élevée de la craie et parce qu'il faut un système pour maintenir l'étanchéité de la membrane (Gourri, 1991).

a. Dispositif de mesure

Le dispositif de mesure présenté sur la Figure 6 est constitué de 5 LVDT (Linear Variable Differential Transformers). Ces cinq capteurs sont fixés sur trois couronnes maintenues en parallèle sur l'échantillon au moyen de ressorts. Trois sont placés dans un plan transversal orientés à 120°, et les deux autres réalisent une mesure des déplacements verticaux. Cette disposition prévient de la

translation de l'échantillon et de la rotation de la couronne sur laquelle les capteurs radiaux sont placés. La déformation radiale s'obtient, dès lors, en effectuant la moyenne des déplacements rapportés à la moitié du diamètre de l'échantillon. Par contre, les capteurs axiaux mesurent le déplacement entre la couronne supérieure, sur laquelle ils sont fixés, et la couronne inférieure. La déformation axiale s'obtient en rapportant la moyenne des déplacements mesurés à la distance entre les deux couronnes (25,33 mm). La plage de mesure des capteurs radiaux est de $1/10^\circ$ de pouce (2,54 mm) et celle des capteurs longitudinaux 12,27 mm. L'acquisition des déplacements se fait par l'intermédiaire d'un multimètre et de conditionneurs électriques. C'est pourquoi les précisions des capteurs sont réduites. Du fait, de la disposition des capteurs (parallélisme), de la gamme de mesure et du traitement du signal électrique, la mesure des déformations axiales est moins précise que celle des déformations radiales (Tableau 2).

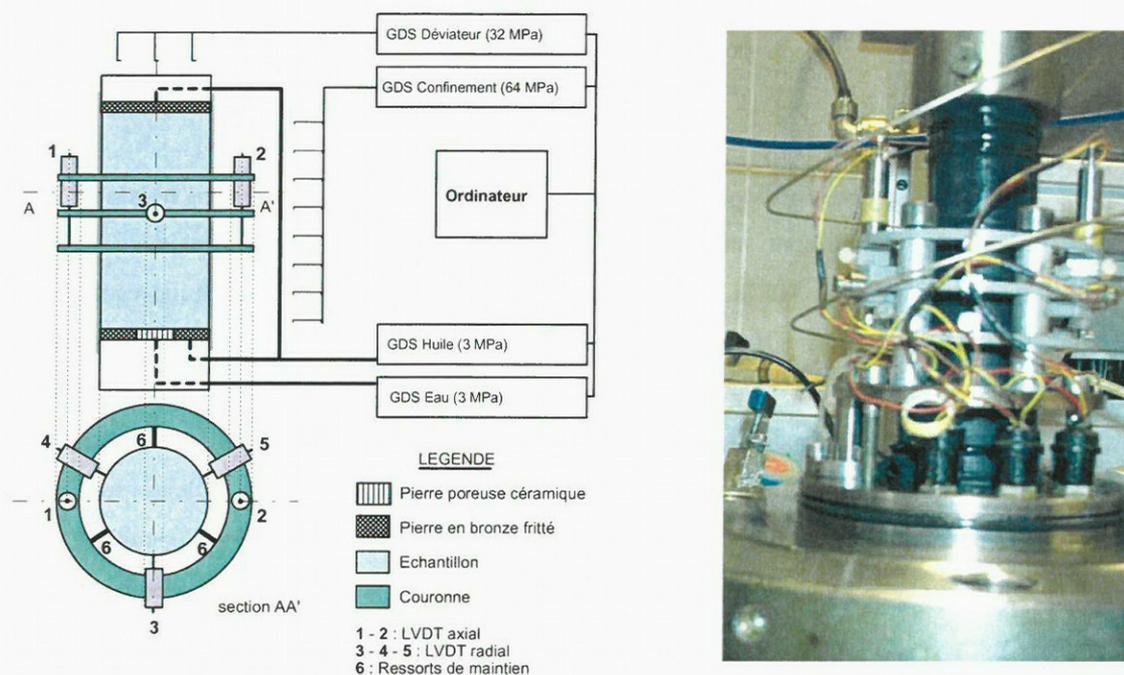


Figure 6 : Système de mesures locales (représentation schématique et photographique)

b. Etalonnage des capteurs

Les étalonnages ont été réalisés à l'aide d'une vis micrométrique placée au contact d'un capteur. La mesure de la tension a été effectuée en sortie de la carte d'acquisition de l'ordinateur, i.e. nous avons ainsi pris en compte l'influence de la chaîne de mesure (câblages et soudures, conditionneurs, carte d'acquisition). Les déplacements ont été imposés par incréments de 250 μm sur la vis précise au micromètre près. La Figure 7 présente les résultats obtenus pour deux capteurs.

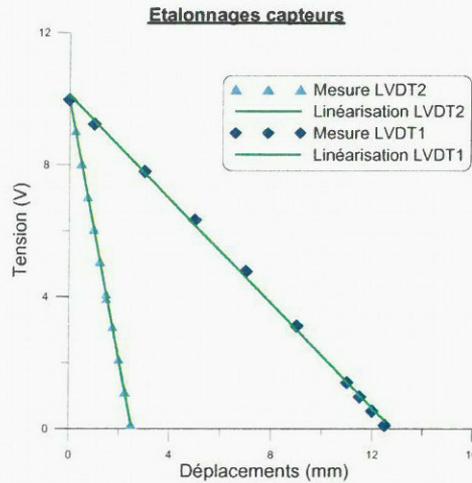


Figure 7 : Courbes d'étalonnage des capteurs LVDT 1 & 2

Une droite d'interpolation linéaire a fourni les coefficients d'étalonnage du système de mesure, et la précision a été déduite par rapport à ceux-ci : nous avons calculé l'écart moyen des points à la courbe. Les résultats sont présentés ci-après, dans le Tableau 2. La précision moyenne axiale est donc de l'ordre de +/- 18,5 μm , soit pour une distance entre les deux couronnes de 25,33 mm, une précision dans la mesure de la déformation de +/-0,07%. De même, pour la déformation radiale, nous obtenons une précision de l'ordre de 0,025% (rayon de 18 mm, et une précision de lecture de +/- 4 μm).

Capteur	Type	Précision (+/- μm)
LVDT1	Axial	16,1
LVDT2	Radial	4,56
LVDT3	Radial	3,43
LVDT4	Radial	3,99
LVDT5	Axial	20,9

Tableau 2 : Récapitulatif des précisions mesurées des capteurs de déplacement

Nous obtenons donc une précision de la mesure des déformations volumiques ($\varepsilon_V = \varepsilon_1 + 2\varepsilon_3$) de l'échantillon de l'ordre de 10^{-3} ce qui est satisfaisant. De plus, une comparaison entre les mesures externes et internes montre que le système de mesure est fiable. En effet, nous avons positionné un capteur de déplacement sur le piston, et nous observons une bonne correspondance entre la mesure locale et la déformation ainsi mesurée. Les courbes sont semblables, la différence entre les deux est imputable aux tassements des jeux (pierre poreuse, papiers filtres, ...). De même, le changement de taux de déformation se produit au même niveau, cependant la mesure locale de la déformation volumique est plus précise car elle ne prend pas en compte la compression de l'huile, la dilatation des tuyaux et de l'enceinte ainsi que les fuites.

1.3. Méthodologie d'étude

1.3.1 Stratégie d'étude

Les essais ont été réalisés sur des échantillons de diamètre 38 mm puis 36 mm, et de hauteur 76 mm. En effet, les premiers ont été manufacturés au tour, et dans un souci de normalisation à l'aide du

carottier à eau ensuite. Du fait de la difficulté, le montage requiert 2 jours minimum, et de la durée de l'essai (une à plusieurs semaines), le nombre d'essais est restreint. Nous avons réalisés plus d'une quarantaine d'essais dont quelques uns n'ont pu être interprétés. C'est pourquoi, nos essais ont été englobés à la base de données Pasachalk. Tous ces tests (plus de 70 dont 45 à notre actif) ont été effectués selon une procédure de préparation similaire, et sur la cellule géodesign® détaillée précédemment.

A la lumière des courbes de rétention déterminées au chapitre III, il a été décidé d'étudier principalement deux niveaux de succion : 200 kPa correspondant à peu près à 50% d'eau, et 1000 kPa soit un indice de saturation moyen de 10%. Afin de mieux identifier les effets de la succion, l'étude a été parfois complétée par des essais à $s_0 = 500$ kPa. Les succions 1000 kPa mettent en évidence les effets d'un faible niveau d'eau, et la succion 200 kPa éclaire sur le comportement intermédiaire de la craie saturée à moitié d'eau et d'huile. D'autre part, la vitesse et les effets du temps ont été étudiés à l'aide deux vitesses de chargement ($\dot{p} = cste$) : rapide, $3,310^{-3}$ MPa.s⁻¹ ; lent : $5,510^{-5}$ MPa.s⁻¹. Ces vitesses correspondent aux vitesses employées par Schroeder (2002) et adoptées dans le projet Pasachalk, et très peu de données existent sur les vitesses admissibles pour la craie (Havmøller & Foged, 1998 ; Risnes *et al.*, 1999 ; Homand & Shao , 2000).

Afin d'étudier l'ensemble du comportement, quatre types d'essais ont été réalisés suivant des chemins radiaux ($\tan\alpha=q/p$) différents : 0° essais isotropes, 15°, 30° et 45° degrés. Il est à signaler que les essais à 45° n'ont pas toujours été réalisables pour identifier la plastification par effondrement des pores (en anglais, *pore collapse*) du fait de la proximité de la droite de rupture fragile.

1.3.2 Interprétation

Les déformations sont calculées à partir des tensions électriques mesurées, au moyen des étalonnages précédents. La déformation volumique est déduite considérant l'axisymétrie de l'échantillon et du chargement : $\varepsilon_V = \varepsilon_{axiale} + 2\varepsilon_{radiale}$. La valeur de la contrainte déviatorique q (ou déviateur) est obtenue après retranchement du frottement mesuré à l'aide du rapport des surfaces, ceci permet de calculer la pression moyenne exercée.

$$[\text{eq. V.2}] \quad p = \frac{\sigma_1 + 2\sigma_3}{3} = \frac{\mathbf{I}}{3}$$

où \mathbf{I} est le premier invariant des contraintes : $\mathbf{I} = \sigma_{ii}$

$$[\text{eq. V.3}] \quad q = \sigma_1 - \sigma_3 = \sqrt{3}\mathbf{II}$$

où \mathbf{II} est le second invariant des contraintes : $\mathbf{II} = \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sigma_{ij} - \frac{\mathbf{I}}{3} \delta_{ij} \right)^2}$

Lorsque la craie contient un ou deux fluides, il faut prendre en compte l'effet de la mise en pression de l'espace poreux par le(s) fluides. Pour les sols ne contenant qu'un fluide, la prise en compte est simple et s'effectue en retranchant à la pression moyenne la valeur de la contre-pression appliquée au fluide. Pour les craies, la relation proposée par Biot s'écrit avec un coefficient défini par :

$$[\text{eq. V.4}] \quad \beta = 1 - K/K_s$$

où K et K_s sont respectivement les modules de compression de la craie et de son squelette solide. Gourri (1991) détermine une valeur de β pour la craie de Lixhe autour de 0,8-0,9 et β varie entre 0,9 et 1 pour des craies poreuses (40%) (Engstrom, 1992). Dès lors, l'application du principe des contraintes effectives conduit à surévaluer l'effet de la pression interstitielle ; cependant, nous n'utilisons qu'une faible contre-pression (200kPa). Dans le cas de la craie saturée uniquement d'eau ou d'huile, nous avons utilisé le principe des contraintes effectives considérant qu'au regard des contraintes appliquées, l'effet de la contre-pression est négligeable.

Dans le cas des sols non saturés contenant deux fluides, l'utilisation de la notion de contrainte effective n'est pas pertinente (Jennings & Burland, 1962 ; Wheeler & Sivakumar, 1995 ; Delage & Cui, 2000). L'utilisation de deux variables indépendantes est nécessaire à la description du comportement mécanique d'un sol non saturé (Coleman, 1962) : la contrainte nette $\sigma - u_a$ (où u_a est la pression d'air) et la succion $u_a - u_w$. Alonso *et al.* (1990) ont étendu ces concepts dans le cadre d'un modèle Cam-clay (Schofield & Wroth, 1968) avec trois variables de contraintes indépendantes pour décrire le comportement d'un sol partiellement saturé : la pression moyenne nette $\bar{p} = p - u_a$, le déviateur des contraintes q et la succion $s = u_a - u_w$. Ce cadre est couramment admis pour l'étude des sols non saturés (Fredlund & Rahardjo, 1993 ; Wheeler & Sivakumar, 1995 ; Delage & Cui, 2000, Macari *et al.*, 2002). Delage *et al.* (1996) ont montré l'applicabilité et la pertinence de l'utilisation de ces concepts pour l'analyse de la subsidence des craies pétrolifères. Dès lors, nous avons étendu les variables indépendantes au cas de la craie multiphasique (eau-huile) et nous utilisons la pression moyenne nette $\bar{p} = p - u_o$ où u_o est la pression d'huile.

2 COMPORTEMENT MECANIQUE MULTIPHASIQUE

Avant d'examiner l'évolution du comportement mécanique en fonction de la répartition des fluides dans les pores, nous avons jugé nécessaire de bien encadrer le comportement multiphasique par les extrêmes, *i.e.* saturé en eau, saturé en huile, saturé en air. Cette première étape a permis d'établir le cadre général de l'étude, et les grands traits du comportement de la craie de Lixhe. Dans un deuxième temps, les essais isotropes et les essais à chargement radial à succion contrôlée ont permis d'aborder l'étude du comportement de la craie multiphasique en fonction de la succion.

2.1. Effets du fluide saturant

Premièrement, afin d'encadrer le comportement multiphasique, les comportements extrêmes (i.e totalement saturés) ont été quantifiés.

2.1.1 Essais isotropes

Les résultats d'essais de compression isotrope réalisés sur des échantillons de craie contenant de l'eau, de l'huile ou de l'air présentés sur la Figure 8 sont en accord avec les caractéristiques classiques du comportement de la craie (Piau & Maury, 1994 ; Papamichos *et al.*, 1997 ; Schroeder, 2002). On observe une augmentation de la limite élastique en fonction de la mouillabilité du fluide saturant. Plus le fluide est mouillant (l'eau), plus le matériau se plastifie précocement. L'air, inerte, n'interagit pas avec les grains solides et le matériau sec constitue ainsi la borne supérieure du comportement. A l'inverse, les essais à l'eau définissent la borne inférieure car les interactions y sont les plus importantes. L'huile utilisée, le Soltrol[®] (*cf.* chapitre II), bien que choisi pour son caractère non polaire, produit cependant un affaiblissement par rapport à la craie sèche.

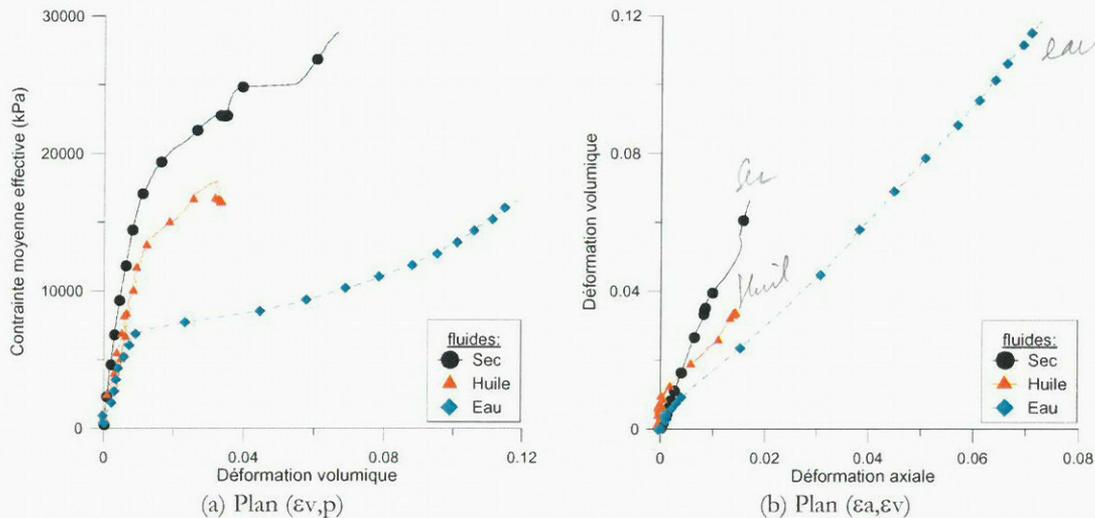


Figure 8 : Effets des fluides sur les comportements mécaniques, essais rapides

Outre la diminution de la pression moyenne à la rupture, nous pouvons observer un raidissement du matériau, la mouillabilité du fluide ayant pour conséquence le ramollissement de la craie et la diminution du module de compression K . Le module K reliant la pression moyenne et la déformation volumique passe de 870 MPa pour l'eau à 1200 MPa dans le cas de l'huile et à 3000 MPa pour l'échantillon sec. Ceci corrobore les résultats de la littérature obtenus aux essais unidimensionnels montrant un module d'Young différent pour la craie saturée d'eau.

2.1.2 Essais radiaux

Des essais mettant en jeu le déviateur des contraintes ont été effectués pour compléter les essais isotropes. Nous présenterons dans ce paragraphe uniquement les essais rapides réalisés avec un rapport $\eta = q/p$ correspondant à une inclinaison de 30° (Figure 9), les effets observés sur les chemins à 15°, 45° et pour les essais triaxiaux à confinement constant étant similaires. La réduction selon le caractère

mouillant du fluide de la contrainte moyenne de plastification (Figure 8a) se retrouve sur le niveau de contrainte déviatorique à la plastification (Figure 9b), plus élevée dans le cas sec et saturé en huile que dans le cas de l'eau. Cet accroissement de la limite élastique observé sur chemin déviatorique s'accompagne d'un raidissement du module de cisaillement G reliant le déviateur des contraintes à la déformation déviatorique ($\varepsilon_d = \varepsilon_a - \varepsilon_v / 3$). Pour les essais présentés sur la Figure 9, le module G vaut 1100 MPa pour l'eau, 3800 MPa pour l'huile, et 4300 MPa pour l'air. Il faut par ailleurs noter que la valeur du module de compression varie selon le chemin de chargement suivi ; ainsi, pour un angle de 30° les valeurs de K sont 1300 MPa pour l'eau, 1500 MPa pour l'huile et 6500 MPa pour l'air. Cet état de fait démontre l'anisotropie de la craie de Lixhe, par ailleurs observable sur les graphiques présentant les déformations volumiques en fonction des déformations axiales (Figure 8 et Figure 9). L'anisotropie fera l'objet d'un prochain paragraphe (cf. § 4).

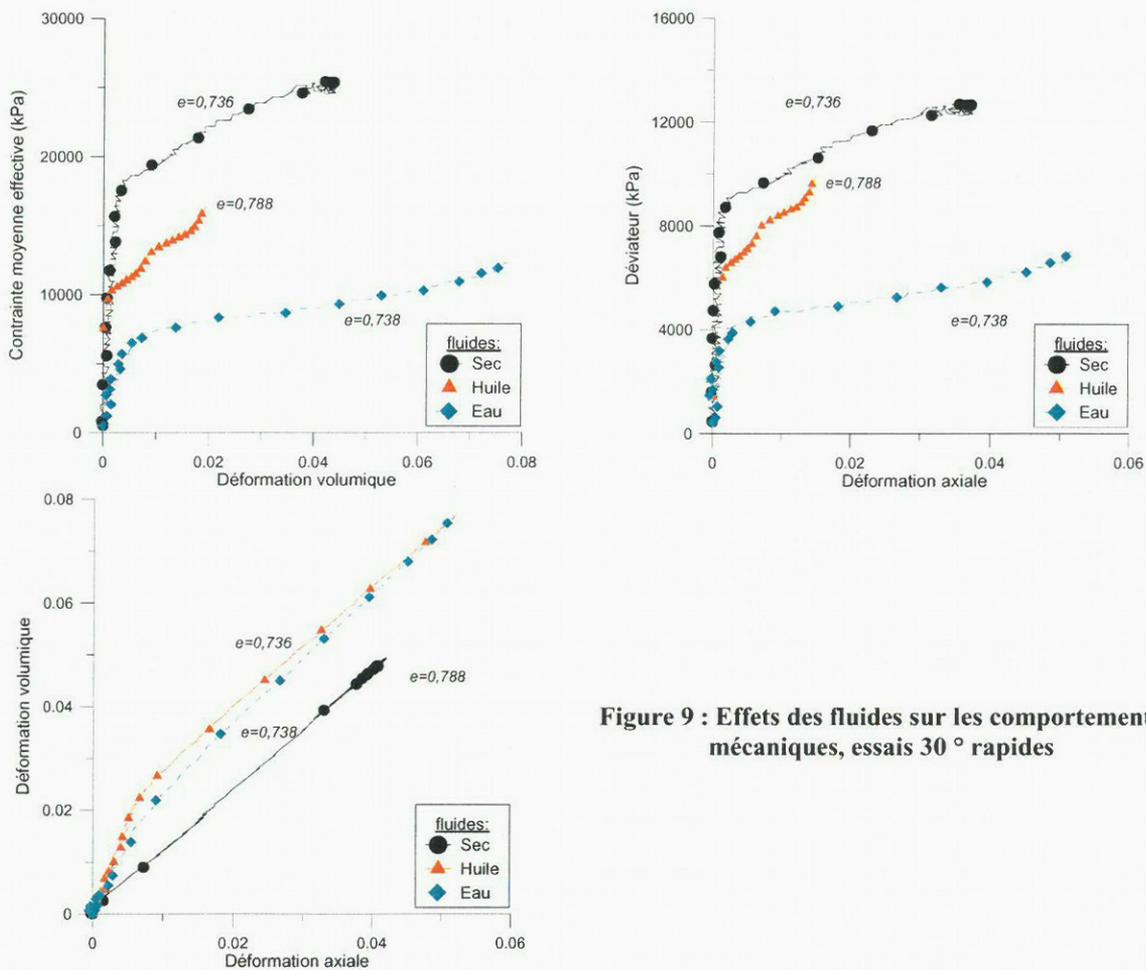


Figure 9 : Effets des fluides sur les comportements mécaniques, essais 30° rapides

2.1.3 Prise en compte de l'effet de la porosité

Bien que la répétabilité des essais soit satisfaisante, des écarts ont été trouvés (Figure 10) entre plusieurs essais isotropes en terme de la contrainte moyenne de plastification. Ces écarts imputables à l'effet de la porosité, comme le montre la Figure 10 où est exprimé l'indice des vides initial en fonction de la contrainte moyenne isotrope nette à la plastification à l'aide de trois essais réalisés aux états eau, succion 200 kPa et huile . Il apparaît que, à l'instar de Matthews & Clayton (1993), nous

n'obtenons pas la même pente selon l'état de saturation de la craie et la pente de la relation pression moyenne nette à la plastification indice des vides est plus faible dans le cas saturé en eau. Et, l'affaiblissement provoqué par l'eau varie selon la densité de la craie. Nous observons une perte de linéarité pour une gamme large de porosité à la succion 200 kPa (Figure 10). Cependant, dans la plage de porosité de notre étude, l'interpolation linéaire au premier ordre est acceptable. La corrélation entre la porosité et la limite élastique n'a pu être établie pour chaque succion et que dans le cas de chargement isotrope. La relation limite élastique porosité peut en effet varier selon l'angle de chargement ($\eta = q/p$). Néanmoins, nous avons corrigé l'ensemble de nos résultats en considérant que l'effet sur le déviateur était identique à celui sur la pression moyenne nette, et nous avons appliqué le coefficient déterminé à $s=200\text{kPa}$ pour les autres niveaux de succion et les essais à l'huile. Toutes les valeurs exposées ci-après ont été corrigées de manière à prendre en compte la variabilité de la porosité. La valeur de référence de l'indice des vides a été prise arbitrairement égale à 0,72 ($n=41,8\%$).

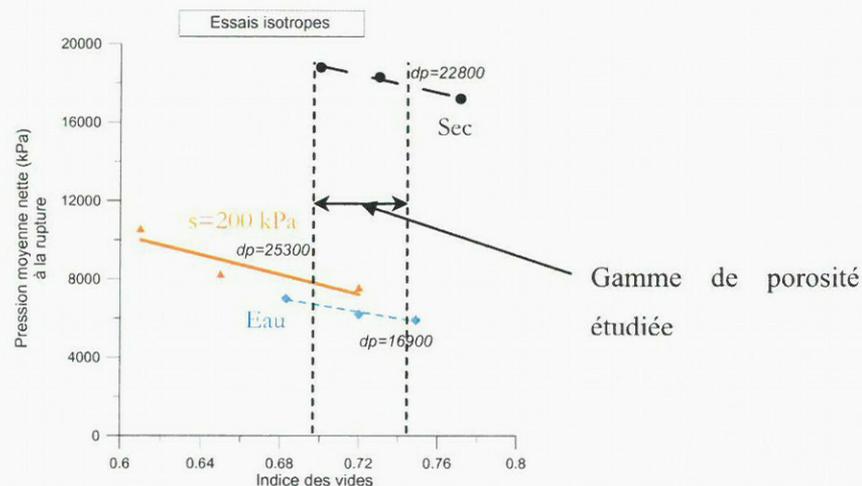


Figure 10 : Prise en compte de l'effet de la porosité, essais isotropes

A la lumière des constatations antérieures, l'effet de la porosité a été envisagé sur les coefficients λ et κ des essais isotropes. Ces paramètres correspondent aux pentes de la courbe indice des vides pression moyenne nette dans un plan semi-logarithmique népérien. L'intersection entre ces deux droites indique la pression de plastification, limite entre le régime pseudo élastique et le régime plastique. Les valeurs de λ et κ sont présentées Figure 11a et Figure 11b en fonction de l'indice des vides initial. Aucun effet notable n'a été identifié, une trop grande dispersion des résultats ne permettant pas quantifier une tendance claire. Aucune correction n'a par conséquent pu être appliquée pour prendre en compte la variabilité de la porosité. La porosité ne semble pas avoir le même impact sur la rigidité que sur la plastification (Figure 10). Ceci pourrait en partie s'expliquer par le fait que la plastification est une donnée moins sensible que les modules élastique et plastique, qui dépendent du dispositif expérimental, de la qualité du montage et de la précision du dispositif de mesure.

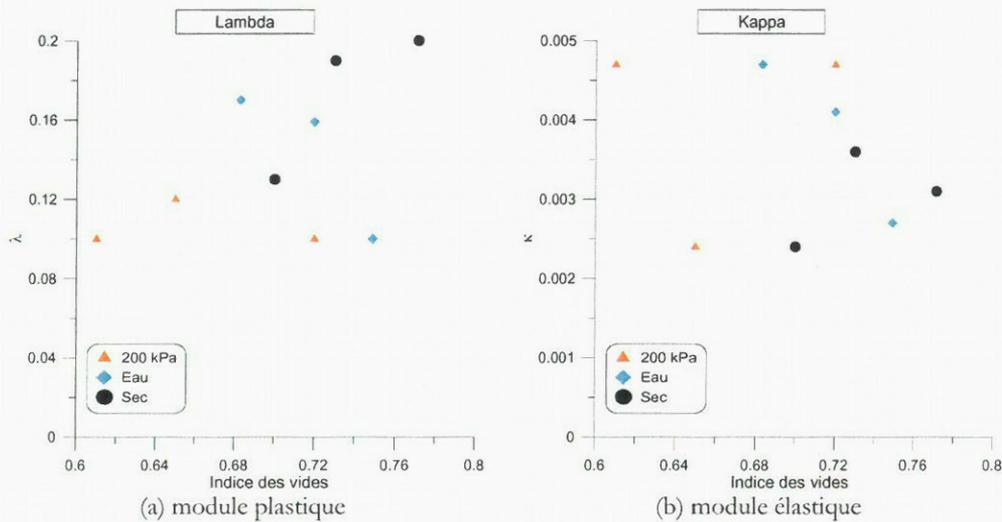


Figure 11 : Evolution des paramètres λ et κ en fonction de la porosité (essais isotropes)

2.1.4 Synthèse des résultats

La Figure 12 présente l'ensemble des couples contrainte moyenne nette et déviateur à la plastification dans le plan (q,p) , pour l'ensemble des essais saturés en eau, en huile et en air, corrigés au moyen des corrélations établies précédemment. Sur cette figure, nous avons aussi représenté les essais de compression uniaxiale, $p=UCS/3$ et $q=UCS$ (cf. chapitre II). Une bonne concordance est visible entre les résultats de la compression simple, les essais sur un chemin radial et les essais triaxiaux à confinement constant. Ceci nous permet de définir les droites de rupture fragile par l'équation suivante et d'établir les valeurs de l'angle de frottement interne et de la cohésion (Tableau 3) :

[eq. V.5]
$$q = q_0 + M\bar{p} \text{ avec } \sin \varphi' = \frac{3M}{(6 + M)}$$

	Angle de frottement φ' (0°)	Cohésion c' (kPa)	Rapport c'/c'_{sec}
Eau	19,39	1582	2,21
Huile	21,51	2000	1,75
Sec	/	3500	1

Tableau 3 : Paramètres de la droite de Mohr-Coulomb selon la configuration hydrique

Le manque de données sur la droite de rupture à l'état sec ne permet pas une détermination satisfaisante de l'angle de frottement. La cohésion sèche est établie pour un angle de frottement de 20° à titre indicatif, afin de mieux mettre en évidence l'augmentation de la cohésion du fait du caractère non mouillant de l'huile et de l'air, sachant qu'une très légère différence de φ' est à signaler (Tableau 3), seulement celle-ci est très peu significative comme l'avait établi Schroeder (2002). Et nous considérons, à l'instar de Collin (2003), aucune influence du fluide (eau ou huile) sur l'angle de frottement interne. Le frottement interne semble être lié uniquement au squelette solide et ne semble pas être affecté par la nature du fluide saturant. Les valeurs de cohésion et de φ' coïncident très bien avec celles établies sur la craie de Lixhe : $\varphi' = 22^\circ$, $c_{eau} = 1,5 MPa$ et $c_{huile} = 2 MPa$.

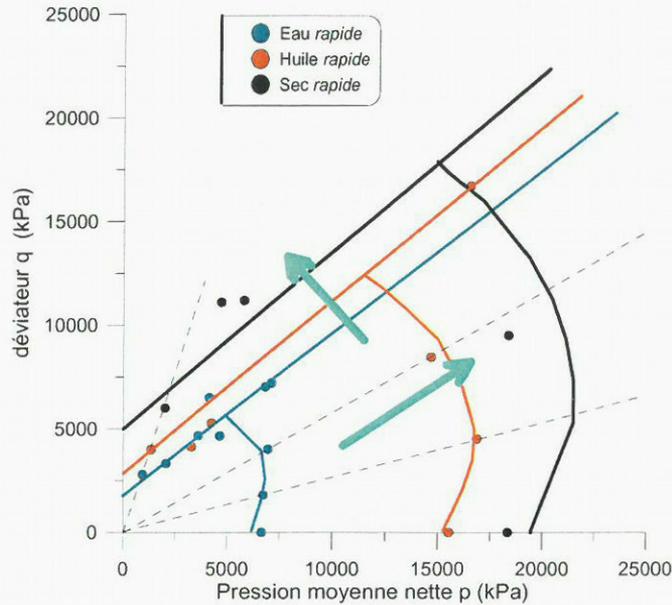


Figure 12 : Enveloppes de rupture obtenues dans les trois cas extrêmes

Les essais pour différents angles de chargement ont permis de tracer les surfaces de charge de l'état saturé à l'eau, saturé à l'huile et sec. Nous pouvons clairement distinguer une expansion du domaine élastique de la craie en passant de la saturation en eau à celle en huile et à l'air. En prenant comme référence la pression moyenne de plastification à la compression isotrope, nous pouvons quantifier l'augmentation de la limite élastique de la craie (Tableau 4) :

	Pression limite isotrope (kPa)	Rapport p_0/p_{0sec}
Eau	6660	2,75
Huile	15530	1,2
Sec	18350	1

Tableau 4 : Evolution de l'enveloppe de rupture

Ces rapports calculés (Tableau 4) sont dans les mêmes ordres de grandeur que ceux établis pour la droite de rupture fragile et la résistance à la compression. Malgré une dispersion des valeurs, l'évolution du domaine élastique semblerait être le fruit d'une dilatation homothétique. Il est néanmoins nécessaire d'établir le mode de transition entre ces états extrêmes par le biais d'essais à différents niveaux de saturation réalisés à succion contrôlée.

2.2. Effet de la succion sur la surface de charge

2.2.1 Essais isotropes

Les essais isotropes rapides ($3,310^{-3} \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$) à différents niveaux de succion (200 kPa, 1000 kPa) sont présentés en Figure 13a. Les courbes sont relativement bien ordonnées, avec une augmentation progressive de la contrainte moyenne nette de plastification avec la succion. L'essai T28 à 1000 kPa se situe légèrement au dessus de l'essai saturé en huile. Cependant deux éléments sont à mentionner : d'un part, il contient en son sein très peu d'eau 3% (au lieu de 10% habituellement à ce niveau de succion) et d'autre part il est relativement plus dense ($e=0,701$) que l'échantillon T48 à l'huile

($e=0,721$). Les corrections prenant en compte l'influence de la porosité permettent de compenser cette différence également observée pour l'échantillon T52 à l'eau ($e=0,683$). Du point de vue de la répartition des déformations (Figure 13b), aucun ordre particulier ne semble se dégager, les courbes représentant la déformation volumique en fonction de la déformation axiale se répartissant de part et d'autre de la droite isotrope ($\varepsilon_v=3\varepsilon_a$).

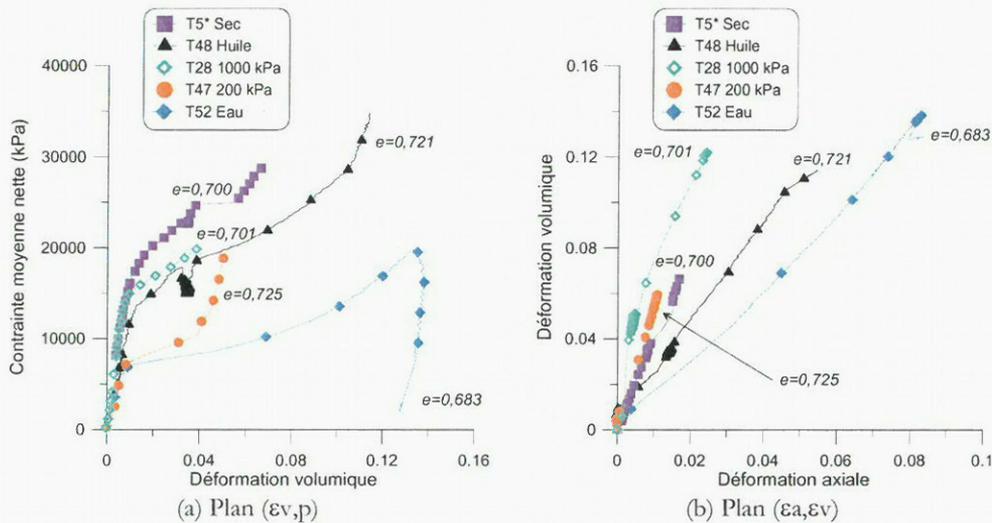


Figure 13 : Effets de la succion sur les essais isotropes, rapides

Concernant les déformations, les coefficients élastiques et plastiques déterminés pour les essais isotropes à différents niveaux de succion sont reportés Figure 14. Tandis que nous constatons une diminution du coefficient κ en fonction de la succion, aucune tendance pour λ n'apparaît. La réduction de κ traduit une augmentation de la rigidité par la succion confirmant l'influence de la mouillabilité du fluide saturant sur le module de compression K observée précédemment.

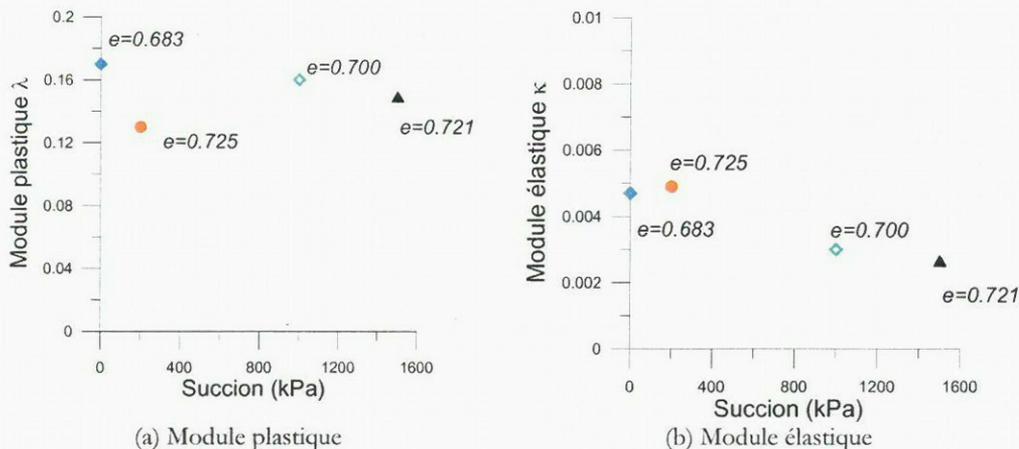


Figure 14 : Effets de la succion sur les modules isotropes

Au vu des résultats précédents (§V.2.1.3), aucune corrélation entre les valeurs de λ et κ et la porosité n'a pu être établie et nous ne pouvons pas appliquer de corrections pour rendre compte de la variabilité de la porosité. La Figure 14 montre néanmoins que les valeurs de λ semblent indépendantes de la succion, ce qui confirme les résultats des essais oedométriques (cf. chapitre IV). Notons aussi que

Collin (2003), à partir des essais de Schroeder (2002), détermine un coefficient plastique constant égal à 0,195. La différence entre cette valeur moyenne et la notre (0,156) peut provenir du mode de calcul, en effet tenir compte de quelques points, efforts déformations, supplémentaires peut conduire à des écarts de plusieurs pourcents (10%).

2.2.2 Essais radiaux

Afin de mettre en lumière les effets de la succion sur la surface de charge de la craie, nous avons procédé à une série d'essai à succion contrôlée sur des chemins de chargement radiaux. Nous présenterons seulement dans ce paragraphe les essais à 15° (Figure 15). Les courbes sont échelonnées en fonction de la succion. Pour une même valeur de contrainte moyenne nette (respectivement du déviateur) la craie présente plus de déformations volumiques (respectivement axiales) selon son état de saturation. Les effets remarquables pour les essais isotropes se retrouvent sur les chemins radiaux ; le rapport q sur p étant constant, la répartition des courbes en fonction de la succion dans le plan de la pression moyenne nette (Figure 15a) se retrouve aussi dans le plan déviatorique (Figure 15b). Et, nous observons une diminution de la limite élastique avec la succion. L'augmentation de la succion accroît le domaine élastique, nous retrouvons donc un écoulement hydrique dû à la succion.

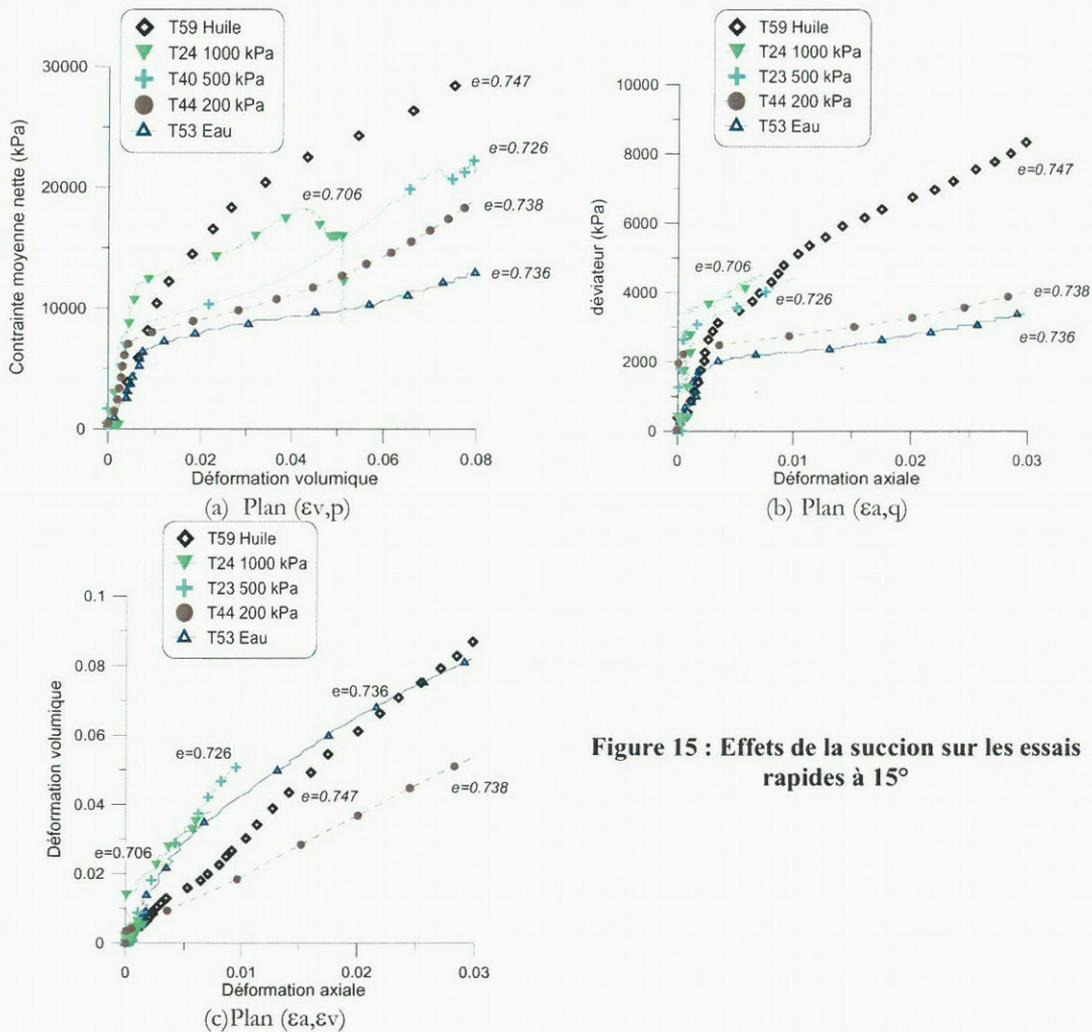


Figure 15 : Effets de la succion sur les essais rapides à 15°

De manière similaire, l'augmentation de la succion se traduit par un accroissement de la rigidité élastique (module K) de la craie comme l'illustre la Figure 16. En effet, il faut relativiser la valeur déterminée pour l'essai T59 à l'huile (succion équivalente 1500 kPa) car l'échantillon de craie est lâche ($e=0,747$). Il est aussi intéressant de noter que les modules de compression à 15° varient entre 780 MPa et 3000 MPa, tandis que pour les essais isotropes nous obtenions des modules entre 800 MPa et 1800 MPa. Le module de compression varie donc en fonction du chemin de chargement suivi, nous établirons que ceci provient de l'anisotropie du matériau (cf. §5).

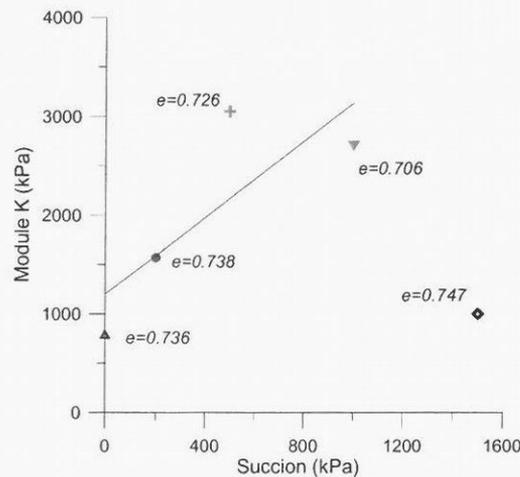


Figure 16 : Evolution du module de compression, essais rapides 15°

2.2.3 Synthèse des résultats

a. Paramètres élastiques

Au vu des résultats précédents (§V.2.1.3), aucune corrélation entre les valeurs de λ et κ et la porosité n'a pu être établie et nous ne pouvons pas appliquer de corrections pour rendre compte de la variabilité de la porosité. Lors des essais de chargement radial, les modules élastiques K et G reliés au coefficient de Poisson ν et au module de Young E ont été calculés de la façon suivante:

$$[\text{eq. V.6}] \quad K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad \text{et} \quad G = \frac{E}{2(1+\nu)}$$

Une grande dispersion des résultats (Figure 17), à l'instar de paramètres isotropes (Figure 14), est observée. Les valeurs des coefficients élastiques isolées par chemin de chargement (Figure 14 et Figure 16) exhibent un accroissement en fonction de la succion traduisant un gain de rigidité. Cependant, les modules élastiques varient selon les chemins de chargement et par conséquent nous observons un ensemble peu défini de points (Figure 17). Nous reportons donc uniquement les valeurs moyennes mesurées dans le tableau ci-après. Globalement, nous notons une bonne relation entre les modules de compression K et de cisaillement G et le coefficient de Poisson. La valeur du module d'Young déduite, 3 GPa, et celle du coefficient de Poisson sont conformes aux valeurs de la littérature pour une craie très poreuse telle celle de Lixhe (Bonvallet, 1979 ; Matthews & Clayton, 1993) ; Gourri (1991) obtenant quant à lui 4,4 GPa pour cette même craie. On aborde ici un problème essentiel dû au

fait que la comparaison des résultats expérimentaux est ardue pour la craie dans la mesure où le comportement est très variable et dépend du mode d'échantillonnage, de la porosité, de la fissuration, et de l'ensemble des techniques expérimentales. Ainsi, Collin *et al.*(2002) utilisent comme valeurs de K et G : 612 et 500 kPa pour l'eau ; 726 et 700 kPa pour l'huile ; après détermination à partir d'essais avec un préchargement isotrope préalable.

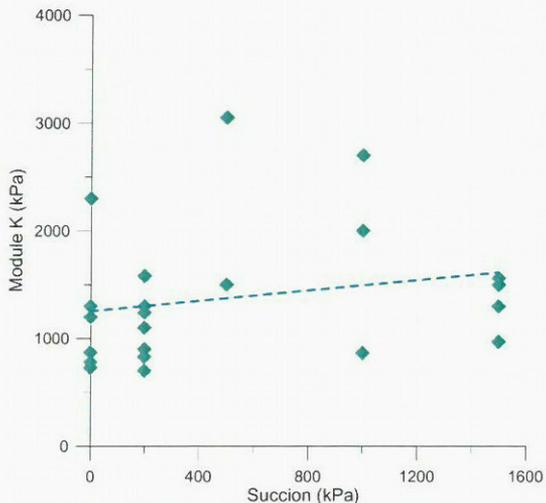


Figure 17 : Variation, dispersion, du module de compression

Paramètres	Moyennes
K (MPa)	1620
G (MPa)	1340
E (MPa)	3050
ν	0,19
κ	0,0039

Tableau 5 : Valeurs moyennes des paramètres déterminés

En conclusion, les paramètres élastiques varient assez peu en fonction de la succion (Figure 17a) Considérant que leur variabilité est bien plus à associer à la porosité, nous pouvons donc estimer qu'il y a peu de modifications significatives du comportement élastique de la craie induit par la succion. Le Tableau 5 récapitule les valeurs moyennes des paramètres mécaniques de la craie de Lixhe. L'augmentation de la succion et donc l'augmentation de la saturation en huile provoquent uniquement une extension du domaine élastique sans en perturber la forme.

b. Plasticité

Les essais isotropes et radiaux ont mis en évidence l'influence de la succion sur la contrainte moyenne nette de plastification et nous avons pu observer une augmentation de la limite élastique avec la succion. L'augmentation de la succion accroît le domaine élastique, nous retrouvons un écrouissage hydrique dû à la succion. Cet écrouissage peut être mis en évidence en traçant la contrainte moyenne nette de plastification en fonction de la succion (Figure 18a).

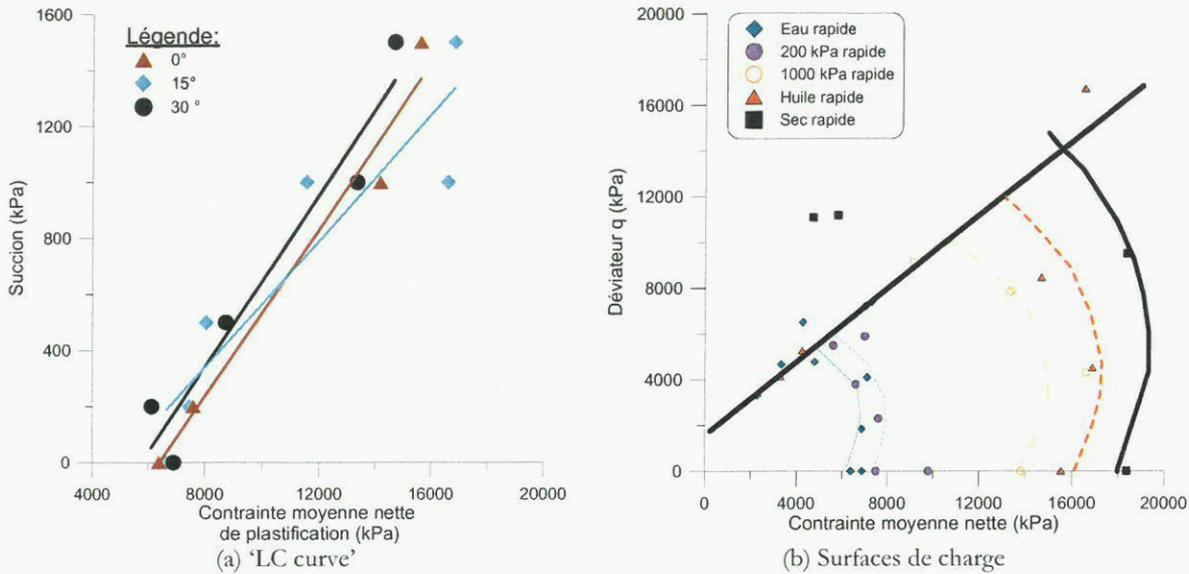


Figure 18 : Ecroissage homothétique de la surface de charge par la succion, essais rapides

Nous avons évalué l'influence de la succion sur la contrainte moyenne nette de plastification (effondrement des pores) selon l'angle du chemin de chargement. L'utilisation d'une droite facilite la visualisation de l'accroissement de la limite élastique du fait de la succion. Cela nous permet de matérialiser une courbe *LC* (Alonso *et al.*, 1990) en reliant les enveloppes de rupture et la succion dans la Figure 18a. Cette courbe *LC* se définit sur l'axe hydrostatique mais nous l'étendons à tous les angles de chargement. La Figure 18a montre que les courbes obtenues sont similaires. Afin de mieux quantifier cette augmentation, nous avons calculé (Tableau 6) le rapport entre la contrainte moyenne nette de plastification pour chaque niveau de succion et celle de l'eau. Malgré la dispersion des résultats, nous observons une bonne concordance montrant que la succion engendre un écroissage homothétique de la surface entière (Figure 18b). La succion provoque une extension du domaine élastique de la craie. Ceci coïncide bien avec les résultats sur les sols partiellement saturés dans un système eau-air (Alonso *et al.*, 1990 ; Cui & Delage, 1996).

Il est intéressant de noter par ailleurs que l'effet de 50% d'huile ($s=200$ kPa) est faible, tandis que des quantités de 10 à 30 % d'eau dans les pores engendrent une perte de résistance importante : entre l'huile et la succion 500 kPa, nous observons une diminution de la contrainte moyenne nette de plastification de l'ordre de 2. Une faible quantité d'eau dans la craie saturée d'huile est susceptible de générer d'importantes déformations par le biais de cette perte de résistance, qui est plus importante pour une craie sèche ; car la distance entre les deux surfaces de charge état sec et état saturé en eau est plus grande.

suction	0 (eau)	200	500	1000	1500 (huile)
0°	1	1,22	1,21	2,11	2,52
15°	1	0,88	1,26	1,93	2,12
30°	1	1,18	/	2,29	2,44

Tableau 6 : Contrainte moyenne nette de plastification en fonction du chemin radial et de la succion

2.3. Effet de la teneur en eau

Le contrôle de la succion permet également le contrôle du degré de saturation ; en réalisant l'équilibre des potentiels physico-chimiques présentés aux chapitres I et III, on se place dans les conditions naturelles de la craie soumise à l'injection d'eau. Une autre voie consiste à placer le matériau dans des conditions de saturation par imbibition libre ou mélange méthanol eau (Risnes *et al.*, 1999) puis à effectuer l'essai mécanique. Ceux-ci sont réalisés sans contrôle de l'évolution du degré de saturation ni celle de la succion. Les essais de Risnes *et al.* en compression hydrostatique ont été réinterprétés par l'intermédiaire de la teneur en eau. En effet, ils utilisent des mélanges de méthanol et d'eau ; le méthanol étant inerte, les interactions entre l'eau et la calcite diminuent non pas du fait de la diminution de l'activité chimique, car il n'y a pas de modification de la salinité, mais seulement de la quantité d'eau.

Le rapport molaire est donné : $r = \frac{M_m}{M_e + M_m}$, où M_i est le nombre de moles du fluide i

Nous obtenons, considérant le volume poreux entièrement saturé de ce mélange :

$$[eq. V.7] \quad M_e = \frac{nV_{total}}{V_{m,e} + V_{m,m} \left(\frac{r}{1-r} \right)} \quad \text{et donc} \quad w = \frac{M_e V_{m,e} \rho_e}{V_T (1-n) \rho_s}$$

où $V_{m,e}$ est le volume molaire de l'eau ($18,01 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$), $V_{m,m}$ est le volume molaire du méthanol ($118 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$), n la porosité (40%) et ρ_i les masses volumiques des phases solide et liquide. Nous avons calculé les teneurs en eau ainsi que la pression moyenne à la rupture ($e=0,666$) pour nos essais. La Figure 19 montre les évolutions de la limite élastique en fonction de la teneur en eau pour toutes les vitesses. La même tendance est observée : la succion qui permet le contrôle de la teneur en eau engendre les mêmes effets que des mélanges méthanol/eau. Le méthanol joue apparemment un rôle similaire à celui de l'huile.

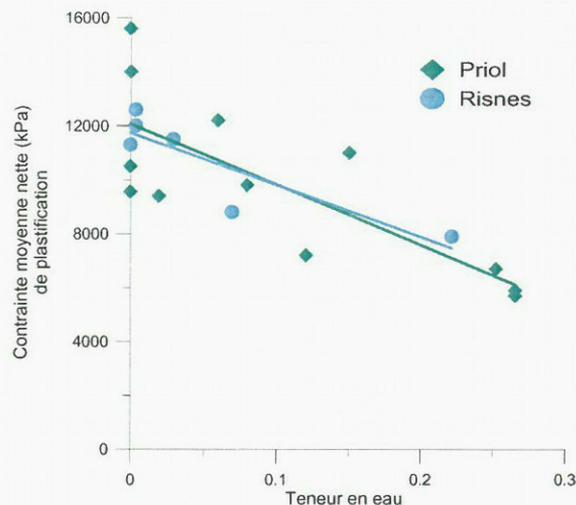


Figure 19 : Evolution de la limite élastique en fonction de la teneur en eau, essais isotropes

3 COMPORTEMENT VISQUEUX

3.1. Ecroûissage dû à la vitesse

3.1.1 Essais isotropes

La Figure 20a et la Figure 20b présentent les résultats des essais isotropes pour les deux vitesses de chargement employées ($3,3 \cdot 10^{-3}$ et $5,5 \cdot 10^{-5}$ MPa.s⁻¹). Les effets du changement de taux de chargement ne sont pas évidents sur les échantillons saturés à l'eau. De fait, la représentation des courbes efforts déformations englobe l'effet de l'indice des vides, et par exemple les essais à l'eau ont été effectués sur des échantillons très distincts : $e_0 = 0,683$ (T52), $0,734$ (T58). Nous avons donc fait l'hypothèse que l'effet de la porosité n'était pas modifié par la vitesse de chargement afin d'appliquer les coefficients de correction (Figure 10) obtenus à taux rapide sur les essais lents. Cette hypothèse nous permet de calculer la contrainte moyenne nette de plastification corrigée et d'étudier l'effet de la vitesse de chargement sur la surface de charge (Figure 22). Cependant, nous pouvons déjà constater que l'augmentation de la vitesse de chargement provoque une augmentation de la contrainte moyenne nette de plastification, sans modifier clairement l'élasticité (le module K varie légèrement entre les deux vitesses).

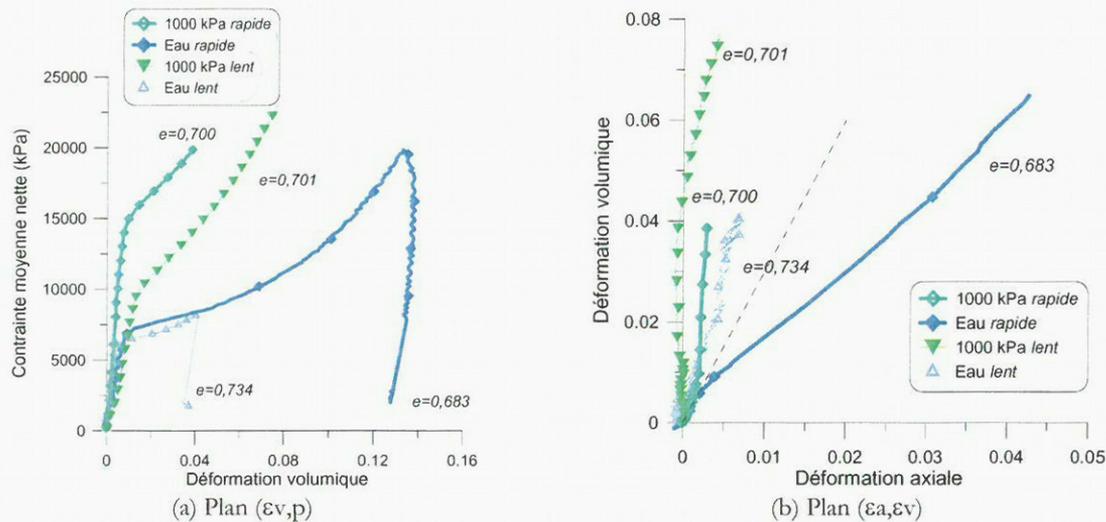


Figure 20 : Essais isotropes aux deux vitesses de chargement

3.1.2 Essais radiaux

A l'instar des essais isotropes, l'augmentation de la vitesse de chargement écroûit le matériau et accroît la contrainte moyenne nette de plastification. La Figure 21 présente les essais radiaux réalisés à 30° pour les succions 500 et 1000 kPa. Une différence de comportement pour les deux vitesses a été observée pour les essais à 45° , l'essai lent se plastifie tandis que l'essai rapide présente une rupture fragile. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'augmentation de la vitesse repousse la plastification par écroûissage et, si l'extension du domaine élastique s'avère suffisante, elle permet d'atteindre la droite de rupture fragile (indépendante de la vitesse).

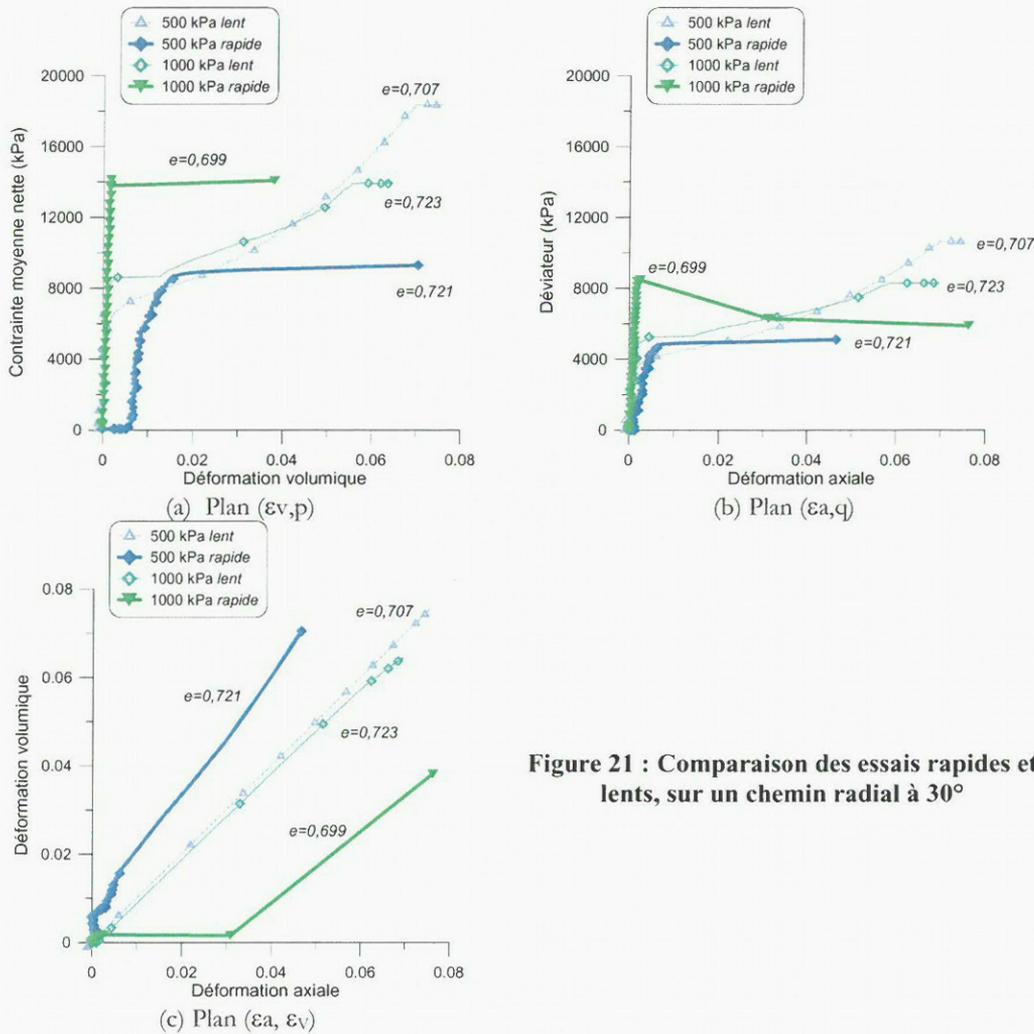


Figure 21 : Comparaison des essais rapides et lents, sur un chemin radial à 30°

3.1.3 Surfaces de charges

La Figure 22a présente l'influence de la vitesse de chargement sur la relation succion contrainte moyenne nette de plastification. La diminution de la vitesse de chargement provoque à tout niveau de succion une diminution de la résistance, le matériau montre une plastification à des contraintes plus faibles. Ces résultats sont conformes à ceux des essais oedométriques où l'augmentation de la vitesse de déformation provoque un accroissement de la limite élastique. Cependant, nous pouvons observer que la diminution de la résistance semble être plus importante lorsque le matériau contient beaucoup d'huile ($s > 500$ kPa). Néanmoins, lorsque nous calculons le rapport entre la contrainte moyenne de plastification pour un essai lent et celle pour l'essai rapide correspondant (Tableau 7), nous pouvons formuler le constat suivant. Les valeurs sont sensiblement les mêmes sauf pour l'essai à succion 1000 kPa. Le déplacement de la plastification s'effectue globalement à un rapport de 0,8. Ce constat s'étend à la surface de charge entière, car les mêmes effets sont à signaler sur des chemins autres que isotropes, tel que pour un angle de chargement de 30° (Figure 22b). La dispersion des résultats peut s'expliquer par la non prise en compte d'un possible effet de la vitesse sur les droites de correction de la porosité.

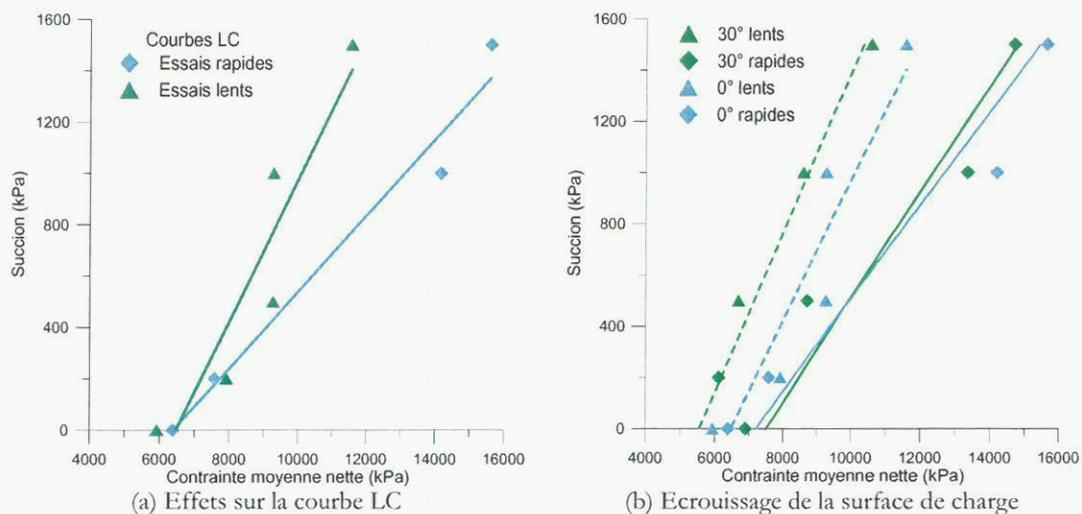


Figure 22 : Ecroutissage de la surface de rupture par la vitesse

suction	0 (eau)	200	1000	1500 (huile)
0°	0,90	0,86	0,66	0,85
15°	---	0,84	0,69	0,81
30°	0,84	0,98	0,71	0,80

Tableau 7 Rapports entre la contrainte moyenne de plastification lente et rapide

Finalement, au regard des rapports calculés et des conclusions de l'étude oedométrique (*cf.* chapitre IV), nous pouvons conclure que le taux de chargement provoque une extension du domaine élastique similaire à celle de la suction. La forme de la surface de charge n'est pas modifiée, l'enveloppe est simplement agrandie de façon homothétique comme illustré sur Figure 22. Ceci coïncide bien avec les résultats sur les argiles (Leroueil *et al.*, 1996). Du fait du peu de déformation déviatorique observé lors des essais de fluage en compression simple, nous n'avons pas étudié l'influence de la vitesse de chargement sur la droite de rupture fragile.

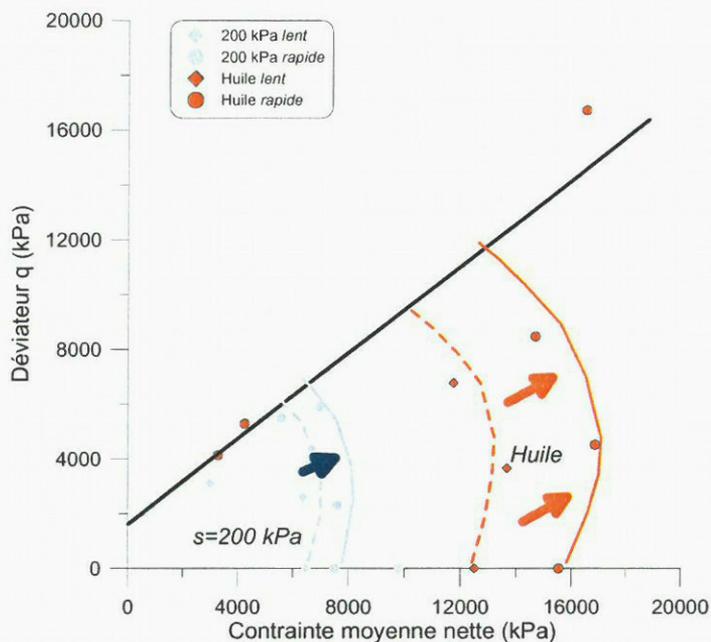


Figure 23 : Effets cumulés de la vitesse et de la suction

3.2. Autres effets observés

3.2.1 Effet du changement de taux

Plusieurs autres effets visqueux sont observables sur nos essais à l'instar de ceux exposés par De Gennaro *et al.* (2003). Nous avons pu établir à l'aide des essais oedométriques et triaxiaux que l'augmentation de la vitesse de chargement produit une extension du domaine élastique sans modifier significativement le mode de comportement de la craie. Comme observé à l'oedomètre, l'augmentation du taux de chargement pendant un essai provoque le dépassement temporaire de la courbe efforts déformations établie à la vitesse inférieure. La craie développe une raideur supérieure comme illustré Figure 24 pour la craie de Lixhe sèche. Cet effet est quelque peu masqué par l'écroutissage positif de la craie. C'est pourquoi, nous ne pouvons savoir si la courbe rejoint et suit l'enveloppe de comportement établie à la vitesse lente.

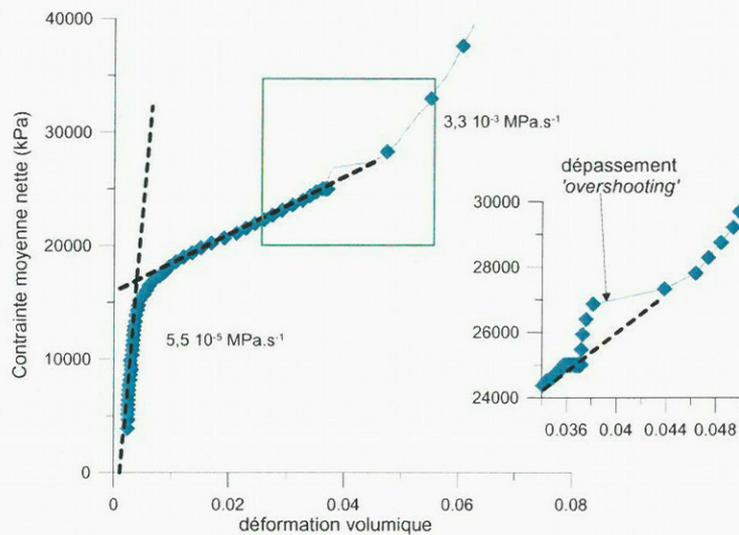


Figure 24 : Réponse de la craie à un changement de taux de chargement

3.2.2 Le fluage isotrope

Du fait, de la durée des essais, seulement quelques essais de fluage isotrope ont été effectués à la cellule triaxiale de révolution, dans le but de corroborer les résultats des essais unidimensionnels. Cependant, le chargement précédent le fluage est effectué à vitesse de chargement constante et le fluage triaxial correspond aux mécanismes déviatorique et volumique. A titre d'exemple, la Figure 25 présente le fluage observé sur l'essai T65, en terme de déformations axiales et radiales, ainsi que la déformation volumique par l'indice des vides. La Figure 25b valide l'utilisation du modèle phénoménologique oedométrique présenté précédemment. Dans cet essai sec, le fluage a été observé pour une pression isotrope de 35 MPa correspondant à un niveau de surchargement (p'/p'_0) de 1,4, et la valeur du paramètre α vaut 0,0029 ce qui est très faible par rapport aux résultats oedométriques. Globalement, le fluage triaxial s'est révélé moindre du fluage oedométrique, ce qui tient vraisemblablement à la contrainte radiale et aux vitesses de chargement utilisées.

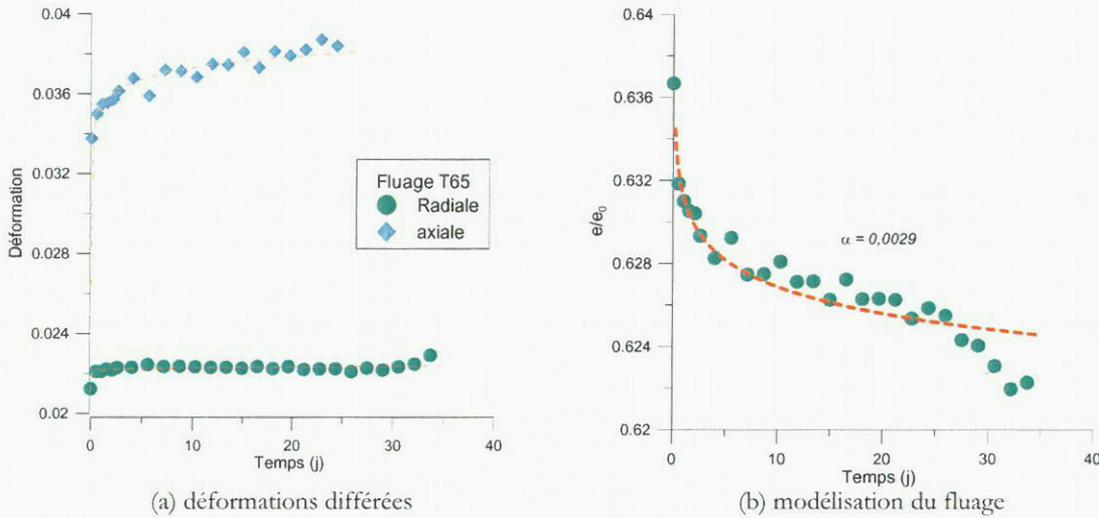


Figure 25 : Fluage triaxial

Consécutivement au fluage, lors de la reprise du chargement à vitesse de déformation constante, nous observons (Figure 26) un raidissement transitoire de la craie (De Gennaro *et al.* 2003). La Figure 26 présente l'évolution des déformations en fonction de la contrainte moyenne nette pour l'essai T28, qui est un essai isotrope rapide à succion 1000 kPa. Après ce raidissement, la courbe semble rejoindre un niveau inférieur proche de l'originel ; ce type de comportement est bien connu (Tatsuoka *et al.* 2000 ; Augustesen *et al.*, 2004) et est imputé à un renforcement du matériau par fluage. La réorganisation lente des grains solides (restructuration) engendre lorsque rechargée rapidement le raidissement du matériau et l'apparition d'une pré consolidation apparente (voir aussi chapitre IV). Ces effets *d'accumulation* s'atténuent au fil du chargement et la courbe semble regagner la tendance établie avant le fluage, à ce ci près qu'il faille considérer l'écrouissage positif du matériau. Nous pensons que la cimentation ne saurait être le phénomène prépondérant dans ce cas, car les mécanismes de déposition de calcite sont lents ; et que cet effet d'accumulation est bien plus imputable à l'aspect énergétique du comportement visqueux (Tatsuoka *et al.*, 2000).

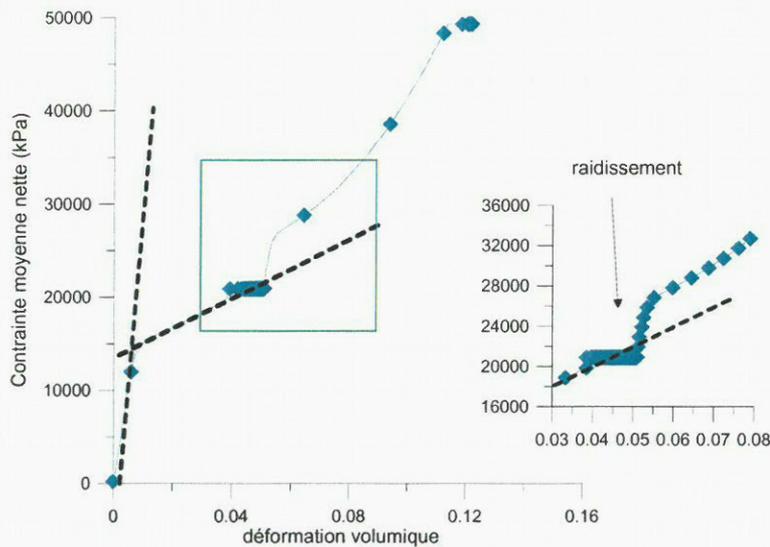


Figure 26 : Réponse de la craie après fluage

4 ANISOTROPIE

4.1. Mise en évidence de l'anisotropie

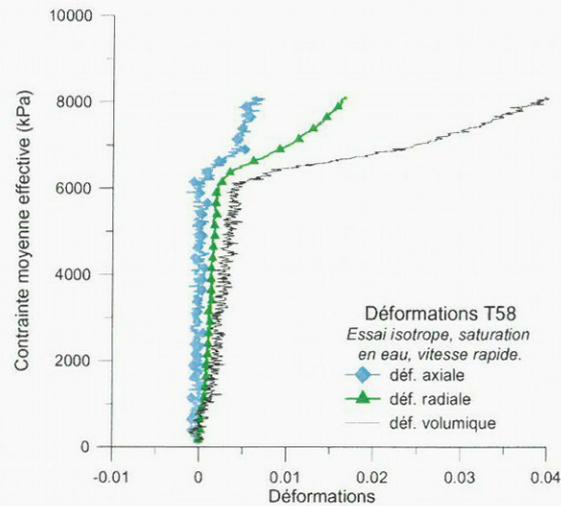


Figure 27 : Evolution des déformations axiales et radiales

Premièrement, l'anisotropie constatée lors des essais de propagation des ondes acoustiques (*cf.* chapitre II) est corroborée par les mesures des déformations axiales et radiales lors des essais triaxiaux, comme illustré Figure 27 qui présentent les déformations lors de l'essai isotrope saturé en eau en fonction de la contrainte moyenne effective. Les échantillons taillés dans l'axe du dépôt présentent des déformations radiales plus fortes que les déformations axiales. Ceci démontre que le matériau est plus rigide dans son axe de déposition et qu'il faudrait au minimum considérer deux modules d'Young et deux coefficients de Poisson pour décrire le comportement élastique de la craie.

Considérant les conditions axisymétriques de l'essai triaxial, la matrice élastique est celle d'un matériau anisotrope transverse :

$$[\text{eq. V.8}] \quad \begin{bmatrix} \varepsilon_v \\ \varepsilon_d \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} p \\ q \end{bmatrix}$$

$$\text{Avec : } A = \frac{1-4\nu_1}{E_1} + \frac{2(1-\nu_3)}{E_3}$$

$$C = \frac{2}{3} \left(\frac{1-\nu_1}{E_1} - \frac{1-\nu_3}{E_3} \right) = B$$

$$D = \frac{1}{9} \left(\frac{4(1+2\nu_1)}{E_1} + \frac{2(1-\nu_3)}{E_3} \right)$$

Les paramètres élastiques K et G déterminés précédemment l'ont été dans un cadre isotrope ; nous ne disposons en effet d'aucun essai (essais uniaxiaux sur deux sens de carottage) permettant de

déterminer les quatre variables du comportement anisotrope. De ce fait, nous ne bénéficions pas d'un nombre suffisant d'équations pour les déterminer même en prenant en compte les simplifications existantes (Graham & Houlsby, 1983; Kattan, 1990). Cette légère anisotropie peut intervenir dans la dispersion des valeurs calculées précédemment selon les différents chemins de chargement.

4.2. Forme de la surface de charge

Afin de caractériser la forme de la surface de charge, nous avons calculé la distance reliant le point M de la surface de charge et le centre du plan (q,p) comme suit :

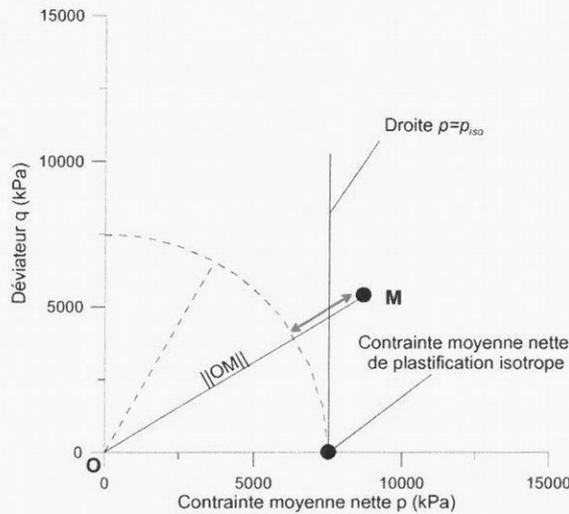


Figure 28 : Calcul de la distance du point de plastification

[eq. V.9]
$$\|OM\| = \sqrt{q^2 + p^2} \Big|_{rupture}$$

Cette distance $\|OM\|$ a été normée par rapport à la valeur de la pression moyenne nette à la rupture sur l'axe hydrostatique. La Figure 29 regroupe les différents profils de ce rapport en fonction de l'angle de chargement. Nous pouvons remarquer que, à la différence du modèle Cam-Clay modifié également représenté ($M=1$), les rapports sont supérieurs à 1 ; c'est-à-dire que le chemin hydrostatique est le chemin le plus court pour atteindre la plastification et ce pour tous les fluides saturants. Malgré des profils variables, le maximum est atteint pour un angle proche ou légèrement supérieur à 15° . La seule exception est observée pour la craie saturée d'eau avec un maximum à 45° probablement à relier aux effets de la variabilité naturelle. Cette caractérisation de la forme de la surface de charge, non centrée sur l'axe des contraintes moyennes, fournit une autre indication relative à l'anisotropie du matériau.

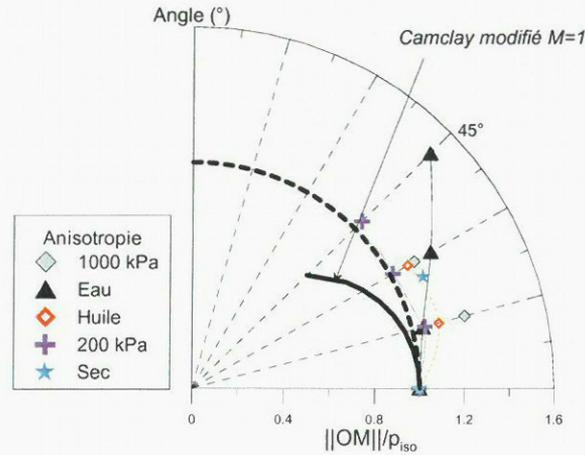


Figure 29 : Distance de la rupture selon l'angle de chargement

4.3. Directions d'écoulement plastique

Les directions d'écoulement plastique ont été calculées comme le rapport de la déformation déviatorique divisée par la déformation volumique traduit en terme d'angle θ :

$$[\text{eq. V.10}] \quad \tan(\theta) = \frac{d\varepsilon^p_d}{d\varepsilon^p_p}$$

La Figure 30 présente les directions évaluées pour quelques surfaces. On peut noter que le sens pris par l'écoulement plastique est perpendiculaire à l'enveloppe de rupture, et nous pouvons globalement conclure à l'associativité de l'écoulement plastique. Des angles θ négatifs sont observés lors de la plastification en compression isotrope, ce qui est une autre manifestation du caractère anisotrope du matériau.

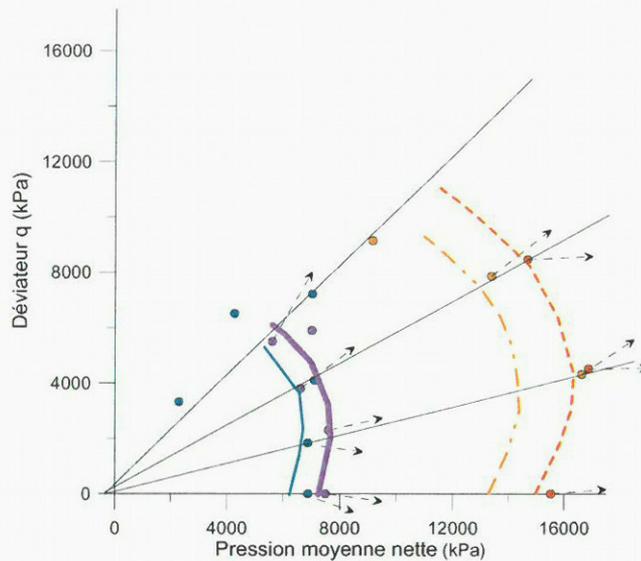


Figure 30 : Anisotropie et associativité de l'écrouissage

5 CONCLUSION

Les essais triaxiaux ont permis de confirmer les conclusions des essais unidimensionnels et de réaliser l'extension au comportement dans l'espace "triaxial" de la craie multiphasique. Nous avons premièrement retrouvé l'effet de la mouillabilité et du fluide saturant. Plus le fluide est mouillant et interagit avec le grain solide, moins la craie est résistante. Le contrôle de la succion a permis l'étude de la transition entre ces états extrêmes, et le rôle joué par l'eau même en faible quantité a été mis en évidence. Une faible quantité d'eau provoque en effet la diminution du domaine élastique. La liaison entre ces états est conforme à celle établie par Risnes *et al.* (2001) et par Papamichos *et al.* (1997). L'introduction d'une troisième variable de contrainte indépendante, la succion, reliée à la saturation du réseau poreux est nécessaire à la compréhension du comportement mécanique de la craie et l'utilisation de la variable succion offre un cadre conceptuel (Alonso *et al.* 1990) plus adéquat pour la description du comportement multiphasique de la craie de Lixhe.

De plus, les effets de la vitesse de chargement sont similaires à ceux de la succion, engendrant une extension du domaine élastique pour des vitesses plus fortes. Cet écrouissage quasi homothétique de la surface de charge a été observé pour tous les niveaux de succion et il est nécessaire de réaliser les essais à succion contrôlée pour un même niveau de vitesse de chargement. Le comportement visqueux étudié à l'essai triaxial de révolution corrobore les observations faites avec les essais unidimensionnels. La loi phénoménologique de fluage établie s'applique pour le fluage triaxial. D'autres effets, tels la pré consolidation apparente et les effets du changement de taux de chargement, sont retrouvés sur les essais triaxiaux. Enfin, l'anisotropie, mise en évidence par les essais de propagation des ondes acoustiques au chapitre II, a été observée mécaniquement à l'appareil triaxial de révolution. L'anisotropie a pour conséquence une surface de charge non centrée sur l'axe hydrostatique, et il a été établi qu'à l'instar des argiles la surface de charge est centrée sur un axe d'anisotropie qui pourrait être l'axe K_0 . Cependant, l'anisotropie élastique étant relativement faible, nous avons fait l'hypothèse d'un comportement isotrope afin de réaliser une étude paramétrique. Cette étude a prouvé que l'extension du domaine élastique provoqué par la succion et la vitesse de chargement ne s'accompagne pas d'une modification significative des paramètres élastiques isotropes. En conclusion, l'ensemble du comportement multiphasique visqueux a été approché et caractérisé par le contrôle de la succion ; ce comportement complexe peut être étudié par la caractérisation d'une unique surface de charge et son extension à tous niveaux de succion par l'intermédiaire d'une relation succion pression moyenne nette à la rupture sur un axe de chargement du type courbe LC.

Chapitre VI.

APPLICATION AUX CRAIES DE CARRIERE(S)

*« Ne dites pas à une femme qu'elle est jolie. Dites-lui seulement qu'elle ne ressemble pas aux autres, et toutes ses carrières vous seront ouvertes »
Jules Renard*

1. INTRODUCTION

Jusqu'à présent le comportement multiphasique des craies a été étudié, vis-à-vis du contexte pétrolier, dans un système eau huile. Cependant, comme nous l'avons établi chapitre I, les craies sont aussi soumises à des variations de la teneur en eau dans le cadre plus classique de l'infiltration d'une craie sèche par l'eau, ou du séchage du matériau saturé d'eau. C'est pourquoi, nous avons cherché à vérifier l'élargissement des concepts et des constatations du système eau huile pour le système eau air. L'étude du comportement hydro-mécanique d'une craie de carrière, en relation avec l'analyse de l'influence de l'hygrométrie comme l'un des facteurs pouvant justifier d'un vieillissement du matériau fait l'objet de ce chapitre. Le travail présenté est relatif à la caractérisation physique et hydro-mécanique de la craie provenant de la carrière souterraine d'Estreux (Valenciennes, Nord), ancienne carrière au-dessus de laquelle se trouve une importante voie de trafic routier (A12, Valenciennes-Bruxelles). L'étude de la stabilité de cette carrière s'inscrit dans un programme de recherche "BCRD", développé par l'INERIS (Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques) et dédié à l'étude de la diminution dans le temps de la résistance des massifs rocheux par effet de vieillissement.

Le plan de l'étude reprend l'organisation suivie précédemment, en caractérisant physiquement et du point de vue de la rétention la craie étudiée puis en examinant le comportement mécanique multiphasique. Dans la première partie du travail, les caractéristiques physiques de la roche seront définies. La structure, la chimie et la minéralogie de la craie d'Estreux seront étudiées à l'aide de la porosimétrie au mercure (PAM) et d'observations au microscope électronique à balayage (MEB). Cette caractérisation est importante pour les craies, qui sont des matériaux complexes et variés, leurs propriétés changeant d'une région à l'autre. Le mode de dépôt des craies, leur âge, et les processus géologiques subis vont déterminer leur propriétés, leur résistance mécanique et également leur comportement à l'eau (voir chapitre II). Ensuite, afin de connaître les relations entre l'humidité relative dans la carrière et la quantité d'eau retenue dans le matériau, les caractéristiques de rétention d'eau de cette roche seront établies. Ces caractéristiques dépendent de l'interaction entre l'air, l'eau et la fraction solide (à l'état non saturé) et des actions de nature physico-chimique (à l'état saturé et non

saturé). L'ensemble de ces actions est quantifié comme précédemment (chapitre III) par un potentiel associé à l'eau interstitielle, exprimé en unité de pression, appelé succion. La relation succion-degré de saturation (courbe de rétention) permettra de quantifier la capacité de la craie à retenir ou relâcher de l'eau suivant des chemins d'imbibition et drainage.

Enfin, l'étude du comportement hydro-mécanique sera réalisée au moyen d'essais oedométriques par paliers, sur des échantillons de craie secs, saturés ou non saturés à succion contrôlée. La succion sera adoptée comme variable de contrainte indépendante (Coleman, 1962; Fredlund & Morgenstern, 1977), représentative du couplage hydro-mécanique existant dans ce matériau. Le contrôle de la succion permettra d'analyser l'effet de différents degrés de saturation en eau sur la réponse mécanique du matériau, et plus particulièrement, de faire apparaître les couplages hydro-mécaniques et l'influence de la quantité d'eau sur les paramètres mécaniques et sur le fluage. Ce dernier point sera analysé car représentatif de la réponse macroscopique de la roche dans son environnement naturel. L'analyse de l'effet du temps sur la déformation du matériau permettra d'apprécier l'ampleur de l'effet combiné d'un chargement extérieur et de facteurs (intrinsèques et non-intrinsèques) contrôlés par des processus physico-chimiques, tels que l'effet du fluide interstitiel, qui conduisent à la déstructuration et à la perte de résistance du matériau (Clayton et Serratrice, 1997). L'ensemble de cette étude permettra de mettre en évidence le rôle joué par l'eau dans le comportement mécanique de la craie d'Estreux et d'essayer de dégager des perspectives quant à la stabilité de la carrière.

2. CARACTERISATION PHYSIQUE DE LA CRAIE D'ESTREUX

Lors d'une visite à la carrière en octobre 2003, deux grands blocs pseudo-cubiques (dimensions 30 cm) ont été prélevés (bloc 1 et bloc 2, Figure 1). Afin de prendre en compte l'influence d'une possible anisotropie, liée aux conditions de dépôt, sur les résultats des essais de compression à l'oedomètre, l'orientation des blocs au sein du massif rocheux a été retenue. Pour préserver les conditions de saturation naturelles, les deux blocs, conditionnés sur site avec un film en plastique et paraffinés, ont été stockés en chambre humide. Toutes les éprouvettes analysées dans cette étude ont été extraites par carottage vertical de ces blocs, parallèlement à la direction de dépôt.



Figure 1 : Morceaux de craie prélevés

On signale que de, février à août 2003, l'accès à la carrière a été impossible à cause de l'ennoyage total de la carrière (remonté de la nappe phréatique) et d'une atmosphère toxique (18,5% de O_2 , 3% de CO_2 et de présence de radon).

2.1. Masse volumique et porosité

La masse volumique des particules solides (ρ_s) a été déterminée par la méthode du pycnomètre à l'hélium. Le fonctionnement du pycnomètre est fondé sur le principe d'Archimède, *i.e.* le déplacement d'un fluide par immersion d'un corps. L'hélium est choisi pour sa facilité à pénétrer les petits interstices (de l'ordre de l'angström). La poudre de craie a été séchée en étuve à une température voisine de 80°C pendant quatre jours. Avant de procéder aux essais, la craie a été transférée de l'étuve vers un dessiccateur pour que la température revienne à la valeur ambiante. Deux fractions de 10 à 15 grammes ont été prélevées de manière arbitraire, et sur chacune d'entre elles, trois mesures consécutives de densité ont été effectuées. Les essais ont été réalisés avec le pycnomètre du C.G.I. (Centre de Géologie de l'Ingénieur de l'Ecole des Mines de Paris). Les valeurs obtenues figurent dans le Tableau 1. L'échantillon A (bloc 1) a été analysé entier (diamètre inférieur à 15 mm, hauteur inférieur à 35 mm) puis broyé (A poudre, Tableau 1). La masse volumique mesurée broyée est légèrement plus forte, ceci peut être dû à une meilleure accessibilité des vides.

Echantillon	ρ_s (Mg/m ³)
A	2,74
A poudre	2,75
B poudre	2,74
Moyenne	2,74

Tableau 1 : Récapitulatif des valeurs de densité mesurées

L'échantillon B (bloc 2) sous forme de poudre a donné des valeurs tout à fait comparables. La masse volumique de la calcite pure est de 2,71 Mg/m³, les valeurs légèrement supérieures obtenues peuvent s'expliquer par la présence de quartz (2,65 Mg/m³) et surtout de glauconie (2,99 Mg/m³). Les résultats obtenus sont en bon accord avec les valeurs usuelles des craies glauconieuses (Bonvallet, 1979). Selon

les études existantes (Masson, 1973; Bonvallet, 1979), les craies provenant de la région du Nord sont des craies glauconieuses, avec une proportion relativement élevée de glauconie (argile, silicate hydraté de fer et de potassium), d'où la couleur gris vert, différente de celle des craies blanches caractérisées par la couleur typique de la calcite (Figure 1).

La porosité totale de l'échantillon obtenue par séchage à 105 °C à l'étuve, à partir de la connaissance du ρ_s , a été déterminée par pesée, sur des échantillons cylindriques obtenus par carottage à l'eau à l'aide d'un carottier de 36mm (+/- 0,05 mm). L'égalisation de la surface horizontale a été réalisée en plusieurs passages de la rectifieuse du LCPC (MSRGI - GMRGE), pour s'assurer de la bonne uniformité des deux faces horizontales des échantillons (+/- 20 μ m). L'utilisation d'un carottier à eau est, dans ce cas, moins problématique compte tenu de l'état saturé de la craie d'Estreux (voir §2.2); sa mouillabilité ne devant pas s'en trouver altérée. Les mêmes échantillons ont été utilisés ensuite pour la détermination de la courbe de rétention d'eau par méthode osmotique (cf. § 3.3); ainsi plusieurs déterminations de la porosité par pesée ont été possibles. Les valeurs, calculées avec $\rho_s = 2,74 \text{ g/cm}^3$ (densité des grains : $G_s = \rho_s / \rho_w = 2,74$), sont présentées dans le Tableau 2. La valeur moyenne de l'indice des vides obtenu est $e_{\text{moy}} = 0,586$ ($n_{\text{moy}} = 36,95\%$).

Echantillon	Porosité n	Indice des vides $e = n/(1-n)$	Echantillon	Porosité n	Indice des vides $e = n/(1-n)$
IL	36,23%	0,5681	S7	37,85%	0,6089
S1	35,99%	0,5622	S9	36,77%	0,5814
H1	37,06%	0,5887	H7	37,10%	0,5899
S2	36,80%	0,5824	H10	36,17%	0,5666
H2	36,64%	0,5784	S5	38,01%	0,6132
S4	37,41%	0,5977	H3	38,29%	0,6205
H4	37,08%	0,5894	S8	37,41%	0,5978
S6	36,65%	0,5785	H8	34,56%	0,5281
S11	36,98%	0,5868	H9	37,65%	0,6039
H5	36,60%	0,5774	S1bis	37,67%	0,6043

Tableau 2 : Récapitulatif des valeurs de porosité mesurées

2.2. Teneur naturelle en eau

La détermination de la teneur naturelle en eau w_{nat} a été réalisée par séchage à l'étuve. Les échantillons, provenant des blocs 1 et 2, ont été pesés avant séchage (avec leur teneur en eau naturelle) et après le processus de séchage, les poids des échantillons atteignant alors une valeur constante. Deux températures de séchage (60 °C et 105 °C) ont été utilisées, afin qu'une éventuelle sensibilité aux hautes températures soit mise en évidence selon la norme¹. Les teneurs moyennes en eau pour chaque bloc et chaque température de séchage sont présentées dans le Tableau 3.

¹ Norme A.F.N.O.R. NF P 94-050. *Sols : Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux – Méthodes par étuvage.* Norme A.F.N.O.R. NF P 94-410-1. *Roches : Détermination de la teneur en eau pondérale. Méthodes par étuvage.*

	60 °C	105 °C
Bloc 1	21,20%	21,25%
Bloc 2	20,25%	20,10%

Tableau 3 : Teneurs en eau w_{nat} mesurées

Compte tenu de la porosité moyenne de la craie d'Estreux (environ 37%, $e = 0,586$) et de la densité des particules solides ($\rho_s = 2,74 \text{ Mg/m}^3$), pour un degré de saturation $S_{rw} = w\rho_s/e$ de 100%, la teneur en eau maximale moyenne est d'environ 20,7% : les blocs étaient donc presque totalement saturés au moment du prélèvement. Aucune influence de la température sur la détermination de la teneur en eau n'a été relevée à partir des données fournies dans le Tableau 3 : il n'y a pas de perte de masse pour la craie d'Estreux dans l'intervalle de températures inférieur à 105 °C.

2.3. Porosimétrie au mercure (PAM)

Afin d'avoir une caractérisation microstructurale préliminaire de la craie d'Estreux, des essais porosimétriques par intrusion de mercure et des observations au microscope électronique à balayage (cf § 3.4) ont été réalisées sur des échantillons déshydratés par étuvage à 50 °C. Les essais au porosimètre à mercure ont été effectués à l'aide d'un porosimètre FISIONS 2000 WS dont le dispositif expérimental et le principe de mesure ont été préalablement exposés (cf. chapitre II).

2.3.1. Résultats des essais

Quatre essais porosimétriques ont été réalisés, à partir de deux échantillons (A et B) prélevés de chaque bloc. Les résultats sont présentés sur les figures ci-dessous. En ordonnée, on reporte non la porosité envahie pour une pression capillaire donnée, mais son complément à la porosité totale au mercure, c'est-à-dire : pour un rayon r , la porosité d'accès inférieur à r . Ainsi on va définir pour chaque rayon d'accès, le "volume complémentaire" au volume de mercure injecté, égal au volume maximal de mercure injecté lors de l'essai moins le volume injecté pour le rayon d'accès en question. Le rayon d'accès, donné par les points de changement de concavité des courbes présentées sur les Figure 2 et Figure 3, vaut entre 0,5 μm et 0,8 μm . Cette variabilité est liée à la définition du plus grand rayon d'accès, dans la zone des rayons de plus de 1000 nm, caractérisant la porosité initiale de la roche. En effet, dans cette zone on constate d'importantes différences, car les courbes représentées traduisent la variabilité naturelle de la porosité dans les blocs et la présence d'une porosité non accessible qui modifie la valeur du volume de mercure injecté d'un échantillon à l'autre.

Par conséquent, l'utilisation des valeurs absolues pour mesurer la porosité envahie (le rapport du volume injecté de mercure sur la masse sèche) ne permet pas de bien comparer les courbes ni d'en déduire la répétabilité des essais. Ce résultat est confirmé sur la Figure 3, où les volumes de mercure injectés sont normalisés par rapport au volume maximal injecté. La distribution des pores semble être assez homogène d'un bloc à l'autre, avec une dispersion sur le rayon d'accès qui reste compris entre 0,5 μm et 0,8 μm , et un rayon moyen quantifiable à 0,7 μm .

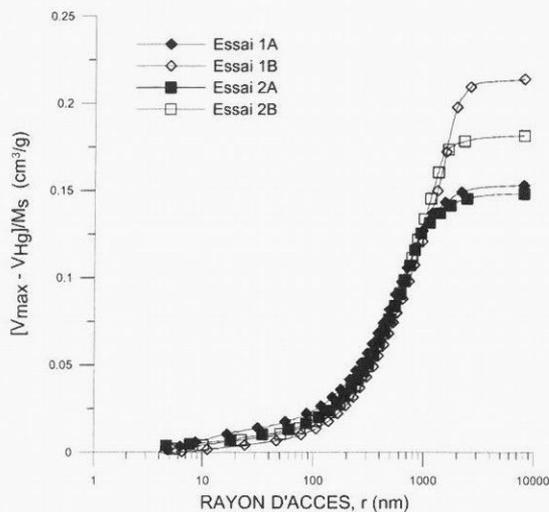


Figure 2 : Résultats essais porosimétriques

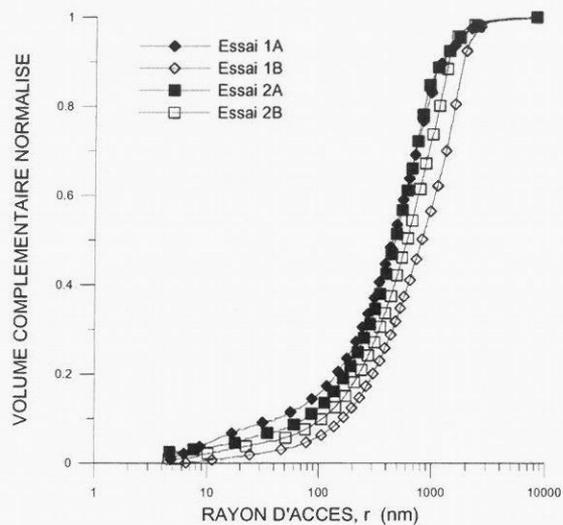


Figure 3 : Répétabilité des essais

2.3.2. Conclusions sur la porosité de la craie d'Estreux

Les mesures de porosité par pesée (cf. § 2.1) et par PAM, nous permettent de fournir une bonne estimation de la porosité de la craie étudiée. A partir des données porosimétriques, les valeurs de porosité déduites sont présentées dans le Tableau 4. On remarque une certaine variabilité de la porosité estimée à l'aide du porosimètre au mercure, par rapport aux résultats présentés dans le Tableau 2. Ceci est logique car les données porosimétriques sont plus sensibles à la variation naturelle de porosité, du fait des très petits échantillons utilisés (2 ou 3 g).

Essai	n	e
1A	29.2%	0.412
1B	36.6%	0.577
2A	28.5%	0.400
2B	32.9%	0.489

Tableau 4 : porosités obtenues par PAM

Par ailleurs, il reste toujours une proportion de porosité occlue, inaccessible au mercure, lors de l'application de cette méthode. Néanmoins, un traitement statistique des données porosimétriques peut fournir une estimation de la valeur de porosité. Ainsi, pour le rayon moyen d'accès des pores d'environ 0,7 μm on a obtenu $n = 36,62\%$ (essai 1B). On peut conclure que la porosité de la craie d'Estreux est comprise entre 35% et 37%. Des mesures de porosité de plusieurs craies du nord de la France, avec des proportions en calcite supérieures à 94% (Masson, 1973), ont fourni des valeurs d'environ 40%. La présence de glauconie dans la craie d'Estreux pourrait avoir une influence sur la porosité, avec une diminution de celle-ci par rapport aux craies blanches.

2.3.3. Analyse des résultats. Modélisation statistique

On a mis en évidence que le réseau poreux peut être modélisé (cf. chapitre II) au moyen d'une loi statistique, la loi normale. La fonction de densité de la loi normale est :

[eq VI.1]
$$n_e = f(r, \bar{r}, \sigma, n) = \left(1 - \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} e^{-\frac{(r-\bar{r})^2}{2\sigma^2}} \right) * n$$

Où r est le rayon des pores, \bar{r} est l'espérance mathématique de la loi, le rayon de l'échantillon, et σ^2 la variance de la variable aléatoire.

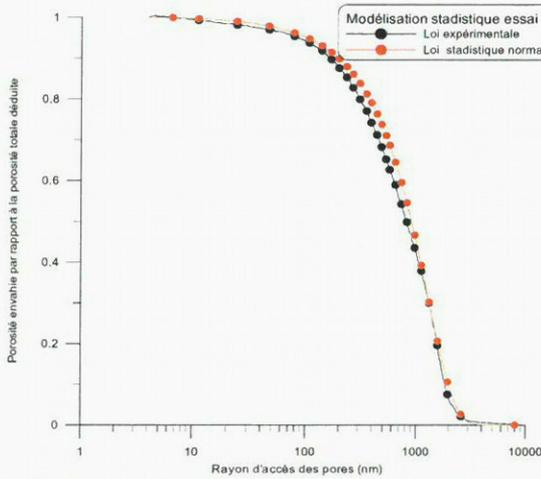


Figure 4 : Modélisation de la distribution des pores pour la craie d'Estreux

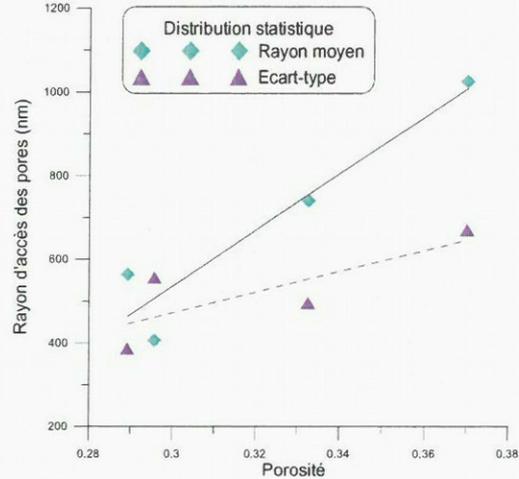


Figure 5 : Variations du rayon moyen et de la dispersion avec la porosité

La représentation des distributions de pores données par les résultats expérimentaux et celles données par les lois normales de distribution (dont les paramètres qui les caractérisent – rayon moyen et écart type – ont été calés par la méthode des moindres carrés) montre l'adéquation de cette modélisation (Figure 4).

La modélisation de la distribution des pores de la craie d'Estreux à l'aide de la loi statistique normale fournit une bonne quantification de la distribution de pores ainsi que des paramètres de comparaison. Appliquées à tous les essais, les valeurs du rayon moyen des pores et de la dispersion (écart type) ont été reportées sur la Figure 5. Il apparaît clairement qu'une réduction de la porosité de la craie d'Estreux (du fait de la variabilité naturelle de la porosité dans le gisement) est accompagnée d'une diminution du rayon d'accès moyen des pores et de l'écart type. On observe, à l'instar de la craie de Lixhe, que la densification de la craie d'Estreux (réduction du volume des vides total) s'accompagne d'un rétrécissement homothétique des pores. Les pentes des droites reliant le rayon moyen et l'écart type à la porosité sont plus importantes qu'observées pour la craie de Lixhe (Figure 6), cependant la gamme de porosité est ici plus importante.

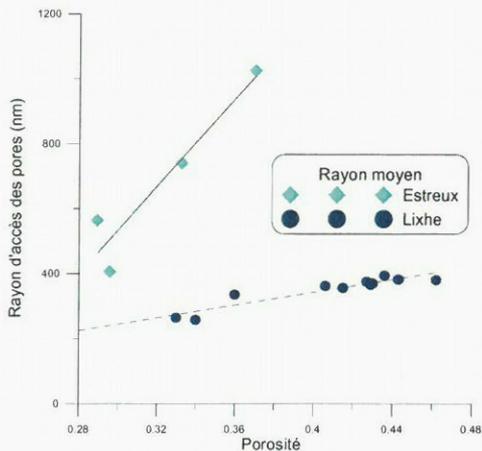


Figure 6 : Rayons moyens d'accès pour 2 craies

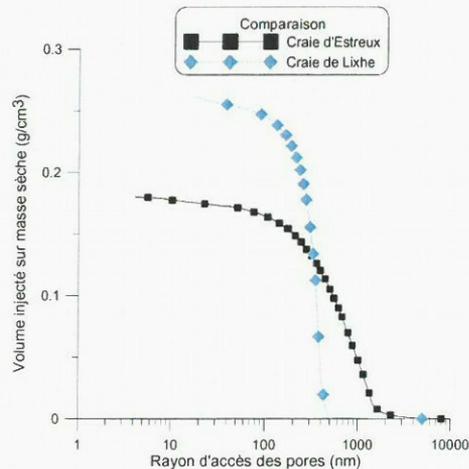


Figure 7 : Comparaison entre les craies de Lixhe et d'Estreux

D'après les essais et les modélisations réalisés, le rayon moyen d'accès des pores pour la craie d'Estreux est d'environ $0,7 \mu\text{m}$ et l'écart type de $0,54 \mu\text{m}$. La comparaison de ces résultats avec ceux de la craie de Lixhe montre que la craie d'Estreux a un rayon moyen moindre ($0,4 \mu\text{m}$ pour Lixhe) mais présente une dispersion plus grande (De Gennaro *et al.*, 2004). D'autre part, la présence de glauconie, assimilable à une argile, n'a pas pour conséquence une taille de pores inférieure ; nous sommes donc en présence de deux matériaux distincts. La connaissance de la diagenèse des craies est nécessaire et délicate compte tenu de son impact sur la microstructure (Clayton, 1983). Ainsi, une comparaison entre différentes craies doit être menée avec précaution. Rappelons que Bonvallet (1979) distingue en deux classes distinctes les craies glauconieuses, du type craie d'Estreux, des craies blanches telles la craie de Lixhe.

2.4. Observations au microscope électronique à balayage (MEB).

Les observations au M.E.B. (Figure 8) ont mis en évidence la présence de quartz (a), sous forme de grains emballés dans une matrice de type argileuse (b) (vraisemblablement de la glauconie), ainsi que de petits grains de calcite micritique, provenant de fragments d'organismes (c). Ces observations semblent confirmer l'origine détritique de la craie d'Estreux. La présence d'agrégats et d'une assez forte porosité inter-agrégats est également visible à l'observation des images présentées sur la Figure 8b. Le rayon moyen d'entrée caractéristique de la macroporosité est de l'ordre de $1 \mu\text{m}$, ce qui correspond assez bien aux résultats obtenus par PAM. On signale, pour terminer, l'aspect assez hétérogène de cette craie, pouvant justifier les variations de porosité déjà constatées au porosimètre, à l'échelle d'un échantillon de quelques grammes.

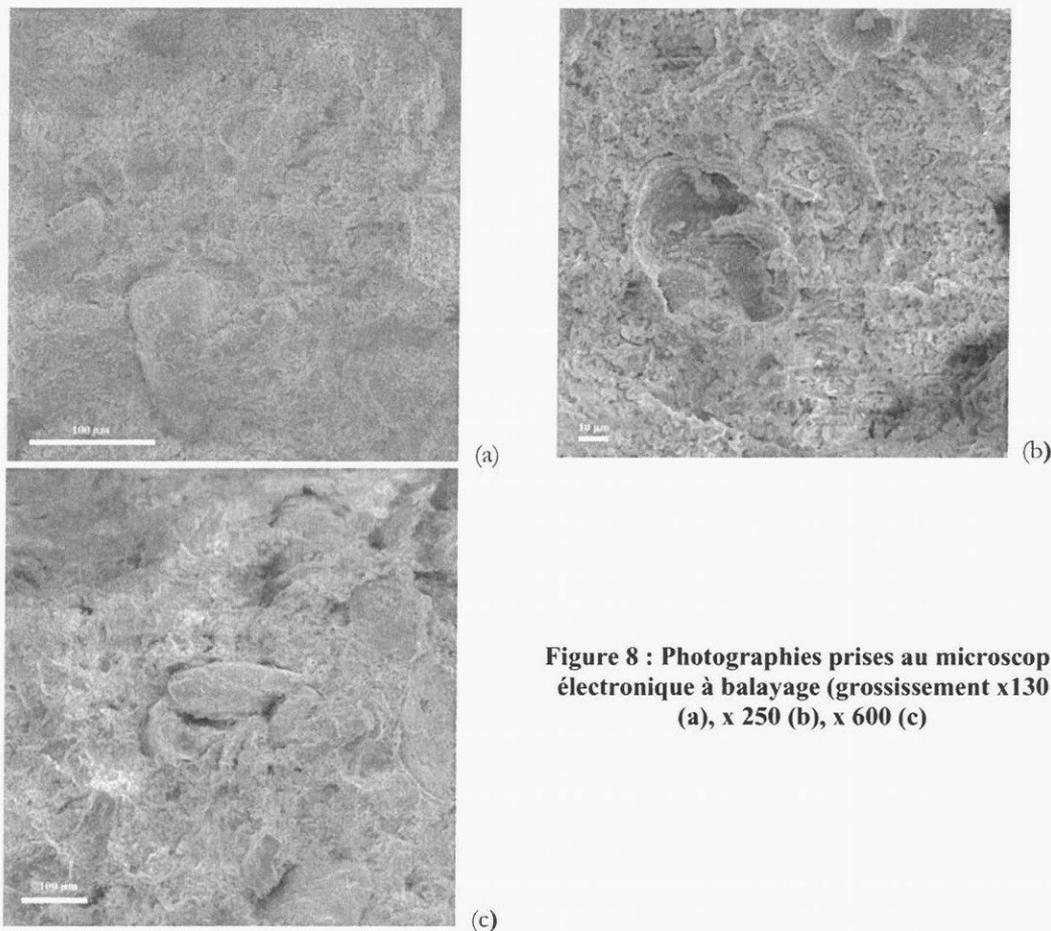


Figure 8 : Photographies prises au microscope électronique à balayage (grossissement x130 (a), x 250 (b), x 600 (c))

3. CARACTERISTIQUES DE RETENTION DE LA CRAIE D'ESTREUX

3.1. Introduction

La variation d'hygrométrie, associée à la variation de la pression de vapeur d'eau dans l'atmosphère de la carrière, modifie l'état de saturation de la roche des piliers (Morat *et al.*, 1992 ; Durville *et al.*, 1993 ; Auvray *et al.*, 2004). Ces changements d'hydratation dans le matériau ont une influence sur le comportement mécanique macroscopique à court terme et à long terme, car ils modifient l'état de contrainte du matériau. En effet, comme nous l'avons déjà introduit, une variable de contrainte additionnelle, la succion s_0 , est associée aux variations du degré de saturation d'un sol (Coleman, 1962 ; Fredlund & Morgenstern, 1977 ; Delage & Cui, 2000). Ces mêmes changements d'hydratation peuvent également être à l'origine des actions physique et chimique qui conduisent à l'altération de la roche et à la dégradation des caractéristiques mécaniques (vieillessement). L'apport de la minéralogie et des composantes physico-chimiques liées à l'interaction entre l'air, l'eau et la fraction solide, peut jouer un rôle non négligeable dans la quantification du potentiel de succion d'un sol ou d'une roche, notamment s'il y a présence de fractions argileuses. Pour la craie d'Estreux nous avons signalé la présence de glauconie (cf. § 2.4), ce qui peut conduire à des caractéristiques de rétention d'eau dont les mécanismes peuvent avoir une origine plus complexe qu'une simple interaction de nature capillaire.

Dans un premier temps, la succion initiale caractéristique des blocs prélevés dans la carrière d'Estreux a été quantifiée. La courbe de rétention de la roche, permettant de représenter l'évolution de la succion en fonction de la variation du degré de saturation, a été ensuite établie. La mesure de la succion a été réalisée par la méthode du papier filtre. Deux méthodes ont été utilisées pour contrôler la succion: (i) la méthode osmotique et (ii) la méthode par phase vapeur (par solution saline et par solution de PolyEthylène Glycol, PEG).

3.2. La succion dans le système air-eau

La notion de succion est reprise dans un contexte plus usuel pour le couple classique de fluides saturants : l'eau et l'air. Dans un système air-eau, la succion est reliée à l'activité de l'eau interstitielle, et dans le cas d'un sol non saturé, à la pression partielle de la vapeur d'eau. En effet, dans ce cas , l'activité de la solution interstitielle a_w correspond à la définition d'humidité relative (HR):

$$[eq VI.2] \quad a_w = \frac{P_w}{P_w^o}$$

où p_w est la pression partielle de la vapeur d'eau ambiante; p_w^o la pression partielle de la vapeur d'eau saturante à l'état de référence. La valeur de la succion se formule, en unité de pression (exposant p), suivant:

$$[eq VI.3] \quad s_o^p = -\frac{\rho_w}{M_w} RT \ln(HR)$$

où u_a et u_w sont, respectivement, la pression de l'air et de l'eau, ρ_w la masse volumique de l'eau et M_w la masse molaire de l'eau ($M_w = 18 \text{ g.mol}^{-1}$). Cette expression, plus familière aux mécaniciens des sols et des roches, permet d'associer à une hygrométrie donnée une valeur de succion. Les unités de la succion peuvent être soit des unités de pression ou d'hauteur d'eau. Nous pouvons d'ores et déjà noter que l'ouverture d'une carrière souterraine impliquant des variations d'hygrométrie modifie la valeur de la succion et donc du degré de saturation.

3.3. Succion initiale : méthode du papier filtre

La succion initiale de la craie d'Estreux est celle que la roche avait à l'état naturel, lors du prélèvement des échantillons. La méthode utilisée pour déterminer la succion initiale est fondée sur l'emploi d'un papier-filtre dont la courbe de rétention d'eau a été préalablement déterminée au laboratoire par étalonnage. Les papiers-filtres utilisés sont du type Whatman n° 42 (Houston *et al.*, 1994). Cette méthode consiste à insérer une double épaisseur de papier-filtre dans l'éprouvette dont on veut déterminer la succion et à attendre l'équilibre des succions entre le sol et le papier-filtre (1 semaine, selon la norme ASTM) en évitant l'évaporation de l'eau : à telle fin, on enveloppe soigneusement l'échantillon avec du plastique et après on paraffine l'ensemble. Le papier-filtre, donc, s'hydrate

progressivement, et sa succion initiale (théoriquement infinie dans le papier sec) diminue jusqu'à la valeur de la succion du sol (papier-filtre avec la même teneur en eau du sol).

Il est nécessaire de placer des papier-filtres de protection entre l'échantillon et les papiers-filtres de mesure, dans le but d'éviter leur pollution (Figure 9). L'utilisation de deux feuilles de papier-filtre de mesure (séparées aussi par une feuille de papier filtre de protection) permet d'obtenir deux valeurs de succion pour chaque essai, et de savoir si l'équilibre en termes de teneur en eau s'est achevé dans l'ensemble formé par l'échantillon et les papiers-filtres. La teneur en eau du papier-filtre est obtenue par pesées, et la courbe d'étalonnage fournit la valeur de succion correspondante. Comme les papiers-filtres se trouvent en contact avec l'échantillon, on mesure la succion matricielle, qui inclut les termes de potentiel capillaire et d'adsorption. Nous avons effectué trois essais sur trois échantillons, qui ont fourni 6 valeurs pour la succion initiale (deux papiers-filtres pour chaque échantillon). Pour le premier essai, la période d'attente pour l'équilibre de la succion entre les papiers-filtres et l'échantillon a été fixée à 15 jours.

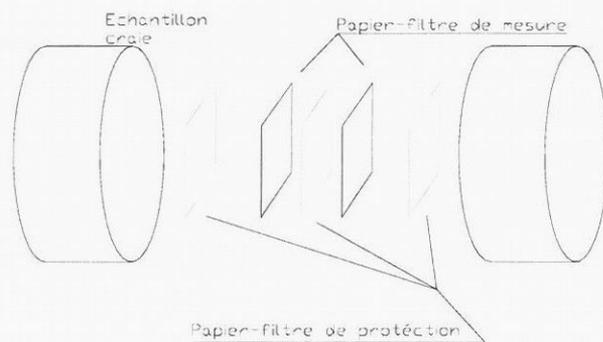


Figure 9 Schéma du montage expérimental de la méthode du papier filtre

Pour les autres deux essais, cette période a duré 30 jours. Les deux périodes d'équilibrage considérées sont largement supérieures à celle prévue par la norme ASTM (D5298). A l'analyse des données présentées dans le Tableau 5, nous observons que l'essai 1 fournit une valeur de succion moyenne (à partir des mesures des deux papiers-filtres) d'environ 86 kPa, bien plus élevée que celles calculées avec les essais 2 et 3, respectivement 45 kPa et 34 kPa. Cette valeur moyenne est influencée par la succion estimée à partir de la teneur en eau du papier-filtre 1 ($w = 43,42\%$), donnant une valeur de succion de 130 kPa. Cette valeur apparaîtrait douteuse à l'examen des données du Tableau 5, et suggère que des problèmes sont survenus lors de la mesure de la succion par le papier-filtre 1 de l'essai 1. Par ailleurs, les différences entre les mesures de succion effectuées au cours des essais 1, 2 et 3 à l'aide du papier-filtre 2 restent limitées à environ 10 kPa, ce qui paraîtrait acceptable, compte tenu de la précision de la méthode, reposant essentiellement sur des mesures de pesées et sur la courbe d'étalonnage du papier Whatman n° 42.

Si on écarte la valeur de succion de 130 kPa, la succion initiale moyenne du matériau vaut 40 kPa. Cette faible succion semble en accord avec le niveau élevé de saturation de cette craie (pour $e = 0,587$ et $G_s = 2,74$ on aurait $S_{rw} \cong 96,8\%$), associé à une teneur en eau naturelle de l'ordre d'environ 20-21% (voir § 2.2).

Essai	Temps d'attente (jours)	w papier-filtre 1 (%)	w papier-filtre 2 (%)	s_o (papier-filtre 1) (kPa)	s_o (papier-filtre 2) (kPa)	s_o moyenne (kPa)
1	15	43,42	48,65	130	42	86
2	30	55,84	56,13	45	45	45
3	30	62,96	66,09	36	33	34

Tableau 5 : valeurs de succion initiale mesurées

3.4. Détermination de la courbe de rétention par la méthode osmotique

Les travaux précédents (De Gennaro *et al.*, 2003 ; Pasachalk I & II ; Priol *et al.*, 2004) ont démontré l'applicabilité de la méthode osmotique pour le contrôle de la succion dans un échantillon de craie (cf. chapitre III). Le dispositif expérimental et la méthodologie demeurent identiques à ceux exposés dans le cas de la craie dite pétrolière (eau et huile) (cf. chapitre III). L'échantillon cylindrique, entouré d'une membrane semi-perméable, est immergé dans une solution de PEG à 20°C ($\pm 1^\circ\text{C}$), agitée afin de la maintenir homogène. L'utilisation d'échantillons cylindriques (obtenus par carottage à l'eau) permet à la fois de calculer leur volume total avec une bonne précision et, connaissant ρ_s , de calculer le degré de saturation (S_{rw}) correspondant à chaque niveau de succion à partir de la teneur en eau finale de l'échantillon.

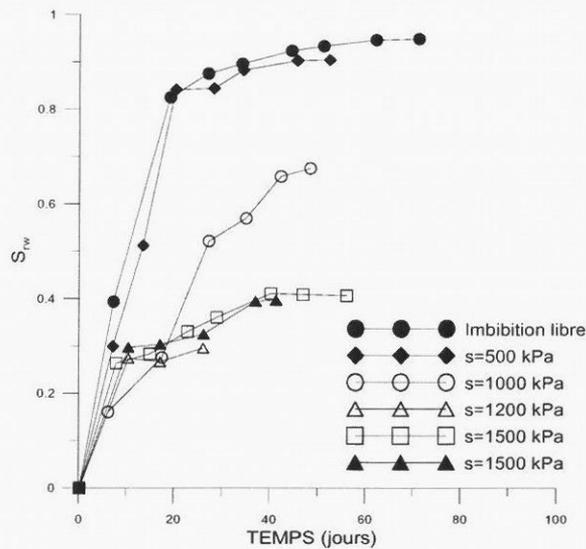


Figure 10 Evolution des degrés de saturation des échantillons (imbibition).

Pour les succions supérieures (impliquant des concentrations supérieures de PEG), des problèmes de contamination de PEG des échantillons ont été rapportés (Marcial, 2003). Pour cette raison, la technique osmotique a été appliquée uniquement pour les succions égales ou inférieures à 1500 kPa. Cette gamme de succions correspond des valeurs d'humidités relatives HR supérieures à 99%. La

détermination de la partie de la courbe de rétention pour des niveaux de succion supérieurs à 1500 kPa (HR < 99%) a été réalisée grâce à la technique de la phase vapeur (cf. § III.3.5).

La stabilisation osmotique en imbibition peut durer plusieurs semaines, comment le montre la Figure 10. La saturation relative atteint un équilibre plus ou moins rapidement selon le niveau imposé de succion : les cinétiques d'échange fluide plus rapides sont associées aux niveaux de succion plus faibles. Comme illustrés sur la Figure 11, les niveaux de succion inférieurs à 1500 kPa ne sont pas suffisants pour amorcer le drainage des échantillons et la valeur de S_{rw} reste inchangée. Les points de la courbe de rétention de la craie d'Estreux, dans la zone des succions inférieures à 1500 kPa sont présentés sur la Figure 12.

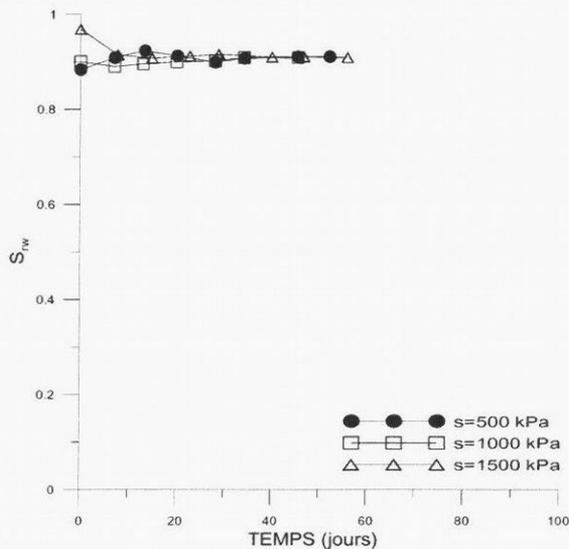


Figure 11 Evolution des degrés de saturation des échantillons (drainage).

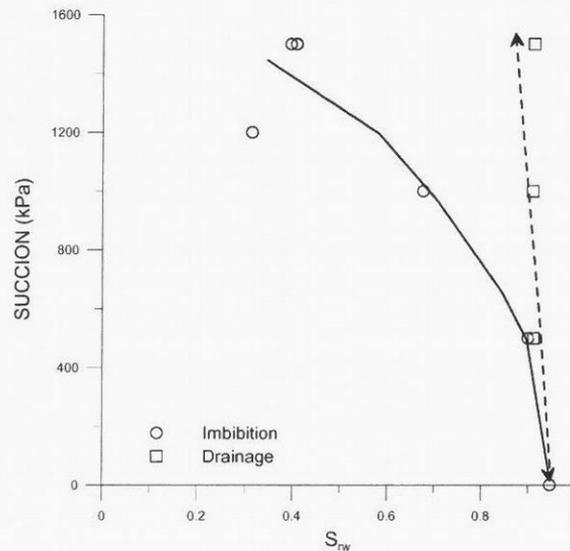


Figure 12 Points de la courbe de rétention déterminés par la méthode osmotique

3.5. Détermination de la courbe de rétention d'eau par phase vapeur

La méthode de la phase vapeur permet le contrôle de la succion totale de l'échantillon par contrôle de l'hygrométrie. Les échantillons initialement secs ou saturés sont conditionnés dans une atmosphère étanche, à humidité relative et température contrôlées. Le déséquilibre entre le niveau de succion de l'échantillon et la succion imposée par la phase vapeur génère, donc, un transfert d'eau entre l'échantillon et l'atmosphère, qui s'arrête lorsque la teneur en eau de l'échantillon est en équilibre avec la pression partielle imposée. Pour établir l'humidité relative qui correspond au niveau de succion désiré, on a utilisé deux moyens : des solutions salines saturées et des solutions de PEG 20000 (cf. chapitre III).

3.5.1. Contrôle par phase vapeur avec des solutions salines saturées

La méthode de contrôle par phase vapeur nécessite un dessiccateur, qui empêche les échanges avec l'extérieur, une solution saline saturée, qui contrôle l'humidité relative, et une pompe pneumatique, pour la circulation de l'air à humidité contrôlée en circuit fermé. L'utilisation de la circulation d'air est

utile pour accélérer le processus d'échange. Les caractéristiques des deux solutions salines utilisées, saturées, sont données dans le Tableau 6. Pour chaque succion, deux essais ont été effectués, l'un avec un échantillon initialement sec et l'autre avec un échantillon initialement saturé (sur les courbes respectivement d'imbibition et de drainage). Pour tous les essais réalisés selon la méthode de la phase vapeur, nous avons employé de petits échantillons cylindriques afin de calculer avec précision le volume total et de pouvoir exprimer les résultats en termes de degré de saturation. Par ailleurs, il est important que les échantillons soient assez petits, afin de permettre un établissement suffisamment rapide de l'équilibre en succion. Ces échantillons ont été taillés à l'aide du tour mécanique, le carottier à eau ne permettant pas la réalisation de si petits échantillons (une dizaine de millimètres de diamètre). La précision de la méthode en est notablement diminuée ($S_{rw} \pm 4\%$) car la détermination du volume des vides est moins précise.

Solution saline saturée	Humidité relative (%)	Succion (MPa)
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	83,5	24,9
K_2SO_4	97	4,2

Tableau 6 : Récapitulatifs des sels utilisés

3.5.2. Contrôle par phase vapeur avec des solutions de PEG

L'application de la méthode de la phase vapeur au moyen de solutions de PEG 20000 se base sur le même principe et le même montage expérimental décrits au paragraphe (§III.2.2). Les seules modifications introduites consistent en la substitution des solutions salines par des solutions de PEG (dont la concentration contrôle les niveaux désirés de succion) et la substitution de la pompe pneumatique par une pompe péristaltique. Pour assurer l'homogénéité des solutions de PEG pendant toute la durée de l'essai on a utilisé un agitateur magnétique, placé sous le récipient contenant la solution de PEG. Les solutions de PEG ont permis d'imposer des niveaux de succion de 2000 kPa (HR $\cong 98,5\%$) et 2500 kPa (HR $\cong 98,2\%$), non accessibles par solutions salines.

3.6. Courbe de rétention de la craie d'Estreux

Les Figure 13a (imbibition) et Figure 13b (drainage) présentent les processus de stabilisation de la saturation pour chaque niveau imposé de succion. La stabilisation de la saturation des échantillons peut durer plusieurs semaines. Les paliers des courbes fournissent la valeur de S_{rw} à l'équilibre avec la succion prescrite. Les couples $S_{rw} - s_0$ ainsi déterminées permettent de définir les points de la courbe de rétention de la craie sur les chemins de drainage et imbibition (Figure 14). Le point qui caractérise l'état initial de la craie a été ajouté à la Figure 14. Ce dernier point est connu, car nous avons précédemment établi la valeur moyenne de la succion initiale (40 kPa) ainsi que la teneur en eau naturelle moyenne (20,7%, cf. § 3.2). A partir de la valeur moyenne de l'indice de vides ($e = 0,587$) et de la densité des particules solides ($G_s = 2,74$), le degré de saturation initial de la craie, à l'état naturel, est environ 96,8%.

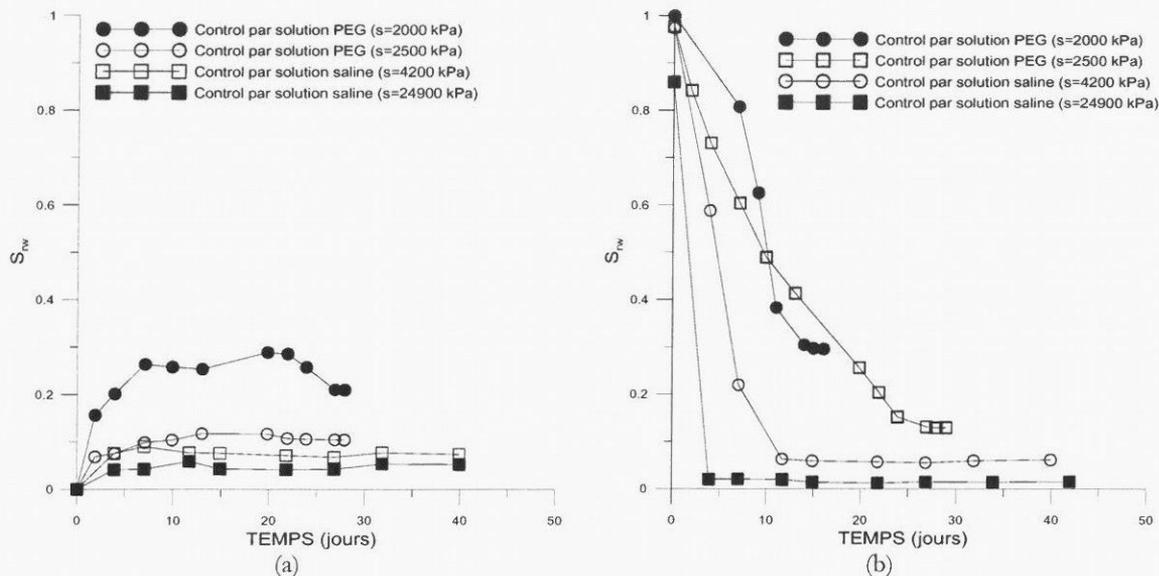


Figure 13 Evolution des degrés de saturation des échantillons : (a) imbibition, (b) drainage.

En observant les courbes obtenues, nous remarquons d'abord une certaine hystérésis entre la courbe d'imbibition et de drainage classique pour les milieux poreux. En effet, les mécanismes de remplissage et de vidange de l'espace poreux ne sont pas les mêmes, à cause des rayons d'accès différents, de la géométrie variable des pores et des interconnexions possibles entre les pores. Le point d'entrée d'air, niveau de succion à partir duquel, partant de l'état saturé, la craie commence à perdre de l'eau est élevé, environ 1500 kPa. Par conséquent, l'augmentation du niveau de succion jusqu'à 1500 kPa, en suivant le chemin de drainage (Figure 13b) ne produit aucun changement de S_{rw} . En considérant que pour $s_0 = 1500$ kPa la valeur de HR est environ 99% (cf. § VI.3.2), et que l'état de saturation initial des échantillons fournit une valeur moyenne de succion de 40 kPa, mesurée par la méthode du papier-filtre (§ VI.3.3), il est possible de déduire que l'atmosphère de la carrière au moment du prélèvement des blocs avait une hygrométrie entre 99% et 100%. Il est intéressant de noter que des valeurs de succion entre 4,2 MPa et 25 MPa permettent d'atteindre des saturations résiduelles S_{rw} dans la craie d'environ 5% (asymptote gauche de la courbe de rétention). Ces valeurs de succion, relativement élevées, sont probablement associées à la fraction argileuse (glaucanie) identifiée auparavant, et qui mérite d'être mieux quantifiée.

Il est important de signaler que, pour une succion égale à 25 MPa, l'humidité relative imposée par la solution saline vaut 83,5% (Tableau 6). De plus, des valeurs d'humidité dans la carrière jusqu'à HR = 80% ont été signalées. Cette observation a d'importantes conséquences en vue d'une évaluation de l'effet de l'hygrométrie sur la réponse hydro-mécanique de la roche. En effet, la variation d'humidité dans l'atmosphère de la carrière peut être suffisante pour amorcer la désaturation des piliers, car pour HR = 80 % on pourrait s'attendre à des valeurs de S_{rw} proches de 5%. Par ailleurs, sur la base de la courbe de rétention établie (Figure 14), les évolutions de HR entre 80% et 100% génèrent des fortes modifications de S_{rw} , et peuvent conduire dans la carrière à des états de saturations extrêmes :

saturation totale ou désaturation. Les changements de l'état de saturation (drainage et imbibition) sont associés à des niveaux de succion dans la roche qui varient entre 0 MPa (état saturé) et 24,9 MPa ($S_{rw} \cong 5\%$). Les modifications de s_o interviennent comme un chargement additionnel sur la craie, et intègrent également les processus physico-chimiques liés à l'interaction fluide-squelette, souvent à l'origine des mécanismes de dégradation mécanique et de vieillissement dans les géomatériaux. Il apparaît nécessaire, donc, de bien caractériser la réponse mécanique de la craie lorsqu'elle est saturée avec des proportions d'eau variables, ceci fera l'objet du paragraphe 5.

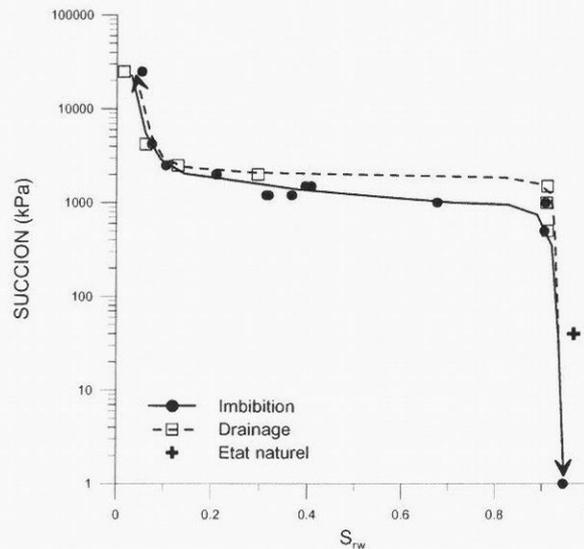


Figure 14 Courbes de rétention de la craie d'Estreux

3.7. Comparaison de la courbe de rétention d'eau avec les résultats des essais porosimétriques

Une analyse des courbes d'injection obtenues lors des essais au porosimètre à mercure permet d'obtenir des "courbes de rétention" pour la craie. En effet, nous pouvons assimiler l'intrusion de mercure (fluide non mouillant) dans les échantillons à l'intrusion d'air dans les pores lors du drainage (sortie d'eau) de la craie partiellement saturée en eau et air. Grâce à la loi de Laplace-Jurin (voir chapitre III.4), nous pouvons relier les courbes de rétention des couples mercure-vapeur de mercure et air-eau. Si on fait l'hypothèse que la totalité de la succion développée par la craie d'Estreux est d'origine capillaire (c'est à dire, on néglige les effets physico-chimiques et on admet donc que la loi de Laplace régit les transferts d'eau au sein du milieu poreux de la craie), on peut écrire :

$$[eq\ VI.4] \quad s_o = P_{air} - P_{eau} = P_{c(air-eau)} = P_{c(mercure-vapeur)} \frac{\sigma_{air-eau} \cos(\theta_{air-eau})}{\sigma_{mercure-vapeur} \cos(\theta_{mercure-vapeur})}$$

Où $\sigma_{air-eau} = 72,75\text{ N/mm}$; $\sigma_{mercure-vapeur} = 482,2\text{ N/mm}$; $\theta_{calcite-air-eau} = 0^\circ$; $\theta_{calcite-mercure-vapeur} = 146^\circ$ (Léon y Léon, 1999).

Nous obtenons aussi des courbes de rétention capillaires extrapolées de la craie d'Estreux, à partir des résultats fournis par les essais porosimétriques. En comparant ces courbes avec la courbe de rétention d'eau suivant un chemin de drainage, présentée sur la Figure 15, il est possible d'apprécier

l'importance relative des effets physico-chimiques et des effets capillaires qui se trouvent à l'origine de la succion de la craie d'Estreux. Le décalage des courbes sur une large gamme du degré de saturation indique clairement que la succion dans cette craie n'est pas uniquement d'origine capillaire. Ceci semble en bon accord avec la minéralogie du matériau étudié et, en particulier, avec la présence signalée de glauconie. La fraction argileuse, en fait, participerait dans le mécanisme de rétention d'eau en y apportant une composante d'absorption d'eau non présente dans le cas d'une interaction fluides-solide supposée purement capillaire (Delage *et al.* 1995). De plus, la présence d'une activité chimique associée à l'absorption d'eau pourrait également être combinée à l'existence d'autres réactions chimiques, dont l'importance relative pourrait aider à expliquer certains processus de dégradation du matériau (dissolutions-recristallisations).

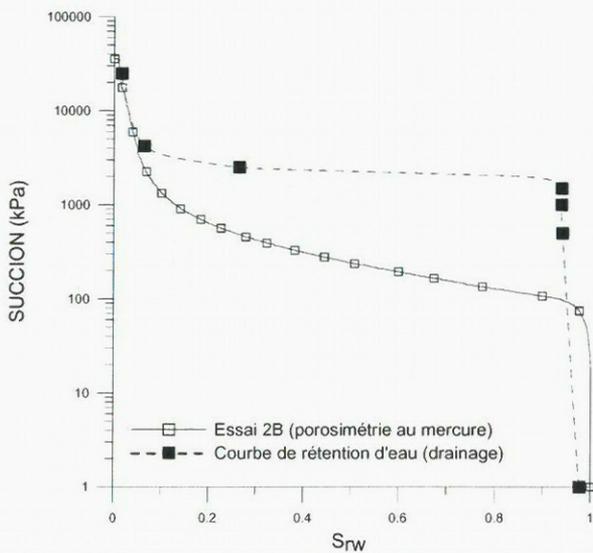


Figure 15 Comparaison entre la courbe de rétention d'eau et les courbes obtenues à partir des essais porosimétriques

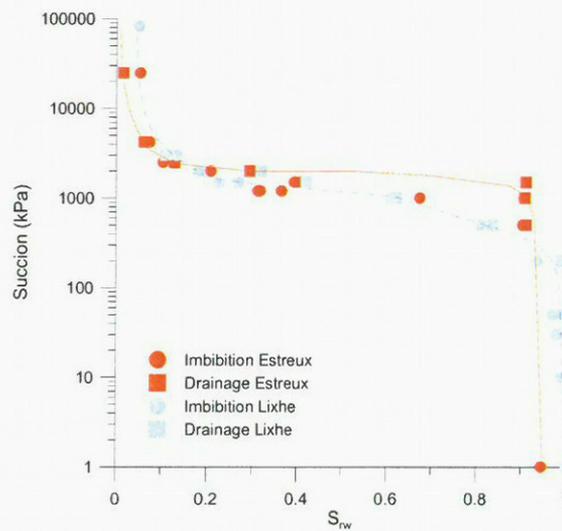


Figure 16 Comparaison entre les courbes de rétention d'eau pour les deux craies

Une comparaison entre les deux courbes de rétention obtenues pour la craie glauconieuse d'Estreux et la craie pure blanche de Lixhe est proposée sur la Figure 16. Il apparaît clairement que la fraction (glauconie proche des illites) augmente la pression d'entrée d'air, l'eau étant plus adsorbée du fait de la capacité plus importante de la glauconie à retenir l'eau par rapport à la calcite. La surface spécifique des illites est de l'ordre de 100 à 175 m²/g tandis que pour des craies pures de plus de 85% de calcite la surface spécifique est de l'ordre de 1,5 à 2 m²/g pouvant atteindre 10 à 20 m²/g pour des craies à composants argileux (Schroeder, 2002). Ceci confirme le fait que le mécanisme de rétention de la craie de Lixhe est de nature plus capillaire que celui de la craie d'Estreux. Il apparaît donc clairement, en conclusion, que la détermination de la courbe de rétention est une étape essentielle pour la caractérisation des craies d'autant plus nécessaire que la fraction argileuse est importante. L'extrapolation des courbes porosimétriques ne saurait satisfaire pleinement cette étape, et les méthodes de mesures et contrôles de la succion de la mécanique des sols non saturés démontrent ici leur utilité et leur intérêt.

4. COMPORTEMENT HYDRO-MECANIQUE DE LA CRAIE D'ESTREUX

L'étude du comportement hydro-mécanique de la craie d'Estreux a été effectuée au moyen d'essais oedométriques, en adaptant le dispositif oedométrique pour permettre son utilisation dans le cas des roches tendres (Pasachalk I & II; Priol *et al.*, 2004; De Gennaro *et al.*, 2004). Une attention particulière a été portée sur les effets du temps, qui ont une importance essentielle dans la réponse des craies sous sollicitations mécaniques (Andersen *et al.*, 1992; Gutiérrez & Kolderup, 1999; De Gennaro *et al.*, 2003).

4.1. Essais oedométriques

L'adaptation de l'essai oedométrique a montré son intérêt (cf. chapitre IV) et a été ici appliqué à l'étude du comportement mécanique différé de la craie de carrière. Trois essais oedométriques par paliers sur des éprouvettes provenant de la craie d'Estreux ont été effectués. La stratégie pour identifier l'influence de l'eau sur le comportement visqueux a été conservée, *i.e.* nous avons réalisé un essai totalement saturé d'eau, un deuxième sur échantillon sec et nous avons utilisé le contrôle osmotique de la succion pour obtenir un essai à saturation intermédiaire. Les échantillons ont été obtenus par usinage à l'aide du tour mécanique, séchés (à 60 °C), pour éliminer entièrement l'eau libre résiduelle, puis saturés d'eau sous vide (-94 kPa pendant plusieurs jours). Dans le cas de l'essai à succion contrôlée, le degré de saturation (et donc la teneur en eau) désiré a été obtenu avec contrôle de la succion par la méthode osmotique (voir § 3.3). L'élancement D/H est supérieur à 2 suivant la norme AFNOR et les recommandations du LCPC, la hauteur initiale de l'échantillon demeurant quasiment identique (17-19 mm) afin d'éviter les effets de hauteur dus aux frottements (Terzaghi *et al.*, 1996). D'autre part, les échantillons ont été sélectionnés dans un même bloc, et à indice des vides égal (0.608 +/-1,5%) pour estomper les effets relatifs à la densification du matériau (cf. chapitre II).

Essai	Etat de saturation	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	e0	n (%)
1	Craie sèche	50	19	0,610	37,90
2	Craie saturée	38	17	0,616	38,13
3	so=1500 kPa	38	17	0,598	37,45

Tableau 7 : caractéristiques des échantillons oedométriques

Les essais de compression oedométriques ont été réalisés en appliquant le chargement par paliers, le plan de chargement est indiqué sur la Figure 17.

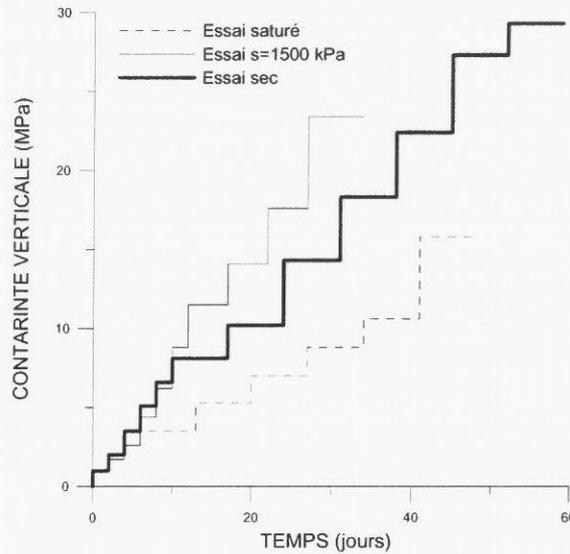


Figure 17 Lois de chargement utilisées

La durée conventionnelle des paliers de chargement à l'oedomètre pour les sols saturés est fixée à 48 heures (norme AFNOR NP 94-090-1). Cette durée assure la dissipation de la surpression du fluide interstitiel Δu_w , due à l'application de la charge, et l'établissement de l'état de contrainte effectif dans la matériau selon la théorie de la consolidation. En analysant l'évolution de la déformation axiale dans le temps (courbe de consolidation), la valeur représentative de déformation pour chaque chargement est ensuite déterminée, et la relation contraintes-déformations du matériau (courbe de compressibilité) établie. Dans la craie, matériau à la frontière entre les roches tendres et les sols indurés, la faible compressibilité du squelette (cimentation) et la perméabilité assez élevée (environ 10^{-8} m/s) sont suffisantes pour éviter la génération de surpression interstitielle lors de l'application de la charge (Lade & de Boer, 1997). Ainsi, la durée des paliers de chargement a été choisie afin de mettre en évidence le fluage du matériau. Pour ce faire, les paliers de chargement effectués dans la phase élastique ont duré 48 heures, et ont été étendus à 7 jours pour les chargements effectués dans la phase plastique. La déformation représentative de chaque palier de chargement a été conventionnellement définie comme celle atteinte à la fin du dit palier.

Pour contrôler la succion à laquelle est soumise la craie au cours de l'essai 3 (Tableau 7), la méthode osmotique a été adaptée à l'essai oedométrique. L'embase inférieure de l'oedomètre permet une circulation de la solution de PEG au-dessous d'une membrane semi-perméable, à l'aide d'une pompe péristaltique. Pour chaque palier de chargement, donc, l'indice des vides ($e = e_0 - \Delta e$) de l'échantillon est tracé en fonction de la contrainte verticale appliquée. Les courbes de compressibilité (ou oedométriques) ainsi établies sont présentées pour les trois essais sur la Figure 18. Sur cette figure, la valeur de l'indice des vides, e , a été normalisée par rapport à l'indice des vides initial e_0 de chaque échantillon afin de gommer les effets de la variabilité de porosité, et ainsi fournir une représentation claire pour la comparaison.

4.2. Courbes de compressibilités

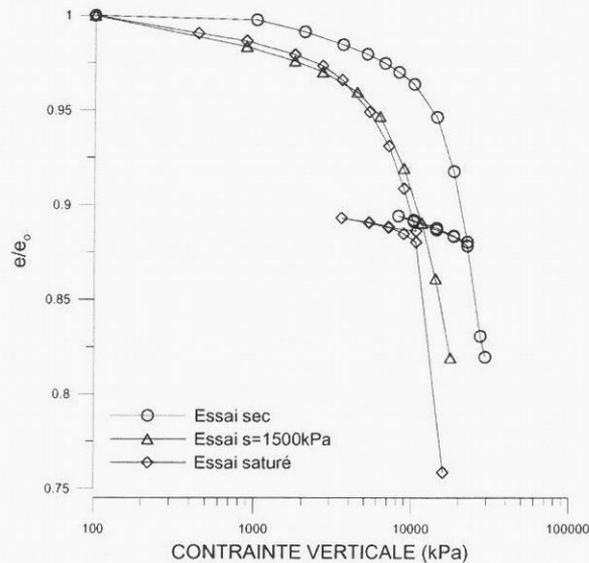


Figure 18 : Courbes oedométriques pour la craie d'Estreux

L'effet du fluide saturant apparaît clairement à l'analyse des courbes. Les échantillons sont plus compressibles à mesure que le degré de saturation à l'eau augmente (i.e. lorsque la succion diminue, Figure 18). L'état de saturation intermédiaire est relatif à l'essai à succion contrôlée ($s_0 = 1500$ kPa). Ainsi, à la même valeur de contrainte verticale appliquée, le rapport e/e_0 plus élevé est celui de la craie sèche, tandis que la craie saturée est caractérisée par les plus faibles valeurs de l'indice des vides, donc par une compressibilité plus importante. Sur la base des résultats de rétention présentés sur la Figure 14, une succion de 1500 kPa est à peine suffisante pour désaturer la craie, et la valeur de S_{rw} est environ 92%. L'échantillon est donc presque totalement saturé, et par conséquent, sa courbe de compressibilité est très proche de celle de l'essai réalisé sur un échantillon saturé.

	Essai sec	Essai s= 1500 kPa	Essai saturé
Limite élastique σ_e	13,5 MPa	9,5 MPa	7 MPa

Tableau 8 : Récapitulatif des limites élastiques déduites

A partir de l'analyse des courbes présentées sur la Figure 18, la limite élastique σ_e peut être déterminée pour chaque essai (Tableau 8). La valeur σ_e est obtenue par l'intersection entre la droite tangente à la partie initiale de la courbe de compressibilité (partie élastique) et la droite tangente à la partie linéaire de la courbe de compressibilité aux plus faibles indices des vides (i.e. déformation volumique élevée, plastification et rupture). A l'analyse des données présentées dans le Tableau 8, une influence du niveau de succion sur la limite élastique σ_e est mise en évidence. Pour l'essai réalisé sur l'éprouvette sèche ($S_{rw} = 0$), la limite élastique est la plus élevée, elle vaut 13,5 MPa. Cette valeur limite diminue lorsque la saturation de l'échantillon augmente ou, de manière équivalente, quand la succion diminue. Elle vaut 9,5 MPa pour l'échantillon à $s_0 = 1500$ kPa ($S_{rw} = 92\%$) et 7 MPa pour l'échantillon saturé ($S_{rw} = 100\%$). Ce résultat traduit un aspect essentiel du couplage hydro-mécanique existant dans la

craie analysée, à savoir : la roche saturée possède un seuil de résistance d'un ordre de grandeur plus faible que le même matériau à l'état sec (7MPa par rapport 13,5 MPa). La résistance du matériau à l'état partiellement saturé (suction 1500 kPa) est intermédiaire entre celle du matériau saturé (suction nulle) et celle du matériau sec (suction théoriquement infinie). Au delà de ce seuil, des déformations plastiques sont générées. Il est possible au regard de la courbe de rétention obtenue d'attribuer des niveaux de suction équivalents aux états saturé et sec (Figure 14) ; l'état saturé, quasiment l'état initial, correspond à un niveau de suction nul (0 kPa), l'état sec à l'état résiduel (25 000 kPa). Nous pouvons dès lors établir une relation entre la limite élastique et la variable d'état suction (Figure 19) du type courbe *LC* définie dans le modèle de Barcelone (Alonso *et al.*, 1990). Ces résultats sont susceptibles, à l'instar de ce qui a été observé pour la craie dite pétrolifère, de s'étendre au comportement dans l'espace triaxial (De Gennaro *et al.*, 2005). Ainsi, il est intéressant de noter que l'essai oedométrique corrobore les résultats d'essais de compression simple ; en effet, le rapport entre

les limites élastiques à l'état sec et à l'état saturé à l'oedomètre ($\frac{\sigma_{Osec}}{\sigma_{Osat}} = \frac{13,5}{7} \approx 2$) est égal à celui

des résistances à la compression obtenue par Bonvallet sur la craie d'Estreux (1979).

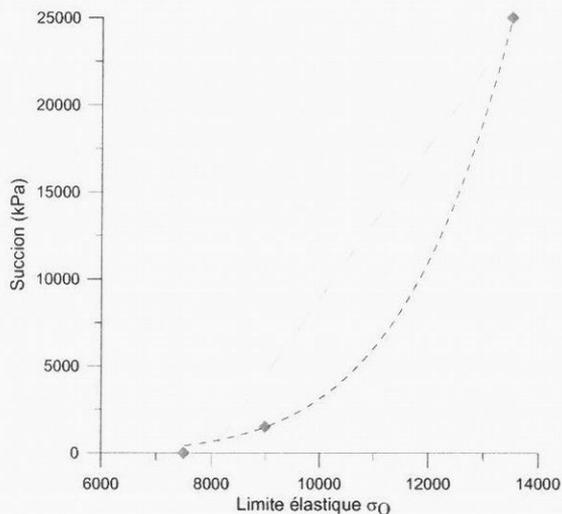


Figure 19 : Courbe LC définie à l'oedomètre

Comme déjà discuté au paragraphe VI.3.6, la variation de saturation est associée à l'évolution de la suction dans la roche, en relation avec les variations d'hygrométrie dans la carrière. Par conséquent, l'augmentation de l'hygrométrie engendre la diminution de la suction dans le massif, et peut s'avérer un facteur de risque majeur pour la stabilité des piliers, car à l'origine d'une importante perte de résistance pour le matériau.

	Essai sec	Essai suction	Essai saturé
C_s	0,13	0,09	0,09
C_c	0,008	0,004	0,005

Tableau 9 : Récapitulatif des coefficients élastoplastiques déterminés

Globalement la compressibilité de la craie en phase plastique ne semble pas être influencée par l'état de saturation, car les branches des courbes à l'état sec et saturé, au delà de la limite d'élasticité, ont une pente similaire (Figure 18 et Tableau 9). Cependant, on remarque également un faible raidissement et une réduction de la compressibilité en phase plastique pour l'essai à succion 1500 kPa. Il apparaît nécessaire d'intégrer ces essais avec d'autres à une gamme de succions plus élevées, afin de mieux caractériser l'écroutissage en succion du matériau.

4.3. Courbes de déformations en fonction du temps

La déformation volumique de la craie, telle qu'elle a été observée pendant les essais (Figure 20) comprend une phase significative de fluage au cours de laquelle le squelette se déforme, alors que la surpression du fluide interstitiel est nulle et que la charge appliquée demeure constante. Une méthodologie a été développée afin d'analyser le comportement au fluage et définir une loi d'évolution de la déformation verticale en fonction du temps (Priol *et al.*, 2004 ; chapitre IV).

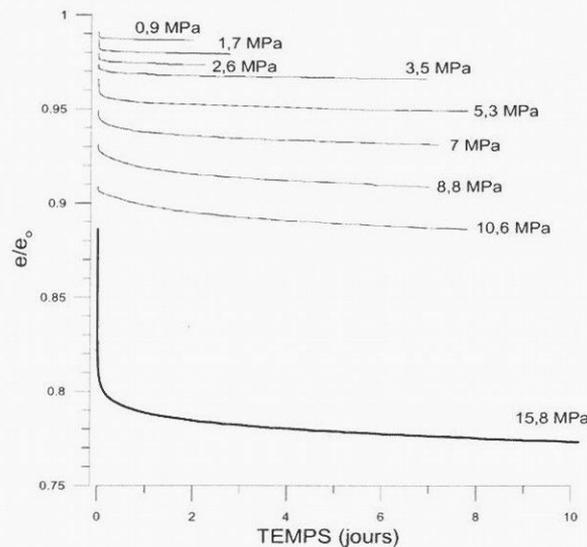


Figure 20 : Evolution de la déformation dans le temps au cours des paliers de chargement (échantillon saturé à l'eau)

La loi décrivant les évolutions du rapport e/e_0 dans le temps, Figure 20, peut s'écrire comme suit :

$$[\text{eq VI.5}] \quad \frac{e}{e_{oi}} = t^{-\alpha_i} \beta_i$$

où e_{oi} est l'indice des vides au début du palier de chargement i , β_i représente la déformation instantanée et α_i contrôle la courbure de l'indice des vides en fonction du temps (fluage).

La détermination des coefficients α_i et β_i pour tous les paliers de chaque essai permet donc de comparer le comportement instantané et différé de la craie pour différentes saturations. Néanmoins, afin d'évaluer l'influence des fluides sur les courbes de consolidation, il convient de définir un état de contrainte équivalent pour la craie. La dépendance de résultats de la limite σ_0 peut être éliminée en

normalisant la contrainte σ_v par σ_0 . Ainsi, l'évolution des coefficients peut être représentée en fonction du rapport σ_v/σ_0 (Figure 21).

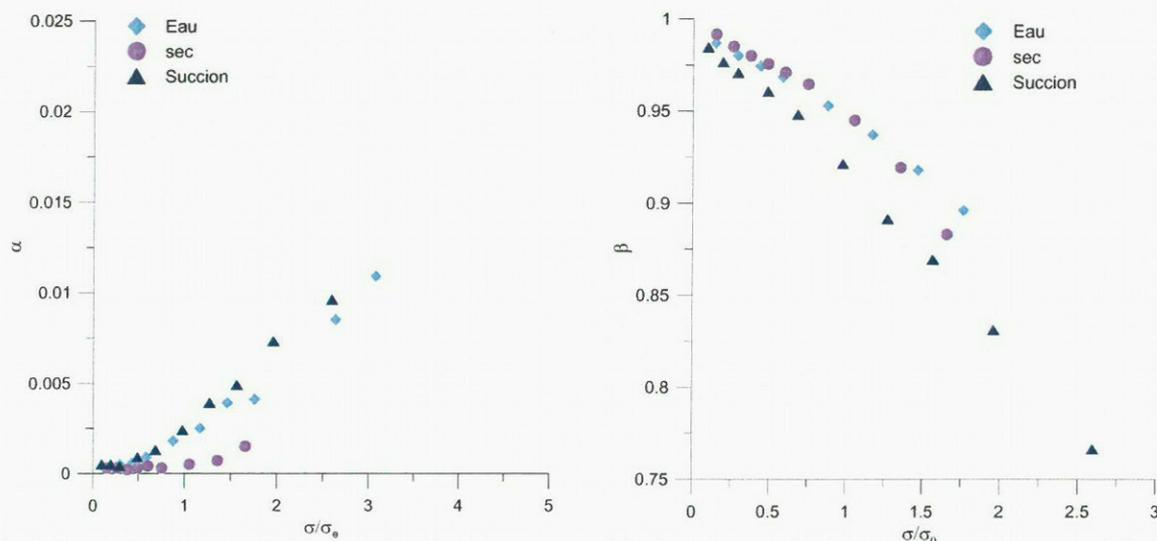


Figure 21 : Evolution des coefficients α et β pour les trois essais

L'évolution de α et β est bilinéaire en fonction de σ_v/σ_0 , le rapport $\sigma_v/\sigma_0 = 1$ définit assez clairement le seuil bilinéaire, caractérisé par le changement de pente, et délimitant la zone élastique ($\sigma_v/\sigma_0 < 1$) de la zone plastique ($\sigma_v/\sigma_0 \geq 1$) du matériau. Ces paramètres décrivent bien le comportement visco-élastoplastique de la craie. Il est à noter que le niveau de succion influence peu les paramètres α et β . En revanche, l'état sec présente moins de déformation différée (paramètre α plus faible). Ce comportement de la craie d'Estreux, présentant un fluage plus important en présence d'eau, peut être imputé à une lubrification des contacts par le fluide interstitiel, et a déjà été observé pour la craie de Lixhe dans un système eau huile (*cf.* chapitre IV).

Globalement, deux effets préjudiciables sont ici mis en évidence : (i) l'amorçage du comportement visqueux par la réduction de la limite élastique et (ii) un fluage plus important lorsque la craie est mouillée. Dans le cas (i), une réduction de σ_e augmente la valeur du rapport σ_v/σ_e . Pour $\sigma_v/\sigma_e > 1$, le matériau passe en phase plastique avec une forte augmentation du coefficient α , et donc du fluage. Dans le cas (ii), comme une diminution de la succion induit une réduction de la valeur de σ_0 (Tableau 8 et Figure 19), l'hydratation du matériau, associée à une réduction de la succion, est donc à l'origine d'une augmentation du taux de fluage α par augmentation du rapport σ_v/σ_e . On retrouve ici l'effet du couplage hydro-mécanique, bien traduit par les résultats présentés sur la Figure 21. Les processus d'hydratation du matériau dans la carrière, en relation avec les changements d'hygrométrie, peuvent donc avoir une influence majeure sur le développement des déformations différées, traduisant la dégradation progressive des caractéristiques mécaniques du matériau.

4.4. Essais d'effondrement sur la craie d'Estreux

Un essai d'effondrement a été réalisé pour compléter la caractérisation hydro-mécanique de la craie d'Estreux. Il se déroule sur le bâti oedométrique et consiste à injecter de l'eau dans un échantillon initialement sec, soumis à une contrainte verticale constante, les résultats sont présentés sur la Figure 22 ($\sigma_v = 29,3$ MPa). Cet essai nous permet de reproduire, avec une certaine approximation, les effets mécaniques associés au changement d'humidité dans la carrière.

Lors de l'hydratation, une déformation volumique est générée et le point représentatif de la courbe de compressibilité à l'état sec rejoint la courbe oedométriques obtenue pour l'échantillon saturé. Après 12 jours d'infiltration, le rapport e/e_0 passe de 0,819 (avant injection) à 0,637. Les déformations ont presque doublé lors de l'injection d'eau. L'évolution de l'indice des vides normalisé dans le temps est illustrée sur la Figure 23. L'effondrement comprend deux parties: (i) le tassement quasi instantané lors de l'injection d'eau, et (ii) la génération de déformations différées suivant la loi de fluage ([eq VI.5]) préalablement définie. Nous observons, en particulier, une augmentation de α (de 0,0015 avant injection à 0,021 après injection) liée principalement à la réduction de la limite élastique produite par le mouillage de la craie.

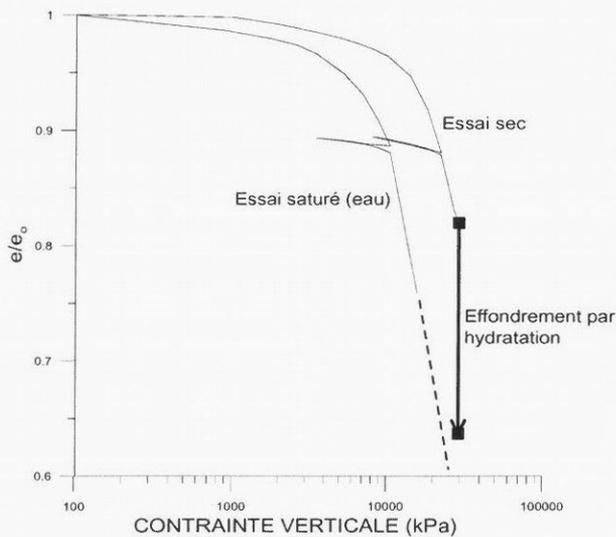


Figure 22 : Evolution des déformations lors de l'injection d'eau sur une éprouvette sèche

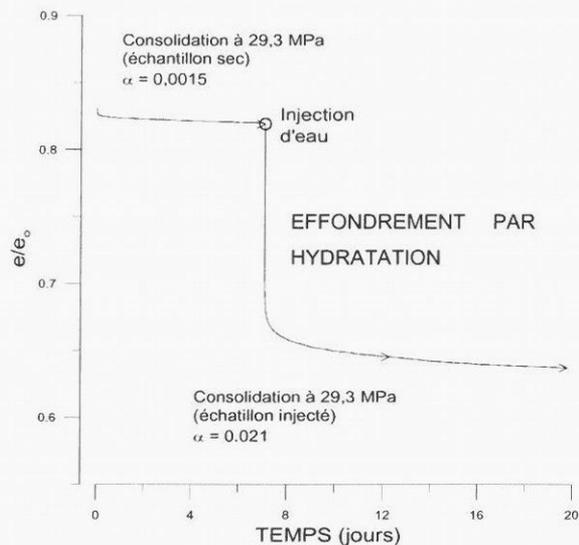


Figure 23 : Evolution des déformations lors de l'injection d'eau

A l'instar de ce qui a été effectué pour l'effondrement de la craie de Lixhe saturée d'huile, Le diagramme de la Figure 24 nous permet de déterminer la perte de résistance associée à ce phénomène, et de connaître la valeur de la limite élastique du nouveau matériau étudié. L'accroissement de α correspond à un déplacement de la contrainte normée ; et, comme la contrainte appliquée ne varie pas, ceci est provoqué par une diminution de la limite élastique. La valeur de la limite élastique pour la nouvelle configuration hydrique (100% d'eau) vaut 6400 kPa. Cette valeur inférieure à la limite décelée pour l'eau (7000 kPa) s'explique par le fait que la droite matérialisant le comportement viscoplastique n'a pas été déterminée jusqu'à de tels niveaux de surchargement. Les constatations

réalisées (cf. chapitre IV) sur le comportement unidimensionnel de la craie de Lixhe, dans un système eau-huile, s'étendent au comportement de la craie d'Estreux. Les conclusions, quant au comportement multiphasique de la craie, semblent indépendantes du fluide non mouillant (air ou huile) ; la fraction glauconieuse perturbe relativement peu le mode de comportement de la craie. En effet, nous pouvons observer une bonne adéquation des valeurs du paramètre α entre les deux craies, et les deux systèmes hydriques (Figure 25). Le phénomène d'effondrement, et la viscosité, semble être une conséquence principale de l'action de l'eau ; et le fluide non mouillant joue un rôle quasiment négligeable.

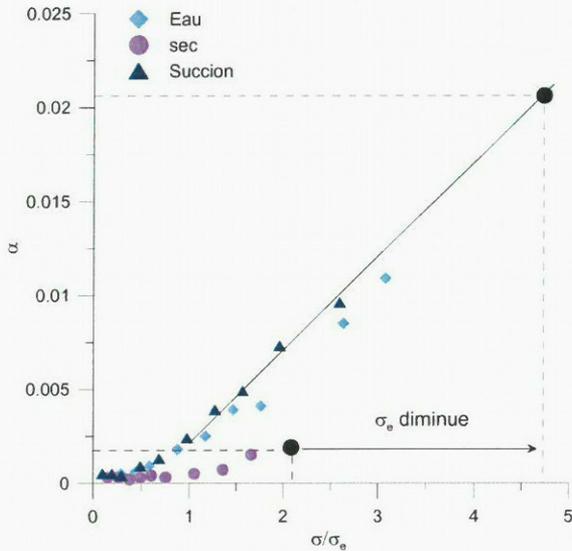


Figure 24 : Mécanisme d'augmentation du fluage

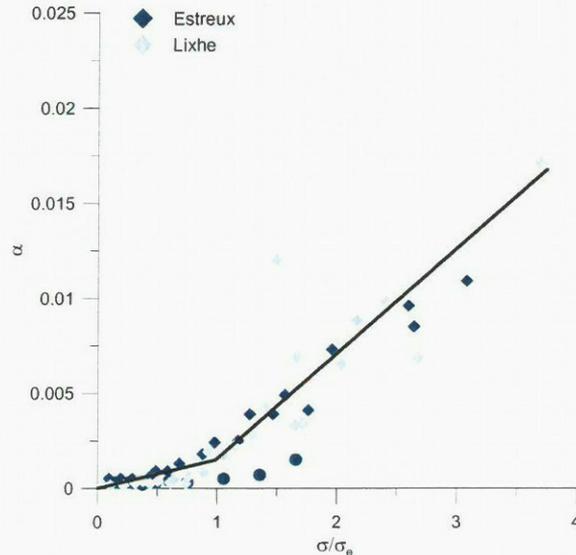


Figure 25 : Comparaison avec la craie de Lixhe

Le phénomène observé présente de fortes similarités avec l'effondrement par hydratation qui se produit lors du remouillage des sols fins partiellement saturés sous charge constante (Jenning & Knight, 1957). Dans ces sols non saturés, la cassure des ponts capillaires ou des liens argileux, à l'échelle inter-granulaire des agrégats, est vraisemblablement une des causes principales d'instabilité. Dans la craie, l'apport capillaire à la stabilité de la structure poreuse à l'état sec est probablement réduit, du fait de l'absence de ménisques. Par conséquent, une composante physico-chimique importante pourrait être évoquée pour justifier cette perte de résistance brutale. Cette composante peut dépendre à la fois de la réactivité des minéraux contenus dans la craie (carbonates et silicates) au contact avec l'eau, mais elle peut aussi être associée à la dégradation des liens intra-granulaires (à l'échelle des plus petits pores). Néanmoins, l'action de l'eau apparaît comme l'un des facteurs principaux, responsable de ce phénomène d'effondrement. Ceci renforce l'hypothèse que les conditions de saturation de la roche et son niveau de succion, en relation avec l'atmosphère de la carrière et le changement de certains paramètres physiques externes (i.e. circulation d'eau, position de la nappe phréatique), ont une grande influence sur la réponse mécanique du milieu.

5. CONCLUSIONS

L'étude du comportement hydro-mécanique de la craie d'Estreux, en relation avec l'analyse de l'influence de l'hygrométrie comme l'un des facteurs pouvant justifier d'un vieillissement du matériau font l'objet de ce chapitre. Les propriétés physiques de la craie d'Estreux ont été d'abord établies. La relation succion-degré de saturation (courbe de rétention) a permis de quantifier la capacité de la craie à retenir ou relâcher de l'eau suivant des chemins d'imbibition et drainage. Les essais de rétention montrent que la craie d'Estreux possède un point d'entrée d'air à une succion égale à 1500 kPa. A partir de cette valeur de succion, l'amorçage de la désaturation est assez brutal, et une faible augmentation de succion, associée à une réduction de quelque point d'hygrométrie entre 80% et 100%, peut être à l'origine d'une importante perte d'eau pour le matériau. L'énergie nécessaire à la désaturation complète est très élevée, il faut atteindre des niveaux de succion de l'ordre de 25 MPa. Cependant, à cette valeur de succion est associée une humidité relative imposée par la solution saline de 83,5%. La valeur minimale de HR mesurée dans la carrière est environ 80%, suffisante donc à amorcer la désaturation des piliers. La présence de glauconie peut expliquer les caractéristiques de rétention d'eau observées sur le matériau, en particulier l'absence d'un mécanisme de rétention purement capillaire et l'existence, plausible, d'interactions physico-chimiques au niveau intra-granulaire.

L'étude du comportement mécanique a été réalisée au moyen d'essais oedométriques par paliers avec contrôle de la succion sur des échantillons avec de différents degrés de saturation en eau. Les essais ont permis de quantifier la résistance du matériau et de mettre en évidence les phénomènes de fluage, associés à la perte de résistance et au "vieillissement" du matériau. Les différents degrés de saturation ont fait apparaître les couplages hydro-mécaniques et l'influence de la quantité d'eau sur les paramètres mécaniques et sur le fluage. L'accroissement de la teneur en eau de la roche est très préjudiciable car augmente la quantité de déformations par deux mécanismes : la diminution de la limite élastique et l'augmentation de la déformation différée (fluage). Les cycles de saturation-désaturation, produits par les changements saisonniers d'hygrométrie au sein de la carrière, mais aussi par des évolutions du niveau de la nappe phréatique (ennoyage), sont susceptibles d'engendrer des phénomènes d'effondrement par hydratation. L'ensemble de cette étude a mis en évidence le rôle joué par l'interaction entre l'eau et l'air dans le comportement hydro-mécanique macroscopique de la craie d'Estreux, quantifié par l'intermédiaire du potentiel de l'eau interstitielle, la succion. Une composante physico-chimique a été évoquée pour justifier la perte de résistance du matériau associée au à l'indice de saturation. Cette composante peut dépendre à la fois de la réactivité des minéraux contenus dans la craie au contact avec l'eau, mais elle peut aussi être associée à la dégradation des liens intra-granulaires, à l'échelle des plus petits pores. Une étude détaillée des phénomènes qui interviennent à l'échelle locale des contacts intra-granulaires en présence d'eau (microscopie à balayage environnementale) pourrait fournir davantage de renseignements sur ces mécanismes de dégradation.

Chapitre VII.

MODELISATION NUMERIQUE

« Les plus belles vies sont à mon gré celles qui se rangent au modèle commun, sans merveille »
Montaigne. Extrait de *Les essais*

Tant les essais oedométriques que les essais triaxiaux ont mis en évidence l'influence du temps sur le comportement mécanique de la craie multiphasique. Deux effets ont été observés : un fluage important en phase plastique, et un déplacement de la surface de charge dû à la vitesse de déformation ou de chargement. Ces résultats expérimentaux ont confirmé la nécessité de prendre en compte les effets du temps dans la modélisation du comportement de la craie et le besoin d'utiliser des modèles visqueux. Nous présenterons les différents modèles visqueux existants dans un premier temps, puis nous présenterons les observations expérimentales principales qui nous ont permis de déterminer les paramètres d'une modélisation fondée notamment sur le modèle Pasachalk.

I. GENERALITES

1.1. Introduction

Une classification en deux grandes catégories des lois de comportement prenant en compte les effets du temps a été rapportées par Darve (2002), soulignant que la viscosité vient le plus souvent compléter un comportement élastoplastique soit en tant que déformation additionnelle, soit en étant regroupée avec la déformation plastique. La première catégorie reçoit couramment le nom de modèles *visco-élasto-plastique* tandis que les seconds s'appellent modèles *élasto-viscoplastiques*.

visco-élasto-plastique	élasto-viscoplastiques
$d\boldsymbol{\varepsilon} = d\boldsymbol{\varepsilon}_{\text{inv tan tan } \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}} + d\boldsymbol{\varepsilon}_{\text{différée}}$	$d\boldsymbol{\varepsilon} = d\boldsymbol{\varepsilon}_{\text{réversible}} + d\boldsymbol{\varepsilon}_{\text{irréversible}}$
$d\boldsymbol{\varepsilon} = d\boldsymbol{\varepsilon}^{ep} + d\boldsymbol{\varepsilon}^v \equiv d\boldsymbol{\varepsilon}^e + d\boldsymbol{\varepsilon}^p + d\boldsymbol{\varepsilon}^v$	$d\boldsymbol{\varepsilon} = d\boldsymbol{\varepsilon}^e + d\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$

Tableau 1 : Décomposition des déformations selon les modèles

La déformation viscoplastique est en général déterminée par la théorie du potentiel viscoplastique de Perzyna (1963), selon laquelle la déformation viscoplastique est dérivée d'un potentiel viscoplastique :

[eq VII.1]
$$d\boldsymbol{\varepsilon}^{vp} = d\lambda \frac{\partial \mathbf{g}}{\partial \boldsymbol{\sigma}}$$

Du fait que l'état de contrainte puisse se trouver à l'extérieur de la surface de limite élastique par les déformations visqueuses, le scalaire $d\lambda$ n'est plus déterminé par la condition de consistance, mais

directement par l'intermédiaire de l'intensité des déformations viscoplastiques. Cependant, les modèles sont souvent développés dans un but précis, celui de modéliser un ou plusieurs aspects particuliers du comportement d'un matériau. Dès lors, il apparaît plus adéquat de classer les modèles visqueux selon le type de viscosité, selon les phénomènes modéliser. Ainsi, Tatsuoka et al. (2000) regroupent les différents modèles en six catégories : (i) les modèles phénoménologiques ; (ii) les modèles formulés en terme de contraintes déformations et vitesse de chargement : modèles isochrones, la viscoélasticité linéaire, les modèles isotachs, les modèles prenant en compte l'accélération de la vitesse, les modèles viscoplastiques et les modèles sophistiqués (comprenant un ou plusieurs éléments préalablement cités).

1.2. Viscoélasticité : modèles rhéologiques

La visco-élasticité est une généralisation des théories de l'élasticité et de la viscosité. Un matériau visco-élastique combine ces deux propriétés. Il réagit à l'application d'une force par une déformation instantanée et un flux. Si une seconde force est appliquée, son effet se superpose à celui de la première, dont l'effet n'est pas limité dans le temps. Ce point implique une propriété importante des matériaux visco-élastiques, qui est de conserver la mémoire des états passés: l'état d'un matériau élastique n'est déterminé que par l'état des contraintes à l'instant présent, tandis que l'état d'un matériau visco-élastique est déterminé en plus par l'ensemble des états passés de contraintes qu'il a subis. Sous sa forme la plus générale, la théorie de la visco-élasticité dérivée de ces principes peut décrire des comportements mécaniques complexes et variés. Dans la pratique, on construit fréquemment un modèle visco-élastique par des combinaisons de composants élastiques et visqueux idéaux : ressort, piston (loi de Newton), ou des éléments cohésifs de St Venant (Figure 1).

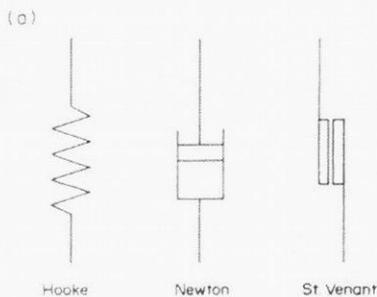


Figure 1 : Composants rhéologiques fondamentaux

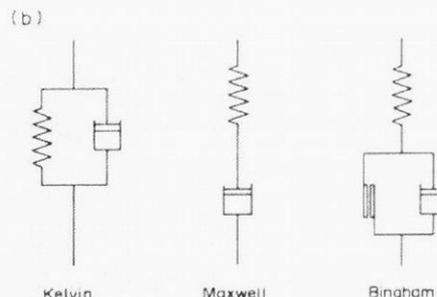


Figure 2 : Modèles viscoélastiques simples

Les deux modèles les plus simples peuvent être représentés respectivement par la combinaison en série et en parallèle d'un composant élastique et d'un composant visqueux. La combinaison en parallèle est connue sous le nom de modèle de Voigt-Kelvin (Figure 2). La combinaison en série est appelée modèle de Maxwell. Les modèles de Maxwell et Voigt-Kelvin sont simples et trouvent de nombreuses applications ; cependant d'autres modèles plus complexes existent et ont été utilisés pour décrire le comportement des roches et des sols. Le modèle de Bingham est composé de trois éléments,

combinant un ressort avec un système en parallèle d'un piston visqueux et de l'élément cohésif de St Venant. Ce modèle introduit donc une contrainte limite σ_e en dessous de laquelle le comportement est linéaire élastique instantané. Pour une contrainte supérieure à cette limite, le modèle ajoute une déformation visqueuse de type de Maxwell. Cette déformation dépend uniquement de la différence ($\sigma - \sigma_e$), et par conséquent on peut caractériser le modèle de élasto-viscoplastique. De fait, l'introduction d'un élément de St Venant (avec ou sans frottement) dans une combinaison d'éléments rhéologiques correspond à la création d'une plasticité. L'équation différentielle du modèle est explicitée. D'autres combinaisons de ressort et de piston permettent d'obtenir un comportement plus réaliste. C'est, par exemple, le cas du modèle de Burgers qui consiste à associer un modèle de Maxwell et un modèle de Voigt-Kelvin. Le modèle de Burgers a été adapté aux roches (Goodman., 1989) et Pouya (1991) utilise une expression empirique (de type Burgers) de la déformation en fonction du temps pour décrire le fluage transitoire et le fluage primaire.

Cependant, pour la majeure partie des phénomènes visqueux dans les sols et roches, la déformation différée n'est pas réversible et implique l'utilisation de modèles viscoplastiques (Tsuoka *et al.*, 2000 ; Liingaard *et al.*, 2004).

1.3. Les modèles élastoplastiques visqueux

Plusieurs auteurs (Adachi *et al.*, 1996 ; Hasihiguchi & Okayasu, 2000 ; Liingaard *et al.*, 2004) classent les modélisation élastoviscoplastiques en deux catégories : les modèles dits à 'overstress' ou surchargement lorsque la quantité de déformations viscoplastiques dépend de la distance de l'état de contraintes à la surface de charge ; et les modèles à surface non stationnaire lorsque est introduite dans la définition de la surface de charge une dépendance à la quantité de déformation viscoplastique. Il est entendu que l'écoulement viscoplastique peut être d'origine associé ou non associé quelque soit le type de modélisation. Il existe par ailleurs d'autres voies pour reproduire le comportement visqueux d'un sol ou d'un roche, modèles à 'bounding surface', à variables mémoires internes, ou modèles faisant intervenir le temps en troisième dimension (à temps équivalent ou de type endochrone).

1.3.1. Les modèles à surchargement

La théorie de l'*overstress* a été introduite et développée au début du siècle dernier, dans les années 1920 ; et la théorie de Perzyna (1963) est une extension en trois dimensions du modèle unidimensionnel de Malvern (1951). L'hypothèse principale est que les effets visqueux sont négligeables en partie élastique, *i.e.* il n'existe pas de déformation à l'intérieur de la limite élastique qui correspond à celle traditionnellement définie dans un modèle élastoplastique (Figure 3). En d'autres termes, seule la déformation plastique est visqueuse :

$$[eq VII.2] \quad d\epsilon = d\epsilon^e + d\epsilon^{vp}$$

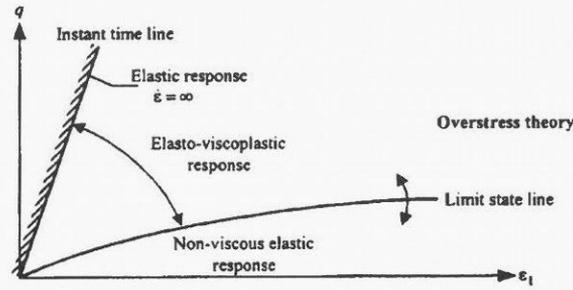


Figure 3 : Fonctionnement des modèles à overstress

[eq VII.3]

La déformation viscoplastique obéit à une loi d'écoulement non associée dérivée d'un potentiel :

$$[eq VII.4] \quad d\varepsilon^{vp} = \gamma \phi(F) \frac{\partial g}{\partial \underline{\sigma}}$$

où γ est un paramètre de fluidité, ϕ est le noyau visqueux fonction de la variable de surchargement F . La fonction F est définie en fonction de l'état de contrainte et du travail viscoplastique lors de chargement W^{vp} :

$$[eq VII.5] \quad W^{vp} = \int \underline{\sigma} \cdot d\underline{\varepsilon}^{vp} \text{ et } F = \frac{f_d(\underline{\sigma}, W^{vp})}{\kappa(W^{vp})} - 1$$

La fonction f_d décrit la surface de charge sur laquelle se situe le point représentatif de l'état des contraintes, κ étant la variable d'écrouissage. $F=0$ implique que l'état des contraintes se situe sur la surface de rupture, et donc que la viscosité est susceptible de s'amorcer. La théorie de l'*overstress* diffère des modèles élastoplastiques dans le sens que la relation de consistance n'est pas utilisée pour la dérivation. Cela implique que la déformation plastique n'est pas liée à l'histoire du chargement mais seulement à l'état de contraintes, tandis qu'elle dépend de l'incrément de chargement dans le cadre de l'élastoplasticité. Il découle que l'état des contraintes peut se trouver l'extérieur de la surface de charge, et il faut dès lors utiliser les crochets de Macaulay afin de corriger le noyau visqueux :

$$[eq VII.6] \quad \langle \phi(F) \rangle = \begin{cases} 0 & \text{si } F \leq 0 \\ \phi(F) & \text{si } F > 0 \end{cases}$$

L'ampleur des déformations viscoplastiques est contrôlée par le scalaire γ qui, comme le noyau visqueux, est déterminé à partir d'essais. Plusieurs formulations ont été proposées dans la littérature à tels propos. Cependant, il est difficile de caractériser la surface de charge délimitant le domaine élastique (non visqueux) du domaine viscoplastique, cette limite peut être extrapolée ou bien caractériser par des essais très lents. Les mécanismes de fluage sont reproduits par le fait que l'état des contraintes est au-delà de la surface de charge ; et si celle-ci est associée à un mécanisme d'écrouissage, la distance diminue pendant le fluage produisant la décélération de la vitesse de déformation viscoplastique. Il faut un temps infini pour que la surface de charge atteigne l'état des

contraintes. Aucun fluage élastique ne peut apparaître et la théorie de *l'overstress* ne permet pas de modéliser l'accélération observée lors du fluage tertiaire. De plus, il est possible de simuler des essais à vitesse de déformation constante, le niveau de surchargement devant être mis à jour et ajusté par des algorithmes de calcul afin que la vitesse de déformation demeure constante. De nombreux modèles visco-élastoplastiques sont fondés sur cette théorie et présentés dans la littérature (Adachi *et al.*, 1974 ; Katona *et al.*, 1984 ; Di Prisco *et al.*, 1996 ; et Shao *et al.*, 1993 pour la craie).

1.3.2. La modélisation à surface non stationnaire

Le concept de Surface d'écoulement non stationnaire (NSFS : *Non Stationary Flow Surface*) a été développé après la seconde guerre mondiale, par Naghdi and Murch, cités par Liingaard et al. (2004). La théorie NSFS est issue de développement des concepts de l'élastoplasticité non visqueuse par le fait qu'il s'agit de l'introduction d'une ou plusieurs variables dans la description de la surface de charge. Il en découle que la surface de charge est évolutive en fonction de ces variables représentant l'état de déformation.

$$[\text{eq VII.7}] \quad f(\sigma_{ij}, \varepsilon_{ij}^{vp}, \beta) = 0$$

où ε_{ij}^{vp} est le niveau de déformation viscoplastique et β est une fonction dépendante du temps. Le point représentatif de l'état de contraintes peut donc se situer sur ou en deçà de cette surface de charge. Le matériau est considéré comme entré en viscoplasticité uniquement si $f=0$ (Figure 4).

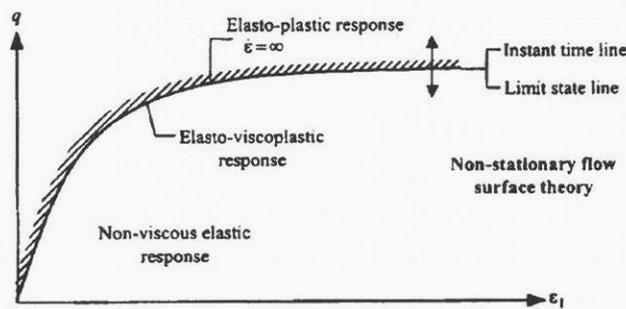


Figure 4 : Fonctionnement de la théorie NSFS

De la même manière que dans la théorie du surchargement, la déformation visqueuse est considérée que irréversible et dérivant d'un potentiel g :

$$[\text{eq VII.8}] \quad d\varepsilon_{ij}^{vp} = \langle \Lambda \rangle \frac{\partial g}{\partial \sigma_{ij}}$$

où Λ est multiplicateur viscoplastique non négatif qui, cette fois, peut être déterminé par la relation de consistance qui affirme que le chargement à partir d'un point situé sur la surface de charge atteint un point situé sur une autre surface de charge, constituant la nouvelle surface.

[eq VII.9]
$$\Lambda = \Lambda_1 + \Lambda_2 \text{ avec } \Lambda_1 = -\frac{\frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} d\sigma_{ij}}{\frac{\partial f}{\partial \varepsilon_{ij}^{vp}} \frac{\partial g}{\partial \sigma_{ij}}} \text{ et } \Lambda_2 = -\frac{\frac{\partial f}{\partial \beta} d\beta}{\frac{\partial f}{\partial \varepsilon_{ij}^{vp}} \frac{\partial g}{\partial \sigma_{ij}}}$$

Le paramètre Λ_1 est identique au multiplicateur plastique défini classiquement, l'introduction du terme additionnel implique que de la déformation peut survenir pour un niveau de chargement constant (*i.e.* le fluage). La variable β est le paramètre clé de la théorie NSFS et revêt différentes valeurs selon les auteurs. Notons aussi, qu'il peut être introduit un critère de chargement pour prendre en compte différents effets dus aux directions de $d\beta$ (Liingard et al., 2004). Les effets de la vitesse de déformation sont par la même introduits par le biais de la vitesse de déformation produit par ce deuxième terme qui, s'il est négligé, permet de revenir dans le cadre de l'élastoplasticité. Sekiguchi (1977), Dragon & Mroz (1979) et Nova (1982) ont proposé des contributions et des modèles NSFS.

1.3.3. Autres modélisations possibles

D'autres types de modélisation ont par ailleurs étaient proposés dans la littérature. Deux types se distinguent ; en effet, le temps peut être introduit directement dans la description de l'état du matériau en introduisant un temps équivalent (Yin & Graham ; 1989) ou en utilisant la théorie de *bounding surface* (Kaliakin, 1998 ; Hashiguchi et al., 2000). Kaliakin (1998) a proposé un modèle constitutif pour les sols cohésifs isotropes, fondé sur le principe de Dafalias (1980) de *bounding surface*. Il s'agit d'un modèle classé parmi les modèles à un infinité de zones tensorielles (Darve, 2002) ou « *hypoplasticité* ». Le principal aspect de ce type de modélisation est que des déformations inélastiques peuvent apparaître pour des niveaux de chargement en deçà de la surface de chargement. Le modèle se singularise par l'introduction d'un couplage entre la plasticité et la viscoplasticité pour un niveau de chargement à l'intérieur de la surface par rapport aux modélisations classiques purement viscoplastiques ou avec un couplage uniquement sur la surface de charge. L'hypothèse principale de ce type de modèle est que la déformation, quelque soit son intensité, est inélastique (Figure 5).

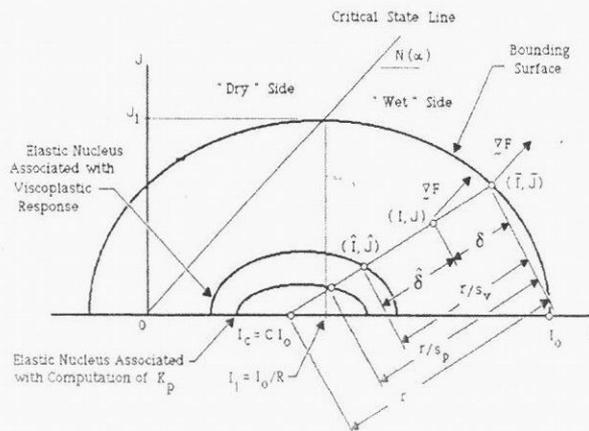


Figure 5 : Illustration schématique du mécanisme du modèle de Kaliakin (1988)

Borja et Kavazanjian (1985) proposent une approche pour la modélisation de comportement visqueux des argiles saturées. Le modèle est fondé sur une généralisation du concept de Bjerrum de la décomposition de la déformation en une partie immédiate et une partie retardée. Les auteurs utilisent un Cam-clay modifié pour la partie instantanée ; le fluage est évalué selon la règle de normalité à partir de cette surface en employant la condition de consistance.

$$[eq VII.10] \quad d\boldsymbol{\varepsilon} = d\boldsymbol{\varepsilon}^e + d\boldsymbol{\varepsilon}^p + d\boldsymbol{\varepsilon}^f$$

La quantité de déformation visqueuse sur un chargement hydrostatique (p) définit la déformation volumique visqueuse en fonction du temps t_v , tenant compte de « l'âge volumique » du sol, celui-ci est obtenu par la distance à l'état normalement consolidé. De même, Yin & Graham (1989, 1996) ont proposé un modèle unidimensionnel introduisant le concept du temps équivalent. Le temps équivalent t_e est défini comme le temps nécessaire afin de passer de la courbe de référence à l'état courant de déformation sous charge constante. Yin et Graham ont effectué une première extension de leur modèle en trois dimensions (Yin & Graham 1999) par le biais d'un modèle Cam-clay modifié. Le modèle est fondé sur les principes viscoplastiques de Perzyna où seule la déformation viscoplastique dérive d'un potentiel. Ce potentiel viscoplastique est choisi associé à la surface de charge et prend l'expression suivante dans le cadre du Cam-clay modifié :

$$[eq VII.11] \quad d\lambda = \frac{\psi}{(1+e)t_0} \exp\left[-\left(\varepsilon^{vp}_v - \varepsilon^{vp}_{v0}\right) \frac{1+e}{\psi}\right] \left(\frac{p'_c}{p'_{c0}}\right)^{\frac{1}{\psi}} \frac{1}{2p' - p'_c}$$

Enfin, Yin *et al.* (2002) proposèrent sur la même approche une formulation avec un fluage non linéaire (vitesse de fluage limitée).

2. LA CRAIE MULTIPHASIQUE

2.1. Le comportement élastoplastique

L'ensemble des essais mécaniques a permis de mettre en évidence le comportement élastoplastique de la craie de Lixhe. A l'instar des travaux précédents sur la craie (*cf.* chapitre I), deux mécanismes ont été identifiés :

- **la rupture fragile en cisaillement** qui mobilise le frottement, et qui peut être représentée par une droite de type Mohr-Coulomb. Cette droite évolue très peu en fonction des chemins de chargement, et peut être considérée comme constante (sauf avec la succion). C'est pourquoi, il est légitime de ne pas introduire d'écroûissage selon ce mécanisme ;
- **Un mécanisme de plastification** définit par une surface de charge fermée sur l'axe hydrostatique ; ce mécanisme induit l'écroûissage de la craie et l'apparition de déformations plastiques importantes.

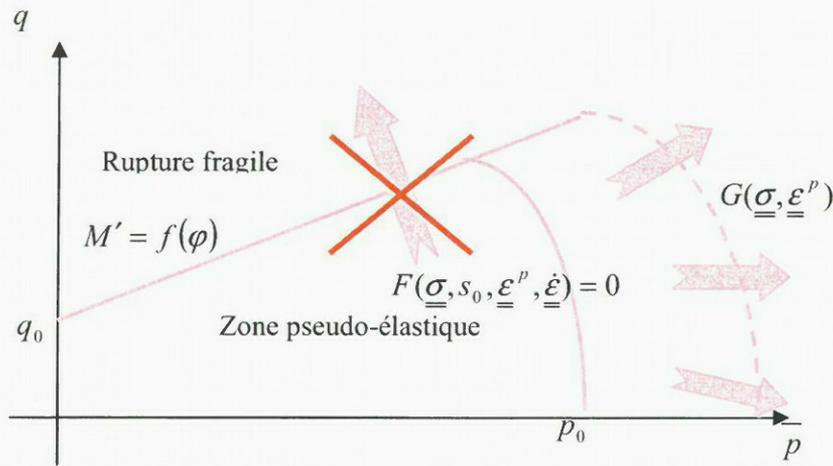


Figure 6 : Mécanismes de plastification et d'écrouissage élastoplastiques

Le comportement dans la zone pseudo-élastique est globalement linéaire, cependant une anisotropie a été constatée lors des essais triaxiaux. Cette légère anisotropie (*cf.* chapitre V) implique une modélisation numérique lourde, qui ne présente pas un grand intérêt en comparaison aux autres paramètres temporel et multiphasique et accroît fortement le nombre de paramètres. Néanmoins, cette anisotropie est à prendre en compte dans la description de la surface de charge. C'est pourquoi, la surface de charge, modélisant la plastification et la fermeture sur l'axe hydrostatique, est un compromis entre la modélisation de la surface de charge (Figure 7) et la direction de l'écoulement plastique (Figure 8). Un Cam-Clay modifié dont le grand axe n'est pas l'axe hydrostatique ([eq VII.13]) apparaît comme un bon compromis pour l'ensemble des résultats compte tenu de la variabilité observée.

$$[\text{eq VII.12}] \quad f_1(p, q) = q_0 + M'p \text{ avec } M' = \frac{6 \sin \varphi}{3 - \sin \varphi} \quad (\varphi = 20^\circ)$$

$$[\text{eq VII.13}] \quad f_2(p, q) = (q - \tan \theta p)^2 + (M^2 - \tan^2 \theta)(p_c - p)p = 0$$

La Figure 7 présente la rupture normalisée par rapport à la pression de rupture sur un chemin isotrope en fonction de l'angle de chargement : $\arctan(q/p)$. Cette représentation met en évidence que le Cam-clay modifié originel utilisé dans le modèle de Charlier *et al.* (2002) ne reproduit pas la surface de charge observée lors de nos essais. Le modèle proposé (en pointillés sur la Figure 7) approche un peu mieux le comportement de la craie de Lixhe, pour lequel nous avons fait l'hypothèse d'une surface unique quelque soit les niveaux de succion ; et, seul le paramètre p_c de la surface f_2 est variable. La détermination des paramètres M , et θ est un compromis entre les différents niveaux de succions et les directions de l'écoulement plastique (Figure 8).

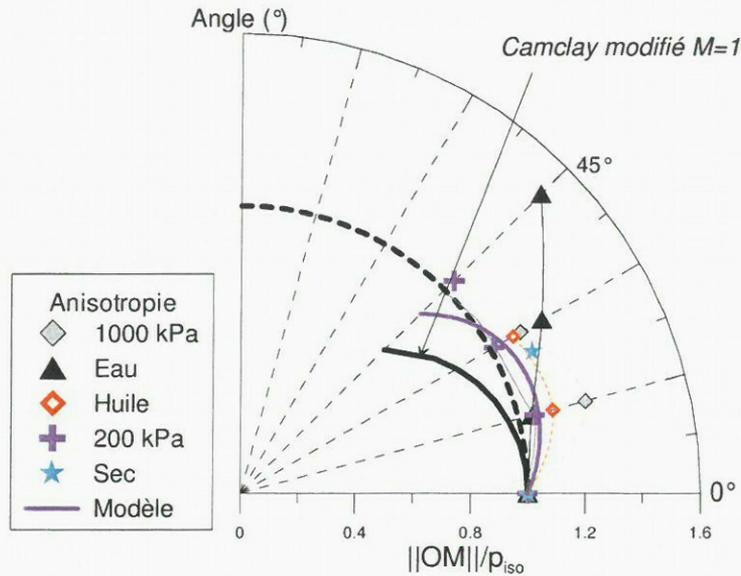


Figure 7 : Distance de la plastification selon l'angle de chargement

Sur la Figure 8, la direction de l'écoulement plastique à la plastification représentée par l'angle $\arctan(d\epsilon_d^p/d\epsilon_v^p)$ est tracée en fonction de l'angle de chargement. Cette représentation simple permet de comparer rapidement les directions d'érouissage expérimentales avec le modèle proposé. Nous pouvons remarquer que la règle d'écoulement plastique associée à la fonction f_2 (courbe en pointillés) s'adapte bien aux valeurs déduites pour les différents niveaux de succion. La règle d'écoulement plastique associée ([eq VII.15]) est déduite analytiquement de l'équation de la surface de charge paramétrée en coordonnées cylindriques ([eq VII.14]) : le rayon est la pression moyenne nette et l'angle alpha est l'angle de chargement.

$$[eq VII.14] \quad \begin{cases} p = \frac{M^2 - \tan^2 \theta}{(M^2 - \tan^2 \theta) + (\tan \theta - \tan \alpha)^2} \times p_c \\ q = \tan \alpha \times p \end{cases}$$

$$[eq VII.15] \quad \vartheta = \arctan\left(\frac{\partial f_2}{\partial q} / \frac{\partial f_2}{\partial p}\right) = \arctan\left(\frac{2(\tan \alpha - \tan \theta)}{[(\tan \alpha - \tan \theta) + \tan \theta]^2 - M^2}\right)$$

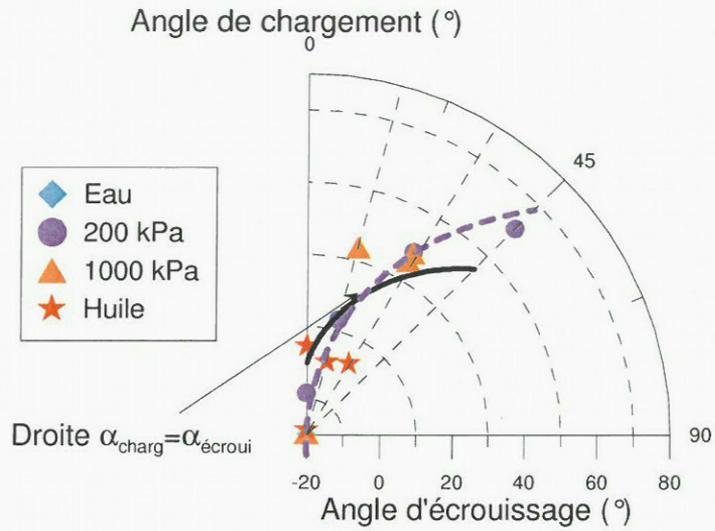


Figure 8 : Direction d'écroutissement en fonction de l'angle de chargement

Une étude paramétrique a permis d'identifier le meilleur couple de paramètre M , et θ afin de décrire l'ensemble des surfaces de plastification indépendamment de la valeur de p_c . Les paramètres retenus sont : $M = 1$, $\tan(\theta) = 0,2$ soit $\theta = 11,3^\circ$. Il faut noter que les paramètres M et M' ne sont pas égaux, et que les deux mécanismes de rupture sont indépendants. La Figure 9 illustre la qualité de l'ajustement des paramètres en montrant les surfaces calculées pour les différents niveaux de succion et pour les deux taux de chargements.

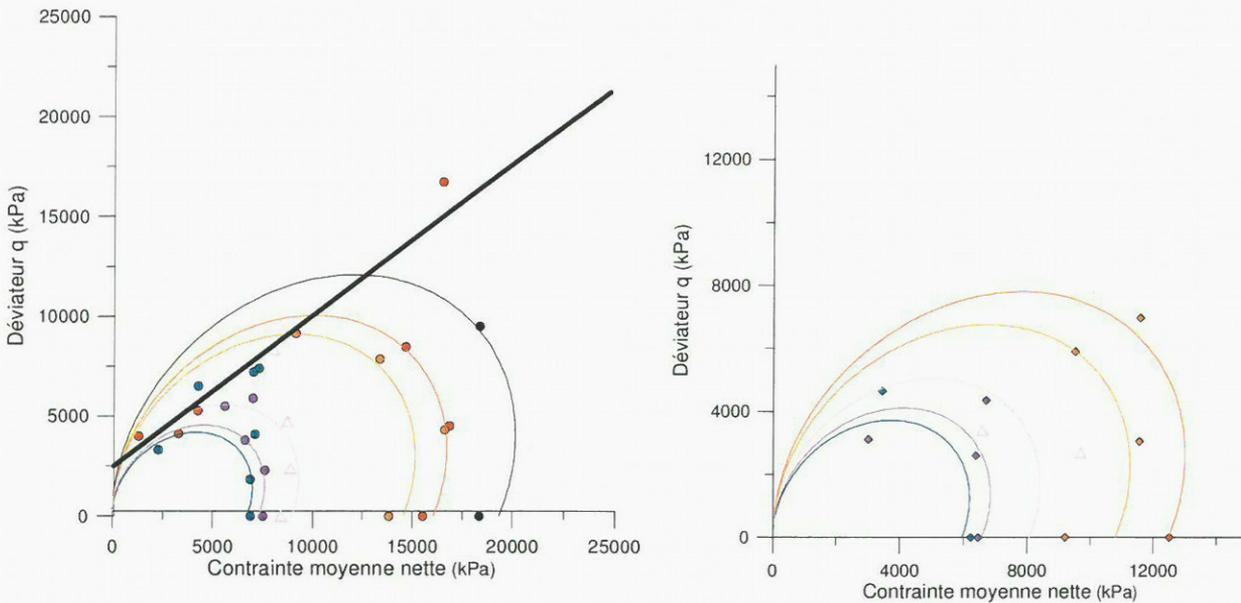


Figure 9 : Surfaces de charge calculées (chargement rapide et lent)

2.2. Les effets de la succion

Il a été montré précédemment qu'une augmentation de la succion produit une dilatation homothétique du domaine pseudo-élastique par deux phénomènes (Figure 10). D'une part, la droite de rupture est translatée *via* une augmentation de la cohésion, sans modifier de manière significative l'angle de frottement interne. D'autre part, la surface de charge est agrandie; ce phénomène peut être quantifié par une augmentation de la pression de référence p_c , en faisant l'hypothèse que la succion ne modifie pas la forme de la surface de charge. Les données expérimentales montrent la pertinence de l'utilisation du modèle de Barcelone (Alonso *et al.*, 1990) proposée par Delage *et al.* (1996) et incorporée dans un modèle numérique couplé (Charlier *et al.*, 2002). La succion est introduite comme troisième variable indépendante permettant de décrire les évolutions de l'indice de saturation et de modéliser l'augmentation de la pression de référence par le biais de deux surfaces complémentaires : la courbe *LC* et la courbe *SI*.

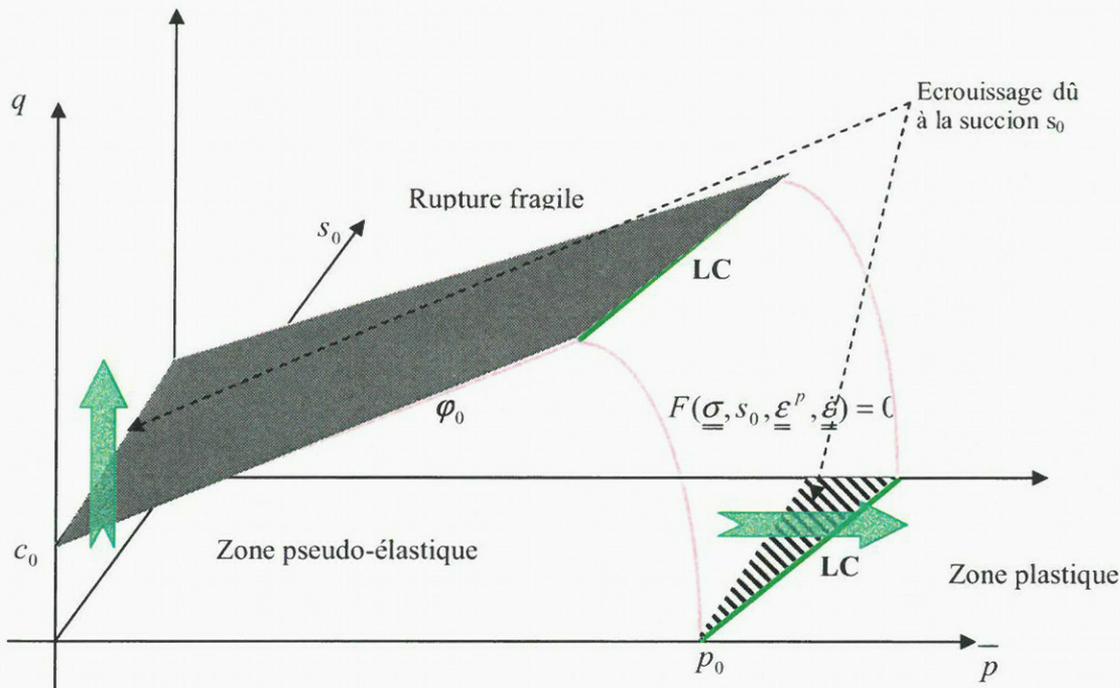


Figure 10 : Effets de la succion sur le comportement élastoplastique

La courbe *LC* relie les paramètres décrivant la surface de charge à la succion ; dans le modèle original, elle relie la pression de pré consolidation à la succion. Dans le cas de la craie de Lixhe, nous avons appliqué le concept à la pression de référence p_c (Figure 11). Afin de déterminer les paramètres de la courbe *LC*, nous avons utilisé les essais triaxiaux à différents niveaux de succion, mais aussi pour les deux niveaux de vitesse de chargement, considérant que dans la gamme de vitesse employée la vitesse n'avait aucun effet sur la relation succion pression de référence. Nous avons découplé le problème visqueux du comportement multiphasique, cette hypothèse se justifie à la lumière des essais oedométriques à vitesse de déformation constante. En effet, nous avons observé qu'une augmentation

de la vitesse estompe les effets de la succion aboutissant à un redressement de la courbe LC (cf. chapitre IV). Cependant, ces effets de la vitesse peuvent être négligés dans la gamme étudiée à l'essai triaxial. La Figure 11 montre une bonne concordance entre les essais réalisés à vitesse lente et ceux effectués plus rapidement. Les essais saturés à l'huile ont été considérés avec une succion fictive de 1500 kPa correspondant ainsi la droite SI. Nous avons pu décrire de façon simplifiée l'augmentation du domaine élastique par la succion par une droite unique ([eq VII.16]).

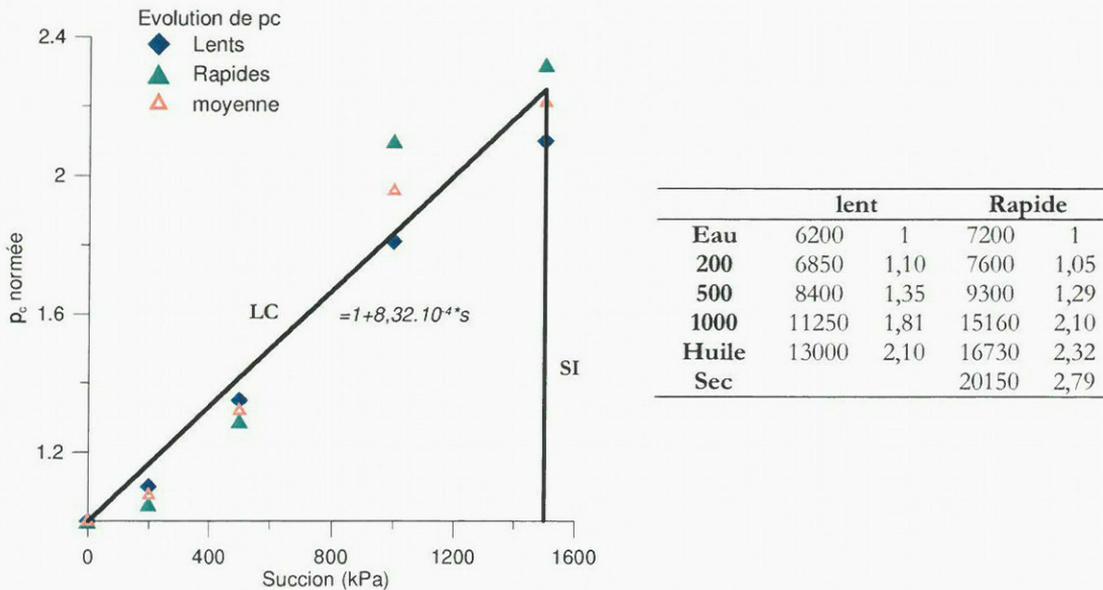


Figure 11 : Evolution du paramètre pc

$$[eq VII.16] \quad p_c(\underline{\dot{\epsilon}}, s) = p_{c0}(\underline{\dot{\epsilon}}) \times (1 + \tau_p ds) \text{ avec } \tau_p = 8,32.10^{-4}$$

De la même manière, la translation de la droite de rupture a été décrite par une unique droite reliant la cohésion à la succion. τ_c vaut 0,2 correspondant à une évolution linéaire entre l'état saturé en eau ($c=1000$ kPa) et saturé en huile ($c=1300$ kPa).

$$[eq VII.17] \quad c(s) = c_0 + \tau_c ds \text{ avec } \tau_c = 0,2$$

2.3. Les effets temporels

2.3.1. Les effets de la vitesse

Tout d'abord, il faut noter que les résultats expérimentaux montrent une indépendance entre les effets de la succion et les effets temporels (que ce soit la vitesse ou le fluage). Les paramètres τ_c et τ_p sont indépendants de la vitesse de chargement (respectivement de la vitesse de déformation). La vitesse de déformation produit un écrouissage quasi homothétique de la limite élastique à l'oedomètre sans modifier l'écoulement plastique (C_c).

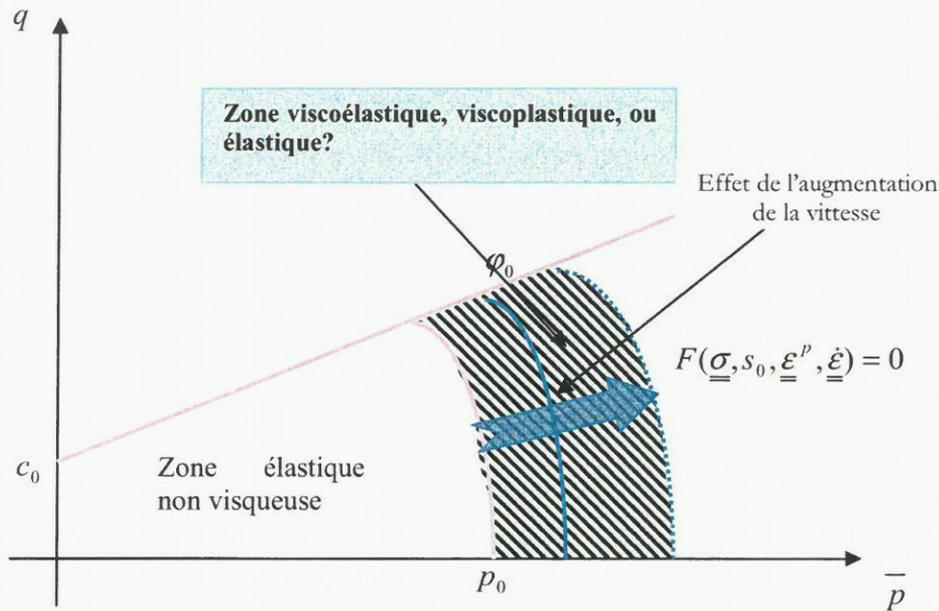


Figure 12 : Effets de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique de la craie

L'augmentation de la vitesse de chargement (ou de déformation) modifie la limite pseudo-élastique (Figure 12). Trois voies sont possibles pour interpréter ce phénomène. D'une part, on peut supposer que le comportement n'est pas élastique mais viscoélastique en dessous de la limite pseudo-élastique. Dès lors, du fait de la vitesse, moins de déformations sont produites et la zone hachurée est viscoélastique. Deuxièmement, on peut supposer que le comportement est viscoplastique, et qu'il existe une surface de charge rhéologique à vitesse très faible dont le franchissement active la viscoplasticité. Dès lors, la limite n'est pas une limite élastique et correspond à un changement de taux dans la déformation viscoplastique, la zone hachurée correspond à un écrouissage viscoplastique. Enfin, une troisième voie possible est de considérer la surface de charge comme dépendante de la vitesse ; ainsi la zone hachurée correspond à un comportement élastique. Le modèle de Leroueil *et al.* (1985) ([eq VII.18]) peut être repris à de tels propos pour modéliser l'effet de la vitesse de chargement.

$$[\text{eq VII.18}] \quad \log(p_c(\underline{\dot{\varepsilon}})) = p_{c0} + \frac{1}{m} \log(\dot{\varepsilon})$$

Cependant, il apparaît peu pertinent d'introduire une quatrième variable pour décrire la surface de charge. En effet, la vitesse est une donnée interne du problème numérique, et les essais à vitesse contrôlée sont des cas particuliers où cette donnée est maîtrisée en externe. Lors d'essais à vitesse variable ou lors d'essais de fluage (vitesse libre), quelle valeur devrait-on prendre ? C'est pourquoi, à l'instar des travaux antérieurs sur la craie, nous avons opté pour une modélisation viscoplastique. La modélisation viscoplastique nécessite la connaissance du domaine élastique au-delà duquel la viscosité apparaît. Comme nous l'avons montré aux chapitres IV et V, la surface de charge dépend de la vitesse et il est nécessaire de caractériser la surface de charge délimitant le domaine élastique (non visqueux)

du domaine viscoplastique. La valeur de la pression moyenne nette de référence p_c a été extrapolée à partir des essais oedométriques et des paramètres de la loi de Leroueil *et al.* (1985). Nous avons obtenu un rapport de 0,4 entre la surface, pour une vitesse très faible de déformation (10^{-10} s^{-1}) correspondant à la vitesse de fluage, et la surface déduite des essais triaxiaux à vitesse rapide. Cette transformation nous permet d'obtenir la valeur de la pression moyenne nette de référence caractérisant le noyau élastique, et p_{c0} vaut 2880 kPa pour l'eau (suction nulle). L'équation [eq VII.16] devient donc

$$\text{[eq VII.19]} \quad p_c(s) = p_{c0} \times (1 + \tau_p ds) \text{ avec } \tau_p = 8,32 \cdot 10^{-4}$$

2.3.2. Le fluage

L'appréciation de l'effet du fluage sur le comportement mécanique de la craie multiphasique est très difficile. Cependant, quelques conclusions peuvent être dégagées. Premièrement, les essais de fluage en compression uniaxiale ont mis en évidence un fluage déviatorique négligeable sur la droite de rupture (*cf.* chapitre IV). Seuls les essais saturés en eau ont montré un fluage avant la rupture fragile, à 60% de la contrainte de rupture, alors que la craie saturée d'huile ou sèche n'exhibe que du fluage tertiaire aboutissant à la rupture fragile. Cette différence de comportement, que nous avons peu étudiée, n'est pas prise en compte dans la modélisation et requière une étude plus importante. Nous avons donc fait l'hypothèse que seul le mécanisme de plastification est affecté par le fluage (Figure 13).

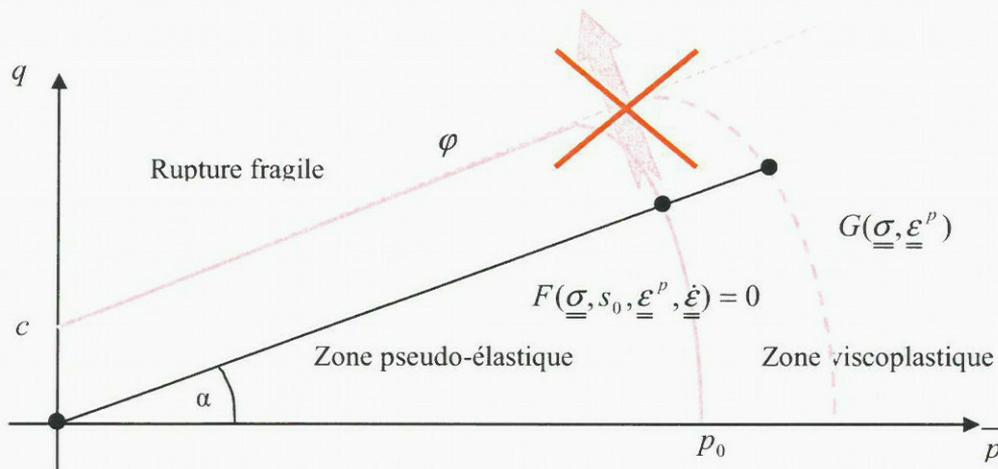
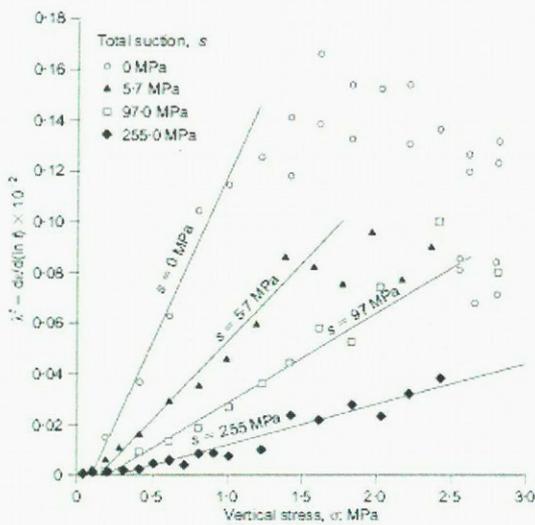
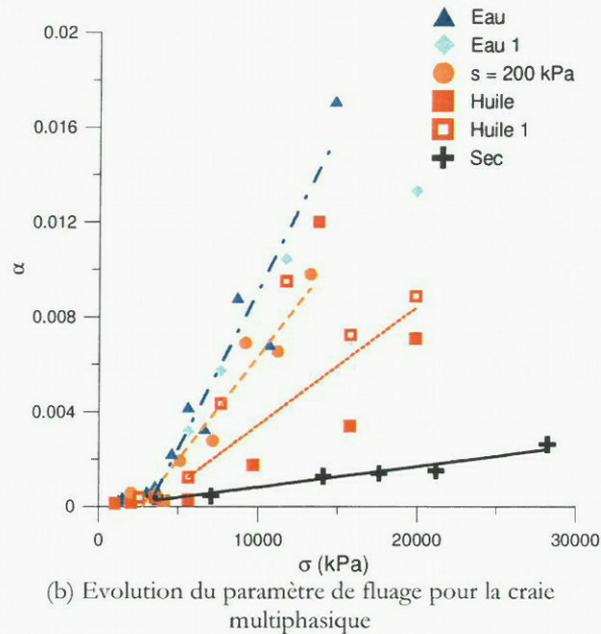


Figure 13 : Effets du fluage sur le comportement de la craie multiphasique

Comme précisé en introduction, deux types de modèles existent pour décrire le comportement viscoplastique d'un matériau : la théorie du surchargement et les modèles à surface non stationnaire. Les modèles élasto-viscoplastiques formulés pour la craie (Shao *et al.*, 1993 ; Krogsboll, 1998, Datcheva, 1998 ; Pasachalk, 2004) suivent tous la théorie développée par Malvern (1951). Notons aussi les travaux de Oldecop & Alonso (2003) et Alonso *et al.* (2005) sur le comportement visqueux d'un grave compacté soumis aux effets de la suction.



(a) Paramètre de fluage pour un grave compacté à différents niveaux de succion (Alonso et al. 2005)



(b) Evolution du paramètre de fluage pour la craie multiphasique

Figure 14 : Paramètres de fluage

A partir de la Figure 14a, Alonso *et al.* (2005) concluent que la vitesse de fluage diminue avec une augmentation de la succion. Cependant, il apparaît très difficile de découpler le problème entre le fluage et la succion. En effet, le problème majeur en viscoplasticité est de déterminer la quantité d'écrouissage mécanique produit durant le fluage. Or, un des effets principaux sur la succion que le comportement mécanique des sols est l'accroissement de la limite élastique. Donc, pour un même niveau de chargement, le matériau n'est pas entré en viscoplasticité d'un même montant selon le niveau de succion. De plus, il est très difficile d'identifier et de mesurer la limite élastique lors du fluage ; cependant nous pouvons faire quelques hypothèses.

A un palier de chargement n , le potentiel viscoplastique est souvent associé à une puissance du rapport F/F_0 (Hicher & Shao, 2002), F correspond à l'état des contraintes, tandis que F_0 représente la surface de charge du matériau. Ce potentiel se traduit par la valeur suivante, où σ_e est la limite élastique et σ_n est le niveau de chargement :

$$[\text{eq VII.20}] \quad \left(\frac{F}{F_0} \right) = \frac{f(\sigma)}{f(\sigma_0)} = \frac{f(\sigma_n)}{f\left(\sigma_e + \int_i^{\sigma_n} d\sigma_0\right)}$$

L'intégrale décrit l'ensemble des écrouissages réalisés aux paliers précédents, et peut être estimées suivant différentes hypothèses :

- *hypothèse standard* : l'écrouissage est supposé complet lors des paliers précédents, la durée du palier est considérée suffisamment longue pour avoir accompli l'écrouissage de la surface jusqu'au niveau de charge. Le fluage doit donc être comparé par rapport à l'incrément de contraintes :

$\left(\frac{\sigma_{i-1} + \Delta\sigma}{\sigma_{i-1}}\right)^n$. Cette hypothèse permet de construire la Figure 15a à partir de la Figure 14b, sur

laquelle nous pouvons observer un accroissement du taux de fluage durant l'essai alors que le rapport est globalement constant.

▪ *écrouissage constant*: la durée de chaque palier est constante, et l'écrouissage produit à chaque palier peut être dès lors considéré comme constant ($d\sigma_0$): le fluage doit être considéré en

fonction de : $\frac{\sigma_n}{\sigma_e + (n-i)d\sigma_0}$. Maintenir l'incrément de charge et la durée de chaque palier constant

permet de transformer l'intégrale en une série, mais il faut identifier $d\sigma_0$.

▪ *écrouissage nul*: le fluage peut être directement comparé grâce au rapport $\frac{\sigma}{\sigma_e}$ ce qui a été

effectué au chapitre IV pour nos essais oedométriques. Si on applique cette hypothèse simplificatrice aux résultats de Alonso *et al.* (2005) nous retrouvons une évolution unique de la vitesse de fluage selon la contrainte normée par la limite élastique comme pour la craie de Lixhe (Figure 15b).

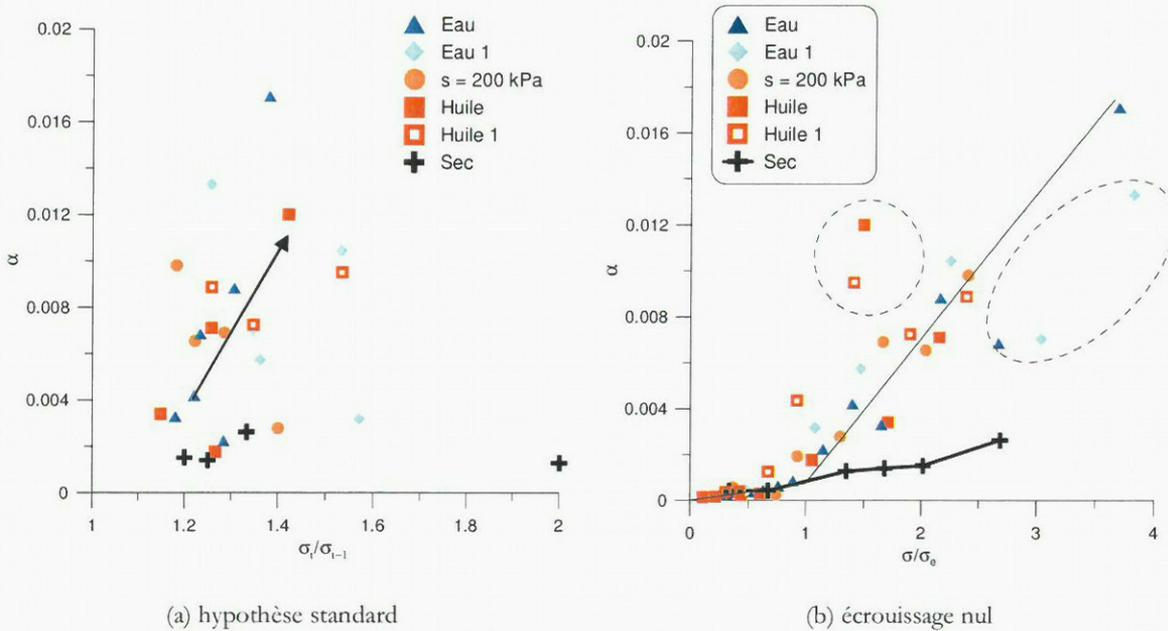


Figure 15 : Interprétation des essais oedométriques pour la craie multiphasique selon deux hypothèses

Cette rapide discussion met en évidence la difficulté de l'analyse du comportement multiphasique visqueux, et le couplage mécanique qui existe entre le fluage et la succion. Numériquement, la succion provoque une modification du comportement visqueux en déplaçant la surface de charge. Dans le cadre de la théorie de l'*overstress*, ce déplacement provoque une augmentation de la distance entre l'état de contraintes et la surface de charge, et donc un accroissement du fluage. Dans le cadre de la théorie NSFS, la règle de consistance étant respectée, l'état de contraintes demeure sur la surface de

charge et le fluage mécanique est égal pour tous les niveaux de succion. Il faut donc ajouter une déformation viscoplastique due à la succion, dont la quantité dépend de la succion.

Il nous apparaît plus correct de ne pas ajouter un effet cumulé de la succion sur le fluage, très difficile à expliciter et à interpréter. En effet, il est légitime d'imputer la viscosité au squelette solide, et aux contacts entre les grains. La nature des contacts est modifiée par la présence des fluides et la lubrification, mais aucun essai n'a permis d'identifier une évolution de la lubrification dans le temps. L'utilisation de la contrainte normée permet de mettre en évidence l'influence de la limite élastique sur le fluage et incite à la précaution quant à l'étude des effets de la succion sur le fluage. Nous avons donc choisi de ne pas modéliser un effet de la succion sur les paramètres de fluage, pour deux raisons : d'une part, les essais à vitesse contrôlée ont montré une indépendance entre la viscosité et la succion ; et, d'autre part, les théories classiques de la viscoplasticité contiennent déjà un effet de la succion sur le fluage *via* le déplacement de la surface de charge.

3. FORMULATION GENERALE DU MODELE PROPOSE

3.1. *Elasticité*

La déformation totale élastoplastique incrémentale est composée de deux parties, l'une d'origine mécanique, et la seconde provenant des effets induits par la succion :

$$[eq VII.21] \quad d\epsilon = d\epsilon^\sigma + d\epsilon^s = d\epsilon^{\sigma,e} + d\epsilon^{s,e} + d\epsilon^{\sigma,p} + d\epsilon^{s,p}$$

L'élasticité mécanique est linéaire et isotrope de formulation classique, pour une meilleure modélisation les modules élastiques sont pris tangents.

$$[eq VII.22] \quad d\epsilon^{\sigma,e} = \mathbf{D}^e d\sigma$$

$$[eq VII.23] \quad \mathbf{D}^e = \begin{bmatrix} 1/K & 0 \\ 0 & 1/3G \end{bmatrix} \text{ avec } K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \text{ et } G = \frac{E}{2(1+\nu)}$$

L'incrément élastique de succion est relié à la succion par l'expression suivante ; il est supposé linéaire. En effet, en partie élastique, seul le module de compression K est supposé dépendant de la succion et on a la relation suivante :

$$[eq VII.24] \quad K = K_0 + \tau_K s_0$$

3.2. *La Surface de charge*

Le modèle Cam-clay modifié est utilisé afin de modéliser la surface de charge représentant le pore collapse :

$$[eq VII.25] \quad f_2(p, q) = (q - \tan \theta p)^2 + (M^2 - \tan^2 \theta)(p_c - p)p = 0$$

La loi d'écoulement a été prise associée et la pression de référence a été choisie comme variable interne d'écrouissage contrôlant le taux de déformation volumique plastique $d\varepsilon_v^p$ selon la loi d'écrouissage suivante:

$$[eq VII.26] \quad dp_c = \frac{1+e}{\lambda-\kappa} p_c d\varepsilon_v^p$$

où λ est l'indice de compression et κ le coefficient élastique définis dans le modèle de Barcelone.

Grâce à cette relation, à la fois le radoucissement (écrouissage négatif) et le raidissement peuvent être simulés et peuvent apparaître à la faveur du signe de l'incrément de déformation volumique plastique. Cependant, à la lumière des résultats expérimentaux, aucune zone de radoucissement n'est considérée.

3.3. La prise en compte des effets de la succion

La pression de pré consolidation augmente en fonction de la succion de la façon suivante:

$$[eq VII.27] \quad p_c(s) = p_{c0} \times (1 + \tau_p ds) \text{ avec } \tau_p = 8,32 \cdot 10^{-4}$$

Où p_{c0} est la pression moyenne nette de référence à $s = 0$ pour un niveau de vitesse de déformation, p_c est la pression de référence, et τ_p contrôle l'augmentation de celle-ci en fonction de la succion. De même la cohésion augmente en fonction de la succion:

$$[eq VII.28] \quad c(s) = c(0) + k s$$

L'angle de frottement interne est supposé indépendant de la succion, la succion est en outre supposée n'avoir aucune influence sur la résistance à la traction. La déformation irréversible associée à l'augmentation de la succion est décrite par une quatrième surface de charge, la courbe SI (*Suction Increase*) définie dans le modèle Barcelone et réalisant la coupure des effets de la succion : $f_4 \equiv s - 1500 = 0$

3.4. Modélisation visco-élastoplastique

Les effets du temps ont été pris en compte grâce aux concepts de Perzyna. Le vecteur des déformations est ainsi décomposé en deux parties, une réversible, l'autre non.

$$[eq VII.29] \quad d\varepsilon = d\varepsilon^{\sigma,e} + d\varepsilon^{s,e} + d\varepsilon^{\sigma,vp}$$

La déformation viscoplastique est dérivée d'un potentiel g : $d\varepsilon^{\sigma,vp} = \gamma \langle \phi(f) \rangle \frac{\partial g}{\partial \underline{\sigma}}$

Cette formulation est par conséquent très similaire à la formulation élastoplastique, mais ne suit pas la condition de consistance. L'incrément de déformation viscoplastique s'évalue en fonction de la surface de charge de référence, similaire à la surface de rupture. Le modèle reprend les potentiels décrits par

Shao et al. (1993) pour la description de la plastification. La distance de surchargement peut être prise comme une fonction de l'angle de chargement, et la pression actuelle exercée :

$$[\text{eq VII.30}] \quad \frac{F}{F_0} = \frac{\|OP\|}{\|OM\|} = \frac{p}{p_c} \times \frac{(M^2 - \tan^2 \theta) + (\tan \theta - \tan \alpha)^2}{M^2 - \tan^2 \theta}$$

$$[\text{eq VII.31}] \quad \phi(F) = \left(\frac{F}{F_0} \right)^n \text{ et } \gamma = \omega \left(\frac{p}{p_a} \right)^i$$

où la surface de référence f_2 est la surface de charge du matériau. La fonction $\langle \phi_c(f_c) \rangle$ doit être analysée comme une mesure du surchargement, de la distance de l'état de contraintes à la surface de charge ou de référence. Cependant, le surchargement est uniquement positif car l'état de contraintes se situe à l'extérieur de la surface de référence. Du fait de l'utilisation des crochets de Macaulay, la déformation irréversible viscoplastique n'apparaît que dans ce cas. Comme observé lors des essais oedométriques par paliers, plus le surchargement est élevé, plus la déformation est différée. La règle d'écoulement ([eq VII.26]) est conservée de manière identique et pour la rupture fragile des développements similaires peuvent être développés et implémentés facilement.

Le modèle a été programmé sous Fortran en utilisant un schéma implicite (Hicher & Shao, 2002) en fonction du temps, et le problème non linéaire à chaque pas de temps a été résolu à l'aide de l'algorithme de Newton-Raphson. Les résultats des simulations a été comparés au modèle Pasachalk, en utilisant le code de calcul LAGAMINE.

4. RESULTATS NUMERIQUES ET COMPARAISONS

4.1. Comportement élastoplastique

4.1.1. Paramètres des modèles

Dans un premier temps, les modèles sont comparés sans prendre en compte la viscosité. Le Tableau 2 résume l'ensemble des paramètres retenus à partir des essais réalisés à vitesse rapide ($3,3 \cdot 10^{-3} \text{ MPa.s}^{-1}$). Cette vitesse de chargement a été choisie comme vitesse de référence, car les surfaces de charges sont mieux établies.

Modèle implémenté dans Lagamine		Modèle corrigé à surface anisotrope	
Paramètres	Valeurs	Paramètres	Valeurs
Angle de frottement interne ϕ'	20°	Angle de frottement interne ϕ'	20°
Cohésion	1000 kPa	Cohésion	1000 kPa
Pression de préconsolidation p_0	6400 kPa	Pression de référence p_c	7200 kPa
M	1	M	1
-----	-----	Angle d'anisotropie θ	11,4°
Coefficient linéaire de la droite LC : τ_p	6	Coefficient linéaire de la droite LC : τ_p	6
Module de compression K_0	1600 MPa	Module de compression K_0	1600 MPa
Indice de compressibilité λ (constant)	0,156	Indice de compressibilité λ (constant)	0,156
Coefficient de Poisson	0,19	Coefficient de Poisson	0,19

Tableau 2 : Récapitulatif des valeurs des paramètres déterminées expérimentalement

Les valeurs retenues Tableau 2 sont les valeurs moyennes sur l'ensemble des essais, aucune influence de la succion sur les modules élastiques ou plastiques n'ont été retenues bien que le modèle le permette. D'autre part, par manque de données, les angles de frottement interne ont été pris égaux (20°) de même que les angles de dilatance considérés nuls au regard des essais. L'ensemble des ces données offre un jeu satisfaisant et complet afin de modéliser le comportement mécanique de la craie et de simuler des essais triaxiaux à succion contrôlée. Les surfaces de ruptures ainsi définies sont Figure 16.

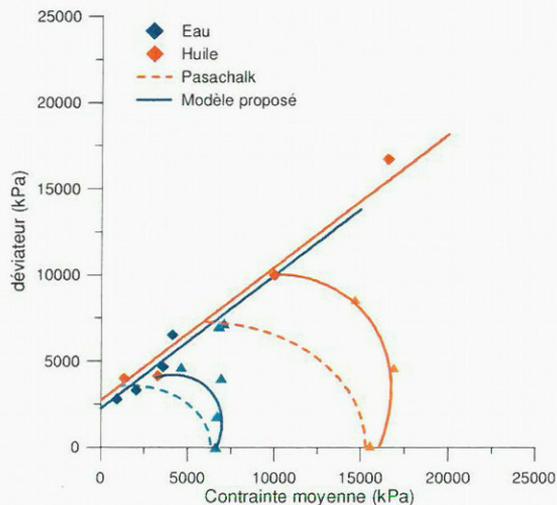


Figure 16 : Surfaces de charges établies pour les deux modèles

4.1.2. Essais isotropes

La Figure 17 présente le résultat de la simulation pour l'essai isotrope de référence saturé en eau, à vitesse de chargement rapide. Nous pouvons observer une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et la courbe obtenue par les deux modèles. Néanmoins, l'écoulement plastique et l'écrouissage ne sont pas correctement calculés, ceci tient en grande partie à la dispersion remarquée sur les modules d'écrouissage λ (cf. chapitre V). Avec le jeu de paramètres définis ci-avant, l'ensemble des essais isotropes rapides a été modélisé, et est présenté sur la Figure 18.

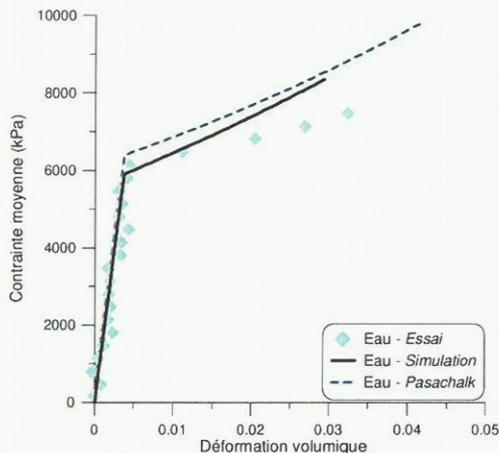


Figure 17 : Simulation d'un essai isotrope rapide saturé en eau

L'estimation de la contrainte de plastification n'est pas toujours bien réalisée (Figure 18a), ceci tient en grande partie au fait que les paramètres du modèle ont été établis en considérant la limite élastique corrigée par la porosité. Les courbes expérimentales ne peuvent pas être modifiées de la même manière ; ainsi l'essai à 1000 kPa est-il très éloigné de la simulation proposée mais il faut considérer que l'indice des vides initial vaut 0,699 correspondant à une densité plus importante que la densité de référence choisie pour la construction du modèle ($e=0,720$). Il faut donc prendre en compte ce facteur porosité dans la comparaison et le jugement des simulations. D'autre part, la Figure 18b, qui expose les essais triaxiaux dans le plan des déformations, exhibe une grande divergence entre les simulations réalisées avec le modèle Pasachalk et les essais. Bien qu'il ne soit pas aisé de déterminer le comportement de la craie soumise à un chargement isotrope, il semble que le modèle Pasachalk ne soit pas en mesure de bien reproduire la répartition des déformations. En effet, sans considérer l'essai saturé d'huile, nous pouvons voir que le mode de déformation se situe au dessus de la droite pointillée; il y a donc plus de déformation radiale que prévu par un modèle isotrope. Ce phénomène est mieux considéré avec la surface de charge anisotrope pour laquelle la règle d'écoulement plastique associée s'adapte mieux aux essais. L'essai saturé d'huile présente plus de déformation axiale que les autres essais, peut-être à cause de la porosité de l'échantillon ($e=0,721$) qui est plus importante que celle des autres essais (0,700).

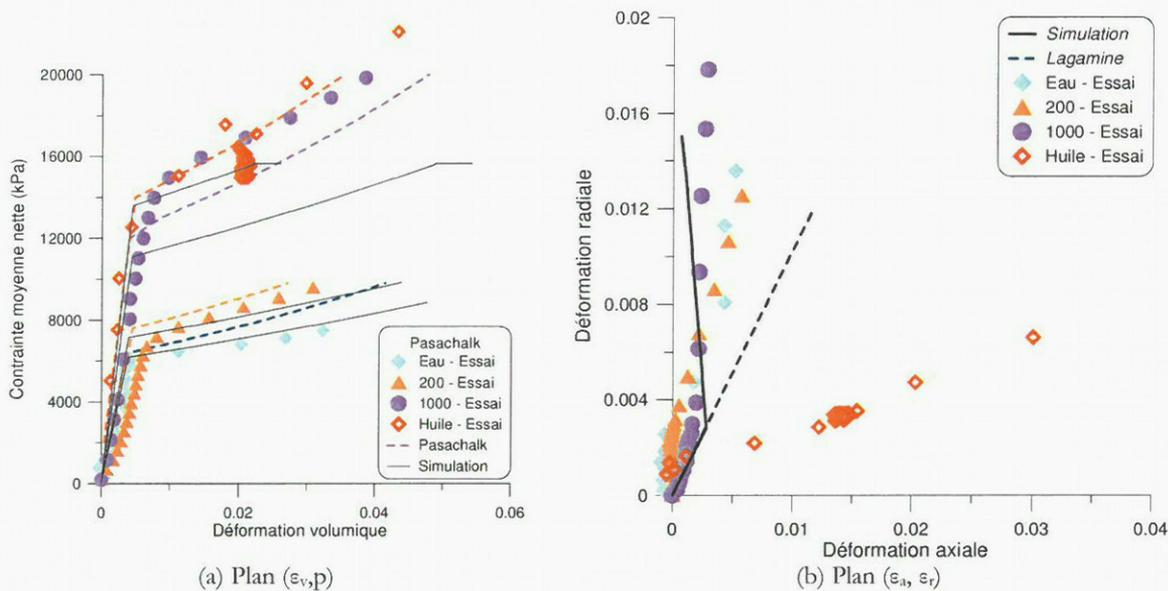


Figure 18 : Modélisation de l'effet de la succion sur le comportement isotrope

Nous pouvons noter que les modèles ne tiennent pas compte de la succion du fait des formes homothétiques des surfaces de charge et fournissent une courbe unique (Figure 18b). Les deux modèles réalisent une bonne modélisation du comportement volumique de la craie multiphasique et l'utilisation de l'approche de Barcelone offre un cadre conceptuel pertinent pour la prise en compte des interactions physico-chimiques.

4.1.3. Essais déviatoriques

Le même jeu de paramètres a été appliqué pour les simulations sur un chargement rapide à 15° ; les résultats sont présentés sur les Figure 19 et Figure 20. L'écroûissage dû à la succion est bien repris par le modèle, et l'accroissement du domaine élastique consécutif à l'augmentation de la succion est satisfaisant. Cependant, la surface isotrope (Cam-Clay modifié) représentant la plastification ne convient pas à la description de la surface de charge tant au point de vue de la quantification de la pression moyenne nette et du déviateur à la rupture (Figure 19a et 19b) que des directions d'écroûissage associées (Figure 19c). Le modèle a, en effet, été construit en vue de simuler l'injection d'eau dans le réservoir de pétrole et les essais triaxiaux ayant servi à la constitution du modèle ont suivi des chemins différents des nôtres. Les échantillons de craie de Lixhe ont été compactés isotropiquement à des pressions moyennes de l'ordre de 30 MPa afin de se placer dans les conditions du réservoir pétrolier, et ont exhibé un comportement isotrope (Schroeder, 2002).

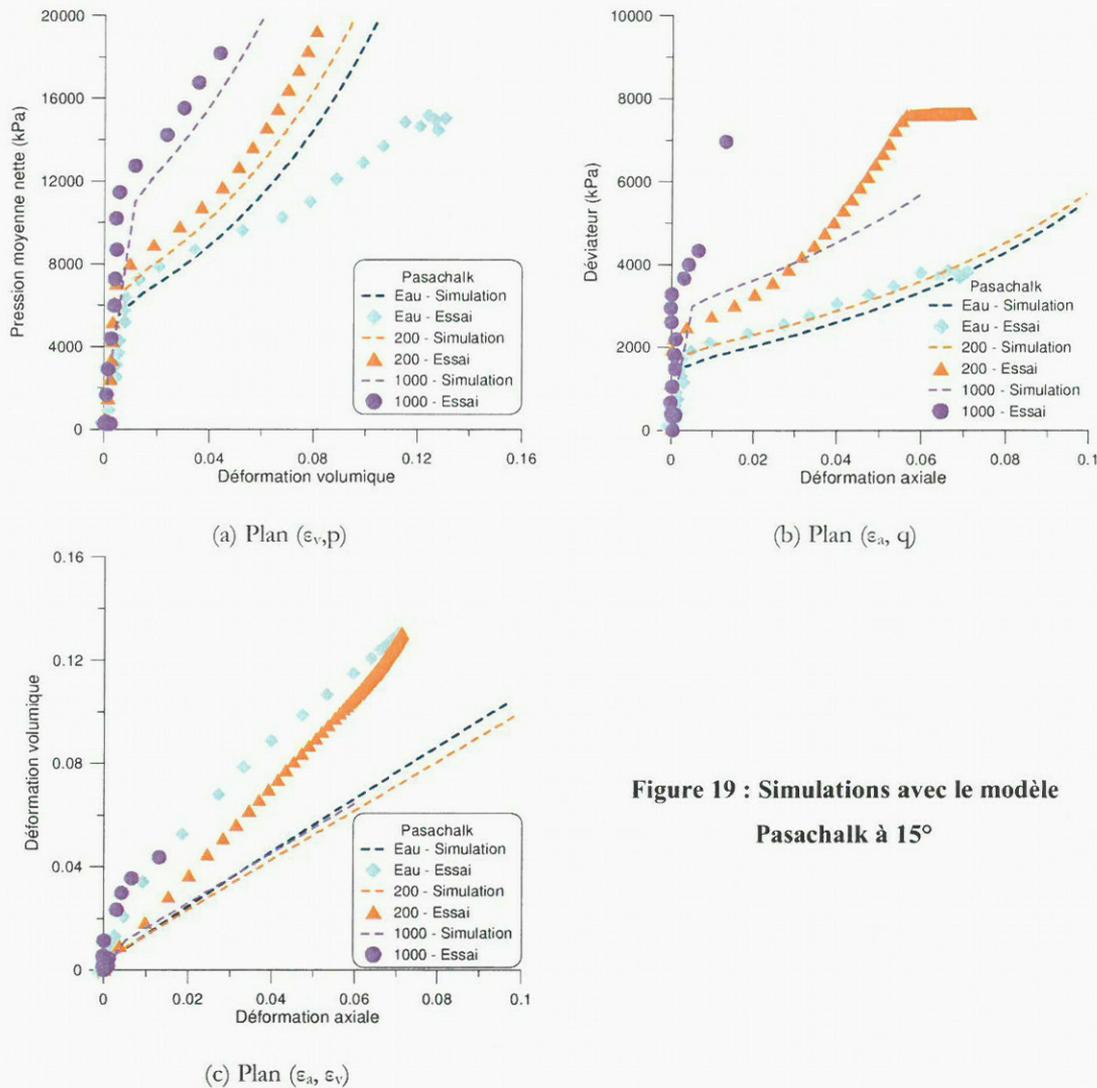


Figure 19 : Simulations avec le modèle Pasachalk à 15°

Les modifications réalisées sur la surface de charge permettent une meilleure estimation des contraintes à la rupture (Figure 20a et 20b) ; aussi proposent-elles une répartition des déformations volumique et déviatorique plus satisfaisantes vis-à-vis des résultats expérimentaux.

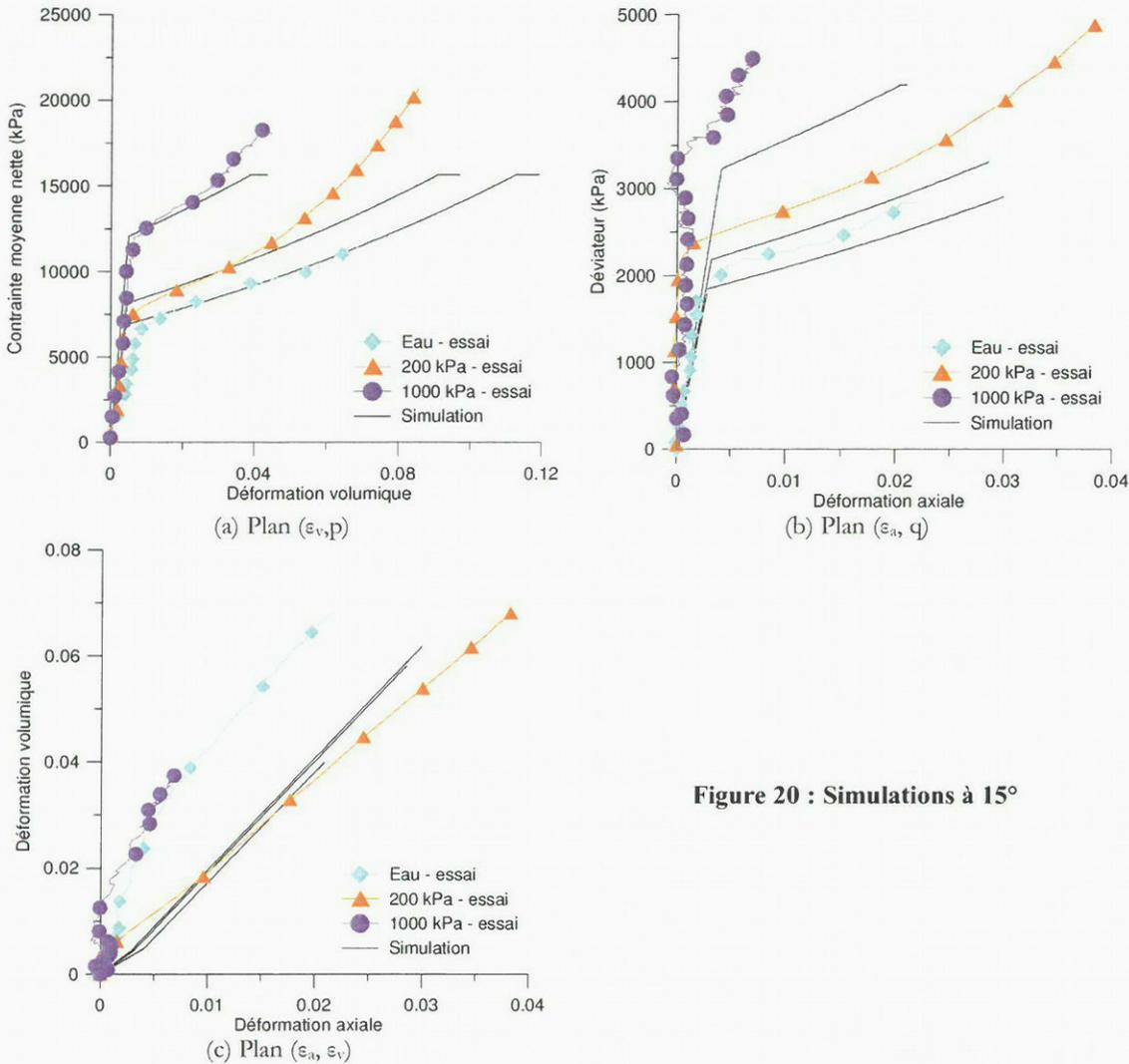


Figure 20 : Simulations à 15°

La Figure 16 présente la divergence entre les points de la surface expérimentale et de la surface modélisée par le modèle Cam-Clay modifié isotrope. Les essais déviatoriques ne peuvent donc pas être modélisés de manière satisfaisante par le calcul. D'autre part, il faut signaler que cette divergence a aussi été constatée pour les essais oedométriques, divergence qu'il faut imputer à une sous estimation de la contrainte radiale générée durant l'essai (et donc de la valeur du rapport K_0). Néanmoins, la prise en compte des effets de la succion est pertinente tant en chemin isotrope qu'en chemins radiaux ; et une meilleure simulation a été obtenue en modifiant l'équation de la surface de charge, et la loi d'écoulement plastique. Le cadre conceptuel introduit par le modèle Pasachalk est pertinent pour représenter le comportement de la craie multiphasique ; cependant, compte tenu de la variabilité importante du matériau, il est nécessaire d'ajuster les surfaces de charge afin d'affiner les simulations.

4.2. Prise en compte de la viscosité

Les paramètres visqueux (Tableau 3) concernent principalement le mécanisme plastique d'effondrement des pores et nous avons repris les valeurs de Collin (2003). Le modèle élasto-viscoplastique ne prend pas en compte les effets de la vitesse sur la relation entre la succion et la limite élastique. C'est pourquoi, à l'heure actuelle le jeu de paramètres doit être modifié si on souhaite effectuer des essais à différentes succions.

p_c	2800 kPa
α_i	5.0
ω	$5.1 \cdot 10^{-7}$
τ	0

Tableau 3 : Paramètres du modèle élasto-viscoplastique

Sur la Figure 21 sont reportées les courbes expérimentales de compression isotrope de la craie saturée d'eau à différentes vitesses de chargement, et les simulations effectuées à vitesse constante de déformation. Même si les résultats sont quelque peu décalés, le modèle est capable de reproduire les effets de l'accroissement de la vitesse de déformation. La différence provient notamment du fait que la vitesse de chargement constante produit deux vitesses différentes en partie élastique et plastique. Il est important de noter que les simulations ont été effectuées avec le même jeu de paramètres.

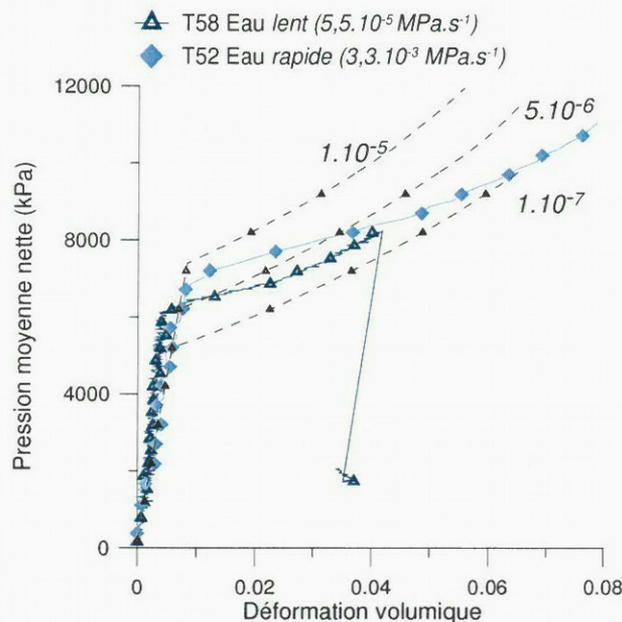


Figure 21 : Effets de la vitesse sur le comportement isotrope de la craie saturée en eau

D'autre part, le modèle permet de simuler des chemins plus complexes mettant en jeu le fluage. La Figure 22 présente les résultats des simulations des essais isotropes à succion 1000 kPa, appelés T27 et T28, réalisés respectivement à des vitesses de $5,5 \cdot 10^{-5} \text{ MPa.s}^{-1}$ (essai lent) et de $5,5 \cdot 10^{-3} \text{ MPa.s}^{-1}$ (essai rapide). La valeur des paramètres visqueux a dû être ajustée afin de représenter au mieux le comportement de la craie de Lixhe et de prendre en compte la succion imposée. Cependant, nous

pouvons remarquer que le comportement est globalement bien reproduit. Les effets de la vitesse de chargement et le fluage sont calculés de manière satisfaisante, néanmoins nous pouvons observer que la quantité de déformation volumique de fluage varie entre la simulation et l'expérience. Cette différence peut être ajustée en modifiant les paramètres visqueux, et en tenant compte de la variabilité du fluage observé. En effet, expérimentalement à l'essai oedométrique, nous avons noté un report de déformations volumiques oedométriques aux paliers suivants, et le paramètre de fluage α est relativement dispersé.

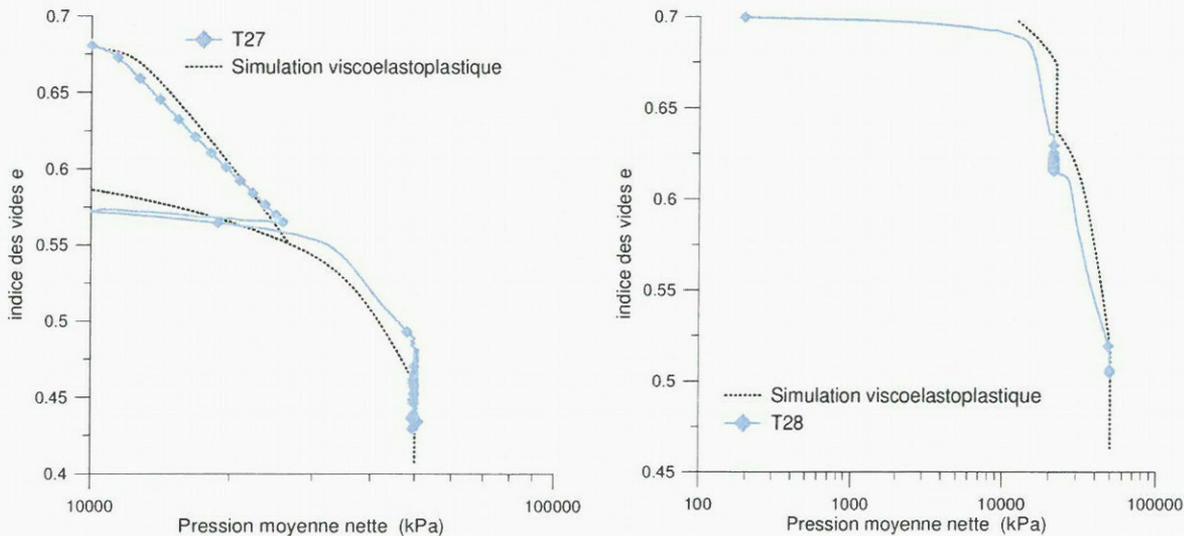


Figure 22 : Modélisation de chemins complexes

5. CONCLUSION

La représentation du comportement multiphasique de la craie de Lixhe nécessite un modèle rhéologique complexe élasto-viscoplastique, la déformation visqueuse étant irréversible. La théorie du surchargement (*overstress*) correspondant à l'approche de Perzyna (1963) semble plus appropriée à la description des effets temporels observés expérimentalement. En effet, la succion modifie le domaine élastique, *via* la surface de charge. Le modèle Pasachalk (Charlier *et al.*, 2002) propose à ce titre une bonne simulation des effets du temps en reprenant les considérations de Shao *et al.* (1993). Dans ce travail, nous avons pu reproduire avec un jeu de paramètres les effets de la vitesse de chargement ainsi que les phénomènes de fluage. La surface stationnaire a été déduite en utilisant la relation établie entre la vitesse de déformation et la limite élastique et en réalisant une homothétie de la surface de charge déduite des essais triaxiaux.

Le comportement mécanique multiphasique est bien reproduit par le modèle en compression isotrope; mais l'anisotropie constatée expérimentalement perturbe la modélisation tant au niveau des essais déviatoriques que sur l'écoulement plastique en compression isotrope. L'utilisation du modèle Pasachalk a mis en lumière la pertinence de la description du comportement multiphasique à l'aide de la variable succion. Enfin, la modification de la surface de charge a permis de mieux simuler le

comportement élastoplastique de la craie multiphasique. La variabilité de la craie est très importante selon la porosité, la succion ou la vitesse de chargement, ce qui complique la tâche du modélisateur. Le modèle proposé permet néanmoins de reproduire le comportement élasto-viscoplastique de la craie multiphasique de manière satisfaisante.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

*« Le talent arrive tant bien que mal aux conclusions
alors que le génie fait des sauts de géant »
Edwin Percy Whipple*

1. CONCLUSIONS

Dans un premier temps, en écho aux problèmes de subsidence des plates formes pétrolières en Mer du Nord (gisement Ekofisk), le comportement d'une craie saturée d'huile soumise à des variations de teneur en eau consécutivement à l'injection d'eau de mer a été étudiée. La nature multiphasique du matériau craie a été démontrée ainsi que les modes de transition entre les états saturés aux moyens de différentes méthodes complémentaires. Les méthodes de contrôle des potentiels thermodynamique et osmotique ont démontré leur intérêt ; l'application des méthodes de contrôle de succion osmotique, par phase vapeur et de translation d'axes permet la caractérisation des courbes de drainage de la craie et le maintien de conditions d'équilibres multiphasiques lors d'essais mécaniques. La capillarité seule ne saurait expliquer la rétention des fluides, et l'ensemble des interactions eau-calcite et huile-calcite influence le mode de répartition des fluides au sein des pores et donc la mouillabilité. L'extrapolation des données obtenues par porosimétrie au mercure ne peut à elle seule constituer une approche satisfaisante de la rétention. La rétention ne peut s'interpréter que pour un système de fluides donné (à température et activité chimique constante) ; et, même pour un réseau poreux ouvert interconnecté comme celui de la craie de Lixhe, les potentiels physico-chimiques augmentent le travail nécessaire à la désorption de manière différente selon le couple de fluide étudié. La notion de succion semble donc mieux convenir à la description des phénomènes de rétention d'eau.

Le comportement mécanique multiphasique de la craie a été étudié, et l'effet affaiblissant de l'eau a été montré, quelque soit le mode de chargement. Les différents essais se sont montrés complémentaires et les essais triaxiaux ont permis de confirmer les conclusions des essais oedométriques. Nous avons premièrement retrouvé l'effet de la mouillabilité et du fluide saturant : plus le fluide est mouillant et interagit avec le grain solide, moins la craie est résistante. La succion permet de prendre en compte l'effet de la saturation et les essais à succion contrôlée ont montré un comportement intermédiaire entre ceux à l'eau et à l'huile. Le contrôle de la succion a permis l'étude de la transition entre ces états extrêmes ; le rôle joué par l'eau, même en faible quantité, a été mis en

évidence. Une faible quantité d'eau provoque la réduction du domaine élastique. Cette perte de résistance ne semble cependant pas affecter le mode de comportement et nous avons pu observer une translation des courbes efforts déformations *via* la limite élastique. L'introduction d'une troisième variable de contrainte indépendante, la succion, reliée à la saturation du réseau poreux est nécessaire à la compréhension du comportement mécanique de la craie.

Les essais oedométriques et de compression simple ont permis de mettre en évidence lors de paliers de charge une faible quantité de fluage volumique ou déviatorique dans le domaine élastique. De plus, les essais avec contrôle de la vitesse ont montré que la limite élastique était dépendante du taux de déformation. Les effets de la vitesse (de chargement ou de déformation) sont similaires à ceux de la succion, une augmentation de la vitesse entraînant une extension du domaine élastique. Cet écrouissage quasi homothétique de la surface de charge a été observé pour tous les niveaux de succion, il est susceptible de masquer les effets de la saturation. Il est nécessaire de réaliser les essais à succion contrôlée pour une même vitesse de chargement. Enfin, la saturation ne modifie pas les grands traits du comportement visqueux et la différence de sensibilité à la vitesse de déformation s'explique par un effet intrinsèque de la vitesse. Le fluage varie uniquement en fonction du rapport entre la charge appliquée et la limite élastique. Ce dernier point se traduit par une réactivation du fluage lors de l'infiltration d'eau de la craie saturée d'huile. L'effondrement associé au mouillage de la craie par l'eau, similaire à celui observée sur les sols non saturés, se prolonge au cours du temps par une phase de fluage.

Une anisotropie mise en évidence par les essais de propagation des ondes acoustiques a été confirmée par les essais triaxiaux, la surface de charge n'étant pas centrée sur l'axe hydrostatique. L'extension du domaine élastique provoquée par la succion et la vitesse de chargement ne s'accompagne pas d'une modification significative des paramètres élastiques isotropes. En conclusion, l'ensemble du comportement multiphasique visqueux a été approché et caractérisé par le contrôle de la succion ; cependant, ce comportement complexe est caractérisé par une unique surface de charge translatée par l'intermédiaire d'une relation succion-contrainte moyenne de plastification, définie par la courbe LC (Alonso et al., 1990).

Dans un second temps, nous avons étendu l'étude précédente, sur la craie de Lixhe saturée d'eau et d'huile, au comportement d'une craie de carrière soumise aux variations d'hygrométrie de l'atmosphère. La méthodologie d'analyse appliquée ci-avant a été reprise et menée à son terme pour la compréhension des phénomènes multiphasiques dans un système air-eau. Les propriétés physiques de la craie d'Estreux ont été d'abord établies. Les essais de rétention d'eau montrent que la craie d'Estreux possède un point d'entrée d'air à une succion égale à 1500 kPa. A partir de cette valeur de succion, l'amorçage de la désaturation est assez brutal, et une faible augmentation de succion, associée à une réduction de quelque point d'hygrométries entre 100% et 80%, peut être à l'origine d'une importante perte d'eau. La présence de glauconie peut expliquer les caractéristiques de rétention d'eau

observées sur le matériau, en particulier l'absence d'un mécanisme de rétention purement capillaire et l'existence d'interactions physico-chimiques au niveau intra-granulaire. L'étude du comportement mécanique a été réalisée au moyen d'essais oedométriques par paliers avec contrôle de la succion sur des échantillons avec différents degrés de saturation en eau. Les essais ont permis de quantifier la résistance du matériau et de mettre en évidence les phénomènes de fluage, associés à la perte de résistance et au vieillissement du matériau. Les essais réalisés à différents degrés de saturation ont fait apparaître l'influence de la teneur en eau sur les paramètres mécaniques et sur le fluage. L'accroissement de la teneur en eau de la roche est très préjudiciable car elle augmente la quantité de déformations par deux mécanismes : la diminution de la limite élastique et l'augmentation de la déformation différée. Les cycles de saturation-désaturation, produits par les changements saisonniers d'hygrométrie au sein de la carrière, mais aussi par des évolutions du niveau de la nappe phréatique (ennoyage), sont susceptibles d'engendrer des phénomènes d'effondrement par hydratation.

Les apports essentiels de ce travail sont la compréhension des phénomènes multiphasiques de la craie et la validation de l'utilisation du cadre conceptuel défini par le modèle de Barcelone (Alonso et al., 1990 ; Delage et al., 1996 ; Charlier et al., 2002). L'insertion de la succion comme troisième variable mécanique indépendante réalise le couplage hydro-mécanique ; cependant, du fait de la nature différente des essais, la concordance entre les simulations et les essais n'est pas parfaite principalement du fait de la forme de la surface de charge. L'introduction d'une nouvelle forme a permis de mieux reproduire le comportement mécanique observé expérimentalement. La théorie développée par Perzyna (1963) et reprise pour la craie par Shao et al. (1993) apparaît satisfaisante pour la modélisation du comportement élasto-viscoplastique de la craie multiphasique.

2. PERSPECTIVES

L'ensemble de cette étude a mis en évidence le rôle joué par l'interaction entre l'eau et le solide dans le comportement hydro-mécanique macroscopique de la craie, quantifié par la succion. Une composante physico-chimique a été évoquée pour justifier la perte de résistance du matériau. Cette composante peut dépendre à la fois de la réactivité des minéraux contenus dans la craie (carbonates et silicates) au contact avec l'eau, mais elle peut aussi être associée à la dégradation des liens intra-granulaires à l'échelle des plus petits pores. Une étude détaillée à l'aide de la microscopie à balayage environnementale des phénomènes qui interviennent à l'échelle locale des contacts intra-granulaires en présence d'eau pourrait fournir davantage des renseignements sur ces mécanismes de dégradation. La fraction argileuse identifiée joue probablement un rôle majeur dans le comportement de la craie d'Estreux, et mériterait d'être mieux quantifiée.

Le fluage a été pour des raisons matérielles étudié principalement au moyen de l'essai oedométrique, il apparaît néanmoins très intéressant de vérifier au moyen d'essais tridimensionnels complexes les

conclusions effectuées. D'autre part, de la même manière, le comportement de la craie d'Estreux a uniquement fait l'objet d'investigation au moyen d'essais unidimensionnels et des essais triaxiaux pourrait montrer des évolutions de la surface de charge et de la droite de rupture différente du fait de la présence de la fraction argileuse au sein de la calcite.

La modélisation du comportement visqueux de la craie est apparue très complexe, notamment du fait de l'introduction de la variable succion. En effet, la succion provoque une réduction du domaine élastique, modifiant ainsi le comportement viscoplastique. De nouveaux essais, ainsi que le développement d'une nouvelle théorie viscoplastique peuvent apporter des réponses quant au couplage mécanique entre la succion et le temps, et à l'influence de la nature du fluide sur le fluage.

BIBLIOGRAPHIE

3

BIBLIOGRAPHIE

- ADACHI T. & OKANO M. (1974). A constitutive equation for normally consolidated clay. *Soils Found.*, **14**, n°4, pp. 55-73.
- ADACHI T., OKA F. & MIMURA M. (1996). State of art: modelling aspects associated with time dependent behaviour for soils. In *Measuring and modelling time-dependent soil behaviour*. ASCE, New York. pp. 61-95.
- ADDIS M.A. & JONES M.E. (1989). Mechanical behaviour and strain rate dependence of high porosity chalk. *Proc. Chalk Symp. Brighton*, pp. 239-244.
- ALONSO E.E., GENS A. & JOSA A. (1990). A constitutive model for partially saturated soils. *Géotechnique* **45**, n°3, pp. 405-430.
- ALONSO E.E., OLIVELLA S. & PINYOL N.M. (2005). A review of Beliche dam. *Géotechnique* **55**, n° 4 pp. 267-285.
- ALZOGHBI P. (2001). *Etude des mécanismes de rétention et de transfert des polluants non miscibles dans les sols fins non saturés*. Thèse ENPC, p. 188.
- ANDERSEN, M.A., FOGED, N. and PEDERSEN, H.F. (1992). The link between waterflood-induced compaction and rate-sensitive behaviour in a weak north sea chalk. *4th North Sea Chalk Symposium*, Deauville, France.
- ANDERSEN M. A. (1995). Petroleum research in North Sea chalk. *Joint chalk research, phase IV*, pp. 47-153,.
- ANDERSON W.G. 1986. Wettability Literature Survey Part 1-5. *Journal of Petroleum Technology* **38-39**.
- AUBERTIN M., RICARD J.-F., CHAPUIS R. P. 1998. A predictive model for water retention curve: application to tailings from hard-rock mines. *Canadian Geotechnical journal* **35**, pp. 55-69.
- AUGUSTESEN A., LIINGAARD M. & LADE P.V. (2004). Evaluation of Time-Dependent Behavior of Soils, *International Journal of Geomechanics*, **4** (3); 137-156.
- AUVRAY, Ch. (2003). *Vieillessement et comportement rhéologique du gypse*. Thèse de Doctorat INPL Nancy, p. 279, Nancy.
- AUVRAY, Ch., HOMAND, F. & SORGI, C. (2004). The aging of gypsum in underground mines. *Eng. Geology* **74**, 183 - 196
- AUVRAY, Ch., HOMAND, F., HOXHA, D., DIDIER, Ch. & SORGI, C. (2004). Influence de l'hygrométrie sur le comportement différé du gypse en carrière souterraine. *Comptes Rendus Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur*, Lille, 28-30 juin.
- BALDWIN B. & SPINLER E. (1998). A direct method for simultaneously determining positive and negative capillary pressure curves in reservoir rock. *Journal of petroleum Science and Engineering* **20** pp.161-165.

- BAHAT, D., RABINOVITCH A. & FRID V. (2001). Characterization of chalk in uniaxial and triaxial tests by rocks mechanics, fractographic and electromagnetic radiation methods. *Journal of structural geology* **23**, pp. 1531-1547.
- BARLA G. & SULEM J. (1995). Pressure sensitivity of chalk : experimental evidence and constitutive modelling. *Col. Franco-belge Craies et Schistes*, Bruxelles, vol 2, pp. 80-89.
- BELL F.G., CRIPPS J.C., EDMONDS C.N. & CULSHAW M.G. (1989). Chalk fabric and its relations to certain geotechnical properties. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 187-194.
- BELL F.G., CULSHAW M.G. & CRIPPS J.C. (1999). *A review of selected engineering geological characteristics of English chalk*, *Engineering geology*, **54**, pp. 237-269.
- BEKRI S., XU K. & YOUSEFIAN F. (2000) Pore geometry and transport properties in North Sea chalk, *Journal of Petroleum Science and Engineering* **25**, pp107-134.
- BEREST P. (1987). In *Manuel de rhéologie des géomatériaux*, Presses de l'ENPC.
- BIGNOT G. & AUBRY M.P. (1973). Géologie de la craie dans le bassin parisien, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, spécial V*, pp 23-48.
- BISHOP A.W., BLIGHT G.E. (1963). Some aspects of effective stress in saturated and partly saturated soils. *Géotechnique* **13**, pp.177-197.
- BJERRUM L. (1967). Engineering geology of Norwegian normally-consolidated marine clays as related to settlement of buildings. *Géotechnique* **17**, pp. 81-118,.
- BONVALLET, J. (1979). Une classification géotechnique des craies du nord utilisée pour l'étude de stabilité des carrières souterraines. *Revue Française de Géotechnique*, 8: 5-14.
- BORJA R.I. & KAVAZANIJIAN E. (1985). A constitutive model for the stress-strain-time behaviour of wet clays. *Géotechnique*, **35**, n°3, pp. 283-298.
- BOURBIE T., COUSSY O. & ZINSZNER B. (1986). *Acoustique des milieux poreux*, Edition technip, p.339.
- BOUSQUIE P. (1979). *Texture et porosité de roches calcaires : relations avec perméabilité ascension capillaire gélitivité conductivité thermique*, Thèse université Pierre et Maris Curie, p. 191, Paris.
- BOWDEN A.J., SPINK T.W. & MORTIMORE R.N. (2003). The engineering description of chalk : its strength hardness and density. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, **35**, pp. 355-361.
- BROOKS R. H. & COREY A. T. (1964). Hydraulic properties of porous media. Colorado State University . Hydrology Paper N°3.
- BRIGNOLI M., SANTARELLI F.j. & RIGHETTI C. (1994). Capillary phenomena in an impure chalk. *Proc. Eurock '94*, pp. 837-843.
- BRINKGREVE R.B.J. & VERMEER P.A. (2002). *Plaxis finite element code for soil and rock analysis*. Balkema.
- BUCKLEY J.S. & LIU Y. (1998). Some mechanisms of crude oil/brine/solid interactions. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **20**, pp. 155-160.
- BURLAND J.B., HANCOCK R.J. & May J. (1983). A case history of a foundation on soft chalk *Géotechnique* **33** n°4, pp 385-395, Londres.
- BUTHENUT C. & DE FREITAS M.H. (1989). Studies of the influence of water on calcite. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 103-108.
- CHARLEZ Ph., HEUGAS O. & SHAO J.F. (1992). Effect of temperature on mechanical properties of chalk. *Proc. 4th North Sea chalk Symp.* Deauville .pp.1-11.

- CHARLIER R., COLLIN F., SCHROEDER Ch., ILLING P., DELAGE P., CUI Y.-J. & DE GENNARO V. (2002). A constitutive model for North Sea Chalk. Application to reservoir compaction and to waterflooding. *Biot Conf.*, Grenoble.
- CHRISTENSEN H.F. (1996). Rock mechanics and water injection-water flooding of chalk. *Proc. 5th North Sea Chalk Symp.*, Reims.
- CLAYTON C.R.I. (1980). The collapse of compacted chalk fill. *In Proc. Colloque Int. Sur le compactage*, Paris, vol 1, pp. 119-124.
- CLAYTON C.R.I. (1983). *The influence of diagenesis on some index properties of chalk in engineering*, *Géotechnique* **33** n°3, pp 225-241.
- CLAYTON C.R.I. (1989). Mechanical properties of the chalk. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 213-232.
- CLAYTON, C.R.I. & SERRATRICE, J.F. (1997). General report session 2: the mechanical properties and behaviour of hard soils and soft rocks. *Proc. Geotechnical engineering of hard soils - soft rocks*, vol. 3, Anagnostopoulos et al. (eds), Balkema : 1839 - 1877.
- COLEMAN, J.D. (1962). Stress strain relations for partly saturated soils. *Correspondence Géotechnique*, 12 (4): 348-350.
- COLLIN, F., CUI, Y.-J., SCHROEDER, Ch., & CHARLIER, R. (2002). Mechanical behaviour of Lixhe chalk partly saturated by oil and water: experiment and modeling. *Int. J. for Num. Anal. Meth. in Geomechanics*, 26: 897-924.
- COLLIN F. (2003). *Couplages thermo-hydro-mécaniques dans les sols et les roches tendres partiellement saturés*. Thèse Université de Liège. p. 300.
- COMBES R., ROBIN M., BLAVIER G., AÏDAN M. & DEGREVE F. (1998). Visualization of imbibition in porous media by environmental scanning electron microscopy: application to reservoir rocks. *Journal of petroleum science and engineering* **20**, pp.133-139.
- COUSSY O. & FLEUREAU J.-M. (2002). *Mécanique des sols non saturés*. Ed. Hermès, Paris. p. 384.
- CUI Y.-J. & DELAGE P. (1996). Yielding and plastic behaviour of an unsaturated compacted silt. *Géotechnique* **46**, n°2, pp. 291-311.
- CUI Y.J., AZOGBHI P. & DELAGE P. (2001). Influence des mécanismes de rétention des polluants sur la résistance au cisaillement d'un sol compacté. *XV^{ème} Int. Cong. Soils mechanics*. Istanbul. pp. 1959-1962.
- CUI Y.J., DELAGE P. & ALZOGBHI P. (2003). Retention and transfer of hydrocarbon pollutants in an nsaturated silt. *Géotechnique* **53**, pp. 83-91.
- DARVE F. (2002). Chapitre 1 les grandes classes de lois de comportement dans *Elastoplasticité des sols et des roches*. Ed. Hermès, Paris, p. 223.
- DATCHEVA M., CHARLIER R. & COLLIN F. (1998). Constitutive Equations and Numerical Modelling of Time Effects in Soft Porous Rocks, *Lecture Notes in Computer Science*, pp. 222-229.
- DAUPLEY, X. (1997). *Etude du potentiel de l'eau interstitielle d'une roche argileuse et des relations entre ses propriétés hydriques et mécaniques*. Thèse de Doctorat ENSMP, p. 172, Paris.
- DE GENNARO V., DELAGE P., CUI Y.-J. , SCHROEDER Ch., COLLIN F. (2003). Time-dependent behaviour of oil reservoir chalk : a multiphase approach. *Soils and Foundations*, **43**, n° 4, pp. 131-148.
- DE GENNARO, V., DELAGE, P., PRIOL, G., COLLIN, F. & CUI, Y.J. (2004). On the collapse behaviour of oil reservoir chalk. *Géotechnique* .
- DELAGE, P. & LEFEBVRE, G. (1984). Study of the structure of a sensitive Champlain clay and of its evolution during consolidation. *Canadian Geotech. J.*, **21** : 21-35.

- DELAGE P., SURAJ DE SILVA G.P.R. & DE LAURE E. (1987). Un nouvel appareil triaxial pour les sols non saturés. *Proc. 9th Eur. Conf. Of Soil Mechanics*, Dublin, pp. 26-28.
- DELAGE, P., SURAJ DE SILVA, G.P.R. & VICOL, T. (1992). Suction controlled testing of non saturated soils with an osmotic consolidometer. *Proc. 7th Int. Conf. On Expansive Soils*, Dallas: 206-211.
- DELAGE P., CUI Y.-J., AUDIGUIER M. & DEVEUGHELE M. (1995). Water retention properties and microstructure of geomaterials, *Proc. ECSMFE XI*.
- DELAGE P., SCHROEDER Ch. & CUI Y.J. (1996). Subsidence and capillary effects in chalk. *Proc. Eurock '96*, Turin, pp.1291-1298.
- DELAGE P., HOWAT M.D. & CUI Y.J. (1998). The relationship between suction and swelling properties in an heavily compacted unsaturated clay. *Engineering geology* **50**, pp. 31-48
- DELAGE P. & CUI Y.-J. (2000). L'eau dans les sols non saturés. *Techniques de l'ingénieur C301*.
- DELAGE P. & CUI Y.-J. (2000). Comportement mécanique des sols non saturés. *Téchniques de l'ingénieur C302*. pp. 1-19.
- DINEEN K. & BURLAND J.B. (1995). A new approach to osmotically controlled oedometer testing. *Proc. 1st Int. Conf on Unsaturated Soils UNSAT'95*, Paris 2, 459-465.
- DI PRISCO C. & IMPOSIMATO S. (1996). Time dependent mechanical behaviour of loose sands. *Mech. Cohesive Fict. Mater.*, **1**, pp. 45-73.
- DOREMUS C. & HENRY J.P., (1985). Caractérisation des craies du Nord de la France par porosimétrie au mercure, *Ann. Soc. Géol. Nord*. CIV49-51.
- DRAGON A. & MROZ Z. (1979). A model for plastic creep of rock-like materials accounting for the kinetics of fracture. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, **16**, pp. 253-259.
- DREVER J.I. (1997). *The Geochemistry of natural waters (3rd ed.)*. Prentice Hall. p.436.
- DRUMMOND C. & ISRAELACHVILI J. (2002). Surface forces and wettability. *Journal of petroleum science and engineering* **33**, pp 123-133.
- DURVILLE J.-L., MASSIEU E. & MARTINEAU F. (1993) Etude physico-mécanique du gypse d'une carrière souterraine en région parisienne. *Geotechnical Eng. of hard soils-Soft Rocks*.
- DUTHOIT B. & HAZEBROUK R. (1976). *Propriétés mécaniques des craies, relation avec leur microstructure, rôle de l'environnement*. Thèse de l'USTL, p. 227.
- DYVIK R., LACASSE S. & MARTIN R. (1985). Coefficient of lateral stress from oedometer cell. *ICSMFE, San Francisco*, pp. 1003-1006, 1985.
- EISSA E.A. & KAZI A. (1988). Relation between static and dynamic Young's moduli of rocks. *International Journal of rocks mechanics and mining science*, **25**, pp 479-482.
- EL BIED A. (2000). *Etude expérimentale et modélisation du comportement des roches granulaires: écoulement, radoucissement et rupture en mode localisé*. Thèse ENPC.
- ENGSTRØM F. (1992). Rock mechanical properties of Danish North Sea chalk. *Proc. 4th North Sea Chalk Symp.*, Deauville, France.
- FEN-CHONG T. , FABBRI A., GUILBAUD J.-P. & COUSSY O. (2004). Determination of liquid water content and dielectric constant in porous media by the capacitive method. *Compte-rendu de Mécanique* **332**.
- FOURMAINTRAUX D. & TOURENQ C. (1970). Contribution de la pétrographie à l'étude des propriétés physiques et mécaniques des roches, *Congrès de l'A.I.G.I.*, Paris, pp.235-245.
- FREDLUND, D.G. & MORGENSTERN, D.N. (1977). Stress state variables for unsaturated soils. *J. Soil Mech. and Found. Eng., ASCE*, GT5: 447-476.

- FREDLUND D. & RAHARDJO H. (1993). *Soil mechanics for unsaturated soils*. Wiley & Sons. New York. p. 517
- GIBSON R.E. & HENKEL D.J. (1954). Influence of the duration on tests a constant rate of strain on measured drained strength, *Géotechnique* 4, n°1, pp. 6-15.
- GOURRI A. (1991). *Contribution à l'étude de l'influence des conditions de drainage sur les propriétés poroélastiques des roches carbonatées*, thèse Université J. Fourier, Grenoble, p.176.
- GOODMAN R. (1989). *Introduction to rock mechanics*. Wiley & Sons. New York. P. 562.
- GOMMESEN L. & FABRICIUS I.L. (2001). Dynamic and static elastic moduli of North Sea and deep sea chalk. *Physics and Chemistry of the Earth (A)*, 26, pp. 63-68.
- GRAHAM J. & HOULSBY G. T. (1983). Anisotropic elasticity of a natural clay. *Géotechnique* 33, n°2, pp 165-180.
- GRAUE A., VIKSUND B.G., EILERTSEN T. & MOE R. (1999). Systematic wettability alteration by aging sandstone and carbonate rock in crude oil. *J. Petroleum science & engineering*. 24, pp.85-97.
- GRAUE, A., BOGNØ, T., BALDWIN, B.A. & SPINLER, E.A (2001). Wettability Effects on Oil Recovery Mechanisms in Fractured Reservoirs, *J. SPE*.
- GOODDY D., CLAY J. & BOTTREL S. (2002). Redox driven changes in porewater chemistry in the unsaturated zone of the chalk aquifer beneath unlined cattle slurry lagoons. *Applied Geochemistry* 17 pp. 903-921.
- GOULTY N.R. (2003). Reservoir stress path during depletion of Norwegian chalk oilfields. *Petroleum geoscience* 9, n°3, pp. 233-241.
- GUÉGUEN Y. & PALCIAUSKAS V. (1992). *Physique des roches*. Hermann. Paris. p.294.
- GUTIERREZ, M. & KOLDERUP, U:M: (1999). Joint Chalk Research Phase V. Modelling time-dependent chalk behaviour and chalk-water interaction. Draft report no. 541105-4 (NGI).
- GUTIERREZ M., OINO L.E. & HOEG K. 2000. The effect of fluid content on the mechanical behaviour of the fractures in chalk. *Rock mechanics and Rocks engineering* 33 n°2, pp. 93-117.
- HASHIGUSHI K. & OKAYASU T. (2000). Time dependent elastoplastic constitutive equation based on the subloading surface model and its application to soils. *Soils Found.*, 40, n°4, pp. 19-36.
- HATZOR Y.H., TALESNICK M. & TSESARSKY M. 2002. Continuous and discontinuous stability analysis of bell-shaped caverns at Bet Guvrin, Israël. *Int. Jour. of Rocks engineering and mining science* 39, pp.867-886.
- HAVMOLLER O. & FOGED N. (1998). Reviews of rock mechanics data for chalk. Joint Chalk. Research IV.
- HELLMANN, R., RENDERS, P.J.N., GRATIER, J-P. & GUIGUET, R. (2002a): Experimental pressure solution compaction of chalk in aqueous solutions. Part1. Deformation behaviour and chemistry. In: *Water-Rock Interactions, Ore Deposits, and Environmental Geochemistry: A Tribute to David A. Crerar; The Geochemical Society* (Hellmann & Wood Eds.), Special Publication no. 7: 129-152.
- HELLMANN, R., GAVIGLIO, P., RENDERS, P.J.N., GRATIER, J-P., BÉKRI, S. & ADLER, P. (2002b): Experimental pressure solution compaction of chalk in aqueous solutions. Part2. Deformation examined by SEM, porosimetry, synthetic permeability and X-ray computerized tomography. In: *Water-Rock Interactions, Ore Deposits, and Environmental Geochemistry: A Tribute to David A. Crerar; The Geochemical Society* (Hellmann & Wood Eds.), Special Publication no. 7: 153-178.
- HEUGAS O. & CHARLEZ P. (1990). Mechanical effect of water injection on Ekofisk chalk. *Proc. 3rd North Sea chalk Symp.* Copenhagen.
- HICHER P.Y. & SHAO J.F. (2002). *Lois incrémentales, viscoplasticité, endommagement*. Ed. Hermès. Paris. p. 233.

- HO D.Y. & FREDLUND D.G. (1982). Strain rates for unsaturated soil shear strain testing. *Proc. 7th South East Asia conf. soil mech. and found. eng.* Hong-Kong, pp. 787-803.
- HALLOWAY-STRONG M. & HUGHES S.J. (2001). The influence of contact area on the deformation of chalk. *The quarterly Journal of Engineering Geology and hydrogeology* **34**, n° 1, pp. 99-110
- HOMAND F. & DUFFAUT P., *Manuel de mécanique des roches Tome 1 fondements*, les presses de l'école des mines, Paris, 2000.
- HOMAND S. & SHAO J.F. 2000. Mechanical behaviour of a porous chalk and effect of saturating fluid. *Int. J. of Mechanics of cohesive-frictional materials* **5**, pp. 583-606.
- HOMAND S. (2000). *Comportement mécanique d'une caie très poreuse avec prise en compte de l'effet de l'eau: de l'expérience à la simulation*. Thèse Lille 1. p. 162
- HOUSTON, S. L., HOUSTON, W. N. & WAGNER, A.M. (1994). Laboratory filter paper suction measurements. *Geotechnical Testing Journal*, 17 (2): 185-194. Havmøller O & Foger N. 1998. *Confidential report DGI*.
- IOANNIDIS M.A., KWIECIEN M.J. & CHATZIS I. (1996). Statistical analysis of the porous microstructure as method for estimating reservoir permeability. *Journal of petroleum science and engineering* **16**, pp. 251-261.
- IMAI G. (1995). Analytical examinations of the foundations to formulate consolidation phenomena with inherent time-dependence. *Int. Symp. on compression and consolidation of clayed soils*. Hiroshima, pp.891-935.
- JENNINGS, J.E. & KNIGHT, K. (1957). The prediction of total heave from the double oedometer test. *Transaction of the South African Institution of Civil Engineers*, Vol. 7, No. 9, 13-19
- JENNINGS J.E & BURLAND J.B. (1962). Limitations to the use of effective stresses in partly saturated soil. *Géotechnique* **12**, pp. 125-144.
- JONES M., BEDFORD J. & CLAYTON C.R.I. (1984). On the natural deformation mechanisms in the chalk. *Journal of geological society* **141**, n°4, pp.675-683.
- KALIAKIN V.N. (1988). An Elastoplastic-viscoplastic bounding surface model for isotropic cohesive soils. *Proc Int. Conf. on Rheology and Soil Mech.*, pp. 147-163.
- KARUBE D. & KAWAI K. (2001). The role of pore water in the mechanical behaviour of unsaturated soils. *Geotechnical and geological engineering* **19**, pp. 211-241.
- KASSIF G. & BEN SHALOM A. (1971). Experimental relationship between swell pressure and suction, *Géotechnique* **21**, n°3, pp. 245-255.
- KATTAN A. (1990). *Fluage et consolidation des sols saturés et quasi-saturés analyse numérique*. Thèse de l'ENPC.
- KATONA M.G. (1984). Evaluation of viscoplastic cap model. *J. Geotech. Eng.* **110**, pp. 1106-1125.
- KAZIMOGLU Y.K., MCDUGALL J.R. & PYRAH I.C. (2004). Options for modelling hydraulic hysteresis. *Proc. Workshop on Unsaturated Soils*. Naples 2004.
- KROSBOLL A. (1998). Constitutive model with time deformations. *Engineering geology* **49**, pp. 285-292.
- LADE, P. V. & BOER, R. (1997). The concept of effective stress for soil, concrete and rock. *Géotechnique* **47**, No. 1, 61-78
- LEDDRA M.J., JONES M.E., PEDERSTAD K. & LONOY A. (1989). Influence of increase effective stress on the permeability of chalks under hydrocarbon reservoir conditions. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 253-260.

- LEDDRA M.J. & JONES M.E. (1989). Steady-state flow during undrained loading of chalk. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 245-252.
- LEDDRA M.J., JONES M.E. & GOLDSMITH A.S. (1993). Compaction and shear deformation of a weakly-cemented, high porosity sedimentary rock. *The Eng. Geology of Weak Rock*. Pp.45-54.
- LEONG E. & RAHARDJO H. (1997). Review of soil-water characteristic curve equation. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*. **123** n°12 pp. 1106-1117.
- LÉON Y LÉON C. (1998). New perspectives in mercury porosimetry, *Advances in colloid and Interfac science*.
- LEROUEIL S., KABBAJ M., TAVENAS F. & BOUCHARD R. (1985). Stress strain strain-rate relation for compressibility of sensitive natural clays, *Géotechnique* **35** n°2, pp. 159-180.
- LEROUEIL, S. & MARQUES, M.E.S. (1996). Importance of strain rate and temperature effects in geotechnical engineering. *In Measuring and modelling time-dependent soil behaviour*. ASCE, New York. pp. 1-60.
- LE ROUX, (1973). Texture et comportement des craies. *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, spécial V*, pp 49-56.
- LI, Y. & XIA, C. (2000). Time-dependent tests on intact rocks in uniaxial compression. *Int. J. of Rock Mechanics and Mining Sciences* **37** n°3 pp 467-475.
- LIANG Y., BAER D., MCCOY J., AMONETTE J. & LAFEMINA J. (1996). Dissolution kinetics at the calcite-water interface. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **60**, n°23, pp. 4883-48887.
- LIINGAARD M., AUGUSTESEN P. & LADE P.V. (2004). Characterization of Models for Time-Dependent Behavior of Soils, *International Journal of Geomechanics*, **4**, n°3, 157-177.
- LORD C.J., RHETT D.W. & JOHLMAN C.L. (1998). Is capillary suction a viable cohesive mechanism in chalk. *Proc. Eurock '98*, Trondheim, Norvège, pp. 367-375.
- LORD J.A., CLAYTON C.R.I. & MORTIMORE R.N. (2002). *Engineering in chalk*, CIRIA, Londres, p.332.
- LOWE J.L. (1974). New concepts in consolidation and settlement analysis. *ASCE*, **100**, pp.574-612.
- MA S., MORROW N., ZHOU X. & ZHANG X. (1999). Characterization of wettability from spontaneous imbibition measurement. *Journal of Canadian Petroleum technology* **38** n° 13, pp.1-8.
- MACARI E., HOYOS L.R. & ARDUINO P. (2002). Constitutive modelling of unsaturated soil behaviour under axisymmetric stress states using a stress/suction controlled cubical test cell. *Int. Jour. Of Plasticity* **19**, pp. 141-1515.
- MANTHO A.T. (2005). *Echanges sol-atmosphère, application à la sécheresse*. Thèse ENPC. p 250.
- MARCIAL, D. (2003). *Comportement hydromécanique et microstructural des matériaux de barrières ouvragées*. Thèse ENPC, 2003.
- MASSON M. (1973). Pétrophysique de la craie, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, spécial V*, pp 23-48.
- MATA C. (2001). *Etude expérimentale et modélisation mécanique des effets du balayage à l'eau dans une craie saturée d'huile*, Thèse Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, p. 165.
- MATTHEWS M.C. & CLAYTON C.R.I (1993). Influence of intact porosity on the engineering properties of a weak rock. *Geotechnical Engineering of hard Soils – Soft rocks*. Rotterdam, vol 1, pp. 693-702.
- MATTHEWS M.C., CLAYTON C.R.I. & RIGBY-JONES J., (2000). Locating dissolution features in the chalk, *The quarterly Journal of Engineering Geology and hydrogeology* **33**, n°3, pp. 201-212.
- MATTHEWS M.C., CLAYTON C.R.I. & BICA A.V.D, (2000). Tension pile tests in chalk. *The quarterly journal of engineering geology and hydrogeology* **33**, n°3, pp. 201-212.

- MESRI G. & CHOI Y.K. (1985). The uniqueness of the End of primary (EOP) void ratio-effective stress relationship, *Proc. 11th Int. Conf. on Soil Mech. And Found. Eng., San Fransisco*, 2, pp. 587-590.
- MESTAT Ph. (2002). Chapitre 3 : modélisation élastoplastique des sols dans *Elastoplasticité des sols et des roches*. Ed. Hermès, Paris, P. 223.
- MIKOLAJCZAK A., PECQUEUR G. & SIWAK J.M. (1995). Etude comparative de quatre modèles applicables à des craies blanches. *Col. Franco-belge Craies et Schistes, Bruxelles*, vol 2, pp. 80-89.
- MOIRIAT D. (2001). *Evolution des désordres dans les carrières souterraines abandonnées*. Thèse Paris XI. p. 396.
- MONTJOIE A., SCHROEDER Ch., DA SILVA F., DEBANDE G., DETIÈGE Cl. & POOT B. 1985. *Characterization and inhibition of chalks*. Proc 2nd North Sea Chalk Symp. Stavanger.
- MORAT P., LE MOUËL J.-L., NOVER G. & WILL G. (1992). Variation naturelle de la saturation d'une roche de grande porosité induite par la variation saisonnière de la température extérieure et mesurée par voie électrique, *C. R. Acad. Sci. Paris*, vol 315, p. 1083-1090.
- MORROW, N. (1970). Physics and thermodynamics of capillary. *Industrial and engineering chemistry* **62** n°6, pp.32-56.
- MORROW N. & MASON G. (2001). Recovery of oil by spontaneous imbibition. *Current opinion in colloid & interface science* **6**, pp.321-337.
- MORTIMORE R.N. (1989). Chalk or chalk ? *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 15-46.
- MORTIMORE R.N. & FIELDING P.M. (1990). The relationship between texture, density and strength of chalk. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 109-132.
- MURAYAMA S., MICHIIHIRO K. & SAKAGAMI T. (1984). Creep characteristics of sands. *Soils and foundations*, **24**, n°2, pp. 1-15.
- MUSY A. & SOUTTER M. (1991). *Physique du sol*. Presses polytechniques et universitaires romandes. Lausanne. p. 335.
- NAGEL, N.B. (1998). Ekofisk field overburden modelling. *Proc. Rock mechanics in petroleum engineering*. Trondheim, pp. 177-186.
- NEWMAN, G. (1983). The effect of water chemistry on the laboratory compression and permeability characteristics of some North Sea chalks. *Journal of petroleum engineering* pp. 976-980.
- NILSSON O. & STERNBECK J. 1999. *A mechanistic mode for calcite crystal growth using speciation*. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **63**, n°2, pp. 217-225.
- NOVA R. (1982). A viscoplastic constitutive model for normally consolidated clay. *Int. Applied Mech.. Delft*, pp. 287-295.
- OLDECOP L.A. & ALONSO E.E. (2003). Suction effects on rockfill compressibility. *Géotechnique* **52**, n°2, pp. 289-292.
- OYNO L. & TORSÆTER O. (1992). An experimental study of effective and relative permeabilities of compacted chalk. *Proc. 4th North Sea Chalk Symp.*, Deauville, France.
- PAPAMICHOS E., BRIGNOLI M. & SANTARELLI. (1997). An experimental and theoretical study of a partially saturated collapsible rock. *Mechanics of Cohesive-frictional Materials*, vol. 2. pp. 251-278
- PASACHALK1 (2001). Mechanical Behaviour of Partially and Multiphase Saturated CHALKs Fluid-skeleton Interaction : Main Factor of Chalk Oil Reservoirs Compaction and Related Subsidence. *Publishable Final report*, European Joule III contract N° JOF3CT970033: 80 pp.
- PASACHALK2 (2004). Mechanical Behaviour of Partially and Multiphase Saturated CHALKs Fluid-skeleton Interaction : Main Factor of Chalk Oil Reservoirs Compaction and Related Subsidence.

Part 2. *Publishable Final report*, Energy, Environment and Sustainable Development Programme, contract N° ENK6-2000-00089: in print.

PATSOULES M.G. & CRIPPS J.C. (1989). *Comparative studies on the petrophysical properties of chalk from England, Greece and North Sea*. Chalk Symposium Brighton, pp. 179-186.

PERRY S.H. 1979. *Behaviour of fills from soft chalk and soft chalk/clay mixtures*. Proc. Instn Civ. Engrs. Conf. on Clay Fills, pp. 189-196.

PERZYNA P. (1963). The constitutive equations for work-hardening and rate sensitive plastic materials. *Proc. Vib. Probl.*, pp.281-290.

PICKERING D.J. (1970). Anisotropic elastic parameters for soils. *Geotechnique* 20, n°3, pp 271-276.

PIAU J.M. & MAURY V. (1994). Mechanical effects of water injection on chalk reservoirs. *Proc. Eurock '94* pp. 819-828.

PIAU J.M. & MAURY V. (1995). Basic mechanical modelisation of chalk/water interaction. *1st Int. Conf. on unsaturated soils*, Paris.

POLISHOOK B. & FLEXER A. (1998). Assessment of chalk rock mass in excavations. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment* 57, n° 2, pp. 145–150.

POUYA A. (1991). *Comportement rhéologique du sel gemme, application à l'étude des excavations souterraines*. Thèse ENPC. p. 265.

POWELL B.N. & LOVELL G.L. (1994). Mechanics of chalk compaction. *Proc. EUROCK'94*, pp. 811-818.

PRICE M., LOW R.G. & MCCANN (2000). Mechanisms of water storage and flow in the unsaturated zone of the chalk aquifer. *Journal of Hydrology* 233, pp. 54-71.

PRIOL, G., DE GENNARO, V., DELAGE, P., SORGI, C. & CANDEL HERNANDIS, J.V. (2004). Influence des fluides sur le comportement différé de la craie. *Comptes rendus des XXII^{ème} Rencontres Universitaires de Génie Civil 2004 - Ville et Génie Civil (CD-ROM)*

RAT M. & SCHAEFFNER M. (1989). Classification of chalks and conditions of use in embankments. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 425-428.

ROGEN B., GOMMENSEN L. & FABRICIUS I (2001). Grain size distribution of chalk from image analysis of electron micrographs, *Computers and Geoscience* 27, Elsevier, pp.1071-1080.

ROMERO E. (1999). *Characterisation and thermo-hydro-mechanical behaviour of unsaturated boom clay: an experimental study*. These UPC Barcelone.

RINGHEIM M, HJELMELAND O. & TORSÆTER O. (1992). Experimental studies of imbibition and wettability of three selected North Sea chalk reservoirs. *Proc. 4th North Sea Chalk Symp.*, Deauville, France. pp.1-18

RINGHEIM, M., HJELMELAND, O. & ERDAL I. (1992): Investigation of laboratory techniques, correlations and trends from the database "wettability and imbibition in chalk" WIC database. In *Proc. Fourth North Sea Chalk Symposium*, Deauville, France.

RISNES R., KORSNES R.I. & VATNE T.A. (1999). Tensional strength of soft chalks measured in direct and Brazilian tests. *Proc. 9th Int. Congr. ISRM* pp. 667-672.

RISNES & FLAAGENG. (1999). Mechanical properties of chalk with emphasis on chalk-fluid interactions and micromechanical aspects. *Oil & Gas science and technology* . Rev IFP, 54, n°6, pp. 751-758.

RISNES R. & NYGAARD V. (2000). Chalk behaviour in the elastic region. *Proc. 6th Chalk symposium JCR V, Brighton*.

RISNES R. (2001). Deformation and yielding in high porosity outcrop chalk. *Physics and chemistry of the Earth*, 26, n°1, pp. 53-57.

- RISNES R., HAGHIGHI H., KORSNES R.I. & NATVIK O. (2003). Chalk-fluid interactions with glycol and brines. *Tectonophysics* **370** n°2, pp. 213-226.
- RISNES R., HOLE M. & KWABIYAK N.K. (2003). Chalk-fluid interactions with water-glycol mixtures. *Communication personnelle*.
- SCHOFIELD, A.N. & WROTH C.P. (1968). *Critical State Soil Mechanics* McGraw Hill, Londres.
- SCHROEDER ch. & SHAO J.F. (1996). Plastic deformation and capillary effects in chalks. *Proc. 5th North Sea Chalk Symp., Reims*.
- SCHROEDER Ch. BOIS A.P., CHARLIER R., COLLIN F., CUI Y.-J., DELAGE P., GOULOIS A., ILLING P., NOËL F. & MAURY V. (2000). Pasachalk project : constitutive modelling, determination of parameters using specific stress paths and application to waterflooding. *Proc. 6th Chalk Symp. JCR V. Brighton*.
- SCHROEDER Ch. (2002). *Du coccolithe au réservoir pétrolier*, Thèse UIG, Liège.
- SEDKI S., BOULEMIA C., COLBEAUX J.-P., VAN LAETHEM F., HENRY E. & CARLIER E. (2002). The instability analysis of chalk cliffs of the Blanc Nez cape. *Proc. 15th ASCE Eng. Mech. Conf.*, New York.
- SEKIGUCHI H. (1977). Rheological characteristics of clays. *Proc. 9th ICSMFE*, pp. 289-292.
- SHAO J.F. & HENRY J.P. (1991). Development of an elastoplastic model for porous rock. *International Journal of plasticity* **7**, pp. 1-13.
- SHAO J.F. (1992). *Modélisation et validation du comportement mécanique de roches*. Mémoire HDR.
- SHAO J.-F., BÉDÉRIAT M. & SCHROEDER C. (1993). A viscoplastic theory for soft rock behaviour and application. *Geotechnical engineering for hard soils soft rocks*. pp. 795-802.
- SHEAHAN T.C. & WATTERS P.J. (1997). Experimental verification of CRS consolidation theory, *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering* **123**, n°5, pp.430-437 .
- SINGH A. & MITCHELL J.K. (1968). General stress-strain-time function for soils. *ASCE* **94**, pp. 21-46.
- SIWAK J.M. (1992). *Comportement et modélisation de la craie*. Thèse Lille 1.
- SLATER, J.C. (1939). *Introduction to chemical physics*. McGraw-Hill, N.Y.
- SPARKS, D.L. (1998). *Soil physical chemistry*. CRC Press, 432 pp.
- SPINK T.W. & NORBURY D.R. (1989). The engineering geological description of chalk. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 153-160.
- STANDNES, D. C. & AUSTAD, T (2000). Wettability alteration in chalk 1. Preparation of core material and oil properties. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **28** pp. 111-121 .
- STANDNES, D. C. & AUSTAD, T. (2000). Wettability alteration in chalk 2. Mechanism for wettability alteration from oil-wet to water-wet using surfactants. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **28** , pp. 123-143 .
- STROUD M.A. & MITCHELL J.M. (1989). Collapse settlement of old chalk fill at Brighton chalk. *Proc. Chalk Symposium Brighton*, pp. 343-350.
- SUKJLE L. (1957). The analysis of the consolidation process by the isotaches method. *Proc. 4th ICSMFE*. Londres. pp. 200-206.
- TALESNICK, M.L., HATZOR, Y.H. & TSESARSKY, M. (2001). The elastic deformability and strength of a high porosity, anisotropic chalk. *Int. J. of Rock Mech. & Min. Sci.*, **38** : 543-555.
- TALLON J.P. (1976), *Influence de la texture sur certaines propriétés mécaniques des craies franches*, Thèse université Pierre et Marie Curie, p. 178.

- TALUKDAR M.S., TORSÆTER O., IONNIDIS M.A. & HOWARD J.J. (2002). Stochastic reconstruction, 3D characterization and network modelling of chalk, *Journal of Petroleum Science and Engineering* **35**, pp1-21.
- TALUKDAR M.S. & TORSÆTER O. (2002). Reconstruction of chalk pore network from backscatter electron micrographs using simulated annealing technique, *Journal of Petroleum Science and Engineering* **33**, pp 265-282.
- TATSUOKA F., SANTUCCI DE MAGISTRIS F., HAYANO K., KOSEKI J. & MOMOYA Y. (2000). Some new aspects of time effects on the stress strain behaviour of stiff geomaterials, *Proc. Int. Conf. On the geotechnics of hard soils-soft rocks*, pp. 1285-1371.
- TAVENAS F. & LEROUËIL S. (1977). Effects of stresses and time on yielding of clays. *Proc. 9th ICSMFE*, Tokyo, vol. 1, pp 319-326.
- TRIBBLE J., ARVIDSON R., LANE M. & MACKENZIE F. (1995). Crystal chemistry, and thermodynamic and kinetic properties of calcite, dolomite, apatite, and biogenic silica: applications to petrologic problems. *Sedimentary geology* **95**, pp. 11-37.
- TRAN N.L. & DUPAS A. (1988). Méthodes diélectriques de mesure de la teneur en eau dans les matériaux de génie civil. *Bulletin du LCPC*, n°2, pp.157-164.
- TWEHEYO M.T., HOLT T. & TORSÆTER O. (1999). An experimental study of the relationship between wettability and oil production characteristics. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **24** n°2, pp. 179-188.
- VAN GENUTCHEN, M. T. (1980). A close-form equation predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Journal Soil Science society of America* **44**, pp. 892-898.
- WILLIAMS, J. & SHAYKEWICH, C.F. (1969). An evaluation of polyethylene glycol PEG 6000 and PEG 20000 in the osmotic control of soil water matric potential. *Can. Geotech. J.*, 102 (6): 394-398.
- WHEELER S. & SIVAKUMAR V. (1995). An elastoplastic critical state framework for unsaturated soil. *Géotechnique* **45**, n°1, pp.35-53.
- WHEELER S.J., SHARMA R.J. & BUISSON M.S.R. (2003). Coupling of hydraulic hysteresis and stress-strain behaviour in unsaturated soils. *Géotechnique* **53**, pp. 41-54.
- WO S., XIE X. & MORROW N.R. (2001). A statistical model of apparent pore size distribution and drainage capillary pressure. *Colloids and Surface* **187-188**, pp. 449-457.
- XIE, X.; MORROW N. & BUCKLEY J. (2002). Contact angle hysteresis and the stability of the wetting changes induced by adsorption from crude oil. *Journal of petroleum science and engineering* **33**, pp. 147-159.
- YIN J.H. & GRAHAM J. (1989). Viscous-elastic plastic modelling of one dimensional time dependent behaviour of clays. *Canadian Geotechnical Journal*, **26**, pp. 199-209.
- YIN J.H. & GRAHAM J. (1999). Elastic viscoplastic modelling of the time-dependent stress strain behaviour of soils. *Canadian Geotechnical Journal* **36**, pp.736-745.
- YIN J.H., ZHU J.G. & GRAHAM J. (2002). A new elastic viscoplastic model for time-dependent behaviour of normally and overconsolidated clays: theory and verification. *Can. J. Geotech* **39**, n°1, pp. 157-173.
- ZAIDMAN M.D., MIDDLETON R. & WEST L.J. (1999). Geophysical investigation of unsaturated zone transport in the chalk in Yorkshire. *The quarterly journal of engineering geology and hydrogeology* **32**, n°2 pp. 185-198

