

# DETERMINATION DES PROPRIETES THM DES ROCHES POREUSES AVEC UN ESSAI DE CHARGEMENT TRANSITOIRE

## EXPERIMENTAL PROTOCOL FOR EVALUATING THE THM PROPERTIES OF POROUS ROCK IN A SINGLE TRANSIENT LOADING TEST

Philippe BRAUN<sup>1,2</sup>, Siavash GHABEZLOO<sup>2</sup>, Pierre DELAGE<sup>2</sup>, Jean SULEM<sup>2</sup>, Nathalie CONIL<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Andra, Châtenay-Malabry, France

<sup>2</sup> Laboratoire Navier/CERMES, Ecole des Ponts ParisTech, Paris, France

<sup>3</sup> Andra URL, Bure, France

**RÉSUMÉ** – On analyse les conditions de chargement d'essais isotropes thermomécaniques à partir de solutions analytiques qu'on applique à un protocole de chargement transitoire. Ceci permet la mesure de paramètres drainés et non-drainés et de calculer par analyse inverse la perméabilité d'un matériau de faible perméabilité. Une application de cette méthode est faite dans un essai sur l'argilite du Callovo-Oxfordien.

**ABSTRACT** – The loading conditions of some thermal and mechanical isotropic tests are analysed based on analytical solutions which are applied to a transient step loading protocol. This allows to measure a drained and an undrained parameter and to back calculate the permeability of a low permeability material in one single test. A demonstration is given in a test on the Callovo-Oxfordian claystone.

### 1. Introduction

La détermination en laboratoire des paramètres thermo-poro-élastiques des géomatériaux de faible perméabilité est ardue et dépend des conditions de drainage imposées lors de l'essai. Il convient, dans des essais élémentaires, d'assurer une bonne homogénéité du champ de pressions interstitielles afin de déterminer les propriétés mécaniques drainées, ce qui requiert des durées d'essai longues. Les essais non-drainés sont moins longs, mais ils exigent l'absence totale des fuites dans les systèmes poreux connexes à l'échantillon, ainsi que des étalonnage précis de la déformabilité du système de drainage (Wissa, 1969; Bishop, 1976; Ghabezloo et Sulem, 2010).

On analyse dans ce travail la génération de pressions interstitielles et les déformations résultantes dans le cas de plusieurs essais de compression isotropes, à l'aide de fonction analytiques décrites dans Braun et al., (2018). Ceci permet d'élaborer des protocoles de chargement plus efficaces pour la réalisation d'essais thermo-hydro-mécaniques (THM) drainés et non-drainés. Ces protocoles, comparables à celui de Hart et Wang (2001), sont appliqués sur des essais réalisés sur l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx). Cette argilite a une perméabilité faible de l'ordre de  $10^{-20}$  m<sup>2</sup>, et les essais requérant la dissipation ou l'équilibrage des pressions interstitielles peuvent être très longs. Des protocoles améliorés sont donc souhaitables.

### 2. Matériaux et méthodes

#### 1.1. Contexte thermo-poro-élastique

Il a été démontré expérimentalement que l'argilite du COx était anisotrope transverse avec une rigidité perpendiculaire au litage inférieure à celle parallèle au litage (Chiarelli, 2000; Escoffier, 2002; Andra, 2005; Mohajerani et al., 2012; Zhang et al., 2012; Belmokhtar et

al., 2017). Dans ce travail, on se contentera, pour simplifier, d'analyser les variations volumiques globales des éprouvettes, définies par la relation  $\varepsilon_v = \varepsilon_{ax} + 2 \varepsilon_{rad}$ , où  $\varepsilon_v$  est la déformation volumique, et  $\varepsilon_{ax}$  et  $\varepsilon_{rad}$  sont, respectivement, les déformations axiale (perpendiculaire au litage) et radiale (parallèle au litage).

Les paramètres thermo-poro-élastiques linéaires isotropes sous contrainte isotrope ont été déterminés en utilisant la formulation poro-élastique proposée par Biot et Willis, (1957) qui exprime la variation volumique  $\varepsilon_v$  en fonction des variations de contrainte isotrope effective de Terzaghi  $\sigma_d$  (avec  $\sigma_d = \sigma - p_f$ ), où  $\sigma$  est la contrainte totale et  $p_f$  la pression interstitielle (ou pression de pore), selon l'expression suivante :

$$d\varepsilon_v = \frac{1}{K_d} d\sigma_d + \frac{1}{K_s} dp_f - \alpha_d dT \quad (1)$$

où  $K_d$  est le module de compression drainé,  $K_s$  le module sans membrane, représentatif de la compressibilité du squelette solide, et  $\alpha_d$  le coefficient d'expansion thermique drainé du matériau (Ghabezloo et al., 2008). En conditions non-drainées, en l'absence de tout échange de fluide de l'échantillon avec l'extérieur, la variation volumique et de pression interstitielles sont respectivement données par les relations :

$$d\varepsilon_v = \frac{1}{K_u} d\sigma - \alpha_u dT \quad dp_f = B d\sigma + \Lambda dT \quad (2)$$

où  $K_u$  est le module de compression non-drainé,  $\alpha_u$  le coefficient de variation volumique non-drainé,  $B$  le coefficient de Skempton et  $\Lambda$  le coefficient de pressurisation thermique (Ghabezloo et al., 2009).

### **1.2. L'argilite du Callovo-Oxfordien**

L'argilite du Callovo-Oxfordien est une roche-hôte potentielle pour le stockage profond des déchets radioactifs de grande activité en France. Les éprouvettes étudiées proviennent du laboratoire souterrain de l'Andra situé à 490 m de profondeur à Bure, dans l'Est de la France. La connaissance des propriétés élastiques et thermiques drainées et non-drainées et de la perméabilité de la roche est d'une grande importance pour la conception du dispositif de stockage, pour la prévision de la réponse de la roche dans le champ proche durant la construction et la phase thermique due à l'exothermie des déchets.

L'éprouvette testée dans ce travail a été confectionnée à partir de la carotte EST53650. Sa densité est de 2,40 Mg/m<sup>3</sup>, sa teneur en eau (24 h en étuve à 105°C) et son degré de saturation, mesurés sur des fragments de roche proches de l'éprouvette taillée, valent respectivement  $w = 7,7\%$  et  $S_r = 94\%$ .

### **1.3. Dispositif expérimental**

La cellule de compression isotrope haute pression, représentée en Figure 1, permet d'appliquer des contraintes et des températures contrôlées à une éprouvette de roche de 38 mm de diamètre et de 10 mm de hauteur. Le système a été adapté des cellules utilisées par Mohajerani et al., (2012) et Belmokhtar et al., (2017). L'éprouvette a été placée sur l'embase de la cellule isotrope, mise sous une contrainte de confinement de 8 MPa (proche de la contrainte effective in-situ) et saturée avec une eau synthétique de composition analogue à celle du site. Après saturation, les pressions interstitielles et de confinement ont été simultanément élevées à 4 et 12 MPa, en maintenant constante et égale à 8 MPa la contrainte effective.

La contrainte de confinement est appliquée par un contrôleur pression-volume (CPV, de marque GDS), le fluide étant de l'huile. La contre-pression est exercée par un second CPV connecté à une pierre poreuse placée sous l'éprouvette. Les faces supérieure et latérale de l'éprouvette sont entourées d'une membrane néoprène d'une seule pièce. Le contrôle de température est exercé par un ruban résistif chauffant placé autour de la cellule (non représenté) et par une mesure par thermocouple dans le fluide de confinement. Les déformations axiales et radiales sont mesurées par des jauge extensométriques collées perpendiculairement et parallèlement au litage, comme indiqué sur la Figure 1. Les perturbations des mesures extensométriques dues aux changements de température et de contrainte de confinement sont corrigées à l'aide d'une jauge placée sur une partie métallique de déformabilité négligeable dans la cellule.

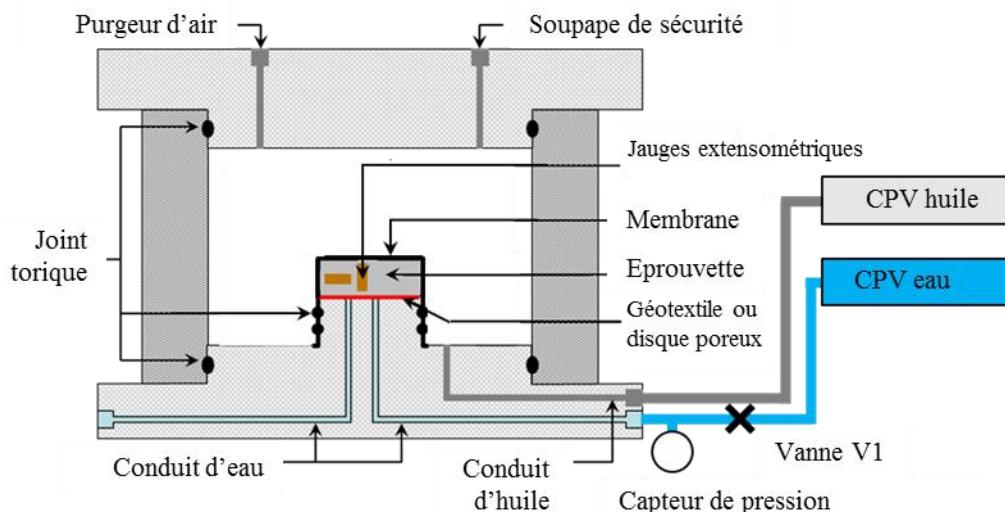


Figure 1. Cellule thermique de compression isotrope (d'après Belmokhtar et al., 2017).

#### 1.4. Modélisation de la dissipation du fluide interstitiel

On suppose les écoulements régis par la loi de Darcy avec, dans le cas de cette cellule, un drainage uniquement par le bas et une longueur de drainage  $H_d$  égale à la hauteur de l'éprouvette (10 mm). Les déformations sont mesurées à une hauteur  $h_g$ , comme indiqué dans la Figure 2 qui présente aussi les conditions aux limites.

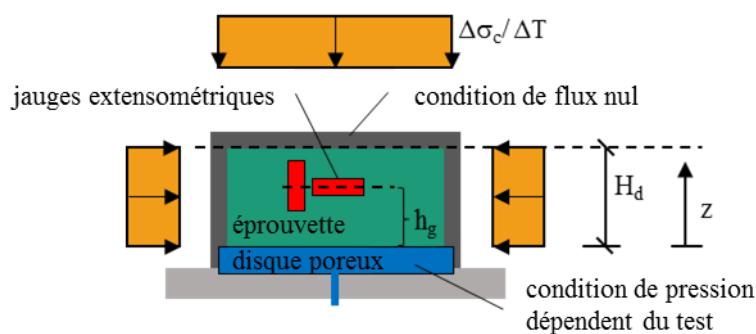


Figure 2. Conditions s'appliquant à l'éprouvette dans la cellule isotrope.

On utilise les solutions analytiques proposées par Braun et al., (2018) pour décrire le champs de pression interstitielle  $p_f$  fonction du temps  $t$  et de l'altitude  $z$ :

$$p_f(z,t) = \frac{1}{2}(\nu_\sigma B + \nu_T \Lambda) \tau_v F_1(z,t) \quad (3)$$

$$F_1(z,t) = 4 \sum_{n=1}^{\infty} \left( 1 - e^{-\frac{m^2 t}{\tau_v}} \right) \frac{1}{m^3} \sin \left( \frac{mz}{H_d} \right), \quad m = \frac{(2n-1)\pi}{2} \quad (4)$$

Nous considérerons une éprouvette sous sollicitations mécanique et thermique, avec un taux de chargement mécanique  $v_\sigma = d\sigma/dt$  à température constante ( $v_T = 0$ ) et un taux de chauffage  $v_T = dT/dt$  à contrainte constante ( $v_\sigma = 0$ ). La pression interstitielle imposée par le CPV au niveau de la pierre poreuse est constante. Le temps caractéristique  $\tau_v$  est défini par :

$$\tau_v = \frac{\mu_f H_d^2}{k} \left( \frac{b}{K_d} + \phi \left( \frac{1}{K_f} - \frac{1}{K_\phi} \right) \right) \quad (5)$$

où  $b$  est le coefficient de contrainte effective de Biot,  $k$  la perméabilité intrinsèque ( $m^2$ ),  $\mu_f$  la viscosité dynamique du fluide (GPa s),  $\phi$  la porosité à l'état de référence,  $K_f$  le module de compression du fluide (GPa) et  $K_\phi$  (GPa) celui de l'espace poreux (Detournay et Cheng, 1993).

D'après Braun et al., (2018), on a :

$$\frac{dp_f(z,t)}{dt} = (v_\sigma B + v_T \Lambda) F_2(z,t) \quad (6)$$

avec

$$F_2(z,t) = 2 \left[ \sum_{n=1}^{\infty} e^{-\frac{m^2 t}{\tau_v}} \frac{1}{m} \sin \left( \frac{mz}{H_d} \right) \right] \quad (7)$$

En combinant les Equations (3) et (1), on peut également calculer les variations volumiques de l'éprouvette sous les effets de la dissipation de la pression interstitielle.

### 3. Protocole d'essai et résultats

Les essais sur matériaux de faible porosité réalisés dans une cellule isotrope (Figure 1) ou triaxiale ont deux inconvénients, liés à la géométrie de l'éprouvette et aux conditions de drainage : i) lors d'essais drainés, la pression interstitielle générée par le chargement demande un certain temps pour s'équilibrer avec celle imposée au niveau du système de drainage ; ii) les paramètres déduits d'essais non drainés doivent être corrigés des effets perturbateurs dus au déformation du système de drainage (Wissa, 1969; Bishop, 1976; Ghabezloo et Sulem, 2010); iii) après un chargement monotone, un certain temps est nécessaire pour revenir à l'équilibre. On propose dans ce qui suit une approche permettant de pallier ces inconvénients.

Quand un chargement suffisamment rapide est effectué sur un matériau peu perméable, le fluide interstitiel reste piégé dans le milieu poreux avec une génération instantanée de pression sans dissipation notable. On peut ainsi mesurer une vraie déformation non drainée, non affectée par les volumes morts du système de drainage. Le taux rapide de chargement doit être choisi à partir d'estimations préliminaires, et vérifié a posteriori.

Dans le cas de l'argilite du COx, la contrainte de confinement a été portée à 1 MPa à un taux de chargement  $v_{\sigma,0}$  de 6 MPa/h pendant un temps  $t_1$  de 10 minutes (Figure 3). La validité de ce taux de chargement non drainé a été vérifiée a posteriori à partir des résultats de déformation après dissipation, qui s'est produite en 24 heures. On peut donc

considérer approximativement que le temps caractéristique correspond à la moitié de cette période, soit  $\tau_v = 12\text{h}$ .

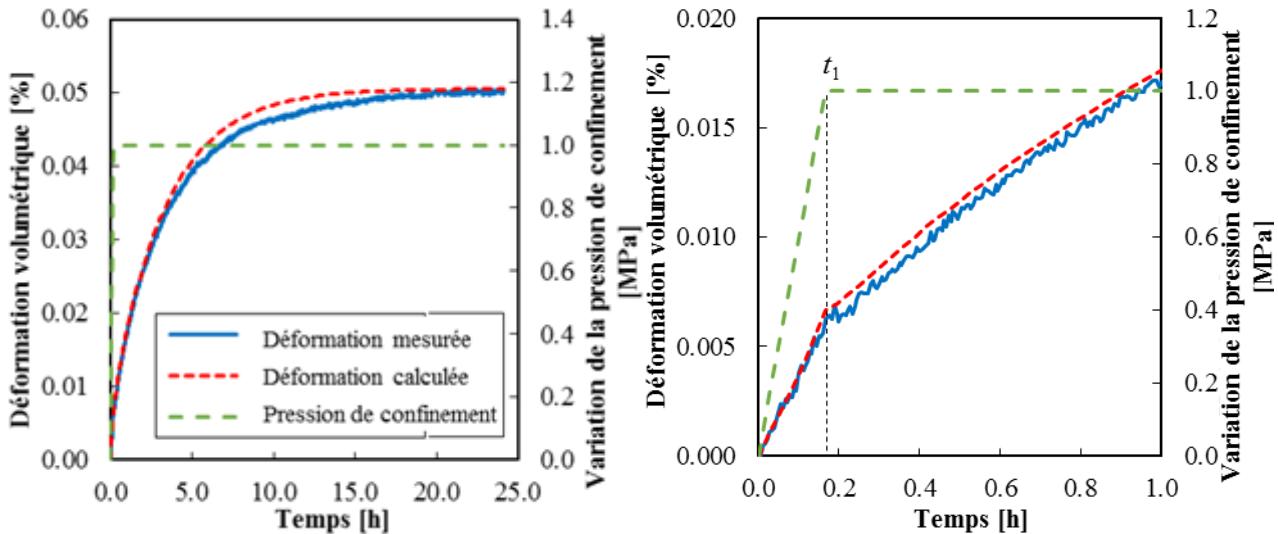


Figure 3. Déformations calculées et mesurées au cours du temps pendant le chargement par palier.

Comme on peut le voir dans l'équation (7), pour des temps  $t$  petits et des hauteurs  $z$  grandes,  $F_2$  est proche de 1. L'équation (6) peut donc s'écrire  $dp_f = Bd\sigma + \Lambda dT$ , elle remplit les conditions non drainées (Equation 2). Dans notre configuration, avec  $H_d = 10\text{ mm}$  et  $z = h_g = 6\text{ mm}$ , on obtient  $F_2 = 0.86$ , une valeur assez proche de 1.

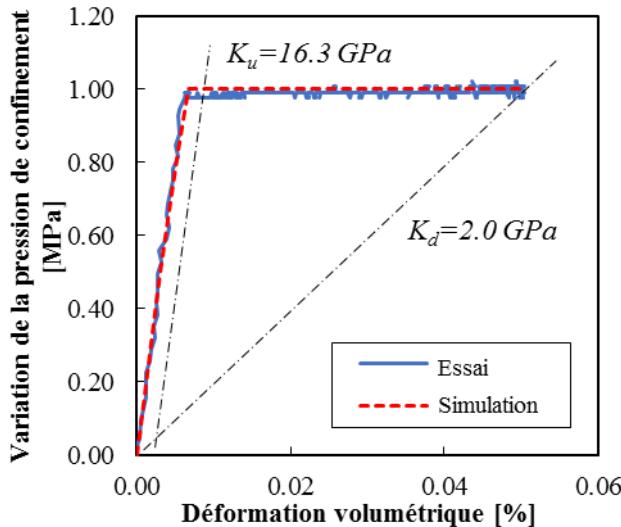


Figure 4. Courbes effort-déformation mesurée et calculée lors d'un essai de compression isotrope par palier

Une fois le chargement instantané effectué, la charge est maintenue constante et la pression interstitielle se dissipe pour aboutir finalement à une déformation drainée, comme dans les essais cédométriques classiques. On peut déduire les modules de compression drainé et non drainé directement de la courbe effort-déformation (Figure 4) : les paramètres non drainés sont donnés par la tangente à l'origine et les paramètres drainés par la sécante correspondant à l'équilibre final. L'exemple de l'essai de compression sur l'argile du COx (EST53650) de la Figure 4 donne des valeurs  $K_u = 16.3\text{ GPa}$  et  $K_d = 2.0\text{ GPa}$ .

On pourra de même mesurer les coefficients d'expansion thermique non drainée  $\alpha_u$  et drainé  $\alpha_d$  lors d'essai de chauffage rapide sous contrainte constante.

#### 4. Analyse inverse de la perméabilité

Les solutions analytiques proposées par Braun et al., (2018) permettent également de simuler le chargement par palier de la Figure 3. On peut utiliser une série de fonctions de Heaviside pour calculer la distribution des pressions engendrée pendant une séquence de chargement à différents taux :

$$p_f(z,t) = p_{init} + p_0 + \sum_{i=1}^N H[t - t_i] p_i$$

$$p_0 = \frac{1}{2} (\nu_{\sigma,0} B + \nu_{T,0} \Lambda) \tau_v F_1(z,t)$$

$$p_i = \frac{1}{2} [(-\nu_{\sigma,i-1} + \nu_{\sigma,i}) B + (-\nu_{T,i-1} + \nu_{T,i}) \Lambda] \tau_v F_1(z,t - t_i) \quad (8)$$

où  $H$  est la fonction de Heaviside.

Pour la séquence de compression drainée, on prend  $p_{init} = 4$  MPa,  $\nu_{\sigma,0} = 6$  MPa/h,  $t_1 = 10$  min,  $\nu_{\sigma,1} = 0$  MPa/h,  $\nu_{T,i} = 0$ ,  $H_d = 10$  mm et  $z = h_g = 6$  mm. Les déformations calculées ont été ajustées à celles de la courbe expérimentale avec une minimisation aux moindres carrés. Ainsi, les modules de compression non drainé initial  $K_u$  et drainé final  $K_d$  ont pu être déterminés indépendamment de la phase transitoire. En utilisant des relations poroélastiques (Detournay et Cheng 1993, Ghabezloo et al., 2008a, 2009) et avec l'hypothèse  $K_\phi = K_s$  (voir Detournay et Cheng 1993), seulement deux paramètres additionnels sont requis : la perméabilité  $k$  comme paramètre d'ajustement et le module sans membrane  $K_s$ . Comme on peut l'observer sur la Figure 5, il apparaît que le paramètre  $K_s$  a peu d'effet sur les déformations calculées. On prendra ici la valeur  $K_s = 22$  GPa déterminée par Belmokhtar et al., (2017).

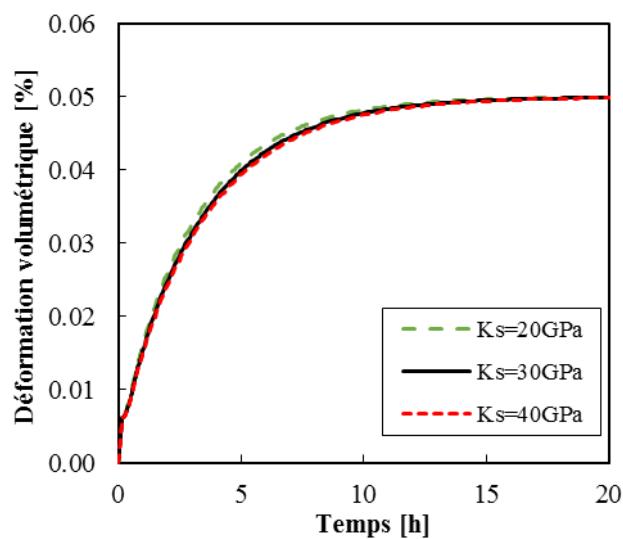


Figure 5. Sensibilité des déformations calculées aux changements de  $K_s$ .

Le meilleur ajustement présenté aux Figures 3 et 4 permet ainsi de déterminer pour l'argilite du COx une perméabilité selon la direction axiale (perpendiculaire au litage)  $k = 1.7 \times 10^{-21}$  m<sup>2</sup> et un temps caractéristique de 8,1 h. On peut utiliser la même approche pour le calcul inverse de la perméabilité lors d'un essai de chauffage par palier à sous charge constante.

On peut estimer, avec les équations (3) et (4), que 99% de la pression interstitielle générée lors du chargement instantané est dissipée quand  $F_1(H_d, t) \geq 0.99$ . Pour le COx, cette condition est remplie à un temps  $t = 2\tau_v = 16.2$  h. A cet instant, le spécimen est à l'équilibre avec un champ de pression interstitielle homogène, et l'étape suivante de l'essai peut être entreprise. Si on ajoute la durée de 0,2 h du chargement non drainé initial, on en conclut qu'on peut déterminer trois paramètres en 16,4 h, à comparer à une durée de 16,2 h pour un essai drainé à taux de chargement constant avec un champ de pression homogène, qui ne fournit qu'un paramètre drainé.

## 5. Conclusions

Des essais de compression isotrope ou d'élévation de température sous condition de pression interstitielle constante appliquée à travers le système de drainage s'avèrent moins longs dans le cas d'une procédure de chargement par paliers dans laquelle la pression de confinement, ou la température, est augmentée ou diminuée rapidement. Si la vitesse de chargement est suffisamment rapide, le fluide à l'intérieur de l'échantillon n'a pas le temps de s'écouler et on peut identifier le comportement non drainé du matériau ( $K_u$  ou  $\alpha_u$  respectivement), sans qu'il soit nécessaire de tenir compte de la déformabilité du système de drainage. Ensuite, la pression interstitielle générée se dissipe sous l'effet de la charge appliquée constante. Le relevé des déformations finales de l'éprouvette permet de déterminer les paramètres drainés du matériau ( $K_d$  ou  $\alpha_d$ , respectivement). De plus, nous pouvons simuler ces essais de laboratoire en utilisant les fonctions analytiques proposées par Braun et al. (2018). La perméabilité de l'échantillon peut ainsi être calculée en analyse inverse à partir du comportement transitoire entre les états non drainé et drainé du matériau. Un exemple d'application sur l'argile du COx a montré comment déterminer deux paramètres élastiques et la perméabilité selon ce protocole d'essai. Ce protocole est deux fois plus rapide qu'un test drainé sous charge monotone.

## Références

- Andra (2005). Dossier 2005 Argile: Evaluation of the feasibility of a geological repository in an argillaceous formation, <http://www.andra.fr/international/download/andra-international-en/document/editions/266va.pdf>.
- Belmokhtar M., Delage P., Ghabezloo S., Tang A.-M., Menaceur H., Conil N. (2017). Poroelasticity of the Callovo-Oxfordian Claystone, Rock Mech Rock Eng, vol. 50, pp. 871–889.
- Biot M.A., Willis D.G. (1957). The Elastic Coefficients of the Theory of Consolidation, J Appl Mech, vol. 24, pp. 594–601.
- Bishop A.W. (1976). The influence of system compressibility on the observed pore-pressure response to an undrained change in stress in saturated rock, Géotechnique, vol. 26, pp. 371–5.
- Braun P., Ghabezloo S., Delage P., Sulem J., Conil N. (2018). Theoretical Analysis of Pore Pressure Diffusion in Some Basic Rock Mechanics Experiments, Rock Mech Rock Eng, doi: 10.1007/s00603-018-1410-8
- Chiarelli A.S. (2000). Étude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argile de l'Est. Influence de la profondeur et de la teneur en eau, Université de Lille I
- Detournay E., Cheng A.H.-D. (1993). Fundamentals of Poroelasticity, In: Comprehensive Rock Engineering: Principles, Practice and Projects. pp 113–171
- Escoffier S. (2002). Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse Haute-Marne, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- Ghabezloo S., Sulem J. (2010). Effect of the volume of the drainage system on the measurement of undrained thermo-poro-elastic parameters, Int J Rock Mech Min Sci,

vol. 47, pp. 60–68.

Ghabezloo S., Sulem J., Guédon S., Martineau F., Saint-Marc J. (2008). Time-dependent behaviour of hardened cement paste under isotropic loading, *Cem Concr Res*, vol. 38, pp. 1424–1437.

Ghabezloo S., Sulem J., Saint-Marc J. (2009). The effect of undrained heating on a fluid-saturated hardened cement paste, *Cem Concr Res*, vol. 39, pp. 54–64.

Hart D.J., Wang H.F. (2001). A single test method for determination of poroelastic constants and flow parameters in rocks with low hydraulic conductivities, *Int J Rock Mech Min Sci*, vol. 38, pp. 577–583.

Mohajerani M., Delage P., Sulem J., Monfared M., Tang A.-M., Gatmiri B. (2012). A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian claystone, *Int J Rock Mech Min Sci*, vol. 52, pp. 112–121.

Wissa A.E.Z. (1969). Pore pressure measurement in saturated stiff soils, *J Soil Mech Found Div*, vol. 95, pp. 1063–1073.

Zhang F., Xie S.Y., Hu D.W., Shao J.F., Gatmiri B. (2012). Effect of water content and structural anisotropy on mechanical property of claystone, *Appl Clay Sci*, vol. 69, pp. 79–86.