

Caractérisation des propriétés mécaniques des roches par micro-indentation

IBRAHIM Nidal, SIBAI Malek, KONDO Djimédo & SHAO Jian-Fu

USTL- UMR CNRS 8107
Laboratoire de mécanique de Lille
Bd Paul Langevin 59655 Villeneuve d'Ascq cedex
ibrahimnidal@yahoo.fr

Résumé :

Cette étude est consacrée à la détermination des propriétés mécaniques des roches isotropes, et isotropes transverse à l'aide de la technique de micro indentation. Après avoir présenté le principe de la micro indentation, nous rappelons le cadre théorique permettant le dépouillement des résultats (courbe force-déplacement de l'indenteur) ainsi que la détermination des propriétés élastiques dans un contexte isotrope, et isotrope transverse. Nous présentons ensuite l'exploitation de l'essai pour identifier l'endommagement isotrope dû à des sollicitations thermiques (cas du grès de Fontainebleau). Enfin, on étudie l'influence de l'humidité relative sur les paramètres mécaniques de l'argilite du Callovo Oxfordien qui est une roche isotrope transverse.

Abstract:

The present study is devoted to the determination of the mechanical properties of isotropic and transversely isotropic rocks by means of micro indentation test. After a presentation of the principle of the micro indentation, we recall the theoretical framework allowing the interpretation of the results (force-displacement curve) for the determination of the elastic properties of isotropic and transversely isotropic rocks. We present an application of this test to the identification of an isotropic damage due to thermal loadings (on Fontainebleau sandstone). Finally, we present the influence of the relative humidity on the mechanical parameters of the Callovo-Oxfordian clay which is a transversely isotropic rock.

Mots-clefs :

Indentation ; Endommagement ; anisotropie

1 Introduction

Les essais de dureté, et de micro indentation ont été développés pour caractériser de façon rapide les propriétés des matériaux. Ce test consiste à enfoncer un poinçon conique, pyramidal, sphérique... selon une procédure bien définie. Le problème du contact entre un corps rigide et un milieu semi-infini isotrope a été étudié pour la première fois par Boussinesq dont les résultats permettent d'établir la courbe force-déplacement. Pharr, Oliver et Brotzen (1992) ont montré que la géométrie de l'indenteur doit être prise en compte dans la solution de ce problème. La formulation d'une solution explicite du problème de contact est en général délicate et requiert la détermination de l'aire du contact. L'utilisation d'un indenteur plat s'avère ainsi d'un grand intérêt.

Dans le cas d'un matériau transversalement isotrope, en se basant sur la fonction de Green en milieu isotrope transverse (cf. Pan et Chou, 1976), Vlassak Et Nix (1993) et plus tard Delafargue (2003) ont déterminé des modules d'indentation suivant l'axe symétrie et dans le plan d'isotropie.

Dans cette communication, nous présentons une méthode de détermination des propriétés élastiques des roches. Cette méthode combine l'avantage d'un indenteur plat et d'une méthode de dépouillement général proposée pour les milieux isotrope transverses. Son intérêt est d'abord démontré pour l'identification de l'endommagement thermique d'un grès, puis pour l'étude de l'influence de l'humidité relative sur les caractéristiques élastiques de l'argilite du Callovo Oxfordien, matériau impliqué dans les recherches coordonnées par l'Andra sur le stockage souterrain.

2 Le système MICROPE de micro indentation :

La micro indentation, réalisée à l'aide du système MICROPE (Henry, 1999), consiste à appliquer une charge (P) à l'aide d'un indenteur (plat dans notre cas) sur un échantillon de roche (Figure 1). La courbe d'indentation (figure 2) issue de ce test représente la charge appliquée P en fonction du déplacement mesuré. On distingue quatre phases ; la première (A) représente la zone élastique ; la seconde (B) est la zone dite plastique. La troisième phase (C) correspond à la zone de relaxation tandis que la zone (D) est associée au déchargement. Dans le cas où la phase B est quasi inexistante, on parle de test élastique (HENRY, 2004).

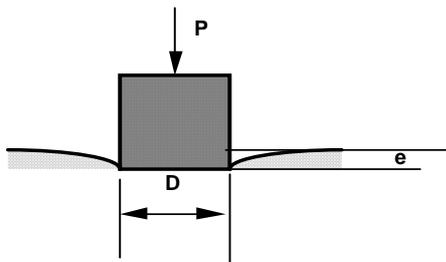


Fig. 1-Principe du test de micro indentation

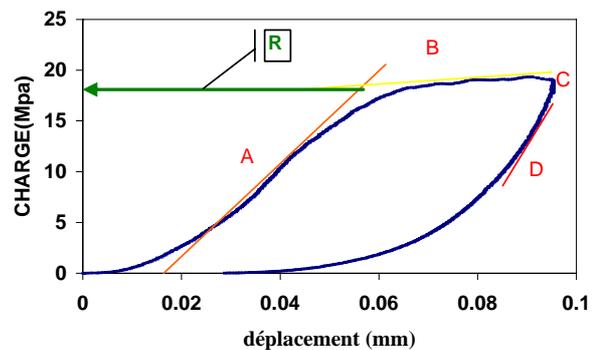


Fig. 2 - Courbe charge (décharge)-déplacement

3 Application du test d'indentation pour l'étude de l'endommagement isotrope d'un grès

Pour un poinçon plat, l'essai d'indentation correspond à un chargement de fondation superficielle circulaire et rigide sur un milieu semi infini. La solution explicite dans le cas d'un milieu isotrope, fournie par Boussinesq, se présente sous la forme

$$-dP/de = (E \cdot D) / (1 - \nu^2) \quad (1)$$

où P est la charge appliquée, e , le déplacement du corps rigide qui est de l'ordre de quelques micromètres. D est le diamètre de l'indenteur ; il varie de 0.2 à 2mm et couvre donc ainsi au moins 5 fois la taille des grains. ν est le coefficient de Poisson du matériau. Une hypothèse classique consiste à supposer négligeable l'effet d'une variation du coefficient de Poisson lorsque celui-ci prend des valeurs comprises entre 0.1 et 0.4. D'où, en se fixant une valeur de ν , et en utilisant (1), on détermine le module de Young de la roche testée en mesurant la valeur de la pente de déchargement.

Dans ce volet de l'étude, l'objectif est d'appliquer la procédure expérimentale décrite ci-dessus pour évaluer l'influence d'une microfissuration isotrope induite par un chargement thermique en terme d'endommagement du matériau. Le système MICROPE permet notamment de caractériser les variations de modules élastiques en fonction du niveau de température. Les différents états d'endommagement isotrope ont été obtenus par microfissuration du grès de Fontainebleau à différentes températures de chauffage (300°, 500°, 600° et 800°C). Le chauffage des échantillons a été effectué à vitesse constante (2°C/min) ; le refroidissement des échantillons qui s'en suit a été obtenu avec la même vitesse. Des tests hydrostatiques ont montré que l'endommagement induit par la température est isotrope (SIBAI et al, 2003).

Les résultats des essais de compression simple, réalisés à 20°, 300°, 500°, 600° et 800°C sont présentés sur la figure 3. Les essais de compression simple permettent d'évaluer 3 paramètres : la résistance à la rupture σ_c , Le module d'Young de chargement E et le module tangent initial E_0 . La figure 4 montre une comparaison entre les rapports des modules des essais de compression simple, et les modules des essais de micro indentation. Y sont présentés les rapports suivants (I/ν) :

$E_c/E_{c\nu}$: le rapport entre le module de chargement à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de micro indentation.

E_d/E_{dv} : le rapport entre le module de déchargement à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de micro indentation.

E_0/E_{0v} : le rapport entre le module initial tangent à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de compression simple.

E/E_v : le rapport entre le module d'Young à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de compression simple.

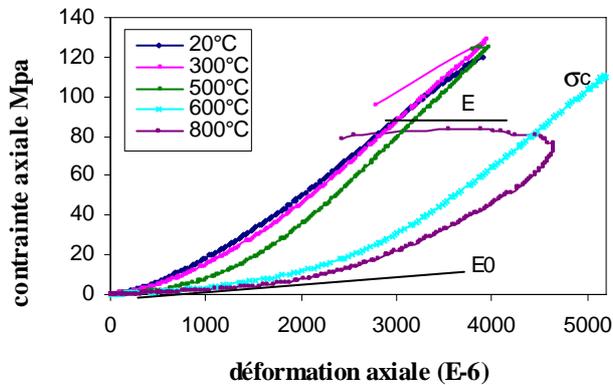


Fig. 3 – Résultats des essais de compression simple à différents niveaux de température.

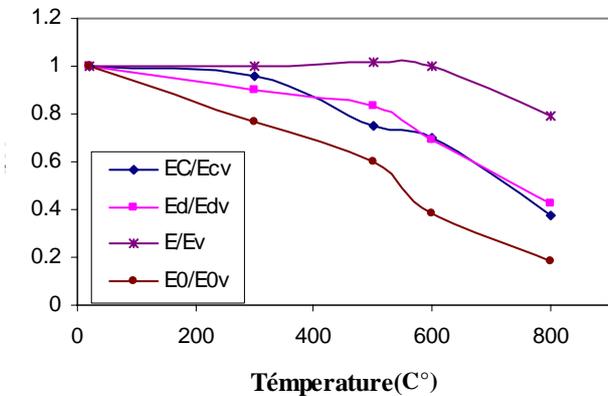


Fig.4- Comparaison des rapports des modules issus des essais mécaniques et ceux obtenus à partir des essais de micro indentation

On remarque, pour l'essai de compression simple, que le module d'Young de chargement reste quasi constant jusqu'à 500°C, ce qui s'interprète comme la conséquence d'une fermeture totale des microfissures. Quant au module tangent, il varie progressivement en fonction de la température, cette variation étant due à une augmentation progressive de la densité de microfissures induites en fonction du niveau de température. Les rapports des paramètres donnés par le système MICROPE présentent également une variation significative en fonction de la température, mais on notera que les valeurs de ces rapports se situent au-dessus des valeurs de rapports du module tangent. Ce résultat peut s'interpréter comme lié à une probable fermeture partielle des microfissures. En conclusion, l'essai de micro-pénétration, donne une indication claire sur l'endommagement isotrope; son utilisation pour une quantification précise de l'endommagement reste à démontrer.

4 Etude expérimentale de l'effet de l'humidité relative sur les caractéristiques d'une argilite

Dans cette section, on s'intéresse aux tests de micro indentation sur des échantillons d'argilite du Callovo Oxfordien (matériau impliqué dans les recherches en France sur le stockage souterrain). Différentes valeurs de l'humidité relative contrôlée (50%, 60%, 70%, 80%, 90% et 100%) ont été considérées. En raison de la symétrie isotrope transverse du matériau, nous avons été amenés à développer une procédure spécifique de dépouillement des essais décrite dans la sous section qui suit.

4-1 Approche de détermination des propriétés élastiques d'un milieu isotrope transverse

De manière classique, le milieu isotrope transverse est caractérisé par cinq paramètres élastiques (E_1 , E_2 , ν_{12} , ν_{23} et G_{12}). La méthode de dépouillement mise en œuvre est basée sur la mesure de modules d'indentation à partir de deux tests effectués à l'aide du système MICROPE. Le premier test est réalisé suivant l'axe de symétrie X_1 (module M_1) tandis que le second est effectué suivant un axe (X_3) se trouvant dans le plan d'isotropie (module M_3) (voir figure 5). A partir des solutions théoriques établies par Vlassak et Nix (1993) pour M_1 , et par Hanson (1992) pour M_3 , en se basant sur la fonction de Green associée à un milieu isotrope transverse, on obtient des relations entre M_1 et M_3 en fonction des 5 coefficients élastique recherchés :

$$M_1 = 2 \cdot \sqrt{\frac{C_{21} - C_{12}}{C_{22} \left(\frac{1}{C_{66}} + \frac{2}{C_{21} + C_{12}} \right)}} \quad \text{Et} \quad M_3 = \sqrt{M_{23} \cdot M_{21}} \quad (2)$$

$$\text{Où : } M_{21} = \frac{C_{22}^2 - C_{23}^2}{C_{22}} \quad \text{Et} \quad M_{23} = \sqrt{\frac{C_{22}}{C_{11}}} \cdot M_1 \quad (3)$$

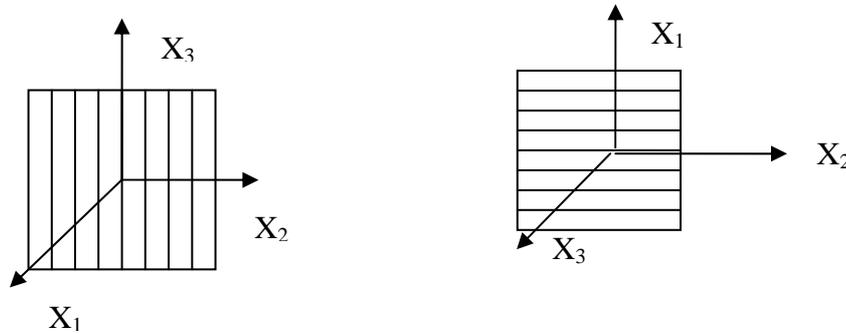


Fig. 5– Directions considérées pour la mesure des modules d'indentation (M1 et M3)

Dans (2) et (3), les notations réduites suivantes ont été utilisées:

$$C_{22} = C_{2222}, C_{12} = C_{1122}, C_{66} = C_{3131} = C_{2121}, C_{21} = \sqrt{C_{22} \cdot C_{11}} \cdot C_{12}, C_{11} = C_{1111} \quad (4)$$

Ce qui se met également sous la forme :

$$C_{11} = E_1 + 4 \cdot \nu_{12}^2 \cdot k_1, C_{12} = 2 \cdot k_1 \cdot \nu_{12}, C_{22} = G_{23} + k_1, C_{23} = -G_{23} + k_1, C_{66} = G_{12} \quad (5)$$

K_1 est le module de compression hydrostatique :

$$\frac{1}{k_1} = \frac{2}{E_2} - 2 \frac{\nu_{23}}{E_2} - 4 \frac{\nu_{21}^2 E_1}{E_2^2}$$

- On notera que M21 peut être interprété comme un module d'indentation obtenu à l'aide d'un test de micro indentation dans un solide isotrope.
- De manière similaire, M23 s'interprète comme un module d'indentation dans la direction x1, en supposant que les propriétés élastiques dans la direction x2 sont les mêmes que dans la direction x3. La méthode de dépouillement intègre également la relation de St Venant (1863) :

$$\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} + 2 \cdot \frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{1}{G_{12}} \quad (6)$$

On dispose ainsi d'un système d'équations ayant la forme suivante :

$$M_1 = f(E_1, E_2, G_{12}, \nu_{12}, \nu_{21}, \nu_{23})$$

$$M_3 = f(E_1, E_2, G_{12}, \nu_{12}, \nu_{21}, \nu_{23})$$

$$\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} + 2 \cdot \frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{1}{G_{12}} \quad \text{avec} \quad \nu_{12} = \frac{\nu_{21} E_1}{E_2}$$

Les mesures d'indentation ne fournissant que les valeurs de M1, et M3, nous ne disposons donc que de quatre équations pour six inconnues. Afin de réduire le nombre d'inconnues, nous avons effectué une étude de sensibilité qui a permis de vérifier l'effet négligeable des valeurs de ν_{21} , et ν_{23} lorsque

celles-ci varient entre 0.1 et 0.4 ; l'écart relatif observé est de l'ordre de 5%. En fixant les valeurs de ν_{21} , et ν_{23} , on se ramène au système d'équations suivant :

$$M_1 = f(E_1, E_2, G_{12}, \nu_{12})$$

$$M_3 = f(E_1, E_2, G_{12}, \nu_{12})$$

$$\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} + 2 \cdot \frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{1}{G_{12}} \quad \text{avec} \quad \nu_{12} = \frac{\nu_{21} E_1}{E_2}$$

Dont la résolution analytique a été réalisée à l'aide du logiciel de calcul formel (MAPLE 8).

4-2 Principe de la méthode de resaturation

La méthode la mieux adaptée pour la resaturation de matériaux à très faible perméabilité est celle par dessiccation, car l'immersion directe dans de l'eau conduit à l'éclatement des échantillons sous l'effet des forces capillaires.

La méthode de resaturation consiste donc à utiliser des solutions salines sursaturées qui vont imposer une hygrométrie constante (après stabilisation) même après un échange gazeux (voir figure 6). Les produits utilisés pour les solutions sont les suivants (cf. Tableau 2) :

Bocal	Solution saline	Hr	
		Théorique	Effectif
1	K ₂ SO ₄ (Sulfate de potassium)	98%	98%
2	KCL(Chlorure de potassium)	85%	86%
3	NaCL(Chlorure de sodium)	75%	80%
4	KI(Iodure de potassium)	70%	75%
5	NaBr(Bromure de sodium)	59%	60%
6	Mgcl ₂ *(6H ₂ O)(Magnésium chlorure)	33%	46%

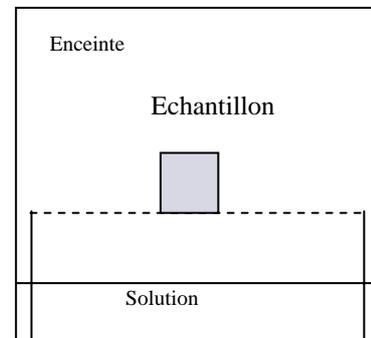


Tableau 2 : solutions salines utilisées.

Fig.6 –schéma de l'enceinte d'imposition humidité relative

Les solutions sont composées d'environ 20-40g de chaque produit (cf. tableau 2) ajouté à 50-100g d'eau, le tout dans des enceintes de 0.75 à 1 litre. Le dosage a été effectué par ajouts successifs de produit jusqu'à avoir sursaturation durable. L'hygrométrie est mesurée à l'aide d'un hygromètre FISCHER (Hr de 25 à 100% avec une précision de $\pm 3\%$). Il faut noter que la différence entre le degré de saturation théorique et effectif est due à l'impureté de la solution et que les résultats qui seront pris comme référence dans l'étude sont les valeurs effectives.

Nous avons fait des tests d'indentation juste après l'ouverture de l'échantillon (humidité initiale de roche) ; ces tests nous ont donné les valeurs de modules d'Young qui correspondent à l'humidité initiale de la roche.

Après avoir laissé les échantillons dans les bocaux pendant deux mois, nous avons fait les tests d'indentation, puis utilisé les deux méthodes de dépouillement qui suivent :

- un dépouillement basé sur l'hypothèse d'isotropie qui peut être justifiée par la faible anisotropie attendue pour l'argilite du Callovo Oxfordien: le dépouillement des mesures correspondant à chaque orientation est réalisé en considérant le milieu est isotrope.
- une interprétation des mesures prenant en compte l'isotropie transverse du matériau.

Les résultats sont présentés sur la figure 7 sous la forme des valeurs de module de Young en fonction de l'humidité relative, où PAR et PER correspondent respectivement aux orientations parallèle et perpendiculaire à l'axe de symétrie matérielle de la roche.

On remarque que plus l'humidité relative est importante, plus le module d'Young est faible. Les deux points gras indiquent les valeurs de module de Young correspondant à l'humidité relative initiale de l'argilite obtenues par un dépouillement isotrope des tests de micro indentation.

La deuxième remarque est la suivante : plus l'argilite de l'est est saturé, plus nous pouvons considérer que cette roche est isotrope.

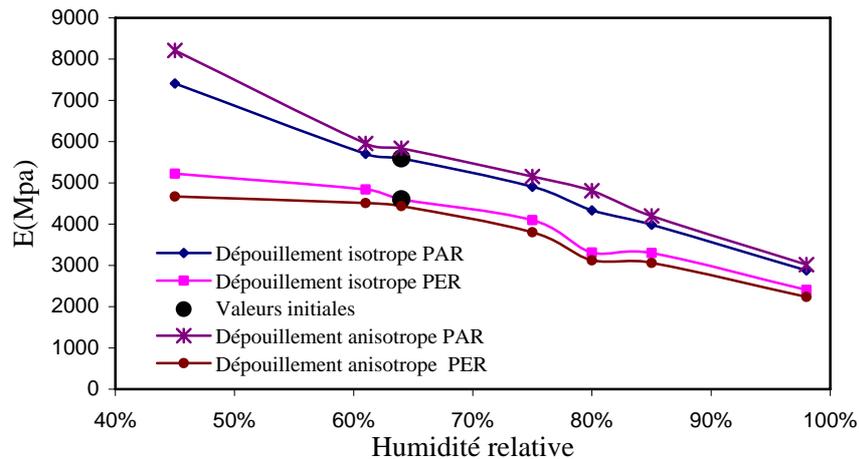


Fig. 7 –influence de l'humidité relative sur le module de Young

Dans le cas de l'argilite, les valeurs de E obtenues à l'aide d'un dépouillement isotrope étant proches de celles obtenues en tenant compte de l'isotropie transverse, un dépouillement isotrope des tests de micro indentation s'avère ici d'une précision suffisante.

Conclusions

Cette étude a permis de confirmer que le test de micro indentation développé peut être adapté de façon fiable pour déterminer les propriétés mécaniques des roches isotropes transverses. Il s'agit d'un test rapide ne nécessitant qu'une faible quantité de matériau. Ce test de micro indentation a pu être utilisé pour caractériser le degré d'endommagement des roches. Il doit cependant être amélioré pour déboucher sur une détermination quantitative des paramètres d'endommagement.

Références

- Pharr, G. M., Oliver, W. C., Brotzen, F. R. 1992. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *J. Biomed. Mat. Res.*, 57,108-112.
- Pan, Y.C., Chou, T.W. 1976. Point force solution for an infinite transversely isotropic solid. *Journal of Applied Mechanics* 43, 608-612.
- Vlassak J.J. and Nix W.D 1993. Indentation modulus of elastically anisotropic half spaces. *Phil. Mag. A*, 67 (5), 1045-1056.
- Delafargue, A. 2003. Research report: Material Invariant properties of Shales: Nanoindentation and Microporoelastic analysis.
- Henry J.P., Vinches M. 1999 Caractérisation des propriétés élastiques et de rupture par micro pénétration et micro compression. Colloque GdR FORPRO. La Grande Motte.
- Henry J.P. Determination of elastic and rupture properties of rocks through micro penetration test Conference internationale de géotechnique-Beyrouth 2004.
- Sibai M., Dormieux L., Pensee V., Kondo D.(2003) Effet de la microfissuration en poroélasticité Des roches : étude expérimentale et analyse théorique. 16 CFM, Nice, 1-5 septembre, 2003.
- Hanson, M. T. 1992. The elastic field for conical indentation including sliding friction for transverse isotropy. *J. Appl. Mech.* 59, S123-S130