



## Effect of a partial saturation on the hydromechanical response of a clay rock

### *Effet d'une saturation partielle sur la réponse hydromécanique d'une roche argileuse*

Pierre Delage<sup>1✉</sup>, Hamza Menaceur<sup>1</sup>, Malik Belmokhtar<sup>2</sup>, Jean Talandier<sup>1</sup>

<sup>1</sup> École des Ponts Paris Tech, Navier/CERMES, Marne la Vallée, France

<sup>2</sup> Andra, Châtenay-Malabry, France

The present paper was presented at:  
'Le 3ème Colloque International sur les sols non saturés. UNSAT Batna, 16-17 November 2015

Published online: 24 March 2016

#### Keywords

Claystone  
Desaturation  
Suction  
Microstructure  
Swelling

**Abstract:** The behaviour of claystones and shales is presently investigated in details in link with their potential use as host rock for radioactive waste disposal at great depth. Claystones are very sensitive to changes in water content, with an increase of their mechanical properties with desaturation under increased suction. Claystones have standard water retention properties but some effect of hydric damage is observed after a drying-wetting cycle that results in enhanced swelling. The microstructure of the Callovo-Oxfordian claystone tested here is characterized by a clay matrix (50% clay fraction) made up of clay platelets that can be assimilated to bricks. The pore size distribution is well organized around a mean diameter of 32nm that provides an idea of the mean thickness of the platelets. A stress release at constant water content results in a swelling and desaturation due to an internal transfer from free inter-platelets water to linked intra-platelets water.

© 2016 The authors. Published by the Faculty of Sciences & Technology, University of Biskra. This is an open access article under the CC BY license.

**Résumé :** Les argilites font l'objet d'études approfondies car elles sont considérées comme des roches-hôtes potentielles pour le stockage des déchets radioactifs à grande profondeur. On observe qu'elles sont très sensibles aux variations de teneur en eau, avec une augmentation de leurs propriétés mécaniques avec la désaturation et l'augmentation de suction. Leur courbe de rétention d'eau est d'allure classique, avec cependant un effet d'endommagement hydrique qui entraîne un gonflement plus fort après un cycle de séchage-remouillage. L'étude de la microstructure montre que l'on peut, en première analyse, considérer la matrice argileuse (50%) comme un ensemble de plaquettes avec une porosité inter-plaquettes bien organisée autour d'un diamètre moyen de 32 nm, qui donne une idée de l'épaisseur moyenne des plaquettes. Un relâchement de contrainte à teneur en eau constante se traduit par un gonflement qui résulte d'un transfert interne d'eau libre inter-plaquettes vers la porosité intra-plaquettes où elle est plus solidement liée.

**Mots clés :** Argilite, Désaturation, Suction, Microstructure, Gonflement.

### 1. Introduction

Les recherches sur le stockage géologique profond de déchets radioactifs de haute activité ont conduit à étudier le comportement thermo-hydro-mécanique des roches argileuses dans lesquelles pourraient être implantés de tels stockages. Ce type de roches est aussi particulièrement étudié avec le développement de l'exploitation de ressources énergétiques fossiles (gaz, pétrole de «schistes», roches argileuses appelées «shales» en anglais). Les échantillons de roches argileuses sur lesquels sont réalisées les campagnes de caractérisation, peuvent être perturbés du fait notamment de leur prélèvement en profondeur et du relâchement de contraintes qui en découle. L'état de saturation en eau des éprouvettes est modifié et les échantillons arrivent au laboratoire dans un état de saturation partielle, état dont il faut tenir compte lors de la détermination de leurs propriétés hydromécaniques. Une autre raison de s'intéresser à la saturation partielle des roches argileuses est liée

à la ventilation des galeries de stockage durant la période d'exploitation (une centaine d'années) qui entraîne une désaturation des parois.

Les roches argileuses sont particulièrement sensibles aux changements de teneur en eau. L'effet des changements de teneur en eau sur la résistance à la compression simple de l'argilite du Callovo-Oxfordien est illustré par la courbe de la Fig où les réponses d'éprouvettes à diverses teneurs en eau, obtenues en les plaçant à des humidités relatives contrôlées dans des dessiccateurs contenant des solutions salines saturées, sont présentées.

On observe que les caractéristiques élastiques (module d'Young obtenu à partir de la pente initiale des courbes déviateur/déformation axiale) et de rupture sont fortement influencées par les changements de teneur en eau et de suction, avec une résistance à la compression simple allant d'une valeur

✉ Corresponding author. E-mail address: [delage@cermes.enpc.fr](mailto:delage@cermes.enpc.fr)

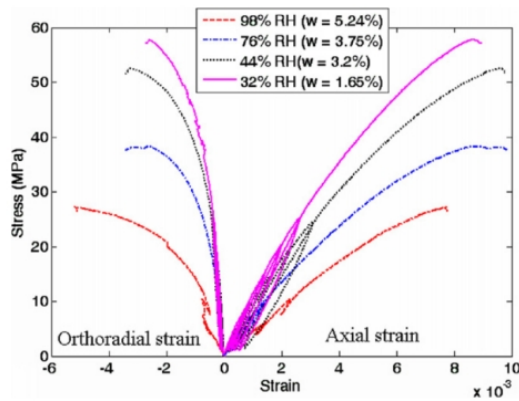


Fig. 1. Effets de saturation partielle sur la résistance à la compression simple de l'argilite du COx (Pham et al. 2007).

minimale de 28 MPa pour une teneur en eau de 5,24% sous une humidité relative (HR) de 98% correspondant à une succion de 2.7MPa jusqu'à une valeur maximale de 58 MPa pour une teneur en eau de 1,65% sous une humidité relative (HR) de 32% correspondant à une succion de 151MPa.

Vu l'ampleur de cette sensibilité à la teneur en eau, on considèrera en détail les propriétés de rétention d'eau et la microstructure de l'argilite, pour détailler les mécanismes qui aboutissent à la désaturation de l'argilite du Callovo-Oxfordien (provenant du laboratoire souterrain de l'Andra à Bure) lors d'un relâchement de contrainte dû à l'excavation des carottes d'où sont extraites les éprouvettes étudiées en laboratoire.

**2. Propriétés de rétention d'eau de l'argilite du Callovo-Oxfordien**

Le Tableau 1 présente les caractéristiques de l'éprouvette EST44584 de l'argilite du Callovo-Oxfordien étudiée par Menaceur (2014), avec une porosité initiale de 17%. L'éprouvette n'est pas saturée, avec un degré de saturation initial de 77,6%.

L'étude des propriétés de rétention d'eau a été menée à l'aide de la technique de contrôle de succion par phase vapeur (Fig. 1) en plaçant les éprouvettes dans des dessiccateurs contenant des solutions salines saturées des sels indiqués au Erreur ! Source du renvoi introuvable..

Tableau 1. Propriétés caractéristiques de l'éprouvette de l'argilite du Callovo-Oxfordien EST44584.

Profondeur	490 m
Teneur en eau	6,1%
Densité sèche	2,16Mg/m <sup>3</sup>
Densité des grains solides	2,6 Mg/m <sup>3</sup>
Indice de vides	0.205
Porosité	17%
Degré de saturation	77,6%
Succion	34 MPa

Tableau 2. Solutions salines saturées utilisées.

Solution	Humidité relative	Succion
KOH	9%	331 MPa
MgCl <sub>2</sub>	33%	150 MPa
KNO <sub>3</sub>	93.7%	9 MPa

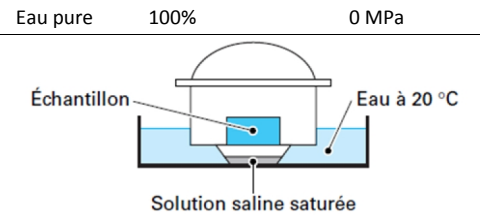


Fig. 1. Contrôle de succion par phase vapeur.

La Fig. 2 présente les courbes de rétention d'eau (degré de saturation/succion) obtenue par Pham et al. (2007), Wan et al. (2014) et Menaceur (2014) sur l'éprouvette EST44584.

On observe une très bonne correspondance entre ces données avec un effet d'hystérésis apparent. Il est important de caractériser en détail l'état initial des éprouvettes, ce qui requiert la détermination de la teneur en eau gravimétrique, du volume et de la succion de l'éprouvette. La teneur en eau est obtenue par pesée avant et après séchage de 24h à l'étuve à 105°C, le volume par mesure précise du volume des éprouvettes cylindriques à l'aide d'un pied à coulisse et la succion à l'aide d'un tensiomètre à point de rosée (WP4 de Decagon).

Comme indiqué dans le Tableau 1, on obtient pour l'éprouvette EST44584 un degré de saturation initial de 77,6% avec une succion de 34 MPa. Les variations volumiques mettent en évidence un fort gonflement de 6% lors d'un remouillage depuis l'état initial, avec peu de gonflement -0,3% - entre 34 MPa et

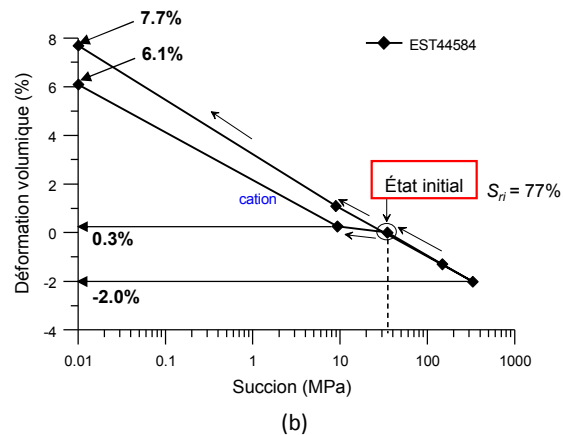
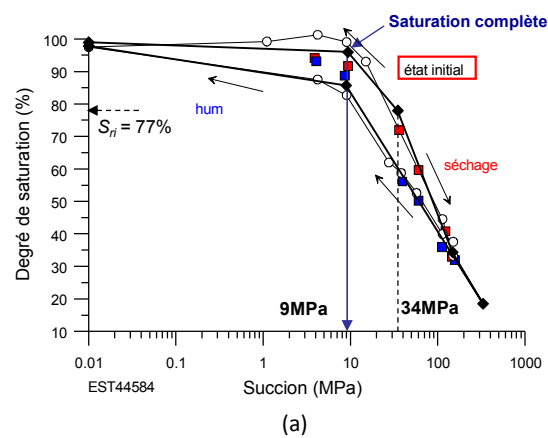


Fig. 2. Propriétés de rétention d'eau de l'argilite du COx (Menaceur 2014) : variation du degré de saturation (a) et de la déformation volumique (b) en fonction de la succion.

9 MPa dans une section où la courbe de variation de degré de saturation (Fig. 2a) montre qu'on approche la saturation complète. L'essentiel du gonflement observé se fait entre 9 MPa et succion nulle à l'état saturé. Ce gonflement est dû à l'hydratation d'un réseau de fissures caractéristique de l'endommagement hydrique du matériau.

Un séchage depuis l'état initial à une succion de 331 MPa entraîne une rétraction de 2%. Un remouillage depuis ce point plus sec entraîne un gonflement de 7,7%, supérieur à celui obtenu par remouillage à partir de l'état initial. Ceci met en évidence le couplage endommagement/gonflement avec un endommagement augmenté par le séchage sous 331 MPa. En d'autres termes, une variation hydrique de grande amplitude entraîne des microfissurations qui ensuite ont tendance à amplifier le gonflement, dont une part importante se produit au niveau des fissures d'endommagement hydratées.

### 3. Microstructure de l'argilite du COx

L'argilite du COx est constituée d'une matrice argileuse qui peut représenter 50% en masse au niveau du laboratoire souterrain de Bure, volontairement excavé à un niveau d'argilosité maximale. Cette matrice contient des proportions de l'ordre de 20-25% de matériaux détritiques, essentiellement de quartz et de calcite. On présente en figure 4 la représentation schématique simplifiée

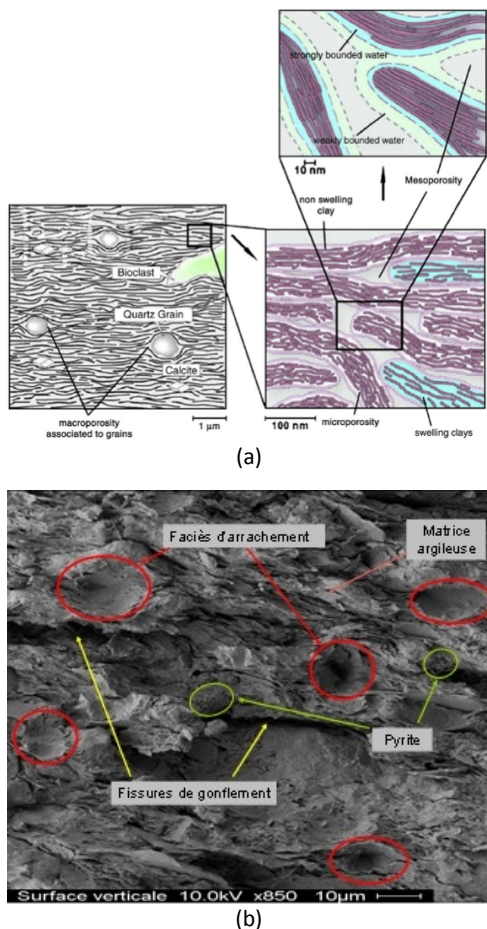


Fig. 3. Microstructure de l'argilite du Cox : (a) modèle de Yven et al. (2007); (b) observation en microscopie électronique d'une argilite hydratée (Menaceur 2014).

proposée par Yven et al. (2007) et une photo en microscopie électronique à balayage (Menaceur 2014). La Fig. 3b montre cette matrice argileuse avec des orientations de plaquettes proches de l'horizontale, avec des faciès d'arrachement des grains détritiques et des fissures de gonflement orientées dans le sens du litage.

La Fig. 4 montre une courbe porosimétrique obtenue par injection de mercure dans une éprouvette préalablement déshydratée par lyophilisation (congélation instantanée dans l'azote liquide à son point de congélation à -210°C et sublimation de la glace pour éviter toute rétraction due aux ménisques capillaires eau/air lors d'un séchage classique; comme observé en Fig. 2b, cette rétraction est supérieure à 2%). La courbe montre une famille de pores très bien classée autour d'un diamètre moyen de 32 nm, supérieur à celui (20 nm) identifié par des essais porosimétriques sur échantillons séchés (Boulin et al. 2008). Cette bonne organisation du réseau poreux permet d'adopter le modèle dit de briques, qui consiste à considérer que la principale famille de pores est située entre les plaquettes représentées en Fig. 3a qui sont assimilées à des briques. En d'autres termes, on estime que le diamètre moyen de 30 nm est représentatif de l'épaisseur des plaquettes de la matrice argileuse.

En ne considérant que les actions capillaires, on peut estimer la succion qui serait nécessaire pour désaturer la famille de pore de diamètre 32 nm à partir de la loi de Laplace-Jurin:

$$s = 2 \sigma \cos \theta / r \tag{1}$$

Où  $s$  est la succion,  $\sigma$  la tension interfaciale air/eau ( $72,8 \times 10^{-3}$  N/m) et  $\theta$  l'angle de contact eau-solide, avec  $\cos \theta = 1$  car l'eau est parfaitement mouillante. On obtient ainsi une valeur de 9,1 MPa, proche de la valeur de pression d'entrée d'air de l'argilite (De La Vaissière et Talandier 2014).

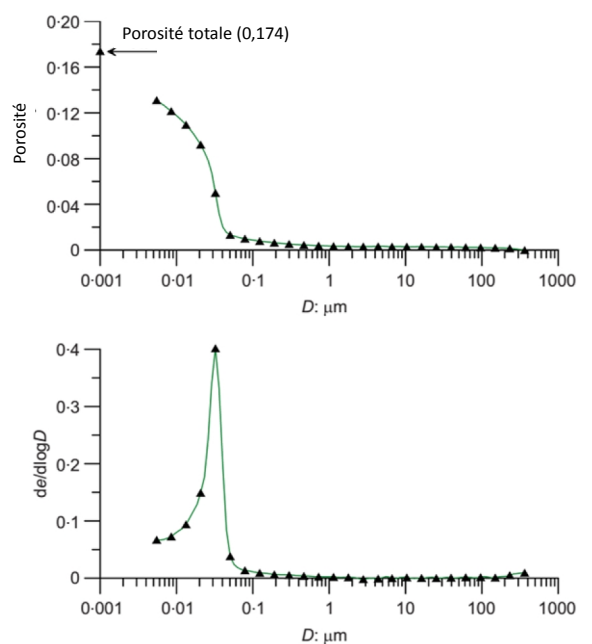


Fig. 4. Courbe porosimétrique de l'argilite du Cox.

Ceci indique que les mécanismes capillaires sont prédominants dans les pores inter-plaquettes de l'argilite. Il n'en va pas de même pour l'eau intra-plaquettes, liée par des interactions physico-chimiques d'un autre ordre de grandeur.

Cette quantité d'eau, contenue dans des pores définis par l'espacement entre les feuillets d'interstratifiés, peut être quantifiée en comparant la porosité totale pénétrée par le mercure sous la pression maximale de 200 MPa appliquée (rayon minimal de 5 nm) qui vaut 13% (Fig. 4) à la porosité totale de 17,4%. L'observation des courbes de la Fig. 4 montre que l'eau contenue dans les pores inter-plaquettes correspond à une porosité de 12% avec une limite estimée à un diamètre de 10 nm. On estime donc l'eau libre contenue dans les pores inter-plaquettes à 70% de la porosité globale.

Cette notion d'eau libre caractéristique des pores inter-plaquettes a été par ailleurs confirmée par des mesures de perméabilité à diverses températures qui ont montré que la perméabilité intrinsèque était indépendante de la température. En d'autres termes, les plus grands flux d'eau observés à 80°C étaient uniquement dus à la diminution de la viscosité de l'eau avec la température.

#### 4. Mécanisme de désaturation à teneur en eau constante lors d'un relâchement de contrainte

Une éprouvette d'argilite a été placée sous un œdomètre et resaturée sous volume constant afin d'obtenir un état saturé en conservant la porosité initiale. L'éprouvette a été ensuite déconnectée d'une source d'eau et la contrainte a été relâchée soudainement.

Comme on peut le voir sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.a**, une contrainte maximale de 3,7 MPa a dû être appliquée pour empêcher tout gonflement durant l'hydratation. Le relâchement de contrainte à teneur en eau constante a été fait progressivement dans l'œdomètre avec un gonflement uniaxial vertical jusqu'à une porosité de 18%. L'extraction de l'éprouvette hors de l'anneau a ensuite engendré un gonflement (axial et radial) significatif jusqu'à une porosité de 21,2%. Une mesure de succion a montré que l'échantillon était sous une succion de 20Mpa.

L'observation des courbes porosimétriques (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.b**) montre qu'il y a peu de changement dans la distribution des pores pénétrés (diamètre supérieur à 5 nm) avant et après gonflement à teneur en eau constante avec un rayon moyen identique à 32 nm. On en déduit que le gonflement à teneur en eau constante s'est fait par désaturation et transfert de l'eau depuis la porosité inter-plaquettes (eau libre dans des pores autour de 32 nm) vers la porosité intra-plaquettes (eau liée, dans des pores de diamètre inférieur à 5 nm). On considère que c'est un mécanisme de ce type qui intervient lors du relâchement de contrainte durant l'extraction d'une carotte d'argilite. Cette désaturation est due au fait que la contrainte moyenne effective en place (contrainte de Terzaghi proche de 8

MPa) n'est pas significativement inférieure à la pression d'entrée d'air de l'argilite.

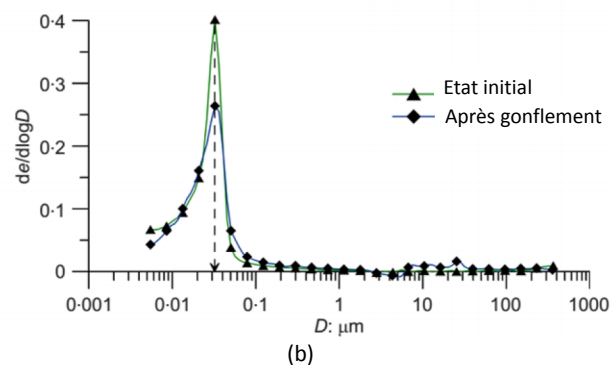
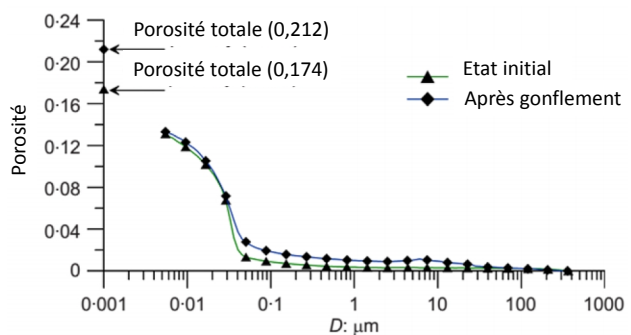
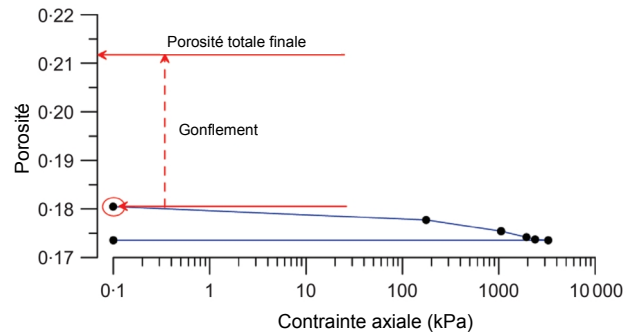


Fig. 5. (a) désaturation de l'argilite à teneur en eau constante; (b) courbes porosimétriques avant et après gonflement (Delage et al. 2014).

#### 5. Conclusion

La sensibilité aux changements de teneur en eau est typique des roches argileuses. Elle se traduit en particulier par une augmentation significative des propriétés mécaniques (rigidité élastique, caractéristiques de rupture) avec la diminution du degré de saturation et donc l'augmentation de la succion.

Les propriétés de rétention d'eau de l'argilite du COx présentent un phénomène d'hystérésis classique. Cependant, la sensibilité de l'argilite à l'endommagement hydrique, tant dans le sens de l'hydratation que du séchage, fait que des cycles de séchage-remouillage ont tendance à amplifier l'ampleur du gonflement.

L'étude de la microstructure montre que l'on peut raisonnablement assimiler la matrice argileuse (qui représente 50% de l'ensemble des composants au niveau du laboratoire

souterrain à 490m) à un ensemble de briques constituées de l'empilement des feuillets élémentaires d'interstratifiés illite-smectite. Cet ensemble est bien organisé avec une porosité bien classée autour d'une valeur moyenne de 32 nm, qui donne une idée de l'épaisseur moyenne des plaquettes.

Un déchargement à teneur en eau constante se traduit par un gonflement qui résulte du transfert d'eau depuis la porosité inter-plaquettes à la porosité intra-plaquettes. L'eau initialement libre devient liée au sein des plaquettes, comme l'indique la succion de 22 MPa mesurée sur les échantillons gonflés. Il est probable qu'un mécanisme de désaturation analogue intervienne lors du relâchement de contrainte qui se produit quand une éprouvette de roche est extraite lors d'un carottage.

### Références

- Boulin, P. F., R. Angulo-Jaramillo, J. F. Daian, J. Talandier & P. Berne (2008) Pore gas connectivity analysis in Callovo-Oxfordian argillite. *Applied clay science* 42(1-2): 276-283.
- De La Vaissière, R. & J. Talandier (2012) Gas injection tests in the Meuse/Haute Marne underground research laboratory. *Proc. Transfert Conf.*, Ecole Centrale de Lille, 360-368.
- Delage, P., H. Menaceur, A.M. Tang & J. Talandier (2014) Suction effects in deep Callovo-Oxfordian claystone. *Géotechnique Letters* 4 : 267-271.
- Menaceur, H. (2014) Comportement thermo-hydro-mécanique et microstructure de l'argilite du Callovo-Oxfordien. Thèse de doctorat, Ecole des ponts ParisTech, Université Paris-Est.
- Pham, Q. T., F. Vales, L. Malinsky, D. Nguyen Minh & H. Gharbi (2007) Effects of desaturation-resaturation on mudstone. *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, 32(8-14): 646-655.
- Wan, M., P. Delage, A. M. Tang & J. Talandier (2013) Water retention properties of the Callovo-Oxfordian claystone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 64: 96-104.
- Yven, B., S. Sammartino, Y. Géroud, F. Homand & F. Villiéras (2007) Mineralogy, texture and porosity of Callovo-Oxfordian claystones of the Meuse/Haute-Marne region (eastern Paris Basin). *Mémoires de la Société géologique de France* 178 : 73-90.