



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Ecole Nationale Supérieure de Géologie de Nancy

LABORATOIRE DE GEOMECHANIQUE

ECOLE DOCTORALE  
PROMEN

[M] 1993 REMY, J.M

**T H E S E**

présentée à l'I.N.P.L.  
en vue de l'obtention du titre de

**DOCTEUR DE L'I.N.P.L.  
EN GENIE CIVIL ET MINIER**

par

**REMY Jean-Michel**

BIU NANCY  
Service Commun de Documentation  
INPL  
2, avenue de la Forêt de Haye - B.P. 3  
54501 VANDOEUVRE Cédex FRANCE

**INFLUENCE DE LA STRUCTURE DU MILIEU POREUX  
CARBONATE SUR LES TRANSFERTS D'EAU ET LES  
CHANGEMENTS DE PHASE EAU-GLACE.  
APPLICATION A LA DURABILITE AU GEL DE ROCHES  
CALCAIRES DE LORRAINE.**

*Soutenu publiquement le 05 Novembre 1993 devant la Commission d'Examen*

Membres du Jury :

Président	Mme.	F. HOMAND	Professeur INPL, Dir. de Thèse
Rapporteur	M.	J. AGUIRRE-PUENTE	Directeur de Recherche C.N.R.S.
Rapporteur	M.	C. JACQUIN	Ingénieur I.F.P.
Examineurs	M.	G. DAGALLIER	Maître de Conférences
	M.	J.E. POIRIER	Ingénieur COLAS
	M.	A. REMILLON	Directeur MATERLOC



## AVANT-PROPOS

Au terme de ce travail, je voudrais remercier les personnes qui ont, de près ou de loin, contribué à sa réalisation.

Après quatre années passées au *Laboratoire de Géomécanique de l'Ecole de Géologie de Nancy*, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à *Françoise HOMAND*, Professeur au Laboratoire et responsable de cette thèse, pour m'avoir fait bénéficier de ses compétences scientifiques dans la réalisation de ce travail de recherche. Elle a toujours su me faire profiter de son expérience et de sa connaissance dans le domaine de la physique des roches. Par son soutien et sa patience, elle m'a permis de mener cette étude à terme.

Je voudrais également exprimer une pensée pour *Monsieur R. HOUPERT* qui m'avait chaleureusement accueilli au laboratoire lors de mon arrivée.

*Monsieur G. REMILLON*, Directeur du *Projet National "MATERLOC Calcaires"*, fût l'un des initiateurs de ce sujet de recherche. Je lui exprime toute ma reconnaissance pour m'avoir confié ce travail, et je le remercie vivement d'avoir accepté de participer à ce jury de thèse.

La présence de *Monsieur J. AGUIRRE-PUENTE*, Directeur du *Centre C.N.R.S. de Géomorphologie de Caen*, comme rapporteur de ce travail est pour moi une grande satisfaction. Ses travaux m'ont beaucoup appris sur les mécanismes de gel et m'ont épaulé pendant toute la durée de ma thèse. Je tiens à le remercier vivement.

Mes remerciements s'adressent aussi à *Monsieur C. JACQUIN*, Ingénieur de Recherche à l'*Institut Français du Pétrole*, qui a bien voulu accepter d'être rapporteur de cette thèse.

*Monsieur G. DAGALLIER*, Maître de Conférences à l'*E.N.S.G.* m'a fait profiter, tout au long de cette thèse, de sa grande expérience des roches calcaires de Lorraine. Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude, et le remercie de faire partie de ce jury de thèse.

Je remercie également *Monsieur J.E. POIRIER*, Ingénieur à la *Direction Scientifique de la COLAS*, d'avoir accepté de participer à ce jury de thèse.

*M. BELLANGER*, Maître de Conférences à l'*I.U.T. de Génie Civil de Nancy*, m'a accompagné tout au long de cette thèse. Nos longues discussions m'ont souvent apporté les lumières à mes questions et j'espère conserver la rigueur expérimentale à laquelle il m'a initié. Pour toutes ces qualités et son dévouement, je le remercie tout particulièrement.

Je tiens à remercier vivement *P. CUXAC*, ancien thésard, qui m'a fait bénéficier de sa connaissance des ondes ultrasoniques et m'a initié aux différentes mesures en laboratoire.

Je remercie vivement les carrières des *FOURS à CHAUX de Dugny*, *VAGLIO de Jaumont* et *CHARROY de Gudmont* pour nous avoir autorisé l'accès aux carrières et l'échantillonnage sur ces sites. Je remercie plus particulièrement *M. SCHLATTER*, des carrières Charroy, pour sa grande disponibilité et sa gentillesse.

Je ne peux citer tout le monde mais je tiens à remercier l'ensemble du personnel enseignants et techniciens du *Laboratoire de Géomécanique* et de l'*Association pour la Géologie et ses Applications* pour leur contribution à la vie quotidienne du laboratoire et leur participation indirecte à ma thèse. Je citerais plus particulièrement *M. LIZER* pour son aide au sujet des questions administratives ainsi que *P. GAIRE* et *L. SCHOUMACKER*, techniciens au laboratoire, sans qui la partie expérimentale n'aurait certainement pas pu être menée à bien.

A mes amis thésards, je tiens à exprimer toute mon amitié, et plus particulièrement à *T. BELEM*, *M. FALL*, et *M. SOULEY* avec qui les dernières nuits de rédaction furent pleines d'une joie de vivre africaine.

Arrivé au terme de ces remerciements, je terminerais en exprimant ma reconnaissance la plus sincère à ma famille, ma mère, Nonor, Paco, Nicolas ainsi qu'à Henri et mon amour le plus profond à Roselyne.

A mon père



# SOMMAIRE

AVANT-PROPOS

SOMMAIRE

LISTE FIGURES / TABLEAUX

TABLE DES SYMBOLES ET DES NOTATIONS

INTRODUCTION GENERALE .....	19
1 <sup>ere</sup> PARTIE : STRUCTURE DES MILIEUX POREUX CARBONATES .....	21
Introduction .....	23
Chap.1. Généralités et définitions .....	25
1. Généralités sur les roches carbonatées .....	25
1.1. Eléments figurés .....	25
1.2. Phase de liaison .....	25
1.3. Classifications .....	26
2. Porosité et morphologie de l'espace poreux .....	28
2.1. Définition du milieu poreux .....	28
2.2. Porosité et morphologie du milieu poreux .....	28
2.2.1. Fissures et fractures .....	28
2.2.2. Pores .....	29
2.3. Concept de volume élémentaire représentatif .....	31
Chap.2. Caractérisation des roches calcaires étudiées .....	35
1. Motivation du choix des roches .....	35
1.1. Critères texturaux .....	35
1.2. Critères économiques .....	35
2. Description des faciès carbonatés .....	36
2.1. Localisation .....	36
2.2. Critères d'échantillonnage .....	37
2.3. Description .....	38
Chap.3. Masses volumiques et porosités .....	41
1. Définitions et généralités .....	41
2. Détermination des masses volumiques.....	43
2.1. Remarques sur les modes opératoires utilisés .....	43
2.1.1. Mesure de la masse volumique apparente par mesure directe .....	43
2.1.2. Mesure de la masse volumique de la fraction solide au pycnomètre .....	43
2.1.3. Mesure des masses volumiques par pesée hydrostatique .....	44
2.1.4. Mesure de la masse volumique par densité de constitution .....	44
2.2. Résultats et commentaires .....	44
3. Mesures de la porosité .....	47
3.1. Remarques sur les modes opératoires .....	47
3.1.1. Porosité totale déduite de la densité de constitution .....	47
3.1.2. Porosité totale mesurée par pesée hydrostatique .....	47
3.1.3. Porosité accessible à l'eau sous vide .....	47
3.2. Résultats et commentaires .....	48
Chap.4. La porosimétrie au mercure .....	51
1. Les équilibres capillaires - Rappels théoriques .....	51
1.1. Tension de surface .....	51
1.2. Angle de contact et mouillabilité .....	52

1.3.	Equilibre mécanique d'une surface - Equation de Laplace .....	53
1.3.1.	Notions sur la théorie des surfaces .....	53
1.3.2.	Equation de Laplace .....	55
2.	L'essai porosimétrique par injection de mercure .....	57
2.1.	Choix du modèle de milieu poreux .....	57
2.2.	L'essai porosimétrique : injection et retrait du mercure .....	58
2.2.1.	Première injection ou drainage .....	59
2.2.2.	Retrait du mercure ou imbibition .....	59
2.2.3.	Deuxième injection de mercure .....	59
2.3.	La porosimétrie au mercure : un processus de percolation .....	60
2.3.1.	Percolation et connexité des milieux poreux .....	60
2.3.2.	Application de la théorie de la percolation à l'essai porosimétrique .....	60
2.4.	Le piégeage de mercure .....	66
2.4.1.	Mode de rupture du film continu de mercure .....	66
2.4.2.	Notion de rapport de rayons critique .....	68
2.4.3.	Influence de la connexité et de la topologie du réseau poreux .....	69
3.	Dispositif expérimental .....	70
3.1.	Appareillage utilisé - Mode opératoire .....	70
3.2.	Correctifs apportés à l'essai .....	70
3.3.	Mode de calcul des différents paramètres .....	71
3.4.	Influence de la taille et de la forme de l'échantillon .....	72
4.	Résultats - Interprétations .....	74
4.1.	Reproductibilité et validité de l'essai porosimétrique .....	74
4.2.	Porosité unimodale et porosité bimodale .....	84
4.3.	Microporosité et macroporosité .....	86
4.4.	Porosités libres et piégées .....	89
4.4.1.	Distribution des porosités libres et piégées .....	90
4.4.2.	Signification de la porosité piégée .....	93
4.4.3.	Signification de la porosité libre .....	94
4.5.	Autres paramètres déterminés par la porosimétrie au mercure .....	95
4.5.1.	Masses volumiques .....	95
4.5.2.	Surface de pores .....	97
4.5.3.	Rayon hydraulique .....	99
4.6.	Comparaison entre porosimétrie et analyse d'image .....	100
4.6.1.	Principe de l'analyse d'image .....	100
4.6.2.	Résultats - Interprétations .....	101
4.6.3.	Conclusion .....	102
5.	Interprétation en terme de faciès poreux .....	103
6.	Conclusion .....	107

<b>Chap.5. Détermination de la porosité de fissure à partir de l'essai de compression isotrope .....</b>	<b>109</b>
1. Principe et interprétation classique de l'essai de compression isotrope .....	109
2. Méthodologie expérimentale .....	111
2.1. Préparation des échantillons .....	111
2.2. Réalisation de l'essai .....	111
3. Résultats - Interprétations .....	113
3.1. Anisotropie des matériaux .....	113
3.2. Porosité de fissure .....	116
3.3. Module de compressibilité .....	118
3.4. Densité de fissuration et coefficient de forme .....	119
4. Conclusion .....	122

<b>Chap.6. Propagation et atténuation des ondes ultrasoniques .....</b>	<b>123</b>
1. Rappels théoriques .....	124
1.1. Propagation des ondes dans un milieu élastique isotrope .....	124

1.2.	Propagation des ondes dans un milieu poreux saturé .....	125
1.2.1.	Milieux biphasiques .....	125
1.2.2.	Milieux triphasiques .....	128
1.3.	Notion d'atténuation .....	131
1.4.	Mécanismes envisagés pour expliquer l'atténuation .....	132
1.5.	Techniques de mesures de l'atténuation .....	134
2.	<b>Dispositif expérimental</b> .....	135
2.1.	Préparation des échantillons .....	135
2.1.1.	Géométrie - Usinage .....	135
2.1.2.	Etat de saturation .....	135
2.2.	Chaîne de mesure .....	136
2.2.1.	Matériel utilisé .....	136
2.2.2.	Montage pour les mesures sur échantillons secs .....	137
2.2.3.	Montage pour les mesures sur échantillons saturés .....	137
2.3.	Mesures des vitesses .....	137
2.4.	Calcul de l'atténuation des ondes P .....	138
2.4.1.	Méthode du rapport des spectres .....	138
2.4.2.	Méthode d'exploitation du signal .....	140
2.4.3.	Précision sur le calcul du facteur de qualité .....	141
3.	<b>Résultats - interprétations</b> .....	142
3.1.	Propriétés ultrasoniques et porosité .....	143
3.1.1.	Vitesses .....	143
3.1.2.	Atténuations .....	146
3.2.	Propriétés ultrasoniques et fissuration .....	148
3.2.1.	Notion d'indice de qualité .....	148
3.2.2.	Atténuation des ondes et fissuration .....	150
3.2.3.	Influence de l'anisotropie des matériaux .....	151
3.3.	Détermination des modules élastiques à partir des vitesses des ondes .....	153
3.4.	Propriétés ultrasoniques et saturation .....	155
3.4.1.	Influence de la saturation totale .....	155
3.4.2.	Influence de la saturation partielle .....	160
3.5.	Conclusions sur les mesures des propriétés ultrasoniques .....	164
	<b>Conclusion de la première partie</b> .....	167

**2eme PARTIE : COMPORTEMENT DES FLUIDES DANS LES MILIEUX POREUX CARBONATES** .....

**Introduction** .....

**Chap.7. Saturation et stockage de fluide en milieu poreux** .....

1.	<b>Approche théorique des processus d'imbibition d'un matériau poreux</b> .....	175
1.1.	Les différentes phases de l'eau .....	175
1.2.	Notion d'état sec .....	175
1.3.	Imbibition par absorption capillaire .....	176
1.3.1.	Ecoulements élémentaires .....	176
1.3.2.	Loi de progression des ménisques eau - air .....	178
1.3.3.	Phénomène de piégeage d'air .....	181
1.3.4.	Processus dynamique de capillarité et état final de saturation .....	183
1.4.	Prise d'eau par immersion totale .....	184
2.	<b>Etude expérimentale des mécanismes de saturation d'eau</b> .....	185
2.1.	Dispositifs expérimentaux .....	185
2.1.1.	Saturation en eau par immersion totale sous pression atmosphérique .....	185
2.1.2.	Absorption d'eau par capillarité .....	186
2.2.	Résultats - Interprétations .....	187
2.2.1.	Saturation par immersion totale .....	187

2.2.2. Imbibition par capillarité .....	191
2.3. Conclusion .....	202
<b>Chap.8. Propriétés de transport en milieu poreux .....</b>	<b>203</b>
1. Définitions - généralités .....	203
1.1. Loi de Darcy .....	203
1.2. Validité de la loi de Darcy .....	204
1.3. Facteur d'échelle .....	204
2. Mesure de la perméabilité au gaz .....	205
2.1. Dispositif expérimental .....	205
2.1.1. Principe .....	205
2.1.2. Echantillons .....	205
2.1.3. Appareillage .....	205
2.1.4. Calcul de la perméabilité .....	206
2.2. Résultats - Interprétations .....	207
3. Calcul de la perméabilité à partir des caractéristiques du milieu poreux .....	210
3.1. Les différents modèles de calcul de la perméabilité .....	210
3.2. Le modèle de Katz et Thompson .....	212
3.3. Résultats - Interprétations .....	213
4. Conclusion .....	216
<b>Conclusion de la deuxième partie .....</b>	<b>217</b>

**3eme PARTIE : MECANISMES DE GEL DE L'EAU DANS UN MILIEU POREUX CARBONATE.....**

.....	219
<b>Introduction .....</b>	<b>221</b>
<b>Chap.9. Aspects théoriques des mécanismes de gel .....</b>	<b>223</b>
1. Les différentes phases en présence .....	223
1.1. La matrice solide .....	223
1.2. La glace .....	224
1.2.1. La cristallisation de l'eau .....	224
1.2.2. Propriétés de la glace .....	224
1.2.3. Dilatation volumique due au changement de phase .....	225
1.3. L'eau non gelée .....	226
1.3.1. Forme adsorbée .....	226
1.3.2. Forme capillaire .....	228
1.4. La phase gazeuse .....	232
2. Mécanismes microscopiques du gel .....	233
2.1. Propagation du front de glace - modèles capillaires .....	233
2.1.1. Base thermodynamique .....	233
2.1.2. Modèle d'Everett .....	235
2.1.3. Cas d'un milieu non saturé .....	237
2.1.4. Influence de la couche d'eau liée .....	238
2.2. Mécanismes de détérioration par le gel liés aux pressions hydrauliques .....	242
3. Aspects macroscopiques du gel .....	244
3.1. Couplage des phénomènes élémentaires .....	244
3.2. Mécanismes physiques de la gélifraction .....	246
3.2.1. Eclatement .....	246
3.2.2. Ecaillage .....	246
3.2.3. Gélidisjonction .....	247
3.2.4. Phénomène de fatigue .....	247
4. Conclusion .....	248

<b>Chap.10. Approche expérimentale des mécanismes de gel</b> .....	249
<b>1. La reproduction expérimentale des conditions naturelles</b> .....	250
1.1. Signification des cycles artificiels de gel / dégel .....	250
1.2. Les différents cycles de gel / dégel .....	252
1.2.1. Taux de refroidissement et température minimale .....	252
1.2.2. Etat de saturation .....	254
1.2.3. Méthodes de mesure de l'endommagement .....	255
<b>2. Dispositif expérimental</b> .....	256
2.1. Cycles gel / dégel choisis .....	256
2.1.1. Températures minimales, maximales et vitesses de refroidissement .....	256
2.1.2. Saturations des échantillons .....	257
2.1.3. Mesure de l'endommagement .....	258
2.1.4. Modes opératoires .....	259
<b>3. Résultats - interprétations</b> .....	260
3.1. Etalonnage de la cuve à ultrasons .....	260
3.2. Vitesses des ondes au cours des cycles gel/dégel .....	261
3.2.1. Evolution des vitesses durant les cycles .....	261
3.2.2. Estimation d'un degré de saturation critique .....	264
3.3. Atténuation des ondes au cours des cycles .....	268
3.3.1. Evolution du facteur de qualité au cours de cycles gel/dégel .....	268
3.3.2. Contrôle de l'endommagement .....	270
3.3.3. Conclusion .....	274
3.4. Approche expérimentale de la teneur en eau non gelée .....	275
3.4.1. Généralités .....	275
3.4.2. Mesure de la teneur en eau non gelée .....	276
3.4.3. Résultats - Interprétations .....	277
3.5. Echelle de durabilité au gel des roches calcaires .....	284
3.5.1. Echelles existantes .....	284
3.5.2. Influence du type de réseau poreux sur la durabilité au gel .....	286
3.5.3. Echelle de durabilité proposée .....	287
3.6. Conclusion .....	289
<b>Chap.11. Application à la durabilité au gel des matériaux du Génie Civil</b> .....	291
<b>1. Granulats calcaires</b> .....	293
1.1. Détermination des propriétés des granulats calcaires relatives aux espaces poreux par les essais normalisés .....	293
1.1.1. Porosité .....	293
1.1.2. Coefficient d'absorption .....	294
1.1.3. Masses volumiques .....	296
1.2. Détermination de la sensibilité au gel des granulats calcaires (NF P 18.593) .....	297
1.2.1. L'essai normalisé .....	297
1.2.2. Résultats de l'essai normalisé .....	297
<b>2. Pierres calcaires</b> .....	305
2.1. L'essai normalisé NF B 10.513 .....	305
2.2. Etat de saturation au cours des cycles .....	305
2.3. Mesure de l'endommagement .....	306
<b>3. Enrochements calcaires</b> .....	309
<b>CONCLUSION GENERALE</b> .....	315
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	323
<b>ANNEXES / PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES</b> .....	331



# LISTE DES FIGURES

<b>Fig. 1.1.</b>	Définition du volume minimum d'homogénéisation .....	32
<b>Fig. 2.1.</b>	Localisation géographique et géologique des roches calcaires étudiées .....	36
<b>Fig. 3.1.</b>	Détermination de la masse volumique par la méthode du pycnomètre .....	43
<b>Fig. 3.2.</b>	Porosités accessibles à l'eau sous vide mesurées sur éprouvettes et sur cubes .....	50
<b>Fig. 4.1.</b>	Définition de la tension de surface .....	52
<b>Fig. 4.2.</b>	Equilibre capillaire d'une interface .....	52
<b>Fig. 4.3.</b>	Equilibre triphasique et angle de contact .....	52
<b>Fig. 4.4.</b>	Mouillabilité et angle de contact .....	52
<b>Fig. 4.5.</b>	Angles de contact statiques et dynamiques .....	53
<b>Fig. 4.6.</b>	Equilibre capillaire d'une surface non sphérique .....	55
<b>Fig. 4.7.</b>	Position d'un ménisque subsphérique .....	56
<b>Fig. 4.8.</b>	Notion de rayon d'accès .....	57
<b>Fig. 4.9.</b>	Courbes porosimétriques types .....	58
<b>Fig. 4.10.</b>	Courbe d'injection à partir d'un point dans un milieu poreux .....	62
<b>Fig. 4.11.</b>	Courbes d'accessibilité au cours d'une injection et d'un retrait de mercure .....	65
<b>Fig. 4.12.</b>	Notion de piégeage du mercure au cours de la phase de retrait .....	66
<b>Fig. 4.13.</b>	Interface convexe et interface selloïdale dans un capillaire cylindrique .....	67
<b>Fig. 4.14.</b>	Ménisque selloïdal dans un capillaire connecté à deux pores adjacents .....	67
<b>Fig. 4.15.</b>	Discontinuités dans la phase non mouillante au cours d'une imbibition .....	68
<b>Fig. 4.16.</b>	Courbes porosimétriques cumulées brutes et corrigées .....	73
<b>Fig. 4.17.</b>	Courbes porosimétriques de l'ensemble des roches calcaires étudiées .....	76
<b>Fig. 4.18.</b>	Affinité des courbes porosimétriques d'un faciès .....	74
<b>Fig. 4.19.</b>	Porosité totale accessible à l'eau sous vide et porosité totale au mercure .....	75
<b>Fig. 4.20.</b>	Répartition des différentes familles d'accès aux pores .....	88
<b>Fig. 4.21.</b>	Relation entre la porosité totale et le rayon d'accès moyen au réseau .....	88
<b>Fig. 4.22.</b>	Porosité piégée en fonction de la porosité totale .....	89
<b>Fig. 4.23.</b>	Pourcentage de porosité piégée en fonction de la porosité totale .....	90
<b>Fig. 4.24.</b>	Coefficients de dispersion des spectres de porosités totales, libres et piégées .....	91
<b>Fig. 4.25.</b>	Répartition des porosités libres et piégées par rapport à l'accès 1 micron .....	91
<b>Fig. 4.26.</b>	Répartition des familles d'accès des porosités libres, piégées et totales .....	92
<b>Fig. 4.27.</b>	Porosité piégée en fonction de la dispersion des spectres initiaux .....	94
<b>Fig. 4.28.</b>	Agencement cristallin et relation porosité libre / porosité totale .....	95
<b>Fig. 4.29.</b>	Surface de pores spécifique en fonction de la porosité totale .....	98
<b>Fig. 4.30.</b>	Surface de pores spécifique en fonction du rayon d'accès de la microporosité .....	98
<b>Fig. 4.31.</b>	Surfaces de pores spécifiques de la porosité libre et de la porosité totale .....	98
<b>Fig. 4.32.</b>	Relation entre le rayon hydraulique et le rayon d'accès à la microporosité .....	99
<b>Fig. 4.33.</b>	Détermination de "faciès poreux" .....	105
<b>Fig. 5.1.</b>	Interprétation classique de l'essai de compression isotrope .....	110
<b>Fig. 5.2.</b>	Echantillon pour essai de compression isotrope avec jauges de déformation .....	111
<b>Fig. 5.3.</b>	Cycles chargement - déchargement de l'essai de compression isotrope .....	112
<b>Fig. 5.4.</b>	Courbes pression - déformations issues de l'essai de compression isotrope .....	114
<b>Fig. 5.5.</b>	Porosité de fissure et porosité libre .....	117
<b>Fig. 5.6.</b>	Représentation schématique de la fermeture d'un capillaire .....	118
<b>Fig. 5.7.</b>	Module de compressibilité K en fonction de la porosité de fissure .....	119
<b>Fig. 5.8.</b>	Spectres de fissuration des différents faciès calcaires .....	119
<b>Fig. 6.1.</b>	Chaîne d'acquisition et de traitement des données ultrasoniques .....	136
<b>Fig. 6.2.</b>	Détermination de l'atténuation des ondes : méthode du rapport des spectres .....	139
<b>Fig. 6.3.</b>	Allure des spectres fréquentiels en fonction de la longueur du signal exploité .....	140

Fig. 6.4.	Vitesses des ondes P et S et porosité .....	143
Fig. 6.5.	Vitesses des ondes P et S et porosité libre .....	144
Fig. 6.6.	Vitesses des ondes P et S et porosité libre d'accès inférieur à 1 micron .....	145
Fig. 6.7.	Atténuation des ondes P et porosité .....	146
Fig. 6.8.	Facteurs de qualité et d'atténuation en fonction de la porosité totale .....	146
Fig. 6.9.	Facteurs de qualité et d'atténuation en fonction de la porosité libre .....	147
Fig. 6.10.	Abaque indice de qualité (IC) - porosité totale .....	148
Fig. 6.11.	Porosités de fissure : IC et essai de compression isotrope .....	149
Fig. 6.12.	Vitesses des ondes P et S et porosités de fissure (compression isotrope) .....	150
Fig. 6.13.	Facteurs de qualité et d'atténuation et paramètres de fissuration .....	151
Fig. 6.14.	Module d'élasticité en fonction de la porosité totale .....	154
Fig. 6.15.	Vitesses et atténuations des ondes sur matériaux secs et saturés .....	155
Fig. 6.16.	Vitesses de l'onde P dans les échantillons totalement saturés et porosité totale .....	156
Fig. 6.17.	Vitesses des ondes P dans les matériaux saturés : mesure et modèle de Gassmann .....	158
Fig. 6.18.	Vitesses des ondes P dans les matériaux saturés : mesure et modèle de Kuster et Toksöz .....	158
Fig. 6.19.	Porosité de fissure et évolution des propriétés ultrasoniques (sec et saturé) .....	159
Fig. 6.20.	Rapport des modules calculés d'après Kuster et Toksöz et des modules mesurés .....	160
Fig. 6.21.	Propriétés ultrasoniques (vitesses et atténuation) et degrés de saturation .....	162
Fig. 7.1.	Ascension capillaire dans un tube cylindrique de rayon $r$ .....	179
Fig. 7.2.	Ascension capillaire dans un tube de rayon variable .....	179
Fig. 7.3.	Ascension capillaire dans un assemblage de sphères .....	181
Fig. 7.4.	Piégeage d'air lors d'une ascension capillaire .....	182
Fig. 7.5.	Pores piégés invoquant des mécanismes de piégeage différents .....	183
Fig. 7.6.	Imbibition par ascension capillaire - dispositif expérimental .....	186
Fig. 7.7.	Porosité accessible à l'eau par immersion totale - $N_{48h}$ - et porosité totale .....	188
Fig. 7.8.	Coefficient d'Hirshwald et coefficient de dispersion du spectre porosimétrique .....	188
Fig. 7.9.	Coefficient d'Hirshwald en fonction du pourcentage de porosité libre .....	189
Fig. 7.10.	Cinétique d'imbibition capillaire .....	192
Fig. 7.11.	Comportement des réseaux poreux au cours d'une absorption capillaire .....	195
Fig. 7.12.	Degré de saturation en fonction du temps au cours d'une absorption capillaire .....	196
Fig. 7.13.	Evolution de la saturation sous la frange capillaire lors de l'imbibition capillaire .....	198
Fig. 7.14.	Coefficient B (hauteur de la frange d'eau) et rayon d'accès à la porosité libre .....	199
Fig. 7.15.	Coefficient de la prise d'eau en masse mesuré A et théoriques $A_{C1}$ et $A_{C2}$ .....	200
Fig. 8.1.	Dispositif expérimental de mesure de la perméabilité .....	205
Fig. 8.2.	Exemple d'ajustement des données expérimentales de perméabilités .....	207
Fig. 8.3.	Relations entre les différents types de porosités et la perméabilité .....	208
Fig. 8.4.	Perméabilité $k$ et rayon d'accès à la microporosité $r$ .....	209
Fig. 8.5.	Coefficient d'absorption capillaire B et perméabilité $k$ .....	209
Fig. 8.6.	Modèle de Katz et Thompson : détermination des longueurs caractéristiques .....	213
Fig. 8.7.	Détermination de $l_{max}$ - maximum de la courbe $S.D3 = f(D)$ .....	214
Fig. 8.8.	Relations entre perméabilités calculées et perméabilités mesurées .....	215
Fig. 9.1.	Diagramme des phases de la glace .....	225
Fig. 9.2.	Approche d'un substrat solide par un front de glace .....	228
Fig. 9.3.	Couche d'eau liée et température d'équilibre eau-glace .....	228
Fig. 9.4.	Abaissement du point de fusion en fonction du rayon moyen du capillaire .....	230
Fig. 9.5.	Modèle capillaire d'Everett .....	235
Fig. 9.6.	Potentiels chimiques (eau, glace massique et capillaire) et température .....	236
Fig. 9.7.	Gel d'un milieu poreux partiellement saturé .....	237
Fig. 9.8.	Evolution du front de propagation de glace en présence d'eau liée .....	239
Fig. 10.1.	Saturation et occurrence des cycles gel / dégel en conditions naturelles .....	251
Fig. 10.2.	Augmentation du degré de saturation au cours de cycles gel / dégel .....	254
Fig. 10.3.	Détails des cycles gel/dégel utilisés .....	257

<b>Fig. 10.4.</b>	Evolution de la vitesse de l'onde P au cours d'un cycle gel/dégel .....	258
<b>Fig. 10.5.</b>	Etalonnage de la cuve à ultrasons .....	260
<b>Fig. 10.6.</b>	Vitesses des ondes P (palier de dégel) au cours de cycles gel / dégel -20/+20°C .....	262
<b>Fig. 10.7.</b>	Vitesses des ondes P au cours de cycles gel / dégel -20/+20°C et -5/+20°C .....	262
<b>Fig. 10.8.</b>	Vitesses des ondes P (gel) au cours de cycles gel / dégel -20/+20°C et -5/+20°C .....	263
<b>Fig. 10.9.</b>	Module d'Young et saturation au cours de 25 cycles gel / dégel .....	265
<b>Fig. 10.10.</b>	Porosité totale en fonction de la saturation pendant 25 cycles gel / dégel .....	267
<b>Fig. 10.11.</b>	Facteur de qualité en atténuation en fonction de la saturation lors du gel .....	267
<b>Fig. 10.12.</b>	Spectres des signaux ultrasoniques à l'état initial, gelé et dégelé .....	268
<b>Fig. 10.13.</b>	Facteur de qualité au cours de cycles gel / dégel en fonction du réseau poreux .....	269
<b>Fig. 10.14.</b>	Facteurs de qualité au cours des cycles gel/dégel sur cubes et éprouvettes .....	270
<b>Fig. 10.15.</b>	Porosité accessible à l'eau sous vide en fonction du nombre de cycles .....	271
<b>Fig. 10.16.</b>	Courbes porosimétriques (Gudmont 2) avant et après gel/dégel (-20/+20°C) .....	271
<b>Fig. 10.17.</b>	Calcaire de Jaumont. Courbes pression - déformation après gel / dégel .....	272
<b>Fig. 10.18.</b>	Spectres de fissuration issus des courbes de la figure précédente .....	273
<b>Fig. 10.19.</b>	Coefficients d'anisotropie déterminés (compression isotrope et vitesses) .....	273
<b>Fig. 10.20.</b>	Vitesse des ondes P (Jaumont et Dugny 2) au cours d'une chute de température .....	278
<b>Fig. 10.21.</b>	Evolution du taux d'augmentation de la vitesse avec la température .....	279
<b>Fig. 10.22.</b>	Evolution de la teneur en eau non gelée calculée à partir des vitesses des ondes .....	281
<b>Fig. 10.23.</b>	Facteur de qualité en fonction de la température .....	282
<b>Fig. 10.24.</b>	Echelle de gélivité des roches calcaires, d'après Lautridou et Ozouf (1982) .....	285
<b>Fig. 10.25.</b>	Classification de Mamillan (1979) .....	286
<b>Fig. 10.26.</b>	Echelle de durabilité au gel des roches calcaires .....	288
<b>Fig. 11.1.</b>	Degrés de saturation en fonction du rapport surface/volume de l'échantillon .....	295
<b>Fig. 11.2.</b>	Indice de gélivité en fonction du degré de saturation .....	300
<b>Fig. 11.3.</b>	Granulats de Gudmont et de Jaumont - Courbes granulométriques .....	302
<b>Fig. 11.4.</b>	Indice de gélivité recalculé à partir des courbes granulométriques .....	304
<b>Fig. 11.5.</b>	Degré de saturation au cours des cycles gel/dégel normalisés .....	306
<b>Fig. 11.6.</b>	Essai de compression isotrope - enrochement de calcaire de Jaumont .....	310
<b>Fig. 11.7.</b>	Spectre porosimétrique - enrochement de calcaire de Gudmont .....	310

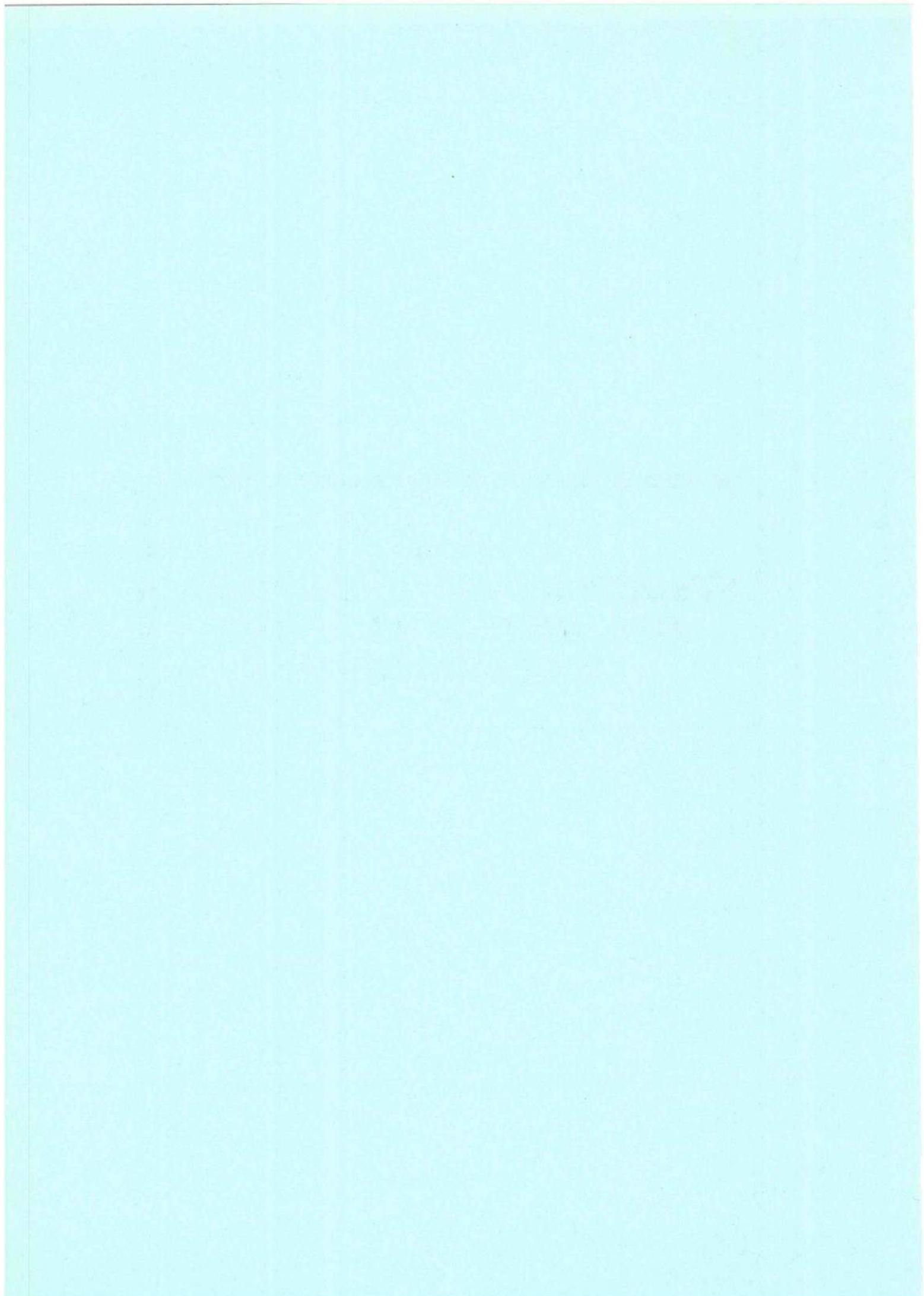


## *LISTE DES TABLEAUX*

<b>Tab. 1.I.</b>	Classification des roches carbonatées selon Folk .....	27
<b>Tab. 1.II.</b>	Classification des roches carbonatées selon Dunham .....	27
<b>Tab. 3.I.</b>	Méthodes classiques de mesures de la porosité .....	42
<b>Tab. 3.II.</b>	Masses volumiques (valeurs moyennes et domaines de variation, DV) .....	45
<b>Tab. 3.III.</b>	Porosités totales (valeurs moyennes et domaines de variation, DV) .....	48
<b>Tab. 3.IV.</b>	Coefficient de saturation ( $S_w$ ) obtenus lors d'une saturation sous vide .....	49
<b>Tab. 4.I.</b>	Paramètres quantitatifs de la porosité totale .....	82
<b>Tab. 4.II.</b>	Paramètres quantitatifs de la porosité libre .....	83
<b>Tab. 4.III.</b>	Paramètres quantitatifs de la porosité piégée .....	83
<b>Tab. 4.IV.</b>	Comparaison entre les masses volumiques réelles et apparentes .....	96
<b>Tab. 4.V.</b>	Résultats comparés du traitement d'image et de la porosimétrie au mercure .....	101
<b>Tab. 4.VI.</b>	Rayons de pores calculés à partir de l'analyse d'image .....	102
<b>Tab. 4.VII.</b>	Caractéristiques porosimétriques de roches calcaires (Bousquie, 1979) .....	106
<b>Tab. 5.I.</b>	Résultats relatifs à l'essai de compression isotrope .....	113
<b>Tab. 5.II.</b>	Pourcentage de porosité de fissure rapporté au pourcentage de porosité libre .....	117
<b>Tab. 5.III.</b>	Longueur des capillaires calculée à partir du coefficient de forme .....	120
<b>Tab. 6.I.</b>	Résultats de l'étude des propriétés ultrasoniques des matériaux calcaires .....	142
<b>Tab. 6.II.</b>	Indice de qualité et porosité de fissure .....	149
<b>Tab. 6.III.</b>	Vitesses et atténuations des ondes P sur échantillons cubiques - anisotropie .....	152
<b>Tab. 6.IV.</b>	Modules dynamiques et coefficients de Poisson .....	154
<b>Tab. 6.V.</b>	Coefficients de forme et concentration des vides associés .....	157
<b>Tab. 6.VI.</b>	Modules de compressibilité et de cisaillement : modèle de Gassmann et de Kuster et Toksöz ..	157
<b>Tab. 7.I.</b>	Porosités et coefficients d'Hirschwald ( $N_{48h}$ et $S_{48h}$ ) .....	187
<b>Tab. 7.II.</b>	Paramètres déterminés sur les courbes d'imbibition par capillarité .....	194
<b>Tab. 8.I.</b>	Résultats des mesures de perméabilité à l'azote .....	207
<b>Tab. 8.II.</b>	Perméabilités ; modèles de Kozeny-Carman et de Katz et Thompson .....	215
<b>Tab. 10.I.</b>	Tableau récapitulatif des principaux types de cycles gel/dégel .....	253
<b>Tab. 10.II.</b>	Critères de gélivité proposés par Gérard (1964) .....	285
<b>Tab. 11.I.</b>	Coefficients d'absorption de granulats calcaires .....	294
<b>Tab. 11.II.</b>	Degrés de saturation sur éprouvettes cylindriques de dimensions différentes .....	295
<b>Tab. 11.III.</b>	Résultats de l'essai normalisé de sensibilité au gel des granulats .....	298
<b>Tab. 11.IV.</b>	Essais de gel sur granulats calcaires à différents degrés de saturation .....	299



*1ère partie :*  
**STRUCTURE ET GEOMETRIE  
DES MILIEUX POREUX  
CARBONATES**



# PRINCIPAUX SYMBOLES ET NOTATIONS

Les sujets abordés au cours de cette recherche se situent bien souvent à la frontière entre diverses disciplines ; ainsi le même symbole peut signifier deux grandeurs relatives à des disciplines différentes. Dans ce cas, nous avons précisé, dans la liste des symboles qui fait suite, le chapitre concerné par une signification donnée.

<b>A</b>	Coefficient de prise d'eau en masse par capillarité ( $g/cm^2mn^{1/2}$ ).	<b>N<sub>td</sub></b>	Porosité totale - densité de constitution (%).
<b>A<sub>b</sub></b>	Coefficient d'absorption d'eau (s.u.).	<b>N<sub>th</sub></b>	Porosité totale - pesée hydrostatique (%).
<b>A<sub>p</sub></b>	= 1000/Q - Facteur d'atténuation des ondes P à l'état sec (s.u.).	<b>N<sub>w</sub></b>	Porosité totale accessible à l'eau sous vide (%).
<b>A<sub>v</sub></b>	Coefficient d'anisotropie sur les vitesses ultrasoniques.	<b>N<sub>Hg</sub></b>	Porosité totale - l'injection de mercure (%).
<b>AE</b>	Coefficient d'anisotropie sur les déformations linéaires.	<b>N<sub>l</sub></b>	Porosité libre - 2ème injection de mercure (%).
<b>a<sub>cr</sub></b>	Teneur en eau critique.	<b>N<sub>p</sub></b>	Porosité piégée de mercure - retrait (%).
<b>B</b>	Coefficient de hauteur d'ascension capillaire ( $cm/mn^{1/2}$ ).	<b>N<sub>&gt;1μ</sub></b>	Porosité au mercure d'accès > à 1μm (%).
<b>Cd</b>	Coefficient de dispersion des spectres porosimétriques.	<b>N<sub>&lt;1μ</sub></b>	Porosité au mercure d'accès < à 1μm (%).
<b>c(α)</b>	Concentration volumique des pores de coefficient de forme α - $\Sigma c(\alpha) = \Phi$ (porosité).	<b>N(R)</b>	Porosité de la famille de pores d'accès larges (%).
<b>D<sub>o</sub></b>	Coefficient de diffusion absolu de la vapeur d'eau ( $m^2/s$ ).	<b>N(r)</b>	Porosité de la famille de pores d'accès fins (%).
<b>DV</b>	Domaine de variation d'une grandeur (au sens écart-type statistique).	<b>N<sub>f</sub></b>	Porosité de fissure déterminée par l'indice de qualité IC (%).
<b>E</b>	Module d'élasticité - Module d'Young (MPa).	<b>N<sub>48h</sub></b>	Porosité Hirschwald - Immersion pendant 48h à pression atmosphérique (%).
<b>e</b>	Epaisseur d'une fissure (μm).	<b>P<sub>c</sub></b>	Pression capillaire.
<b>F</b>	Energie libre.	<b>Q</b>	Débit massique ( $m^3/s$ ).
<b>f</b>	Fréquence (Hz).	<b>Q<sub>p</sub></b>	Facteur de qualité - atténuation des ondes P (s.u.).
<b>f<sub>ge</sub></b>	Energie interfaciale interface glace-eau.	<b>p<sub>c</sub></b>	Seuil de percolation - Probabilité critique entre amas finis et chemins infinis (s.u.).
<b>f<sub>es</sub></b>	Energie interfaciale interface eau-solide.	<b>R<sub>1/R2</sub></b>	Rayons de courbure principaux d'une surface (m).
<b>G</b>	Enthalpie libre.	<b>r, R</b>	Rayons d'accès principaux à un réseau poreux (porosimétrie au mercure) (μm).
<b>G</b>	Indice de gélimité (granulats).	<b>r<sub>c</sub></b>	Rayon d'un tube capillaire (μm).
<b>g</b>	Accélération de la pesanteur ( $m/s^2$ ).	<b>r<sub>h</sub></b>	Rayon hydraulique (μm).
<b>H</b>	Enthalpie.	<b>R<sub>c</sub></b>	Résistance à la compression (MPa).
<b>h(α)</b>	Spectre de fissuration.	<b>S</b>	Entropie.
<b>I</b>	Point d'inflexion des courbes de première injection de mercure.	<b>S<sub>po</sub></b>	Surface de pores spécifique ( $m^2/g$ ).
<b>I'</b>	Point d'inflexion des courbes de seconde injection de mercure.	<b>S<sub>pol</sub></b>	Surface de pores spécifique de la porosité libre au mercure ( $cm^2/g$ ).
<b>IQ</b>	Indice de qualité d'un matériau (relatif aux vitesses des ondes (s.u.)).	<b>S<sub>w</sub></b>	Degré de saturation en eau (%).
<b>J</b>	Flux massique ( $m^2/s$ ).	<b>S<sub>48h</sub></b>	Coefficient d'Hirschwald - Degré de saturation après imbibition de 48h (%).
<b>K</b>	Module de compressibilité (MPa).	<b>S<sub>cap</sub></b>	Degré de saturation - ascension capillaire (%).
<b>k</b>	Perméabilité intrinsèque ( $m^2$ ou D).	<b>S<sub>cr</sub></b>	Degré de saturation critique (%).
<b>k*</b>	Nombre d'onde.	<b>T</b>	Température (°C).
<b>L<sub>A</sub></b>	Coefficient Los Angeles.	<b>T<sub>o</sub></b>	Température de congélation de l'eau libre (°C).
<b>L<sub>A g</sub></b>	Coefficient Los Angeles après gel.	<b>U</b>	Energie interne.
<b>I<sub>m</sub></b>	Libre parcours moyen sans choc des molécules de gaz (μm).	<b>U</b>	Vecteur mouvement.
<b>M<sub>im</sub></b>	Masse d'un échantillon - pesée hydrostatique (g).	<b>V<sub>p</sub></b>	Vitesse des ondes longitudinales (m/s).
<b>M<sub>s</sub></b>	Masse de la fraction solide - masse sèche d'un échantillon (g).	<b>V<sub>s</sub></b>	Vitesse des ondes transversales (m/s).
<b>M<sub>sat</sub></b>	Masse d'un échantillon totalement saturé (g).	<b>w<sub>p</sub></b>	Teneur en eau pondérale $w_p = (M_{eau}/M_{sec}) \times 100$ .
<b>N<sub>t</sub></b>	Porosité totale (%).	<b>w<sub>v</sub></b>	Teneur en eau volumique $w_v = (V_{eau}/V_{total}) \times 100$ .

$\alpha$	Coefficient de forme d'un vide - rapport épaisseur /longueur (Chap.4 - Porosimétrie).	$\mu$	Module de cisaillement (MPa) (Chap. 6 - Ultrasons).
$\alpha$	Coefficient d'atténuation d'une onde (Chap. 6 - Ultrasons).	$\nu$	Coefficient de Poisson.
$\Delta_e h$	Chaleur latente par unité de masse (cal/g).	$\rho_d$	Masse volumique apparente - rapportée au volume total de l'échantillon ( $g/cm^3$ ).
$\delta_o$	Épaisseur de la couche d'eau liée ( $\mu m$ ).	$\rho_s$	Masse volumique de la fraction solide ( $g/cm^3$ ).
$\epsilon_i$	Déformation linéaire dans le plan i d'un échantillon cubique par compression isotrope.	$\rho_n$	Courbure normale d'une courbe sur une surface en un point.
$\Phi$	Flux de chaleur.	$\sigma$	Tension interfaciale - Tension de surface (N/m en S.I., dyn/cm en C.G.S).
$\phi$	Porosité exprimée en taux ( $0 < \phi < 1$ ).	$\theta$	Angle de contact fluide/solide.
$\eta$	Viscosité dynamique (Po).	$\theta_g$	Coefficient de dilatation volumique lors de la transformation eau-glace.
$\eta_o$	Porosité de fissure déterminée par compression isotrope (%).	$\tau$	Tortuosité (s.u.).
$\lambda$	Conductivité thermique (Chap. 9 - gel).	$\omega$	Pulsation d'une onde.
$\lambda$	Coefficient de Lamé (Chap. 6 - Ultrasons).		
$\mu$	Potentiel chimique (Chap. 9 - gel).		

### PRINCIPAUX INDICES

<b>s</b>	<i>Solide</i>	<b>t</b>	<i>Total</i>	<b>sec</b>	<i>Etat sec</i>	<b>w</b>	<i>Eau</i>
<b>e</b>	<i>Eau</i>	<b>l</b>	<i>Libre</i>	<b>sat</b>	<i>Etat saturé</i>	<b>ng</b>	<i>Non gelée</i>
<b>g</b>	<i>Glace</i>	<b>p</b>	<i>Piégré</i>				
<b>l</b>	<i>Liquide</i>						
<b>fl</b>	<i>Fluide</i>						

### PRINCIPALES CONVERSIONS

#### Pression

$1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa} = 0,1 \text{ MPa} = 14,5 \text{ PSIA} = 750 \text{ mm de Hg} = 750.10^3 \text{ mm de Hg}$

#### Tension interfaciale

$1 \text{ N/m} = 10^3 \text{ dyn/cm}$

#### Perméabilité

$1 \text{ D (Darcy)} = 10^{-3} \text{ mD} = 10^{-12} \text{ m}^2$

#### Masse volumique

$1 \text{ g/cm}^3 = 10^3 \text{ kg/m}^3$

### ABREVIATIONS DES MATERIAUX ETUDIES

<b>J1</b>		<i>Calcaires bioclastiques de Jaumont</i>	<b>Gu2</b>		<i>Calcaires oolithiques de Gudmont</i>
<b>J2</b>			<b>Gu3</b>		
<b>J5</b>					
<b>Eu</b>		<i>Calcaire à entroques d'Euville</i>	<b>D1</b>		<i>Calcaire sublithographique de Dugny</i>
<b>Le</b>		<i>Calcaire à entroques de Lérouville</i>	<b>D2</b>		<i>Calcaire crayeux de Dugny</i>
<b>Gu1</b>		<i>Calcaire sublithographique de Gudmont</i>			

# ***INTRODUCTION GENERALE***



Le travail présenté dans cette thèse s'inscrit dans le cadre du Programme National de Recherche - Développement en Génie Civil "**MATERLOC calcaires**" qui a pour axes principaux **la valorisation des matériaux locaux** ainsi que **l'optimisation de leur utilisation**. Les interactions, au niveau régional, entre matériaux offerts et utilisations demandées étaient une des préoccupations majeures du comité scientifique de "**MATERLOC calcaires**". De ce fait, ce programme s'est focalisé sur des régions pilotes dont la Lorraine faisait partie. Les motivations de ce choix étaient multiples. Les matériaux dominants dans cette région sont précisément les roches calcaires bien que l'utilisation courante en Génie Civil favorise les matériaux issus des réserves alluvionnaires siliceuses, exploitations à risques, à long terme, pour la stabilité des nappes phréatiques, par exemple. De plus, la réduction de la production des laitiers de haut fourneaux conduit à rechercher d'autres matériaux de substitution.

L'un des points clés de cette démarche de valorisation était l'étude de **la durabilité au gel des roches calcaires** et l'analyse des différents paramètres intervenant dans les mécanismes de gel de ces matériaux. C'est ce point que nous allons traiter dans ce travail.

Les calcaires ont mauvaise réputation vis-à-vis du gel, et l'image des grouines, gélifractes fossiles hérités de l'altération des massifs rocheux calcaires au cours des grandes glaciations du Quaternaire, reste bien présente dans les esprits dès que l'on aborde le sujet bien que les échelles de temps et de puissance de gel soient totalement différentes. Cette réputation repose bien souvent sur un malentendu résultant d'une inadéquation entre les protocoles de détermination de la sensibilité au gel des matériaux et les caractéristiques propres aux roches calcaires.

Les travaux concernant le gel des matériaux naturels en général et des roches calcaires en particulier ont été traités sous des angles différents selon le domaine de prédilection des équipes de recherche. En France, le **Centre de Géomorphologie de Caen** a développé une démarche fondée sur la caractérisation des matériaux et des gélifractes fossiles. L'aspect théorique des mécanismes du gel, englobant des approches thermodynamiques, physiques, et mathématiques du problème, a surtout été développée par les équipes de recherche du **Centre CNRS d'Aérothermique de Meudon** et du **Laboratoire Central des Ponts et Chaussées**. Ces études ont porté principalement sur la compréhension des mécanismes du gel des sols et des roches, ainsi que sur la modélisation du gel de ces matériaux dans les ouvrages du Génie Civil (en structure routière, par exemple).

Nous avons adopté, dans ce travail, une démarche intermédiaire, fondée sur une **caractérisation précise des roches calcaires** du point de vue **pétrophysique** et plus particulièrement sur **l'analyse du milieu poreux de ces matériaux**. Cette approche rejoignait une des préoccupations du **Laboratoire de Géomécanique** de l'**Ecole Nationale Supérieure de Géologie de Nancy**, concernant la physique des roches au sens large.

Les matériaux choisis, pour mener cette étude, sont des **calcaires de Lorraine**, issus de quatre sites d'exploitation et représentant dix faciès différents couvrant une large gamme de structures carbonatées et d'utilisations dans les divers domaines du Génie Civil.

Les phénomènes de **saturation en fluides** dans ces roches calcaires, ainsi que leur répartition sont liés au réseau poreux de la roche par le simple fait que ce réseau va servir de réceptacle au fluide. De la même façon, **le changement de phase de l'eau lors du gel** et les contraintes induites par le gel siègent au sein du réseau poreux. Une étude de la saturation en eau et des mécanismes de gel de l'eau dans une roche passe donc par la compréhension du milieu poreux de cette roche, en termes de forme, de répartition de pores (tailles et emplacements), et de types de porosité (de pores, de capillaires, ou de fissures).

La détermination d'un certain nombre de **paramètres du réseau poreux des roches carbonatées** fait l'objet de la **première partie** et va nous permettre d'avoir une image de ce réseau. Nous tenterons de dégager des lois physiques d'évolution de ces paramètres en fonction du type de roche calcaire afin d'évaluer en particulier l'influence du faciès calcaire. Les moyens mis en oeuvre pour caractériser ces réseaux carbonatés se composent d'analyses directes de la texture rocheuse (visualisation au microscope électronique à balayage) ainsi que de méthodes d'analyses indirectes. Ces dernières sont constituées d'une panoplie d'essais physiques et mécaniques comprenant :

- des mesures de masses volumiques et de porosités,
- la porosimétrie au mercure,
- les propriétés acoustiques des matériaux (propagation et atténuation des ondes ultrasoniques),
- l'étude de la fissuration par des essais de compression isotrope.

Dans une **deuxième partie**, nous traiterons des **différents modes de saturation et de distribution d'eau dans ces matériaux en fonction de leurs types de réseau poreux**, ceci sur la base d'expérimentations reposant sur des saturations par différentes méthodes (immersion totale, capillarité) ainsi que sur des mesures de perméabilité.

A la lumière de ces résultats, nous aborderons dans une **troisième partie, les mécanismes de gel des roches calcaires**. Nous essayerons d'abord de dégager les processus prépondérants à partir d'une analyse des différentes théories avancées. Une étude expérimentale, reposant sur une **simulation des conditions de gel** en laboratoire et sur un **suivi de l'endommagement à partir des propriétés ultrasoniques**, viendra étayer ces mécanismes théoriques. Nous tenterons d'en dégager une **relation entre durabilité au gel et type de réseau poreux**. Le dernier chapitre, cloturant cette troisième partie, abordera **l'aspect normatif** (granulats, pierres, enrochements calcaires) avec un oeil critique, sur la base des conclusions tirées de l'analyse expérimentale.

## ***INTRODUCTION***

La connaissance de la géométrie du milieu poreux des roches carbonatées est le point de départ obligatoire d'une étude des processus de saturation en eau et des mécanismes de gel de l'eau dans ces roches calcaires.

Le but de cette partie est de déterminer les paramètres fondamentaux caractérisant le réseau poreux et d'apprécier l'influence du faciès calcaire sur ces paramètres.

L'expérimentation permettant la détermination de ces paramètres repose principalement sur la porosimétrie au mercure. Cet essai, délicat tant d'un point de vue manipulation expérimentale que d'un point de vue interprétation, est riche en renseignements si l'on a bien à l'esprit la réalité physique des paramètres mesurés.

Des mesures de porosités et de masses volumiques par différentes méthodes ainsi qu'une détermination de la porosité de fissure des matériaux par un essai de compression isotrope hydrostatique complètent cette étude. Les propriétés ultrasoniques des matériaux (vitesse et atténuation des ondes) sont également utilisées comme moyen de caractérisation et permettent de valider certains paramètres du milieu poreux.

Cette partie débouche sur une répartition des faciès calcaires en différentes familles de milieux poreux fondée sur les propriétés structurales et géométriques des réseaux poreux, chaque famille étant susceptible de se comporter d'une façon particulière vis à vis des processus de saturation, transport de fluides et des mécanismes de gel.



**1. GENERALITES SUR LES ROCHES CARBONATEES**

Il n'est pas question, dans ce paragraphe, de détailler tous les éléments entrant en jeu dans la composition des roches carbonatées, mais simplement de rappeler quelques notions élémentaires afin de faciliter la description du matériau calcaire étudié et la compréhension de la répartition de la porosité dans une roche calcaire. Toute roche carbonatée possède une texture qui lui est propre et qui résulte de l'agencement "d'éléments" pétrographiques unitaires. Ces "éléments" peuvent être classés en trois principaux groupes :

- les éléments figurés,
- la phase de liaison entre ces éléments figurés,
- les espaces poreux.

**1.1. ELÉMENTS FIGURÉS**

Les éléments figurés carbonatés sont formés soit par des matériaux carbonatés transportés d'origine détritique (bioclastes, lithoclastes), soit par des particules individualisées par une structure d'origine synsédimentaire (oolithes, oncolithes, pellets). La notion d'élément figuré englobe également les éléments minéraux non carbonatés, comme la matière organique, les oxydes et hydroxydes, les minéraux argileux ou siliceux qui peuvent avoir une origine détritique, néoformée ou diagénétique.

**1.2. PHASE DE LIAISON**

Tous les éléments figurés que l'on observe dans une roche, sont généralement entourés par une phase de liaison représentée par une matrice carbonatée fine ou par un ciment plus grossier.

Les phases de liaison carbonatées se différencient soit par leur minéralogie (principalement calcite ou dolomite), soit par leur classe de cristallinité. L'ouvrage d'Elf-Aquitaine sur la caractérisation des roches calcaires (1975) donne l'échelle de cristallinité suivante :

- Micrite (ou dolomicrite) : carbonates de cristallinité inférieure à 10  $\mu\text{m}$ ,
- Microsparite (ou dolomicrosparite) : carbonates de cristallinité comprise entre 10 et 80  $\mu\text{m}$ ,
- Sparite (ou dolosparite) : carbonates de cristallinité supérieure à 80  $\mu\text{m}$ .

La classification de Folk (1959) donne une coupure à 4  $\mu\text{m}$  entre micrite et microsparite et 10  $\mu\text{m}$  entre microsparite et sparite. Pour notre part, nous nous sommes fondés sur l'individualisation ou non des cristaux au microscope électronique. Dans la description des faciès qui va suivre, une phase micritique correspondra à des cristaux peu ou pas discernables (quelques microns), une phase microsparitique, à des cristaux d'une taille allant jusqu'à une dizaine de microns, et une phase sparitique à ceux de taille supérieure.

Ces classifications prennent un caractère génétique si l'on considère qu'une phase de liaison micritique correspond généralement à une boue carbonatée de dépôt, alors que la cristallisation de microsparite ou de sparite apparaît surtout liée aux transformations diagénétiques précoces ou tardives des dépôts. Toutefois, des micritisations secondaires peuvent exister dans le cas, par exemple, d'éléments figurés subissant une activité organique.

D'autre part, la forme et l'agencement des cristaux calcitiques permettent de différencier :

- la calcite en frange fibreuse ("dent de chien" ou palissadique, cristaux allongés en forme d'aiguille), ou granulaire. Les cristaux croissent à partir d'une base donnée (généralement une limite de grain) avec un gradient de taille ;

- la calcite en mosaïque (régulière ou irrégulière), composée de cristaux rhomboédriques qui combleraient généralement les espaces intergranulaires ;

- la calcite épitaxiale (ou syntaxiale), cas particulier d'arrangement où les cristaux croissent en continuité cristalline avec un élément substrat (le plus souvent des fragments d'échinodermes).

Les différentes variétés d'éléments figurés présentes dans une roche calcaire et leur agencement à l'intérieur d'une phase de liaison donnée définissent la texture de la roche. Cette texture englobe les espaces poreux présents au sein de la phase solide carbonatée.

### 1.3. CLASSIFICATIONS

Les classifications proposées pour les roches carbonatées sont nombreuses et reposent essentiellement sur des critères descriptifs et/ou génétiques. Nous avons choisi d'adopter les classifications préconisées par l'ouvrage d'Elf-Aquitaine (1975) reposant sur les travaux de Folk (1959) et de Dunham (1962).

La classification de Folk (Tab. 1.I) résulte de la description pétrographique des éléments en présence (nature et cristallinité de la phase de liaison, nature des éléments figurés).

La classification de Dunham (Tab. 1.II) repose sur la caractérisation texturale de la roche et concerne la disposition présente des composants de la roche reflétant l'arrangement lors du dépôt. Les

critères essentiels sont la présence d'une boue carbonatée ou d'un ciment sparitique, la proportion d'éléments figurés et la disposition jointive ou non de ces éléments. Aux quatre catégories spécifiées dans le tableau 1.II, se rajoute le terme de boundstone réservé aux calcaires construits (calcaires récifaux, par exemple). Cette classification, par l'évaluation de la proportion relative de grains et de sédiments fins, fournit des indications concernant l'aspect hydraulique du milieu de dépôt.

Ces deux classifications sont obtenues à partir d'échelles d'études différentes. La classification de Folk correspond à des observations microscopiques (études sur des lames minces), alors que celle de Dunham correspond à des observations macroscopiques (observations de terrain). Cette dernière comprend de plus un aspect génétique et fournit des renseignements quant aux milieux de dépôts.

p% d'éléments figurés			p > 10%			1% < p < 10%	p < 1%	
Phase de liaison			Micrite	Microsparite	sparite	Micrite	Micrite	
Composition "volumique" des éléments figurés	> 25% d'intraclastes (lithoclastes)		Intramicrosparite	Intramicrosparite	Intrasparite	Micrite à intraclastes	Micrite	
	< 25% d'intraclastes	> 25% d'oolithes	Oomicrite	Oomicrosparite	Oosparite	Micrite à oolithes		
		Rapport volumique bioclastes / pellets	> 3/1	Biomicrosparite	Biomicrosparite	Biosparite		Micrite à bioclastes
			1/3 << 3/1	Biopelmicrosparite	Biopelmicrosparite	Biopelsparite		Micrite à pellets
			< 1/3	Pelmicrosparite	Pelmicrosparite	Pelsparite		

Tab. 1.I. Classification des roches carbonatées selon Folk (1959). Le tableau présente le cas d'une phase de liaison calcitique. Dans le cas d'une phase de liaison dolomitique, les termes micrite, microsparite et sparite sont remplacés respectivement par les termes dolomicrite, dolomicrosparite et dolosparite.

Grains		Avec boue carbonatée	Sans boue carbonatée
Jointifs	>10%	PACKSTONE	GRAINSTONE
Non jointifs		WACKSTONE	
	<10%	MUDSTONE	

Tab. 1.II. Classification des roches carbonatées selon Dunham (1962).

## 2. POROSITE ET MORPHOLOGIE DE L'ESPACE POREUX

### 2.1. DÉFINITION DU MILIEU POREUX

Un milieu poreux est défini comme un ensemble d'espaces vides limités par une matrice solide. Le volume total des espaces vides dans un volume rocheux donné rapporté à ce volume rocheux représente la porosité de la roche. Paradoxalement, le milieu poreux d'une roche est caractérisé par la phase solide qui limite les vides eux-mêmes et leur confère une certaine géométrie. Nous emploierons par la suite le terme de structure du milieu poreux pour évoquer l'agencement et la géométrie des espaces poreux par opposition à la texture d'une roche qui définit l'agencement des éléments solides entre eux (éléments figurés et phase de liaison).

Le milieu poreux d'une roche a deux origines possibles :

- l'agencement textural de la roche et la porosité qui en découle étaient acquis dès la lithification précoce des dépôts carbonatés ; on parlera, dans ce cas, de porosité primaire ;
- l'agencement textural de la roche est le résultat de processus diagénétiques postérieurs au dépôt et qui l'ont modifié ; une porosité secondaire peut alors apparaître, à la suite des dissolutions, recristallisations et/ou fracturations résultant de la diagenèse précoce à tardive.

Ainsi, la porosité que l'on observe dans un échantillon calcaire est la somme de la porosité primaire résiduelle, si celle-ci est encore détectable, et de la porosité secondaire qui vient généralement masquer une grande partie de la porosité primaire.

### 2.2. POROSITÉ ET MORPHOLOGIE DU MILIEU POREUX

$$N_t = \frac{\text{Volume de vides}}{\text{Volume total}}$$

Les roches calcaires ont des porosités totales  $N_t$  qui varient de moins de 1%, pour des calcaires compacts très fins, à plus de 40% pour certaines craies. On distingue classiquement la porosité dite de pores et la porosité fissurale.

#### 2.2.1. Fissures et fractures

Ces espaces poreux sont caractérisés par une géométrie où deux dimensions sont très grandes par rapport à la troisième. La fissuration peut apparaître à différentes échelles (échelle du massif, de l'échantillon, du grain) et résulte essentiellement des contraintes thermiques et mécaniques subies par la roche au cours de son histoire.

La fracturation à grande échelle ou macrofissuration est courante dans le cas des roches calcaires et se présente généralement comme un maillage de fractures et de diaclases plus ou moins lâche au sein des massifs rocheux.

Par contre, la microfissuration (échelle du grain) est plus rarement développée dans les roches calcaires. Ceci est dû en partie à l'homogénéité minéralogique de la phase solide carbonatée et aux propriétés mécaniques intrinsèques du cristal de calcite dont le clivage facile peut dissiper les contraintes subies. Toutefois, cette absence apparente de microfissuration est relative ; en effet, des microfissures existent mais leur volume est négligeable par rapport au volume poreux de type pore. Ces microfissures pourront se développer au niveau des hétérogénéités texturales de la roche (limites grains-phase de liaison, bordures de grands cristaux de calcite) et se présenteront plutôt sous la forme de joints de grains.

### **2.2.2. Pores**

Ce sont les espaces poreux dont au plus une dimension est beaucoup plus grande que les deux autres. C'est ce type de porosité que l'on rencontre le plus souvent dans les roches calcaires. La description de ces vides porte essentiellement sur des critères qualitatifs (origine, localisation, forme) et quantitatifs (dimensions).

#### **2.2.2.a. Eléments qualitatifs**

L'histoire de l'agencement textural de la roche (contemporain du dépôt ou issu de la diagenèse) conduit à une première distinction entre porosité primaire, originelle du dépôt, et porosité secondaire, résultant de l'histoire diagenétique de la roche.

De plus, la localisation de la porosité au sein de la texture carbonatée induit une distinction entre porosité intra et intergranulaire.

##### *Porosité intragranulaire*

Ce sont les espaces poreux existant à l'intérieur des éléments figurés, soit par la nature même de ces éléments (vides associés à l'arrangement des cristaux, loges des micro-organismes), auquel cas cette porosité est primaire, soit par dissolution partielle de ces éléments, conduisant à une porosité secondaire. La caractéristique essentielle de la porosité intragranulaire est sa faible connexion avec la globalité du milieu poreux. Les accès, généralement de petites dimensions, sont situés entre les microcristaux de calcite constituant l'enveloppe des éléments figurés (micritisation de surface).

##### *Porosité intergranulaire*

Ce sont les espaces poreux existant dans la phase de liaison, entre les éléments figurés. Ces vides sont dus, soit à l'arrangement originel du dépôt (porosité primaire), soit à la dissolution partielle de la phase de liaison ou des bordures de grains (porosité secondaire).

La forme des espaces poreux conduit à une différenciation entre une porosité de pores *sensu stricto* et une porosité capillaire. Ces porosités auront des comportements différents vis à vis du transport et du stockage des fluides.

#### *Porosité de pores s.s.*

Ce sont les espaces poreux dont les trois dimensions ont le même ordre de grandeur. Ils peuvent être schématisés par une forme subsphérique. Cette porosité correspond à la notion intuitive de pore et participera principalement aux processus de saturation et de stockage de fluide.

#### *Porosité capillaire ou d'accès*

Ce sont les espaces poreux dont une dimension est plus grande que les deux autres. Ils peuvent être schématisés par une forme cylindrique. Cette porosité peut correspondre aux connexions entre les pores *s.s.* (on parlera alors d'accès aux pores) et participera principalement aux processus de transport de fluide.

La description qualitative complète du milieu poreux nécessite la définition de quelques termes supplémentaires :

#### *Porosité occluse*

D'un point de vue théorique, il s'agit des espaces poreux complètement déconnectés de l'ensemble d'un réseau poreux. Dans une roche sédimentaire, il est rare de rencontrer de telles porosités alors qu'elles sont plus courantes dans les roches cristallines. Par contre, d'un point de vue pratique, la porosité occluse se définit non plus comme une caractéristique intrinsèque du matériau mais par rapport à une méthode de mesure. Il s'agit, dans ce cas, de la porosité non atteinte par la méthode de mesure (non accessible au mercure au cours d'un essai porosimétrique, par exemple) du fait de chemins d'accès trop étroits. Dans le cas contraire, on parlera de porosité accessible par une méthode de mesure.

#### *Porosités libre / piégée*

Cette distinction repose sur le comportement du milieu poreux vis à vis de l'imbibition ou du drainage d'un fluide. La porosité piégée reste saturée en fluide non mouillant lors d'un essai d'imbibition alors que la porosité libre se sature en fluide mouillant. La notion de piégeage est une caractéristique fondamentale du comportement d'un matériau vis à vis des fluides (eau, pétrole, gaz). Elle sera largement détaillée dans la suite du texte et nous verrons que la distinction entre porosité libre et piégée est principalement fondée sur les variations dimensionnelles entre les pores et leurs accès.

### *2.2.2.b. Eléments quantitatifs*

Les éléments quantitatifs permettant de décrire un milieu poreux se résument à une analyse de type granulométrique de la taille des pores résultant de méthodes de mesures directes ou indirectes. Le milieu poreux constitue un milieu continu à trois dimensions. L'analyse granulométrique privilégie deux dimensions par rapport à la troisième. Ainsi, les valeurs ne pourront être considérées comme des valeurs absolues, intrinsèques au matériau, mais représentent des valeurs relatives liées à la

méthode de mesure. Par exemple, l'analyse directe des diamètres de pores à partir d'un examen en lame mince (comptage de points ou analyseur automatique d'image) se limite à une vue en deux dimensions du milieu poreux. L'étude indirecte des dimensions du milieu poreux, à partir de la porosimétrie au mercure, donnent des valeurs relatives aux accès aux pores et non pas des valeurs propres aux pores eux-mêmes du fait des processus d'invasion du réseau poreux par le mercure.

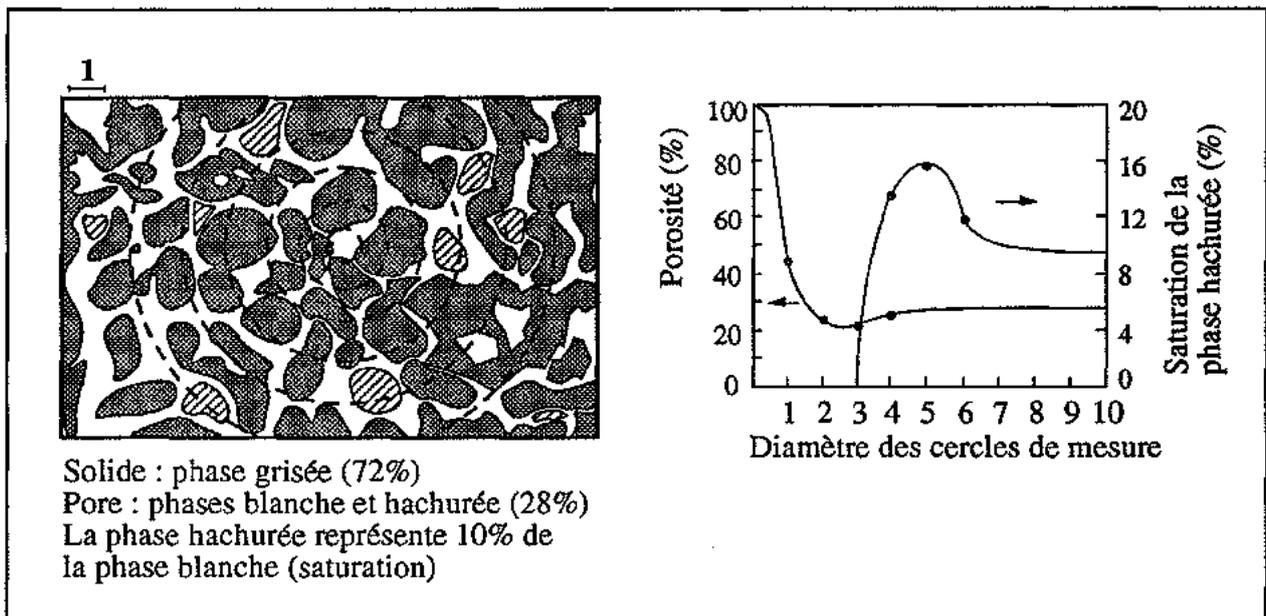
La taille des espaces poreux conduit à une distinction entre microporosité et macroporosité. La coupure granulométrique séparant micro et macropores diffère selon les auteurs et les méthodes de mesures, le rayon seuil diminuant généralement avec l'échelle d'étude. Choquette et Pray (1970) définissent les micropores comme les pores de rayon inférieur à 30  $\mu\text{m}$  à partir de l'examen en lame mince. Pittman (1971) propose une limite à 0,5  $\mu\text{m}$  en rayon de pore à partir d'études au microscope électronique à balayage. Goni *et al.* (1968) limitent la microporosité à des rayons inférieurs à 7,5  $\mu\text{m}$ , donnés par la porosimétrie au mercure. Cette valeur correspond en fait au passage à pression atmosphérique au cours de la montée en pression d'injection du mercure dans l'échantillon et n'a pas de réelle valeur physique. Bousquié (1979) propose deux coupures différentes selon que la mesure est réalisée à partir d'une analyse en lame mince (5  $\mu\text{m}$ ) ou d'un essai porosimétrique au mercure (1  $\mu\text{m}$ ). Ces deux valeurs s'expliquent par le fait que les deux méthodes ne mesurent pas la même chose (rayon d'accès au pore au mercure, rayon de pore en lame mince). Haynes (1978) propose une classification basée sur des distinctions pratiques : les macropores, de rayons supérieurs à 0,02  $\mu\text{m}$ , dans lesquels la condensation ne se produit qu'au voisinage de la pression de vapeur saturante (mécanisme type Kelvin) ; les mésopores, de rayons compris entre 0,002 et 0,02  $\mu\text{m}$ , dans lesquels la condensation capillaire se produit à des pressions de vapeur inférieures à la saturation ; les micropores, de rayons inférieurs à 0,002  $\mu\text{m}$ , où il y a rupture du mécanisme de condensation de Kelvin, la condensation se produit dans ce cas dans le champ d'adsorption du solide qui s'étend sur toute la largeur du pore.

Dans notre cas, la détermination des tailles de pores est principalement fondée sur la porosimétrie au mercure. Cette méthode permet la mesure de dimensions supérieures à 0,002  $\mu\text{m}$ . Nous n'avons pas pu utiliser la classification de Haynes car nous ne disposons pas des mesures de dimensions correspondant aux micropores. Nous avons donc choisi la coupure préconisée par Bousquié à 1  $\mu\text{m}$  en rayon, tout en gardant à l'esprit que ce rayon correspond à un accès au pore. Néanmoins, quelques réserves seront émises ultérieurement quant à la réalité physique de cette coupure.

### 2.3. CONCEPT DE VOLUME ÉLÉMENTAIRE REPRÉSENTATIF

Toute grandeur physique d'un matériau telle que la porosité, la perméabilité, la saturation, doit être mesurée à partir d'un certain volume pour que cette valeur soit représentative de l'ensemble du matériau. On parle alors de volume élémentaire représentatif (VER) ou encore de volume minimum d'homogénéisation.

Un milieu poreux est par essence discontinu. La discontinuité constitue bien le caractère fondamental de ce milieu puisqu'à l'échelle microscopique, en se limitant à la variable porosité, un point se trouve soit dans la phase solide, soit dans les pores. Les dimensions des volumes élémentaires nécessaires pour bien intégrer l'effet des discontinuités peuvent varier notablement pour un même milieu en fonction du paramètre étudié. La figure 1.1 présente un exemple de détermination de volume élémentaire sur un espace poreux vis à vis de différents paramètres (porosité et saturation). On note, sur cet exemple, qu'il existe un rapport de 2 entre les volumes minimum d'homogénéisation liés à la porosité et à la saturation.



*Fig. 1.1. Définition du volume minimum d'homogénéisation sur un exemple d'espace poreux. L'évolution de la porosité et de la saturation est donnée en fonction des diamètres des cercles de mesure (Bourbié et al., 1986).*

Dans le cas d'un espace poreux de type intergranulaire et de granulométrie bien classée, Bourbié *et al.* (1986) estiment l'homogénéisation de la variable porosité atteinte à partir de volumes de dimensions équivalentes à 2 ou 3 diamètres de grains. Dès que la structure poreuse se complique (comme par exemple dans certains calcaires à porosité multimodale), le volume minimum à considérer peut-être très grand par rapport à la dimension unitaire du grain.

Jacquin (1989) retient plusieurs échelles de Volumes Élémentaires Représentatifs et propose les notions de dimensions fractales et de variables régionalisées pour les définir. Il développe l'exemple du paramètre porosité de grès de Fontainebleau. Pour des échelles comprises entre 100µm et 1mm, la porosité de ces matériaux possède une logique interne, traduite par une structure fractale. La porosité devient significative en tant que caractéristique du milieu poreux pour des échelles de 1mm à 10mm : le matériau poreux présente une structure "euclidienne" et peut être modélisé par un

milieu homogène équivalent. Le domaine, compris entre 25mm et 15-20cm, redevient hétérogène vis-à-vis du paramètre porosité : le variogramme de la porosité, considérée comme une variable régionalisée, présente une allure ascendante dans ce domaine d'échelles, et reflète cette nouvelle structuration du milieu. Au delà de 15-20cm, la tendance quasi-horizontale du variogramme, caractéristique de l'existence d'une portée, traduit l'homogénéité du matériau et la représentativité du paramètre porosité. Jacquin (1989) montre bien, par cet exemple, la spécificité de la notion de V.E.R. à une propriété, celle ci pouvant être successivement représentative ou non du milieu poreux en fonction de l'échelle d'étude.

La prise en compte de cette notion de volume élémentaire implique donc une étude à différentes échelles selon le type de porosité que l'on souhaite mesurer :

- échelle microscopique (500  $\mu\text{m}$  à 1mm) : pores, capillaires, microfissures ;
- échelle centimétrique ou décimétrique : fissures, litages, stylolithes ;
- échelle métrique : fissures larges, stratification ;
- échelle du massif : fractures (failles, diaclases), karstification,...

Tout au long de ce travail, que ce soit au niveau de la caractérisation du milieu poreux, de l'étude du comportement de l'eau ou des mécanismes de gel, nous préciserons l'échelle d'étude adoptée et la représentativité des paramètres mesurés par rapport à la globalité du matériau.



---

**CARACTERISATION DES ROCHES  
CALCAIRES ETUDIEES**

**1. MOTIVATION DU CHOIX DES ROCHES**

La couverture sédimentaire de la région Lorraine est constituée à 80% de roches calcaires ou marno-calcaires. Ces roches recouvrent pratiquement l'ensemble des faciès calcaires connus. Les matériaux étudiés ont été choisis sur des critères économiques et texturaux.

**1.1. CRITÈRES TEXTURAUX**

Une large gamme de faciès calcaires était souhaitée. Nous avons donc sélectionné des matériaux calcaires représentant des faciès pétrographiques et texturaux génériques, issus d'environnements sédimentaires de dépôts variables ou ayant subi une histoire diagénétique différente. Le but fixé étant l'étude de la structure du milieu poreux, nous avons été amené à privilégier l'aspect textural. Afin de limiter l'influence de la composition minéralogique, nous avons décidé de choisir des matériaux à forte teneur en carbonate de calcium ; ainsi, les calcaires marneux et marno-calcaires ont été écartés de notre choix. D'autre part, il nous fallait choisir des matériaux recouvrant une large gamme de propriétés pétrophysiques et en particulier une gamme de porosités totales et de types de réseaux poreux étendue.

**1.2. CRITÈRES ÉCONOMIQUES**

Nous nous sommes limités à des matériaux calcaires extraits de grands sites d'exploitation et dont l'utilisation recouvre un large éventail des domaines du Génie Civil : pierre de construction, pierre d'ornement, granulats routiers d/D, granulats bétons, enrochements de rivières ou de digues.

Nous souhaitons également avoir une gamme étendue de qualités géotechniques déterminées par des essais normalisés classiques. Nous nous sommes attachés particulièrement au caractère gélif ou non gélif, reconnu historiquement.

Une compilation des matériaux calcaires de Lorraine, classés d'après leurs textures, leurs qualités géotechniques et pétrophysiques a été réalisée (Remy et Bellanger, 1990) à partir de données bibliographiques issues soit de travaux réalisés au niveau régional (Konomi, 1976, Didot, 1986, Fernoux, 1987, Laurent, 1988, Sakubu, 1988), soit d'ouvrages plus généraux (Riffault, 1969, Panet *et al.*, 1976). Parmi l'ensemble des matériaux calcaires répertoriés, 10 faciès, issus de 4 carrières en exploitation et répondant aux contraintes fixées, ont été sélectionnés.

## 2. DESCRIPTION DES FACIES CARBONATES

### 2.1. LOCALISATION

Les roches calcaires choisies appartiennent au Jurassique moyen à supérieur (Bajocien et Oxfordien) de Lorraine et proviennent des carrières de Jaumont (Moselle), de Dugny, Euville, Lérrouville (Meuse) et de Gudmont (Haute-Marne) (Fig. 2.1).

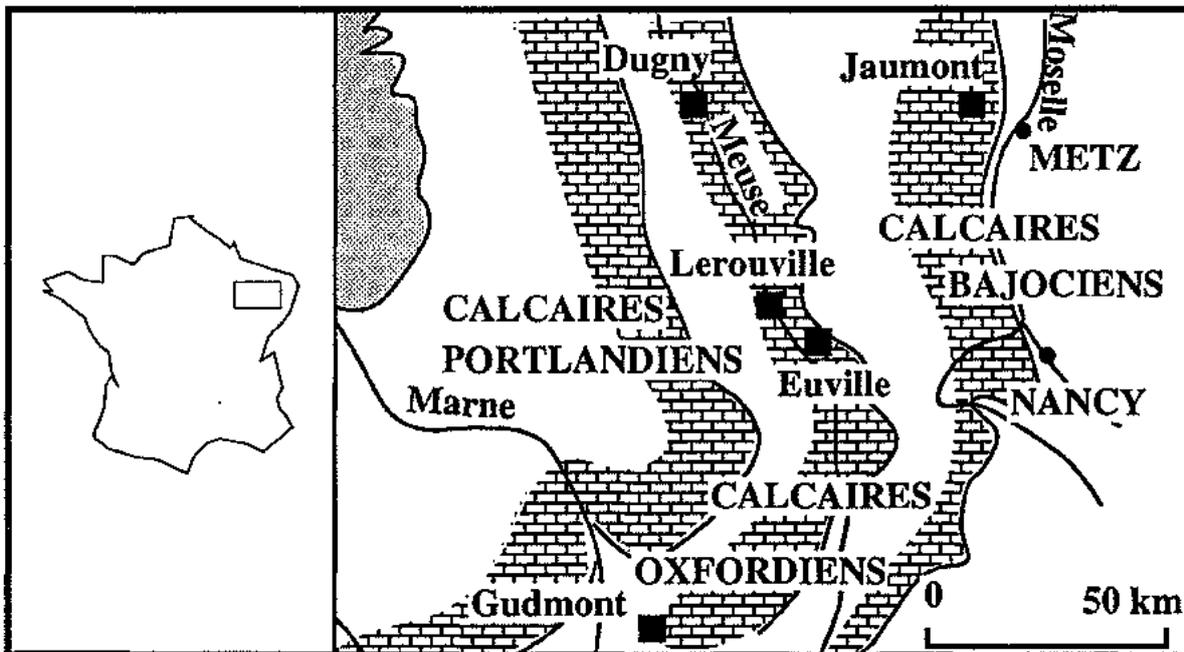


Fig. 2.1. Localisation géographique et géologique des roches calcaires étudiées.

## 2.2. CRITÈRES D'ÉCHANTILLONNAGE

Le problème du choix des matériaux s'accompagnait d'un problème de représentativité de l'échantillonnage par rapport à l'ensemble de la carrière considérée. Nous avons tout d'abord procédé à un prélèvement d'échantillons suivant l'évolution verticale des faciès sur les fronts de taille et en tenant compte des variations latérales afin de déterminer les faciès principaux, constitutifs des matériaux extraits et commercialisés. Des blocs pluridécimétriques de ces faciès ont ensuite été prélevés directement sur le front de taille en prenant la précaution d'échantillonner du matériau frais ne présentant ni altérations importantes, ni recristallisations de surface.

La carrière de Jaumont, d'une puissance verticale limitée ( $\approx 15\text{m}$ ), présente par contre une extension latérale importante ( $\approx 1\text{km}^2$ ). L'ensemble a été subdivisé en trois faciès (J1, J2 et J5), représentatifs des trois niveaux successifs visibles verticalement sur le front de taille.

Ces faciès diffèrent par leur granulométrie (J5 plus grossier que J1 et J2) et par leurs utilisations. Le faciès J5, provenant du niveau moyen de la carrière (6m), est exploité en blocs plurimétriques et constitue la "Pierre de Jaumont" s. s., matériau de construction de très bonne qualité, réputé non gélif, utilisé pour la construction de grands édifices lorrains (cathédrale de Metz, gares de Metz et de Nancy). Les faciès J1 et J2, à débits en plaquettes (niveaux inférieur - J1, 3m - et supérieur - J2, 3m) sont surtout utilisés en dallages et granulats routiers.

Les carrières d'Euville et de Lérrouville présentent un faciès de calcaire à entroques homogène à l'échelle du massif exploité (20m). Les "Pierres d'Euville et de Lérrouville", de qualités historiquement reconnues, sont exclusivement utilisées comme matériaux de construction et plus particulièrement comme pierres d'ornement.

La carrière de Gudmont se compose de deux fronts d'exploitations. Le front inférieur ( $\approx 20\text{m}$ ) fournit un calcaire micritique à texture crayeuse utilisé principalement comme pierre à chaux. Ce matériau ne fait pas parti de notre étude.

Le front d'exploitation supérieur ( $\approx 30\text{m}$ ) est subdivisé en deux grandes unités présentant chacune un faciès dominant. L'unité inférieure ( $\approx 15\text{m}$ ) est principalement constituée d'un faciès oolithique (Gu2 et Gu3) où viennent s'intercaler des niveaux de calcaires micritiques sans éléments figurés. Ce calcaire micritique de type sublithographique (Gu1) est le faciès prédominant de l'unité supérieure ( $\approx 10\text{m}$ ). Ces trois faciès sont principalement exploités, d'une manière indifférenciée, pour une utilisation en granulats et enrochements. La partie sommitale de la carrière présente un calcaire fin, altéré et très riche en pyrite. Ce faciès n'est pas exploité et constitue la découverte de l'exploitation.

La carrière de Dugny, d'une puissance totale d'environ 70m, est subdivisée verticalement en six fronts de tailles. Le premier front de taille ( $\approx 8\text{m}$ ) présente un calcaire oolithique fin, bien trié. Le faciès exploité (D1 et D2), calcaire micritique sans éléments figurés, utilisé comme pierre à chaux, constitue le faciès dominant des trois fronts de tailles médians ( $\approx 30\text{m}$ ). Des horizons argileux ainsi que des niveaux de calcaires à pisolithes et bioclastes ou à laminations stromatolithiques viennent

s'intercaler entre les bancs plus massifs de calcaires micritiques. La partie sommitale de la carrière (5<sup>ème</sup> et 6<sup>ème</sup> fronts de tailles - 15m) montre des faciès à dominante bioclastique, organisés en séquences de dépôts ; ces faciès sont exploités épisodiquement pour une utilisation en granulats.

L'étude expérimentale présentée dans ce travail a été réalisée sur des échantillons provenant de blocs pluridécimétriques prélevés en carrière. Cet échantillonnage, en accord avec les règles de prélèvement de matériaux préconisées par les normes (NF B 10.001, pierres calcaires, 1975 ; RILEM, méthodes d'essais des pierres naturelles, 1978), n'est représentatif de l'ensemble d'une carrière que si celle-ci présente une homogénéité de faciès à l'échelle du front de taille ; ceci est le cas pour les carrières de Jaumont et d'Euville / Lérrouville. Dans le cas d'un front de taille hétérogène (carrières de Gudmont et de Dugny), l'échantillonnage n'est représentatif que du type de faciès prélevé.

### 2.3. DESCRIPTION

Globalement, l'ensemble des roches calcaires étudiées regroupe trois grands types de faciès carbonatés.

Les calcaires de Jaumont, d'Euville et de Lérrouville sont des calcaires à faciès grainstone. Les éléments figurés sont représentés par des bioclastes, oolithes et lithoclastes pour le calcaire de Jaumont et principalement par des fragments d'entrouques pour les calcaires d'Euville / Lérrouville. Ces éléments figurés renferment une porosité interne soit de type microporosité (structure interne des entrouques du calcaire d'Euville), soit de type macroporosité (dissolution interne des bioclastes du calcaire de Jaumont). L'accessibilité à cette porosité est bien souvent limitée du fait d'une micritisation secondaire de la surface externe des grains.

La cimentation des éléments figurés, liée à l'histoire diagénétique de ces roches calcaires, constitue l'ossature de ces matériaux et leur confère leurs propriétés texturales et structurales. Cette cimentation se présente sous la forme d'une cristallisation intergranulaire microsparitique à sparitique pour le calcaire de Jaumont. La cristallisation sparitique est de type syntaxiale dans le cas des calcaires d'Euville / Lérrouville : la croissance des cristaux de sparite s'effectue en continuité cristalline avec les grains d'entrouques.

Les calcaires oolithiques de Gudmont (Gu2 et 3) ont une texture principalement packstone à wackestone. les oolithes millimétriques de type concentrique sont souvent micritisées. Ces éléments, non jointifs, sont entourés d'une matrice micritique à texture lâche.

Les deux faciès de Dugny et le calcaire sublithographique de Gudmont (Gu1) représentent des faciès mudstone constitués d'une micrite sans éléments figurés. Ces trois calcaires diffèrent par la structure de cette matrice micritique. Dugny 2 (crayeux) présente des cristaux de micrite bien développés, de type polyédrique, formant une charpente lâche. La micrite composant le calcaire de Gudmont 1 montre une texture en mosaïque très dense. Dugny 1 est constitué d'une micrite de type intermédiaire (mosaïque plus lâche que pour Gu1).

La description macroscopique et microscopique détaillée de ces matériaux est présentée sous forme de fiches individuelles réunies en annexe (annexe 1). Chaque fiche comporte :

- une situation géographique et géologique,
- une description macroscopique fondée sur la classification de Dunham,
- une description du microfaciès réalisée à partir de lames minces ou de photographies au microscope électronique à balayage,
- une composition minéralogique issue d'une analyse par diffractométrie des rayons X sur poudres.

Une série de planches photographiques (lames minces, microscope électronique à balayage) fait suite aux fiches synthétiques (annexe 1) et illustre quelques points particuliers ayant trait aux microtextures des matériaux.



**1. DEFINITIONS ET GENERALITES**

La porosité d'une roche représente le volume total de vides inclus dans cette roche. Elle est définie par :

$$N_t = \frac{V_v}{V_t} \times 100 \text{ (\%)} \text{ avec } V_t = V_v + V_s, \quad (3.1)$$

où  $V_v$  est le volume des vides,  $V_s$ , le volume de la phase solide,  $V_t$ , le volume total de l'échantillon. Il suffit d'accéder à la mesure de deux de ces trois volumes pour calculer la porosité.

La détermination des masses volumiques est également liée à la mesure des quantités volumiques  $V_s$  et  $V_t$ . La masse volumique de la fraction solide,  $\rho_s$ , est définie par :

$$\rho_s = \frac{M_s}{V_s} \text{ (g/cm}^3\text{)}, \quad (3.2)$$

où  $M_s$  est la masse de la fraction solide et revient à une mesure de la masse sèche de l'échantillon.

La masse volumique apparente,  $\rho_d$  est définie par :

$$\rho_d = \frac{M_s}{V_t} \text{ (g/cm}^3\text{)}. \quad (3.3)$$

Les méthodes de mesures des fractions volumiques  $V_s$ ,  $V_v$  et  $V_t$  les plus couramment utilisées sont résumées dans le tableau 3.I. Les limites expérimentales de ces méthodes ainsi que les modes d'obtention des différents paramètres sont également présentés dans ce tableau.



## 2. DETERMINATION DES MASSES VOLUMIQUES

Dans le cadre de notre étude, les masses volumiques des différents matériaux calcaires ont été calculées à partir de :

- la mesure directe des dimensions des échantillons ( $V_t$  ; (2) dans le tableau 3.I),
- la méthode par pesée hydrostatique ( $V_s$ ,  $V_v$  et  $V_t$  ; (5) dans le tableau 3.I),
- la mesure au picnomètre ( $V_s$  ; (6) dans Tab. 3.I),
- l'analyse minéralogique ( $\rho_s$  ; (7) dans Tab. 3.I).

### 2.1. REMARQUES SUR LES MODES OPÉRATOIRES UTILISÉS

#### 2.1.1. Détermination de la masse volumique apparente ( $\rho_d$ ) par mesure directe

Ces mesures ont été réalisées sur un minimum de cinq éprouvettes cylindriques à faces rectifiées ( $\varnothing$  : 5 cm, L : 10 cm) par faciès. La masse sèche est déterminée après séchage à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante et retour à température ambiante dans un cristalloir (pesée au 1/100<sup>ème</sup> de gramme). Les dimensions exactes des échantillons sont mesurées au pied à coulisse avec une précision au 1/10<sup>ème</sup> de millimètre.

L'erreur relative ( $dp/\rho$ ) sur le calcul de  $\rho_d$  est de l'ordre de  $10^{-3}$ .

#### 2.1.2. Détermination de la masse volumique de la fraction solide ( $\rho_s$ ) au picnomètre

Trois échantillons par faciès, d'une masse de 50 à 70 grammes, prélevés sur blocs à proximité des éprouvettes cylindriques, sont broyés jusqu'à une granulométrie de silts à argiles (60  $\mu\text{m}$  à 2  $\mu\text{m}$ ). Les masses sèches ( $M_s$ ) sont déterminées après séchage à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante (pesée au 1/100<sup>ème</sup> de gramme). Les poudres sont immergées dans l'eau ; l'ensemble est ensuite désaéré sous un vide de 2,5 Pa. La détermination du volume de la fraction solide repose sur la mesure du volume d'eau équivalent au volume de l'échantillon. Les étapes successives de l'essai sont résumées sur la figure 3.1,  $\rho_s$  est alors définie par :

$$\rho_s = M_s \times \frac{\rho_w}{(M_1 + M_s) - M_2} \quad \text{avec } \rho_w, \text{ masse volumique de l'eau ; } \rho_w = 1.$$

L'erreur relative sur le calcul de  $\rho_s$  est de l'ordre de  $10^{-4}$ .

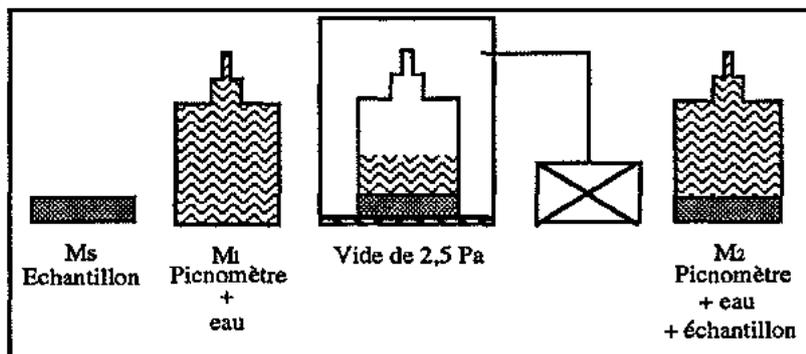


Fig. 3.1. Détermination de la masse volumique de la fraction solide par la méthode du picnomètre. Etapes successives de l'essai et pesées réalisées.

### 2.1.3. Détermination des masses volumiques par pesée hydrostatique

Cette méthode est fondée sur le principe de poussée d'Archimède sur un échantillon saturé et immergé dans un fluide mouillant, en l'occurrence l'eau. L'essai a été réalisé selon la norme NF B 10.503 (Pierres calcaires : mesures de la porosité, de la masse volumique réelle et apparente) sur trois éprouvettes cylindriques à faces rectifiées ( $\phi$ : 5 cm, L: 10 cm) par faciès, séchées à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante ( $M_s$ ). La norme diffère des méthodes classiques de pesée hydrostatique par le mode de saturation des échantillons. En effet, elle recommande de placer les échantillons sous un vide de 20 mm de mercure (pression absolue de 2500 Pa) pendant 24 heures avant de les immerger lentement dans de l'eau désaérée, alors que Bousquié (1979), par exemple, préconise un vide beaucoup plus important de 20  $\mu$ m de mercure (pression absolue de 2,5 Pa). Dans les deux cas, le vide est conservé pendant l'admission de l'eau désaéré puis pendant 24 heures. Les éprouvettes sont ensuite maintenues immergées pendant 24 heures à pression atmosphérique. On pèse ensuite l'échantillon saturé dans l'air ( $M_{sat}$ ) puis dans l'eau ( $M_{im}$ , pesée hydrostatique). Les différentes quantités volumiques sont calculées comme suit :

$$V_v = (M_{sat} - M_s) \times \rho_w, \quad V_s = M_s - M_{im}, \quad V_t = V_v + V_s = M_{sat} - M_{im} \quad (3.4)$$

$\rho_w$  : masse volumique de l'eau,  $\rho_w = 1$ .

L'erreur relative sur le calcul des masses volumiques est de l'ordre de  $10^{-4}$ .

### 2.1.4. Détermination de la masse volumique par densité de constitution

On calcule  $\rho_s$  à partir de la composition minéralogique du matériau calcaire déterminée par diffraction des rayons X (annexe 1, fiches synthétiques) par la formule suivante :

$$\rho_s = \sum \rho_i T_i, \quad \text{où } T_i \text{ est la fraction du minéral } i \text{ de masse volumique } \rho_i (\sum T_i = 1).$$

## 2.2. RÉSULTATS ET COMMENTAIRES

L'ensemble des résultats des mesures des masses volumiques ( $\rho_s$  et  $\rho_d$ , valeurs moyennes et domaines de variation statistiques, DV) est reporté dans le tableau 3.II.

D'un point de vue général, les masses volumiques de la fraction solide les plus faibles sont liées à la présence d'argiles et de quartz (calcaire de Jaumont). Le calcaire de Gudmont 1 à faciès sublithographique a la masse volumique  $\rho_s$  la plus élevée du fait de la présence de pyrite (0,4% dans la composition minéralogique,  $\rho = 5 \text{ g/cm}^3$ ).

Les valeurs de  $\rho_d$  déterminées par la mesure directe des dimensions et de  $\rho_s$  mesurées au picnomètre sont systématiquement inférieures aux valeurs de  $\rho_d$  et  $\rho_s$  par pesée hydrostatique.

La mesure directe des dimensions conduit à la détermination d'un volume total par excès (donc d'une  $\rho_d$  par défaut) du fait de problèmes liés à l'état de surface des échantillons (écaillages, macropores de surface, etc.). La plus faible différence entre les valeurs de  $\rho_d$  se retrouve au niveau

des faciès sublithographiques (Gudmont 1 et Dugny 1) où l'état de surface est le meilleur (absence de macroporosité de surface).

La mesure du volume solide  $V_s$  au picnomètre conduit à une valeur par excès ( $\rho_s$  par défaut). En effet, l'échantillon se présente sous la forme d'une poudre où des grains peuvent conserver un volume de vides non négligeable comptabilisé dans le calcul du volume solide. De plus, l'agencement des éléments est beaucoup plus dense dans le cas d'une poudre non consolidée et certains espaces intergranulaires échappent à la désaération puis à la saturation en eau et sont également comptabilisés dans le volume solide.

Les valeurs de  $\rho_s$  déterminées par pesée hydrostatique sont relativement proches du calcul à partir de la densité de constitution. Il faut rappeler que le calcul par densité de constitution est effectué à partir d'une analyse minéralogique générique pour chacun des faciès.

	Jaumont 1/2	Jaumont 5	Gudmont 1	Gudmont 2	Gudmont 3	Dugny 1	Dugny 2	Euville	Lérouville
$\rho_d$ dim. g/cm <sup>3</sup>	2,12	2,07	2,59	2,39	2,42	2,46	2,06	2,31	2,27
DV	±0,03	±0,02	±0,015	±0,025	±0,02	±0,025	±0,015	±0,02	±0,01
$\rho_d$ hydro g/cm <sup>3</sup>	2,17	2,13	2,62	2,44	2,48	2,48	2,19	2,39	2,35
DV	±0,04	±0,035	±0,025	±0,04	±0,045	±0,02	±0,025	±0,025	±0,02
$\rho_s$ hydro g/cm <sup>3</sup>	2,72	2,72	2,73	2,71	2,7	2,72	2,72	2,71	2,71
DV	±0,045	±0,04	±0,03	±0,045	±0,04	±0,025	±0,025	±0,02	±0,025
$\rho_s$ picno g/cm <sup>3</sup>	2,69	2,68	2,71	2,7	2,69	2,7	2,71	2,7	2,7
DV	±0,01	±0,015	±0,025	±0,015	±0,01	±0,005	±0,005	±0,01	±0,025
$\rho_s$ const. g/cm <sup>3</sup>	2,713	2,711	2,72	2,71	2,715	2,715	2,715	2,717	2,714

*Tab. 3.II. Masses volumiques (valeurs moyennes et domaines de variation, DV) mesurées selon différentes méthodes.*

Par contre, les mesures par pesée hydrostatique présentent les variations les plus élevées. Cet essai est réalisé sur des éprouvettes cylindriques ( $\varnothing$ : 5 cm, L: 10 cm) qui englobent les hétérogénéités éventuelles des faciès ; les variations les plus fortes correspondent aux faciès à litages marqués à l'échelle de l'éprouvette (Jaumont 1 et 2 bioclastiques, Gudmont 2 et 3 oolithiques). Les variations sur les valeurs de  $\rho_d$  mesurées à partir des dimensions des échantillons et de  $\rho_s$  déterminées au picnomètre sont relativement faibles. Les hétérogénéités liées à l'état de surface sont sensiblement les mêmes sur chaque échantillon d'un même faciès ; les échantillons réservés à l'essai au picnomètre sont sous la forme d'une poudre d'une masse d'environ 50 grammes (les éprouvettes utilisées en pesée hydrostatique ont une masse d'environ 400 grammes), ce qui limite l'influence des hétérogénéités de faciès sur la mesure de la masse volumique de la fraction solide.

On ne peut pas, à ce niveau de l'étude, favoriser une méthode plutôt qu'une autre, par manque de valeurs étalons. Ces différentes valeurs vont rentrer dans les calculs de porosités totales. Une comparaison des résultats avec les mesures classiques de la porosité permettra de préciser la validité de ces mesures de masses volumiques.

### 3. MESURES DE LA POROSITE

Nous avons réalisé les mesures de porosité totale suivant trois méthodes répertoriées dans le tableau 3.I :

- Porosité déduite de la densité de constitution ((7) dans le tableau 3.I),
- Porosité accessible à l'eau sous vide ((3) dans Tab. 3.I),
- Porosité mesurée par la méthode de pesée hydrostatique ((5) dans Tab. 3.I).

La mesure de la porosité par injection de mercure sous pression n'est pas présentée ici, elle sera détaillée ultérieurement.

#### 3.1. REMARQUES SUR LES MODES OPÉRATOIRES

##### 3.1.1. Porosité totale déduite de la densité de constitution

La porosité totale  $N_{td}$ , déduite de la densité de constitution, est donnée par :

$$N_{td} = \left(1 - \frac{\rho_d}{\rho_{sd}}\right) \times 100 \quad (\%), \quad (3.5)$$

avec  $\rho_{sd}$  : densité de constitution ( $\text{g/cm}^3$ ) tirée de l'analyse minéralogique,  
 $\rho_d$  : masse volumique apparente ( $\text{g/cm}^3$ ) déterminée par mesure des dimensions sur des éprouvettes cylindriques ( $\varnothing$  : 5 cm, L : 10 cm).

Afin de tester la validité des méthodes de mesure de  $\rho_s$ , nous avons également calculé la porosité totale en remplaçant  $\rho_{sd}$  par  $\rho_{sp}$  mesurée au picnomètre :

$$N_{tp} = \left(1 - \frac{\rho_d}{\rho_{sp}}\right) \times 100 \quad (\%), \quad (3.6)$$

##### 3.1.2. Porosité totale mesurée par pesée hydrostatique

Le mode opératoire utilisé (§ 2.1.3) correspond à la norme NF B 10.503. La porosité totale est donnée par :

$$N_{th} = \left(1 - \frac{\rho_{dh}}{\rho_{sh}}\right) \times 100 \quad (\%), \quad (3.7)$$

avec  $\rho_{dh}$  et  $\rho_{sh}$ , masses volumiques apparente et réelle déterminées par pesée hydrostatique.

L'erreur relative ( $dN/N$ ) liée à la mesure est de l'ordre de  $10^{-4}$ .

##### 3.1.3. Porosité accessible à l'eau sous vide

Les éprouvettes cylindriques ( $\varnothing$  : 5 cm, L : 10 cm) sont pesées après passage à l'étuve à  $60^\circ\text{C}$  jusqu'à masse constante ( $M_s$ ). Le volume total est mesuré directement à partir des dimensions ( $V_d$ ). Les échantillons sont ensuite placés sous un vide de  $20 \mu\text{m}$  de mercure (pression absolue de 2,5 Pa)

pendant 24 heures puis immergés lentement dans de l'eau désaérée. Le vide est conservé pendant l'immersion et pendant 2 heures. Ensuite, les échantillons restent immergés à pression atmosphérique pendant 48 heures puis sont pesés à l'air libre ( $M_{sat}$ ) après essuyage avec un tissu humide afin de limiter le film d'eau sur la surface de l'échantillon (Bousquié, 1979). La porosité totale est calculée de la façon suivante :

$$N_{tw} = \frac{(M_{sat} - M_s) \times \rho_w}{V_t} \times 100 \quad (\%) \quad (3.8)$$

avec  $\rho_w$  : masse volumique de l'eau ;  $\rho_w = 1$ .

L'erreur relative est de l'ordre de  $10^{-2}$ .

### 3.2. RÉSULTATS ET COMMENTAIRES

Le tableau 3.III donne les résultats (valeurs moyennes et domaines de variation statistiques, DV) obtenus selon les quatre types de mesures présentés précédemment.

	Jaumont 1/2	Jaumont 5	Gudmont 1	Gudmont 2	Gudmont 3	Dugny 1	Dugny 2	Euville	Lérouville
<b>N<sub>td</sub> const. (%)</b>	21,86	23,64	4,78	11,81	10,86	9,39	24,12	14,98	16,36
<b>DV</b>	±0,9	±0,7	±0,4	±0,95	±0,65	±0,5	±0,55	±0,75	±0,35
<b>N<sub>tp</sub> picno (%)</b>	21,19	22,76	4,43	11,48	10,03	8,9	23,98	14,44	15,92
<b>DV</b>	±0,95	±1,15	±0,5	±1,1	±1,05	±0,85	±0,8	±1	±1,15
<b>N<sub>th</sub> hydro (%)</b>	20,22	21,69	4,03	9,96	8,15	8,82	19,49	11,81	13,28
<b>DV</b>	±2,7	±2,05	±1,8	±2,55	±2,5	±0,15	±1,6	±1,5	±1,55
<b>N<sub>tw</sub> vide (%)</b>	21,34	23,04	4,43	11,47	9,3	9,12	23,29	13,68	15,6
<b>DV</b>	±1,2	±0,85	±0,3	±1,4	±0,8	±0,95	±1,35	±0,9	±0,7

*Tab. 3.III. Porosités totales (valeurs moyennes et domaines de variation, DV) mesurées selon différentes méthodes.*

D'un point de vue général, les porosités totales sont comprises entre 4% pour le calcaire de Gudmont 1 à faciès sublithographique (matrice micritique très dense) et pratiquement 25% pour le calcaire de Dugny 2 à texture crayeuse. Les calcaires de type packstone à grainstone, bioclastiques (Jaumont, Euville, Lérouville) ou oolithiques (Gudmont 2 et 3) ont des valeurs de porosités intermédiaires.

Les porosités totales mesurées à partir de pesées hydrostatiques (NF B 10.503) sont systématiquement inférieures aux autres valeurs. Le vide limité, réalisé lors de la saturation des échantillons suivant cette méthode, conduit à une saturation partielle des roches et à un volume poreux mesuré par défaut.

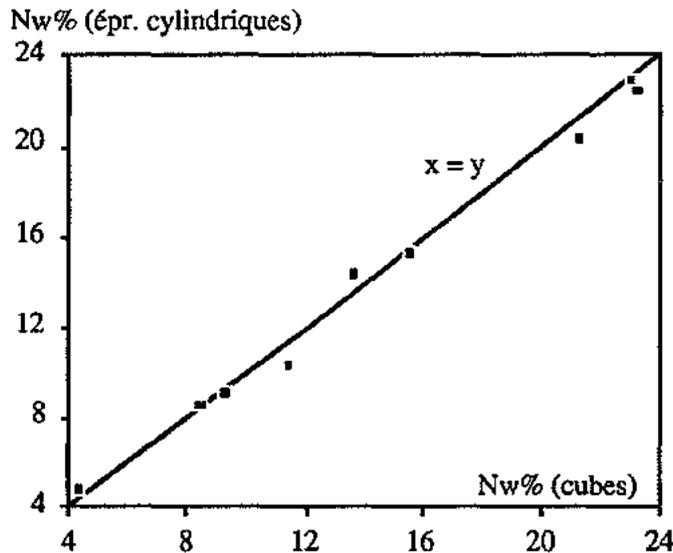
La porosité accessible à l'eau sous vide ( $N_{tw}$ ) est légèrement inférieure à la porosité déduite de la densité de constitution ( $N_{td}$ ). Si l'on estime que cette dernière représente tout le volume poreux du matériau, qu'il soit accessible à l'eau ou "occlus" (non accessible), le degré de saturation obtenu lors de la mesure de la porosité accessible à l'eau sous vide est donné par :  $S_w = (N_{tw} / N_{td}) \times 100$  ; les valeurs sont reportées dans le tableau 3.IV.  $S_w$  est supérieur à 95% (porosité occluse négligeable) sauf pour les calcaires de Gudmont 3 à faciès oolithique et à laminations algaires (85,6%) et d'Euville (91,3%). Pavone (1982) a observé le même phénomène sur des entroquites de la Meuse (dont le calcaire d'Euville) et l'attribue à une micritisation importante de la périphérie des entroques qui isole une part non négligeable de volume poreux intragranulaire du réseau connecté. Le faible degré de saturation du faciès 3 de Gudmont peut être lié au même type de processus : les oolithes présentent une micritisation importante sur leurs périphéries due à une forte activité algale.

Les porosités totales, issues d'une mesure du volume solide par la méthode du picnomètre ( $N_{tp}$ ), sont en bonne concordance avec les valeurs de  $N_{tw}$ . Ceci permet de dire que la mesure du volume solide et le calcul de  $\rho_s$  qui en découle sont plus représentatifs du matériau que la détermination de ce paramètre à l'aide des pesées hydrostatiques réalisées selon la norme AFNOR. De plus, les porosités mesurées par cette dernière méthode présentent les dispersions les plus importantes.

	Jaumont 1/2	Jaumont 5	Gudmont 1	Gudmont 2	Gudmont 3	Dugny 1	Dugny 2	Euville	Lérouville
$S_w$ (%)	97,6	97,5	95,8	97,2	85,7	97,2	96,6	91,3	95,4

*Tab. 3.IV. Degrés de saturation ( $S_w$ ) obtenus lors de la mesure de la porosité accessible à l'eau sous vide.*

Des mesures de porosités accessibles à l'eau sous vide ont été menées sur des échantillons cubiques de 5 cm d'arête afin de vérifier s'il existait un effet d'échelle et de forme. En effet, nous avons vu précédemment que les limites expérimentales de cette méthode étaient principalement liées à l'état de surface de l'échantillon, ainsi qu'à la prise en compte d'un film d'eau sur cette surface lors de la pesée à l'état saturé. Or un échantillon cubique de 5 cm de côté a un rapport surface externe / volume total deux fois plus grand qu'une éprouvette cylindrique de 5 cm de diamètre et 10 cm de longueur. La figure 3.2 montre la relation entre  $N_{tw}$  sur cylindres et sur cubes. Aux variations près, on observe une répartition des points autour de la droite  $x = y$  ; l'effet de surface apparaît donc négligeable et on se place bien dans les deux cas au dessus du volume élémentaire représentatif du paramètre porosité.



*Fig. 3.2. Porosités accessibles à l'eau sous vide mesurées sur éprouvettes cylindriques ( $\phi : 5 \text{ cm}$ ,  $L : 10 \text{ cm}$ ) et sur cubes (5 cm d'arête).*

Dans la suite de ce travail, nous considérerons comme porosité totale  $N_t$  la porosité accessible à l'eau sous vide  $N_{tw}$  (ou  $N_w$ ). Ceci est justifié par la faible différence qui existe entre  $N_{td}$  et  $N_{tw}$  d'une part et par la nature des essais réalisés au cours de ce travail (essentiellement liés au comportement de l'eau au sein du milieu poreux) d'autre part. Cependant, nous garderons à l'esprit la part non négligeable d'espace poreux occlus ( $\approx 10\%$ ) lié à la texture du matériau au sein des calcaires d'Euville et de Gudmont oolithique à laminations algaires (Gu 3).

*Différentes méthodes de mesures existent pour la détermination des masses volumiques apparente ( $\rho_d$ ), de la fraction solide ( $\rho_s$ ), et de la porosité totale ( $N_t$ ). Chaque méthode présente un certain nombre d'avantages et d'inconvénients dus aux modes opératoires et à la préparation des échantillons. Les trois grandeurs mesurées sont liées entre elles par des relations physiques et les méthodes expérimentales les plus satisfaisantes vis à vis de ces relations sont :*

- la mesure des masses volumiques par la méthode du picnomètre,
- la mesure de la porosité accessible à l'eau sous vide.

*Cette porosité  $N_w$  est considérée dans la suite de cette étude comme étant la porosité totale d'un matériau.*

La porosimétrie au mercure est une des méthodes les plus largement utilisées pour mesurer la distribution de la porosité en terme de taille de pore dans un milieu poreux. Cette méthode repose sur les équilibres capillaires entre le mercure et sa phase vapeur dans le réseau poreux.

## **1. LES EQUILIBRES CAPILLAIRES - RAPPELS THEORIQUES**

Lorsque deux fluides non miscibles sont mis en contact, il apparaît une surface de séparation appelée interface. D'un point de vue mécanique, le système fluides - interface est assimilé à deux fluides homogènes, séparés par une membrane élastique uniformément tendue et d'épaisseur infinitésimale.

### **1.1. TENSION DE SURFACE**

Pour définir la tension de surface en un point P, imaginons une courbe AB, sur cette surface, passant par le point P et divisant la surface en deux régions 1 et 2 (Fig. 4.1). Au niveau d'un segment  $\delta l$  de AB, la région 2 exerce une force  $\sigma \cdot \delta l$ , tangentielle à la surface, où  $\sigma$  est la tension de surface ou tension interfaciale en ce point.

Si on considère une surface sphérique (Fig. 4.2), soumise à une tension de surface  $\sigma$  et à des pressions  $P'$  et  $P''$  normales à chaque point de la surface, on aura équilibre de l'interface si une différence de pression  $P'' - P'$  suffisante est opposée à  $\sigma$ .

La tension de surface  $\sigma$  a la dimension d'une force par unité de longueur. Elle est généralement exprimée en N/m (SI) ou en dyn/cm (CGS, 1 dyn/cm =  $10^{-3}$  N/m). La tension interfaciale du couple eau/air à 25°C est de  $72 \cdot 10^{-3}$  N/m, celle du couple mercure/vapeur de mercure est de  $485 \cdot 10^{-3}$  N/m.

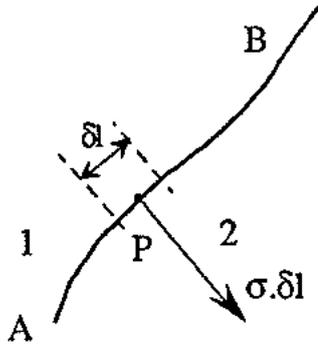


Fig.4.1. Définition de la tension de surface (d'après Defay et Prigogine, 1966).

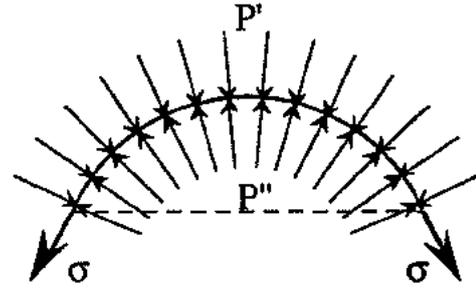


Fig.4.2. Equilibre capillaire d'une interface (d'après Defay et Prigogine, 1966).

## 1.2. ANGLE DE CONTACT ET MOUILLABILITÉ

Les systèmes capillaires en milieu poreux englobent deux phases fluides et une phase solide définissant ainsi trois tensions interfaciales  $\sigma_{f_1f_2}$ ,  $\sigma_{sf_1}$  et  $\sigma_{sf_2}$ . L'équilibre de tels systèmes est relié à l'équation vectorielle suivante :

$$\vec{\sigma}_{f_1f_2} + \vec{\sigma}_{sf_1} + \vec{\sigma}_{sf_2} = \vec{0} \quad (\text{loi du triangle de Neumann}) \quad (4.1)$$

A l'équilibre entre les trois phases en présence (Fig. 4.3), cette équation devient :

$$\vec{\sigma}_{f_1f_2} \cdot \cos\theta = \vec{\sigma}_{sf_2} - \vec{\sigma}_{sf_1} \quad (4.2)$$

où  $\theta$  désigne l'angle de contact du fluide  $f_1$  sur le solide.

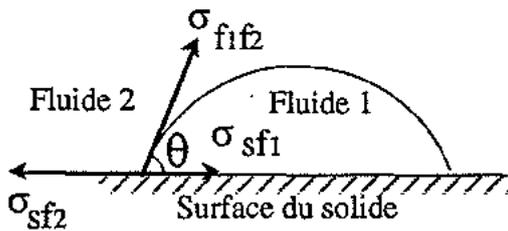


Fig. 4.3. Equilibre triphasique et angle de contact (d'après Dullien, 1979).

La notion de mouillabilité est directement liée à la notion d'angle de contact. La mouillabilité d'une surface solide peut être définie qualitativement comme l'aptitude de cette surface à être recouverte préférentiellement par l'un des fluides présents. Par rapport à une surface solide, un fluide est mouillant si  $\theta$  est inférieur à  $90^\circ$  ou non mouillant si  $\theta$  est compris entre  $90^\circ$  et  $180^\circ$  (Fig. 4.4).

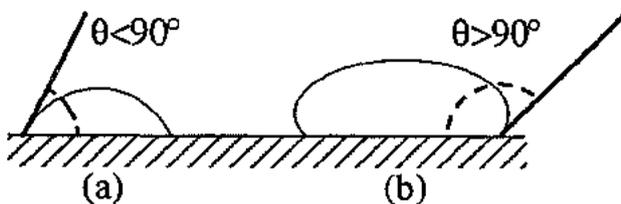


Fig. 4.4. Mouillabilité et angle de contact (a) : fluide mouillant, (b) : fluide non mouillant.

L'angle de contact n'est pas constant pour un fluide et une surface solide donnés. On distingue un angle de contact statique (position d'équilibre) et un angle de contact dynamique (fluide en mouvement) (Fig. 4.5). L'angle de contact dynamique peut avoir deux valeurs : la plus grande ou "angle d'avance" quand le fluide progresse, et la plus petite ou "angle de retrait" que l'on observe quand le fluide se retire. Cette différence constitue l'hystérésis de l'angle de contact, contrôlée essentiellement par la non symétrie de mouillage, l'hétérogénéité et la rugosité de la surface.

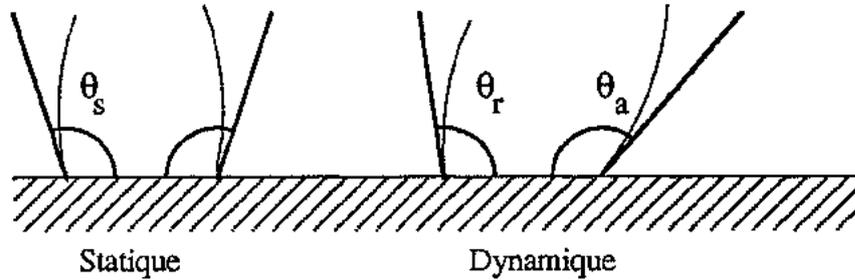


Fig. 4.5. Angles de contact statique ( $\theta_s$ ) et dynamiques ( $\theta_a$  : angle d'avance et  $\theta_r$  : angle de retrait).

### 1.3. EQUILIBRE MÉCANIQUE D'UNE SURFACE - EQUATION DE LAPLACE

La loi de Laplace régit l'équilibre mécanique d'une surface et relie les caractéristiques de la surface à la différence des pressions normales à cette surface et agissant de part et d'autre de celle-ci.

Quelques notions sur la théorie des surfaces sont nécessaires à la définition de cet état d'équilibre par l'équation de Laplace.

#### 1.3.1. Notions sur la théorie des surfaces

Nous nous appuierons principalement, au cours de ces rappels, sur les travaux de Benyettou (1985) qui fournissent une bonne synthèse de l'approche théorique d'une surface.

Soit une surface  $S$  et  $(C)$  une courbe sur cette surface ; on sait associer à  $(C)$  en chaque point un trièdre local dit trièdre de Frenet.

Soit  $M$  un point de  $(C)$ ,  $\vec{\tau}$  un vecteur unitaire tangent à  $(C)$  en  $M$  et  $s$ , abscisse curviligne de  $(C)$ , le trièdre  $(\vec{\tau}, \vec{n}, \vec{b})$  est appelé trièdre de Frenet.

$\vec{n}$ , vecteur normal unitaire à  $\vec{\tau}$ , est défini par :

$$\frac{d\vec{\tau}}{ds} = \rho \vec{n} \quad (\text{cette équation constitue une des formules de Frenet}), \quad (4.3)$$

où  $\rho$  est un scalaire ( $\rho \geq 0$ ) appelé courbure de la courbe  $(C)$  au point  $M$ .

$\vec{n}$  est appelé normale principale de la courbe  $(C)$  au point  $M$ .

Le plan défini par  $\vec{t}$  et  $\vec{n}$  est appelé plan osculateur de (C) en M. La binormale de (C) au point M,  $\vec{b}$ , est définie par :

$$\vec{b} = \vec{t} \wedge \vec{n} \quad (4.4)$$

Le centre de courbure Q de la courbe (C) (ou  $C(\vec{t})$ ) est défini par :

$$\vec{MQ} = \frac{1}{\rho(\vec{t})} \vec{n} = R(\vec{t}) \vec{n}, \quad (4.5)$$

où  $\rho(\vec{t})$  est la courbure de la courbe  $C(\vec{t})$  au point M,

$R(\vec{t})$  est appelé rayon de courbure de la courbe  $C(\vec{t})$  au point M.

Cette relation peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{1}{\rho_n(\vec{t})} = R_n(\vec{t}) \quad (4.6)$$

$\rho_n(\vec{t})$  est appelée courbure normale de la surface S pour la direction  $\vec{t}$  au point M.

Lorsque  $\vec{t}$  décrit toutes les directions du plan tangent en M à S,  $1/R_n(\vec{t})$  prend :

- une valeur maximum  $\frac{1}{R_1} = \rho_1$ ,

- une valeur minimum  $\frac{1}{R_2} = \rho_2$ ,

$\frac{1}{R_1}$  et  $\frac{1}{R_2}$  sont les courbures principales de S en M,

$R_1$  et  $R_2$  sont les rayons de courbure principaux de la surface.

La courbure moyenne de la surface S en M est définie par :

$$H = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (4.7)$$

#### *Théorème d'Euler*

*Etant donnée une surface S et un point M régulier de S, pour tout couple de courbes (C) et (C') de S passant par M et orthogonales entre elles en M, la somme des courbures normales  $\rho_n$  et  $\rho_n'$  ne dépend que de la surface S.*

On a alors le résultat suivant (Benyettou, 1985) :

$$\rho_n + \rho_n' = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (4.8)$$

Quelles que soient les courbes (C) et (C') passant par un point et orthogonales entre elles en ce point, la somme des courbures normales est égale à la somme des courbures principales.

#### *Théorème de Meusnier*

*Le rayon de courbure R en un point M d'une courbe quelconque (C) prise sur une surface S est égal au produit du rayon de courbure R' en M de la section normale correspondante (C') par la*

valeur absolue du cosinus de l'angle  $\theta$  formé par la normale à la surface en ce point et la normale principale à la courbe (C).

On appelle section normale de la surface S au point M, toute courbe d'intersection de la surface avec un plan quelconque passant par la normale à la surface au point M. La section normale au point M qui admet en ce point une tangente commune avec la courbe (C) sera considérée comme section normale correspondante à la courbe (C) au point M.

Le théorème de Meusnier s'exprime par :

$$R = R' \cos \theta . \quad (4.9)$$

### 1.3.2. Equation de Laplace

Etant donné une surface arbitraire et un point P appartenant à cette surface (Fig. 4.6 ; Dullien, 1979), On trace une courbe sur la surface, formant ainsi la limite d'une calotte, dont la distance avec P est une constante g. AB et CD sont deux courbes orthogonales, sur la surface, passant par P ;  $R_1$  et  $R_2$  sont les rayons de courbures principaux de la surface (théorème d'Euler).

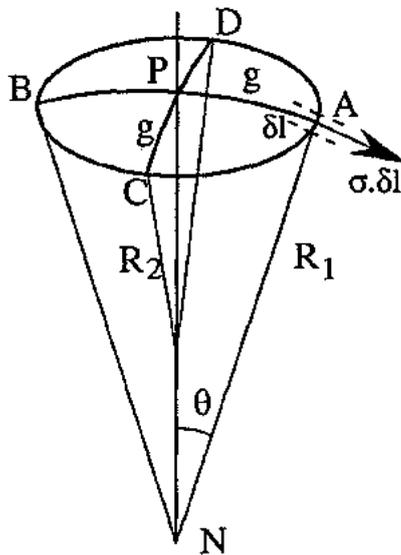


Fig.4.6. Equilibre capillaire d'une surface non sphérique (d'après Dullien, 1979).

Au point A, un élément  $\delta l$  de la calotte est soumis à une force  $\sigma \cdot \delta l$  tangentielle à la surface dont la projection selon la normale PN est :

$$\sigma \cdot \delta l \cdot \sin \Phi = \sigma \cdot \Phi \cdot \delta l = \sigma \cdot (g/R_1) \cdot \delta l \quad (\text{pour } \Phi \text{ petit}) \quad (4.10)$$

L'application de la tension interfaciale  $\sigma$  à quatre éléments  $\delta l$  autour de A, B, C et D contribue à la force suivante :

$$\sigma \cdot \delta l \cdot [2(g/R_1) + 2(g/R_2)] \quad (4.11)$$

Cette expression est indépendante du choix de AB et CD (théorème d'Euler) et son intégration sur toute la circonférence de la calotte conduit à :

$$\pi \cdot \sigma \cdot g^2 \cdot [(1/R_1) + (1/R_2)] \quad (4.12)$$

Pour obtenir l'équilibre mécanique de la surface, cette force doit être égale à la différence des pressions  $P''$  et  $P'$  présentes de part et d'autre de la surface :

$$(P'' - P') \cdot \pi \cdot g^2 = \pi \cdot g^2 \cdot \sigma \cdot [(1/R_1) + (1/R_2)] \quad (4.13)$$

Cette expression conduit à l'équation de Laplace, équation d'équilibre mécanique de la surface :

$$P'' - P' = \sigma \cdot [(1/R_1) + (1/R_2)] \quad (4.14)$$

En introduisant la courbure moyenne de l'interface  $1/r_m$  (ou  $H$ , éq. 4.7), l'équation de Laplace devient :

$$P_c = P'' - P' = 2\sigma/r_m \quad (4.15)$$

La différence de pression induite par la tension interfaciale est fonction de la courbure moyenne du ménisque. Elle correspond à la pression capillaire  $P_c$  qui siège à l'interface entre les deux fluides. Dans le cas d'un ménisque situé dans un capillaire cylindrique de rayon  $r_c$  (Fig. 4.7), la loi de Laplace s'écrit :

$$P_c = P'' - P' = \frac{2\sigma \cdot \cos\theta}{r_c} \quad (4.16)$$

avec  $\theta$ , angle de contact et  $r_c = R_1 = R_2 = r_m/\cos\theta$  (théorème de Meusnier, éq. 4.9), rayon du capillaire cylindrique ( $r_m$  : rayon de courbure moyen du ménisque).

Pour une interface se trouvant dans une fissure d'épaisseur  $e$ , les deux rayons de courbure principaux sont égaux à :

$$R_1 = \infty \quad R_2 = (e/2) / \cos\theta \quad (1/R_1) + (1/R_2) = 2 \cos\theta / e .$$

Dans ce cas, l'expression de la loi de Laplace devient :

$$P_c = P'' - P' = \frac{2\sigma \cdot \cos\theta}{e} \quad (4.17)$$

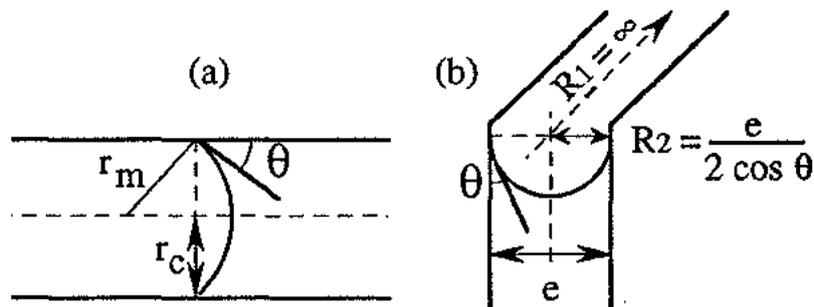


Fig. 4.7. Position d'un ménisque : (a) dans un capillaire cylindrique, (b) dans une fissure.

## 2. L'ESSAI POROSIMETRIQUE PAR INJECTION DE MERCURE

Le principe de l'essai est fondé sur le comportement non mouillant du mercure vis à vis d'une surface solide. L'équilibre capillaire du ménisque à l'interface entre le mercure et la vapeur de mercure (fluide mouillant) est contrôlé par une pression capillaire. L'injection de mercure dans un matériau poreux sera réalisable sous une pression supérieure à la pression capillaire.

### 2.1. CHOIX DU MODÈLE DE MILIEU POREUX

Pour faire pénétrer le mercure dans un tube capillaire de rayon  $r_c$ , il est nécessaire de lui appliquer une pression  $P$  supérieure ou égale à la pression capillaire  $P_c$ , siégeant au niveau du ménisque mercure / vapeur de mercure :

$$P \geq \frac{2\sigma \cdot \cos\theta}{r} \quad (4.18)$$

avec  $\sigma$ , tension interfaciale du mercure et  $\theta$ , angle de contact du mercure au capillaire.

Lors de l'injection de mercure dans un échantillon rocheux, l'approximation du milieu poreux à un faisceaux de capillaires droits et cylindriques (Wardlaw, 1976) conduit à l'équivalence entre pression d'injection et rayon de pore envahi par le mercure par l'intermédiaire de la loi de Laplace. Dans le cas des roches carbonatées, l'angle de contact  $\theta$  du ménisque mercure / vapeur de mercure avec la paroi calcitique est égal à  $140^\circ$ . La tension interfaciale du mercure est de  $485 \cdot 10^{-3}$  N/m à  $25^\circ\text{C}$ .

On peut déjà remarquer qu'un vide sera caractérisé par son rayon d'accès et non par son rayon propre. En effet, le milieu poreux schématisé par la figure 4.8 sera totalement envahi par le mercure si la pression exercée est supérieure ou égale à la pression capillaire  $P_c = (2\sigma \cdot \cos\theta) / r$  induite par le ménisque situé dans le capillaire de rayon  $r$ , bien que le volume de mercure intrusif le plus important soit relatif au pore de rayon  $R_2$ . Une pression d'injection donnée permet donc l'envahissement par le mercure d'un volume poreux de rayon d'accès donné par la loi de Laplace.

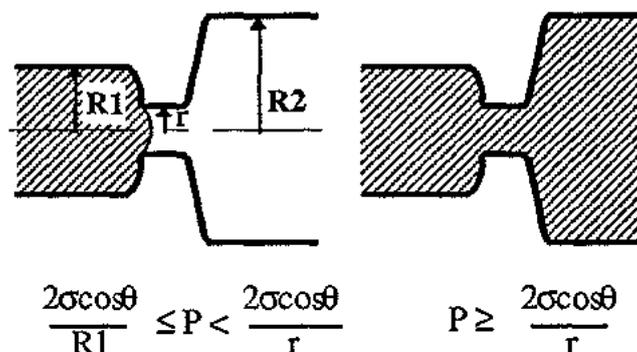


Fig. 4.8. Notion de rayon d'accès (d'après Bousquie, 1979).

## 2.2. L'ESSAI POROSIMÉTRIQUE : INJECTION ET RETRAIT DU MERCURE

L'essai consiste à faire pénétrer du mercure dans un échantillon poreux, préalablement désaéré, en appliquant des pressions croissantes. Le volume de mercure intrusif est mesuré à des paliers de pressions donnés. L'essai complet comprend un double cycle injection-retrait du mercure et conduit à l'établissement de courbes pressions d'injection ou rayons d'accès / volume de mercure intrusif, ce volume correspondant à la part de la porosité totale envahie par le mercure (Fig. 4.9).

L'injection de mercure correspond à la pénétration d'un fluide non mouillant dans un réseau poreux. La vapeur de mercure fait office de phase mouillante. Il faut donc interpréter l'injection de mercure comme un drainage et son retrait comme une imbibition. Dans le cas du retrait, la phase mouillante est créée au fur et à mesure par vaporisation du mercure. Ce phénomène est fondamentalement différent de l'imbibition d'un réseau poreux par un fluide mouillant comme l'eau où la phase mouillante doit pénétrer dans l'échantillon par sa surface externe. Il faudra tenir compte de cette différence si l'on compare les courbes de pressions capillaires de différents couples de fluides (mercure-vapeur de mercure, air-eau, huile-eau) dans un même milieu poreux.

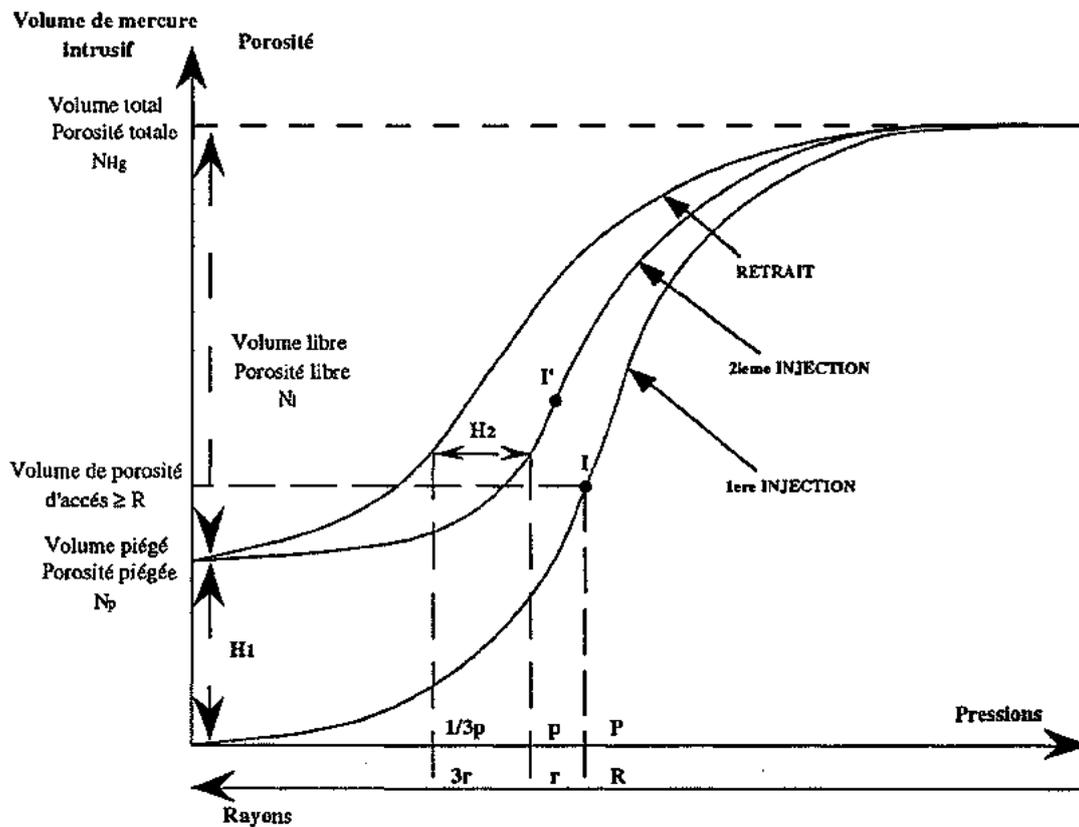


Fig. 4.9. Courbes porosimétriques types : 1<sup>ère</sup> injection de mercure, retrait et 2<sup>ème</sup> injection.

### 2.2.1. Première injection ou drainage

La première injection correspond au déplacement et au remplacement, lors de la montée en pression, du fluide mouillant (vapeur de mercure) par le fluide non mouillant (mercure). Elle fournit la courbe de répartition du volume de mercure intrusif pour une pression donnée, donc, en fonction d'un rayon d'accès donné (Fig. 4.9).

Le volume poreux, envahi par le mercure à une pression donnée, représente une fraction de l'espace poral, composée de pores de rayons variables, uniquement accessible par des étranglements de rayons donnés par la loi de Laplace. On parle d'intrusion différée ou intrusion par palier pour ce phénomène de remplissage d'un ensemble de pores par un accès de faible rayon (Wardlaw, 1976, Lane *et al.*, 1986). A la fin du drainage, toute la porosité accessible au mercure à la pression maximale d'injection est remplie. Le volume intrusif final correspondra donc au volume poreux total ( $N_{Hg}$ ) de l'échantillon accessible au mercure. Les points d'inflexion I, sur la courbe cumulée, donnent les pressions P, et les rayons d'accès aux pores R pour lesquels le volume intrusif est maximal. Ces rayons représentent les rayons d'accès moyens du volume poreux total. Un seul rayon d'accès moyen sur la courbe d'injection (exemple de la figure 4.9) traduit un réseau poreux unimodal ; plusieurs rayons d'accès moyens correspondent à un réseau poreux multimodal.

### 2.2.2. Retrait du mercure ou imbibition

A la suite de la première injection, la diminution par palier de la pression appliquée provoque l'imbibition progressive du réseau poreux par la vapeur de mercure (fluide mouillant). Les espaces abandonnés par le mercure correspondent à un volume poreux dit "libre"  $N_l$  (Fig. 4.9), c'est à dire accessible par le fluide mouillant. Cependant, au terme de la phase de retrait, la désorption du mercure reste incomplète. Une partie du mercure demeure dans le réseau poreux où il occupe le volume poreux dit "piégé"  $N_p$  représenté sur la figure 4.9 par "l'hysteresis" géométrique  $H_1$ . Ce phénomène de piégeage est dû à des ruptures dans le film continu de mercure liées à des variations dimensionnelles du réseau poreux. Le processus de piégeage sera étudié plus en détail dans le chapitre suivant.

### 2.2.3. Deuxième injection de mercure

Une seconde injection de mercure, à la suite du retrait, conduit à l'envahissement de la porosité libre,  $N_l$ . La courbe de répartition qui en découle (Fig. 4.9) diffère de celle de première injection par le volume poreux piégé qui ne participe plus au stockage du mercure. Un phénomène d'hysteresis ( $H_2$  sur la figure 4.9) apparaît entre les courbes de répartition de la porosité libre obtenues au retrait et à la deuxième injection. Une origine thermodynamique est classiquement avancée pour expliquer cette hysteresis (Van Brakel *et al.*, 1981) : la différence entre l'angle de contact dynamique d'avance et de retrait, contrôlée par l'irréversibilité de la mouillabilité et les caractéristiques de la surface des pores serait responsable de l'hysteresis  $H_1$ . Pour un capillaire cylindrique de rayon donné, le retrait s'effectue à une pression  $p'$  comprise entre la moitié et le tiers

de la pression d'injection  $p$  du fait d'un angle de contact de retrait inférieur à l'angle d'avance (Van Brakel *et al.*, 1981). Ainsi, un rayon d'accès  $r$ , mesuré à l'injection, est associé à un rayon d'accès fictif  $r'$ , mesuré au retrait, deux à trois fois plus grand. Le point d'inflexion I' sur la courbe de deuxième injection (Fig. 4.9) représente le rayon d'accès moyen au volume poreux libre.

Le phénomène d'intrusion différée fournit une autre explication pour cette hysteresis. Cette hypothèse sera développée plus en détails dans le paragraphe suivant (théorie de la percolation).

Après ce second drainage, le retrait et les cycles suivants se confondent avec les courbes de répartition précédentes et restent fermés sur l'hysteresis  $H_2$ .

*L'injection de mercure dans un matériau poreux quantifie la porosité totale accessible au mercure ( $N_{Hg}$ ) ainsi que la distribution des accès aux pores (unimodale ou multimodale). La porosité totale se compose d'une part de porosité libre et d'une part de porosité piégée ( $N_{Hg} = N_l + N_p$ ). Ces porosités libre ( $N_l$ ) et piégée ( $N_p$ ) sont déduites d'une deuxième injection de mercure à la suite de la phase de retrait. celle-ci permet également d'obtenir la distribution des accès aux pores de ces volumes poreux libre et piégé.*

### **2.3. LA POROSIMÉTRIE AU MERCURE : UN PROCESSUS DE PERCOLATION**

Outre l'interprétation classique en terme de volume poreux et d'accès aux pores, l'essai porosimétrique peut être interprété à la lumière de la théorie de la percolation (Kirkpatrick, 1973, de Gennes, 1976). Le concept de percolation appliqué à l'étude des milieux poreux des matériaux rocheux conduit à un formalisme général pour traiter des matériaux à structure poreuse hétérogène (ce qui est généralement le cas pour les roches calcaires) et permet une analyse fine des différentes étapes de l'injection et du retrait du mercure dans une roche poreuse.

#### **2.3.1. Percolation et connexité des milieux poreux**

Un milieu poreux peut être considéré comme un réseau tridimensionnel composé de sites (pores) reliés entre eux par des éléments conducteurs (liens, capillaires, accès). Le nombre moyen de liens capillaires connectés à chaque pore est donné par le nombre de coordination du réseau. Les propriétés de transport de fluide (le mercure, dans notre cas) dépendent de la probabilité d'existence de connexions entre les sites via les liens. L'accessibilité d'un site à un autre demande un chemin continu connectant les deux sites. Un chemin continu est constitué de faisceaux de capillaires ouverts reliant deux sites. Quand une fraction  $P(l)$  de liens est fermée, le transport résulte d'un problème de percolation de lien. Quand une fraction  $P(s)$  de sites est occupée (non accessible), le transport se traduit par une percolation de site.

La théorie de la percolation (de site et de lien) précise la relation entre les propriétés conductrices et la probabilité de connexion au voisinage d'une zone de transition ou seuil de

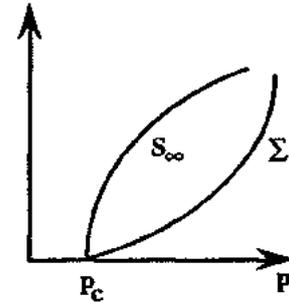
percolation. Le seuil de percolation  $p_c$  est la probabilité critique à partir de laquelle existe un chemin connecté "infini". Pour  $p < p_c$ , seuls des amas finis sont présents dans le milieu ; leur taille moyenne augmente lorsque  $p$  s'approche de  $p_c$ . Pour  $p > p_c$ , le fluide est sous forme de films continus.

Les propriétés géométriques et conductrices des amas fluides varient avec la "distance" au seuil de percolation ( $p - p_c$ ) ; ces variations présentent un caractère universel, indépendant de la topologie du milieu à petite échelle. Les lois d'évolution de ces propriétés au voisinage du seuil de percolation sont généralement des lois de puissance, avec des exposants caractéristiques dits "universels" variant selon la dimension du système. Nous citerons deux de ces lois, relatives à un amas infini ( $p > p_c$ ), et qui définissent l'évolution de  $S_\infty$ , pourcentage d'éléments appartenant à l'amas infini, et de  $\Sigma$ , conductance macroscopique du réseau :

$$S_\infty \propto (p - p_c)^\beta$$

$$\Sigma \propto (p - p_c)^\mu$$

	2D	3D
$\beta$	0,15	0,4
$\mu$	1,3	2



La pente de la courbe  $\Sigma(p)$  est nulle quand  $p$  tend vers  $p_c$ , alors qu'elle est infinie pour la courbe  $S_\infty(p)$ . Au voisinage supérieur de  $p_c$ , le film continu de fluide n'envahit d'abord que les éléments en "cul de sac" qui lui sont connectés ; ces éléments ne contribuent pas à la conductance du réseau alors qu'ils sont pris en compte dans l'estimation de la taille de l'amas (David, 1991).

### 2.3.2. Application de la théorie de la percolation à l'essai porosimétrique

De Gennes et Guyon (1978) ont été les premiers à interpréter l'essai d'injection de mercure en milieu poreux en terme de chemins de percolation. L'analogie entre injection de mercure et percolation a permis d'étudier les propriétés géométriques et conductrices des amas de mercure dans les réseaux poreux.

A partir des courbes fraction volumique de l'espace poreux rempli par le mercure ( $S_\infty$ ) / pression d'injection  $p$ , déduites de la mesure porosimétrique usuelle, ces auteurs définissent un seuil de percolation  $p_c$ , correspondant à une pression critique (Fig. 4.10). Au dessous de  $p_c$ , il n'y a pas de pénétration en masse du mercure ( $S_\infty = 0$ ). Si l'on augmente  $p$  au delà de  $p_c$ , une pénétration apparaît (augmentation de  $S_\infty$ ). D'un point de vue microscopique, en considérant une injection à partir d'un point du réseau, seule une petite quantité de mercure se trouve injectée dans quelques pores voisins de ce point quand la pression  $p$  est faible ( $p < p_c$ ). Le mercure forme un amas fini. Pour un échantillon macroscopique, le rapport de la quantité injectée au volume total accessible est voisin de zéro et  $S_\infty$  est nulle. Par contre, pour  $p > p_c$ , il apparaît un amas "infini" de mercure (limité par la taille de l'échantillon) et le taux de remplissage  $S_\infty$  augmente.

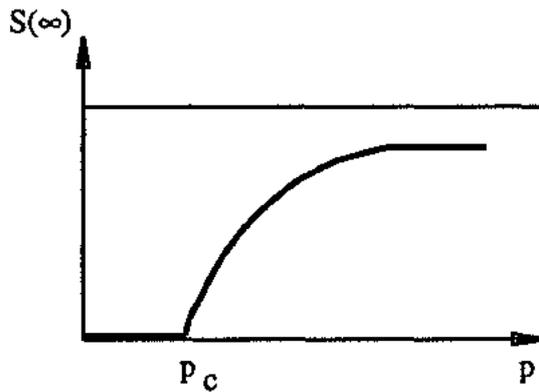


Fig. 4.10. Courbe d'injection à partir d'un point dans un milieu poreux.

Le formalisme qui découle des processus de percolation permet de cerner les problèmes liés à l'intrusion, au retrait et au piégeage de mercure. Une approche de l'intrusion et du retrait respectivement en termes de percolation de liens et de sites apporte des précisions sur la valeur des quantités mesurées (Lane et al., 1986).

#### *L'intrusion de mercure : une percolation de liens*

Le mercure, injecté sous pression dans un réseau poreux, pénètre d'abord par les accès et les capillaires avant d'envahir les pores connectés. Le processus d'intrusion est donc contrôlé par la taille des accès et peut être considéré comme un mécanisme de percolation de liens.

A une pression donnée  $P$ , les accès capillaires de rayon  $r$  (où  $r \geq 2\sigma \cos\theta/P$ ) sont "ouverts" à la pénétration du mercure. Cependant, seule une fraction de ces capillaires est accessible à un chemin continu de mercure à partir du point d'injection. La figure 4.11a montre l'évolution de la fraction de capillaires accessibles en fonction de la fraction de capillaires ouverts pour un réseau cubique simple de taille "infinie". On retrouve la notion de seuil de percolation  $p_c$ , en dessous duquel aucun capillaire ouvert n'est accessible, et au dessus duquel le nombre de capillaires accessibles augmente avec le nombre total de capillaires ouverts.

En réalité, les réseaux poreux n'ont pas une configuration si simple et sont d'une taille finie, limitée par la surface externe de l'échantillon. Un faisceau continu de capillaires à travers l'échantillon n'est pas nécessaire pour qu'une intrusion apparaisse. Les pores de surface peuvent contribuer significativement au volume de mercure intrusif. Dans ce type de schéma, le seuil de percolation est marqué par un point d'inflexion sur la courbe d'accessibilité (Fig. 4.11b).

La large distribution des tailles d'accès généralement rencontrée dans un réseau poreux naturel rend plus délicate l'interprétation des courbes porosimétriques. A une pression d'injection donnée  $P$ , des accès ouverts ne sont pas envahis (inaccessibilité aux limites) et des capillaires accessibles ne sont pas ouverts ( $r < C/P$ ). L'augmentation de la pression conduit à l'ouverture de capillaires plus petits et permet l'envahissement par le mercure de capillaires plus larges non accessibles à une pression inférieure. Il en résulte un déplacement de la distribution des tailles d'accès mesurés vers les plus petits rayons. Donc, pour une distribution unimodale simple, le nombre d'accès à grand rayon est

sous-estimé ; par contre, le nombre d'accès fins est surestimé du fait de cette intrusion de mercure différée.

Lane *et al.* (1986) ont modifié cette interprétation classique en remplaçant la notion d'accessibilité au mercure par la notion de mesure effective des accès. En effet, l'accessibilité d'un capillaire est une condition nécessaire mais non suffisante pour sa mesure par la porosimétrie. Seuls les accès reliés à un pore vide au moment de leur envahissement sont effectivement mesurés. La pénétration de mercure dans un accès relié à un pore déjà rempli ne conduit pas à une augmentation significative du volume intrusif (les accès occupent un volume négligeable). Il faut donc tenir compte non pas des capillaires non accessibles mais des capillaires non mesurés.

La figure 4.11c présente la fraction d'accès mesurés en fonction de la fraction d'accès ouverts, théoriquement mesurés à une pression donnée, ceci dans le cas d'un réseau cubique modèle de taille finie. Cette courbe est plus représentative des résultats classiquement obtenus lors d'un essai d'injection de mercure. La pente maximale sur la courbe d'intrusion, correspondant au seuil de percolation, est obtenue pour seulement 25% d'accès ouverts (de rayon  $r > C/P$ ). Une partie des accès les plus fins, connectés à des pores déjà remplis de mercure, ne sont pas pris en compte dans la mesure.

#### *Le retrait du mercure : une percolation de sites*

A la suite de l'injection, l'échantillon est totalement saturé par le mercure et les pores du réseau (sites) envahis par le mercure représentent la fraction volumique de l'espace poreux la plus importante. Chacun de ces pores est connecté à la surface externe de l'échantillon par des chemins continus de mercure. Le retrait du mercure est contrôlé par la vidange de ces pores et peut être considéré comme un problème de percolation de sites.

Une diminution de pression provoque la vidange des petits pores ( $r \leq C/P$ ) et la création de discontinuités dans les films de mercure. La fraction de pores vides est analogue à une fraction de pores "occupés" en terme de percolation ; ces pores vides empêchent le passage du mercure et provoquent l'isolement de pores plus larges situés en amont et remplis de mercure ("court-circuit"). La figure 4.11d présente la courbe de désorption du mercure pour un réseau modèle de type cubique. La fraction de pores "vidangeables", d'un rayon correct ( $r \leq C/P$ ) et connectés aux limites par des chemins continus, est tracée en fonction de la fraction de sites ouverts, d'un rayon correct mais pas nécessairement connectés. La rétention de mercure affecte plus particulièrement les pores à larges rayons (fraction de pores ouverts importante) parce qu'ils sont les derniers à subir l'extrusion et sont le plus souvent "court-circuités".

Cette approche ne tient compte que d'une condition nécessaire mais non suffisante pour l'extrusion : un chemin continu de mercure doit exister de l'intérieur de l'échantillon vers sa surface externe. Une autre condition à l'extrusion du mercure d'un pore est l'existence d'une interface, d'un ménisque mercure/vapeur de mercure dans un accès connexe à ce pore. En effet, c'est le ménisque et sa surface de tension associée qui engendrent les forces capillaires nécessaires à l'expulsion du mercure. Dans les étapes initiales du retrait, concernant les pores les plus petits, peu de pores sont vidés car peu de ménisques sont créés dans le réseau. Ce phénomène est connu sous le nom

d'ombrage ("shadowing"). Les différentes conditions nécessaires à l'initialisation du retrait ( $r \leq C/P$ , connecté aux limites du réseau par un chemin continu de mercure, existence de ménisques mercure/vapeur de mercure en aval de ces chemins) posent en fait un problème de diffusion "d'espaces poreux vides" au travers du réseau (percolation "d'espaces poreux vides" à partir de points sources fixes) dans les premières étapes de l'extrusion de mercure. Ce phénomène d'ombrage peut être également responsable en partie de l'hysteresis entre courbe de retrait et courbe de seconde injection classiquement attribuée à une variation de l'angle de contact.

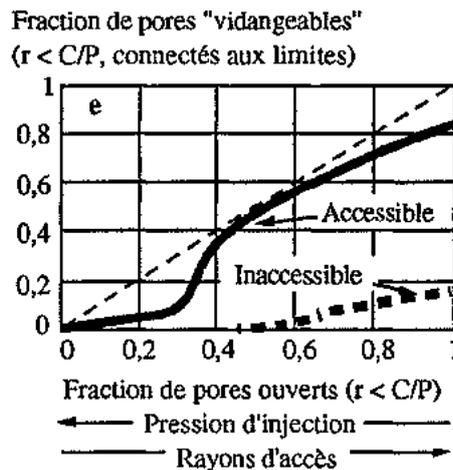
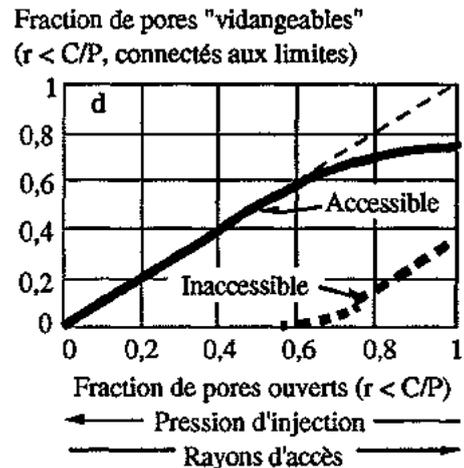
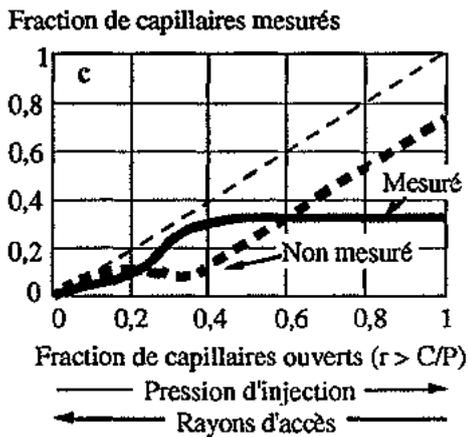
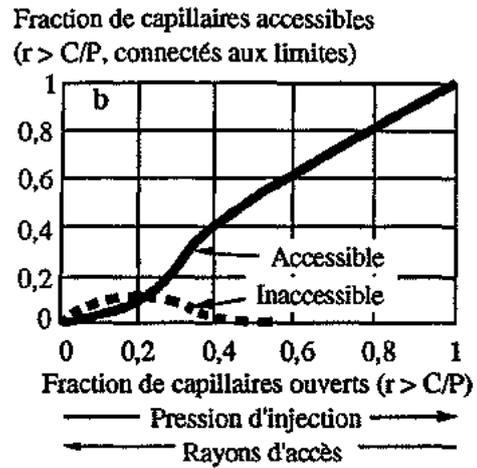
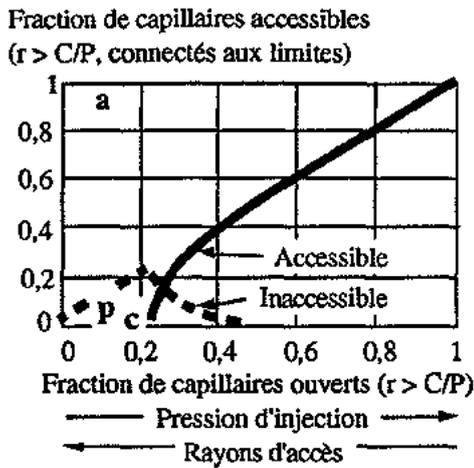
Le résultat de ces différents mécanismes liés à l'extrusion du mercure est montré sur la figure 4.11e. La combinaison des phénomènes d'ombrage et de piégeage résulte en un resserrement de la distribution des tailles de pores déterminée par le processus d'extrusion. La fraction de pores à grands rayons est sous-estimée du fait du phénomène de rétention de mercure par "court-circuit". Cette fraction constitue une grande partie du volume poreux piégé. La fraction de pores à très faibles rayons est également sous-estimée par la courbe de désorption du fait du phénomène d'ombrage. Ces pores de très faibles dimensions sont en partie comptabilisés dans la fraction de pores médians.

L'importance relative des phénomènes d'ombrage et de piégeage ("court-circuit") dépend du type de réseau. La configuration de certains réseaux limite un phénomène mais favorise l'autre. Par exemple, si un nombre important de pores à faibles rayons débouchent directement sur la surface externe d'un échantillon, le nombre élevé d'interfaces mercure / vapeur de mercure disponibles des les premières phases du retrait limitera le phénomène d'ombrage. Par contre, une telle configuration favorisera le piégeage du mercure.

*L'application de la théorie de la percolation à l'essai porosimétrique permet de relativiser les paramètres obtenus :*

*- La courbe d'injection de mercure donne une distribution de la taille des accès aux pores déplacée vers les faibles rayons du fait d'une intrusion différée du mercure (surestimation des accès à faibles rayons, sous-estimation des accès plus larges). Par contre, certains accès fins, connectés à des volumes poreux déjà remplis de mercure, ne sont pas comptabilisés lors de l'injection.*

*- La courbe de désorption du mercure donne une distribution d'accès aux pores resserrée autour des rayons médians. Une fraction des pores larges piège le mercure par "court-circuit" ( $N_p$ ) et n'est pas prise en compte sur la courbe de retrait. Le nombre de pores de faible rayon est sous-estimé du fait du phénomène d'ombrage.*



**Fig. 4.11.** Courbes d'accessibilité au cours d'une injection et d'un retrait de mercure (d'après Lane et al., 1986). *a.* Injection dans un réseau cubique de taille infinie (accessibilité de lien). *b.* Injection dans un réseau fini à large distribution de tailles des accès (accessibilité de lien). *c.* Injection dans un réseau fini, accessibilité de lien exprimée en terme d'accès mesurés. *d.* Retrait du mercure d'un réseau cubique fini (accessibilité de site) ; condition à l'extrusion : chemin continu de mercure de l'intérieur de l'échantillon vers sa surface externe). *e.* Retrait du mercure d'un réseau fini (accessibilité de site) ; conditions à l'extrusion : chemin continu de mercure et existence de ménisque.

## 2.4. LE PIÉGEAGE DU MERCURE

Le piégeage d'un volume de mercure dans le milieu poreux, lors du retrait, s'explique par les caractéristiques géométriques du réseau. Les sites de piégeage sont classiquement représentés par des pores de grands rayons qui ne sont accessibles que par des étranglements fins (Bousquié, 1979 ; Pavone, 1982). La figure 4.12 montre le principe du piégeage de mercure d'après Pavone (1982). Au cours de la détente en pression, on atteint d'abord la pression de désorption de l'étranglement de rayon  $r$ , supérieure à la pression de désorption permettant l'écoulement total du mercure du pore adjacent de rayon  $R$ . La zone de jonction entre le pore et son accès présente des instabilités dans la phase non mouillante. Il y a alors rupture de la continuité du mercure par ségrégation spontanée et vidange de l'étranglement. Lorsque la pression de désorption du pore est atteinte, le mercure ne pourra plus s'écouler à travers l'accès et restera piégé.

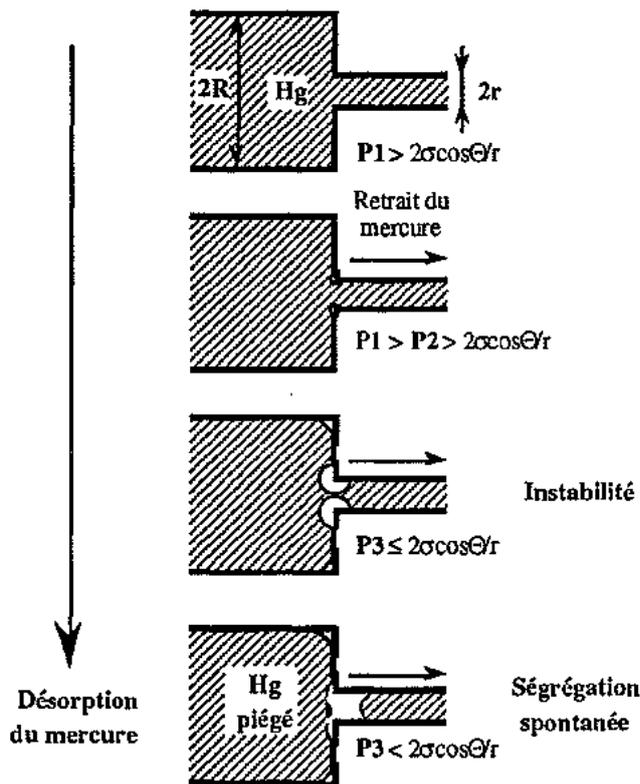


Fig. 4.12. Notion de piégeage du mercure au cours de la phase de retrait (modifié d'après Pavone, 1982).

### 2.4.1. Mode de rupture du film continu de mercure

Le ménisque entre deux fluides immiscibles a une forme déterminée par la géométrie locale du réseau poreux et la mouillabilité des fluides en présence. Il obéit à la loi de Laplace,

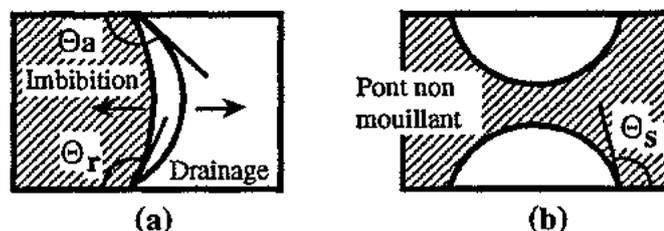
$$P_c = \sigma \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right), \quad (4.19)$$

où  $R_1$  et  $R_2$  sont les rayons de courbures principaux du ménisque et  $\sigma$ , la tension interfaciale. La forme du ménisque est fonction de la position de  $R_1$  et  $R_2$  (Fig. 4.13) :

- $R_1$  et  $R_2$  sont situés sur le même coté de l'interface (Fig. 4.13a) ; les deux courbures sont positives et le ménisque est convexe ; ses mouvements réversibles sont de type piston. Le

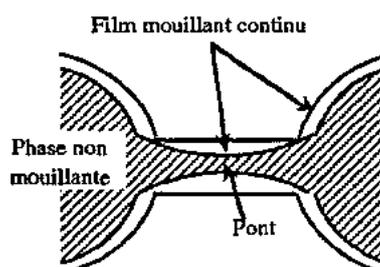
contact entre le ménisque et le capillaire présente un angle différent selon le type de mécanismes (drainage :  $\theta_a$ , angle d'avance, imbibition :  $\theta_r$ , angle de retrait).

-  $R_1$  et  $R_2$  sont situés de part et d'autre de l'interface (Fig. 4.13b et 4.14) ; la courbure a une composante positive et une composante négative. Le ménisque est dit selloïdal avec un angle de contact  $\theta_s$  ; un pont de phase non mouillante divise la phase mouillante en deux régions.



*Fig. 4.13. Interface convexe (a) et interface selloïdale (b) dans un capillaire cylindrique (d'après Yu et Wardlaw, 1986a).*

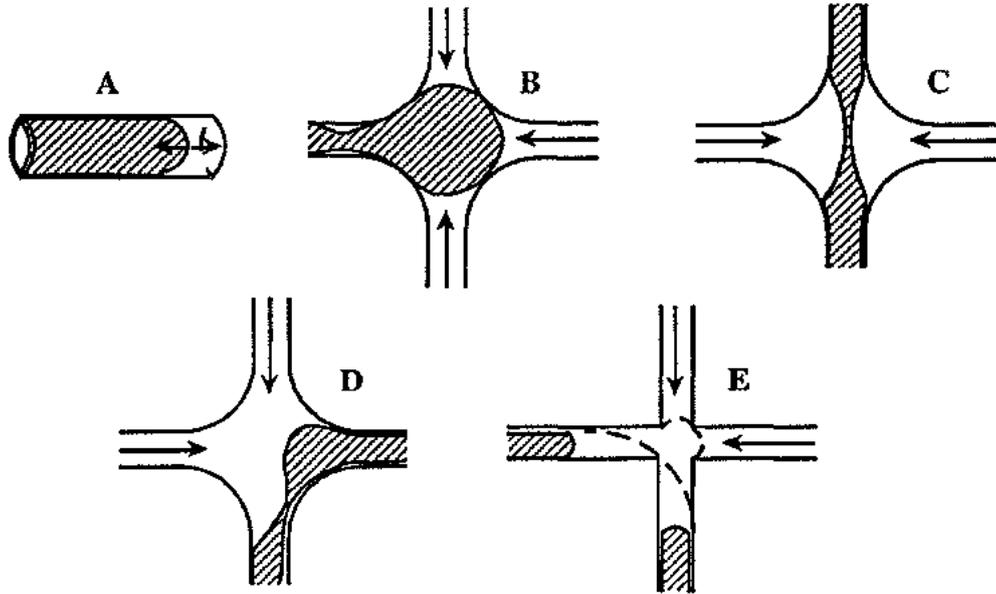
La présence d'un ménisque selloïdal dans un capillaire implique l'existence d'un film continu de fluide mouillant sur la surface solide du capillaire ou du pore adjacent (Fig. 4.14). Ce film continu peut être favorisé, dans un milieu poreux naturel, par la rugosité de la surface des pores (Yu et Wardlaw, 1986a). Ces infractuosités de la surface fonctionnent comme autant de micropores qui seront envahis par la phase mouillante, celle-ci "moulant" ainsi la surface des pores.



*Fig. 4.14. Ménisque selloïdal dans un capillaire connecté à deux pores adjacents. L'épaisseur du film mouillant continu est exagérée (d'après Yu et Wardlaw, 1986a).*

Le passage du mercure dans les hétérogénéités locales du réseau poreux induit des mouvements rapides des ménisques qui provoquent des instabilités dans le film fluide. Pendant ces phases instables, la phase non mouillante peut se déconnecter. Yu et Wardlaw (1986b) envisagent deux types de discontinuités dans la phase non mouillante, des discontinuités par "cassure" ("break-off") ou par "rupture" ("snap-off"). Ces différentes configurations sont résumées sur la figure 4.15 et sont à rapporter à une imbibition. Le terme de "cassure" ("break-off") est réservé à la division d'un ménisque convexe en deux ménisques convexes. Les cassures sont liées au contact du ménisque avec la paroi solide au passage d'un pore (Fig. 4.15, cas E). Les "ruptures" du film fluide ("snap-off")

résultent de la division d'un ménisque selloïdal en nouvelles interfaces convexes. Ces ruptures apparaissent soit dans un capillaire (cas B), soit dans un pore (cas C) ou à la jonction pore-capillaire (cas D).



**Fig. 4.15.** Interfaces et discontinuités dans la phase non mouillante au cours d'une imbibition (d'après Yu et Wardlaw, 1986b) :

- (A) interface convexe, avance et retrait de type piston,
- (B) interface selloïdale, rupture ("snap-off") dans un capillaire,
- (C) interface selloïdale, rupture dans un pore,
- (D) interface selloïdale, rupture à la jonction pore-capillaire,
- (E) interface convexe, cassure ("break-off") dans un pore.

#### 2.4.2. Notion de rapport de rayons critique

Pour un angle de contact donné, la rupture du film de mercure dans un capillaire ou à une jonction est effective au dessus d'un rapport critique du rayon du pore adjacent sur le rayon du capillaire ( $r_p / r_c$ ). Yu et Wardlaw (1986a) donnent, pour des angles de contact de  $180^\circ$  à  $125^\circ$ , des valeurs de rapports critiques variant respectivement de 1,5 à 1,75. Ce rapport critique, qui rend la rupture possible, peut être exprimé en terme de pression critique pour la rupture :

$$P_{rc}^* = \frac{P_{pc}}{P_{rc}} = \frac{r_p}{r_c}, \quad (4.20)$$

avec  $P_{pc}$ , pression de retrait d'un ménisque convexe du capillaire,  $P_{rc}$ , pression de rupture dans le même capillaire,  $r_c$ , rayon du capillaire et  $r_p$ , rayon du pore adjacent.

Le taux critique de rupture dans un pore est donné par :

$$P_{rp}^* = \frac{P_{pp}}{P_{rp}}, \quad (4.21)$$

avec  $P_{pp}$ , pression de retrait d'un ménisque convexe du pore et  $P_{rp}$ , pression de rupture dans le même pore.

$P_{rp}^*$  est égal à 1,5 pour un angle de contact  $\theta$  compris entre  $180^\circ$  et  $160^\circ$ , il est proche de 1,1 pour  $\theta$  inférieur à  $160^\circ$  (Yu et Wardlaw, 1986b).

Ce rapport critique est un des principaux facteurs déterminant le piégeage de la phase non mouillante. Dans les premiers stades du déplacement de la phase non mouillante par la phase mouillante, ces ruptures auront tendance à faciliter le retrait de la phase non mouillante en multipliant les interfaces convexes à partir desquelles le mouvement est possible. Dans les derniers stades, ces ruptures vont provoquer l'isolement complet et le piégeage dans le réseau d'amas de fluide non mouillant.

#### ***2.4.3. Influence de la connexité et de la topologie du réseau poreux***

La connexité d'un réseau poreux est quantifiée par le nombre de coordination qui détermine le nombre de chemins d'accès moyen entre les pores. Wardlaw et MacKellar (1981) ont montré, à partir d'expérimentations sur des micromodèles en verre fritté, que le nombre de coordination d'un réseau n'influence pas directement le taux de piégeage dans ce réseau. Ce sont les hétérogénéités locales dans la topologie du réseau qui contrôlent le piégeage de mercure. Une distribution non aléatoire de ces hétérogénéités correspondant à des regroupements des éléments les plus larges et des éléments les plus fins en domaines différents favorise le piégeage du mercure dans les domaines à éléments larges. Le piégeage est initialisé par des ruptures dans le film de mercure aux frontières entre les différents domaines.

*L'initialisation du piégeage de mercure, lors de la désorption, se situe à l'échelle du système pore - accès ; elle est principalement fonction du rapport rayon de pore / rayon d'accès qui va induire ou non la création de discontinuités dans le film de mercure ("break-off" ou "snap-off"). L'importance relative du volume poreux piégé dépend du mode de distribution des hétérogénéités dimensionnelles à l'échelle du réseau (distribution avec arrangement en domaines à éléments larges et éléments fins favorisant le piégeage, distribution aléatoire limitant le phénomène).*

### 3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

#### 3.1. APPAREILLAGE UTILISÉ - MODE OPÉRATOIRE

Nous développerons uniquement dans ce paragraphe les éléments concernant l'obtention des résultats et leur validité (détails du dispositif expérimental : Homand *et al.*, 1992).

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un porosimètre à mercure "Micromeritics 9310" qui autorise une gamme de pression d'injection de  $5.10^{-6}$  à 200 MPa en fonctionnement semi-automatique et permet de déterminer théoriquement (par l'intermédiaire de la Loi de Laplace) le volume poreux dont le rayon d'accès est compris entre 150 et  $0,003 \mu\text{m}$  ( $30 \text{ \AA}$ ).

Un certain nombre de contraintes liées aux conditions expérimentales doivent être respectées :

- L'échantillon ne doit pas être réactif vis à vis du mercure,
- L'échantillon doit être correctement séché et désaéré, afin de limiter l'influence d'une pression intersticielle de fluide résiduel et d'avoir une bonne concordance entre pression appliquée et pression capillaire,
- Le séchage de l'échantillon ne doit pas entraîner de modifications de sa structure.

Les échantillons, préalablement séchés (24 à 48 heures à l'étuve à  $60^{\circ}\text{C}$ ) et pesés, sont insérés dans un pénétromètre à fermeture étanchéifiée qui va servir de réceptacle à l'intrusion de mercure dans l'échantillon. L'ensemble pénétromètre / échantillon est pesé puis installé dans le porosimètre. L'échantillon est ensuite désaéré automatiquement par un vide de  $5.10^{-6}$  MPa.

Une première phase d'injection à "basse pression" (de  $5.10^{-6}$  à 0,1 MPa - retour à la pression atmosphérique) est manuelle. Ceci permet de limiter le nombre de mesures si l'intrusion de mercure dans l'échantillon est faible à ces pressions (faible volume poreux à grands rayons d'accès).

La deuxième partie de l'essai, injection sous "haute pression" (0,1 à 200 MPa) est réalisée automatiquement. Une temporisation automatique module la longueur des paliers de pression en fonction de la quantité de mercure qui pénètre dans l'échantillon. Ceci permet de s'assurer que l'injection passe par une suite d'états d'équilibre et de s'affranchir de l'influence de la perméabilité au mercure qui provoque un retard à l'état d'équilibre.

Le retrait du mercure lors de la descente en pression (200 à 0,1 MPa) est également automatique. L'échantillon subit ensuite une deuxième injection après avoir séjourné dans un dessiccateur afin d'évacuer le mercure piégé dans les infractuosités de sa surface.

#### 3.2. CORRECTIFS APPORTÉS À L'ESSAI

Le dispositif expérimental comporte un certain nombre de corrections internes à l'appareil :

- correction sur la pression d'injection - surpression causée par la colonne de mercure,
- correction sur le volume de mercure injecté - variations de volumes liées à la forme hémisphérique du ménisque mercure / vapeur de mercure,

- correction relative à la variation de densité du mercure en fonction de la température.

L'appareillage tel quel est fiable pour des matériaux à porosités totales supérieures à 1,5 - 2%. Les variations de volume en rapport avec la compressibilité de tels matériaux sous pression sont négligeables devant le volume poreux total mesuré. Pour l'étude de matériaux à faibles porosités, nous avons été amenés à procéder à des corrections supplémentaires (Cuxac *et al.*, 1991). Tout d'abord, la valeur de la porosité résiduelle liée au piégeage de mercure dans l'appareillage (graisses et joints d'étanchéité) est déterminée par un essai "à blanc" sur des billes d'acier non poreuses. Elle est ensuite déduite de la valeur de la porosité totale. Cette porosité résiduelle peut représenter jusqu'à 30% de la porosité totale pour des matériaux à faible volume poreux, comme une roche granitique par exemple. Le volume de mercure mesuré est ensuite corrigé en tenant compte de la compressibilité du matériau (pores et matrice solide) sous haute pression (pression d'injection et pression interstitielle du mercure dans les pores).

### 3.3. MODE DE CALCUL DES DIFFÉRENTS PARAMÈTRES

La mesure du volume de mercure injecté dans l'échantillon découle d'une mesure de la variation de capacitance électrique du réservoir de mercure. La diminution de la capacitance électrique de la colonne de mercure correspond à une baisse du niveau de mercure dans le réservoir, celui-ci ayant pénétré dans l'échantillon. La variation de capacitance électrique, en picroFarad, est transformée en volume de mercure par l'intermédiaire d'un facteur de conversion ( $\mu\text{L/pF}$ ), caractéristique du pénétromètre utilisé. On obtient ensuite la porosité accessible au mercure par :

$$N_{\text{Hg}} = \frac{V_{\text{int}}}{V_{\text{éch}}} \quad \text{où} \quad V_{\text{éch}} = V_{\text{pén}} - \frac{(M_2 - M_1)}{\rho_{\text{Hg}}} \quad (4.22)$$

avec  $V_{\text{int}}$ , volume total de mercure intrusif,  $V_{\text{éch}}$ , volume de l'échantillon,  $V_{\text{pén}}$ , volume du pénétromètre,  $M_2$ , masse pénétromètre/échantillon/mercure,  $M_1$ , masse pénétromètre/échantillon,  $\rho_{\text{Hg}}$ , masse volumique du mercure,  $(M_2 - M_1)/\rho_{\text{Hg}}$ , volume de mercure dans le pénétromètre.

Les rayons d'accès aux pores envahis par le mercure sont déterminés à partir des pressions d'injection, par l'intermédiaire de la Loi de Laplace ( $r = 2\sigma\cos\theta / P$ ) sur la base d'un modèle de faisceaux capillaires cylindriques droits. En utilisant une tension de surface  $\sigma = 485 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}$ , un angle de contact mercure/calcite  $\theta = 140^\circ$ , et les facteurs de conversion adéquats, l'équation s'écrit en pratique :  $r = 75/P$  avec  $r$  en  $\mu\text{m}$  et  $P$  en MPa.

Les résultats volume poreux envahi / rayon d'accès sont restitués par l'appareil sous forme de courbes cumulées ou d'histogrammes correspondant aux différentes phases de l'essai (première injection, retrait, seconde injection). Cette représentation (courbes cumulées brutes - Fig. 4.16a) rend difficile la lecture des différents paramètres mesurés par l'essai ( $N_p$ ,  $N_l$ , accès aux pores). Par exemple, les valeurs reportées sur l'axe des ordonnées correspondent à la porosité envahie par le mercure à une pression d'injection donnée, donc d'accès supérieur au rayon  $R$  porté en abscisse.

Nous avons adopté une représentation plus lisible consistant à porter sur l'axe des ordonnées non pas la porosité envahie à une pression donnée, mais son complément à la porosité totale accessible au mercure (Fig. 4.16b). Ceci revient à reporter pour un rayon  $R$  la porosité d'accès inférieur à  $R$ . Outre une meilleure visualisation des paramètres, une telle représentation permet une meilleure précision pour les pressions d'injection élevées (faibles rayons d'accès). Cette construction fait également ressortir l'hysteresis entre les courbes de retrait et de seconde injection résultant en partie de la variation de l'angle de contact entre avance et retrait du mercure. Théoriquement, les deux courbes devraient boucler autour de l'hysteresis. Expérimentalement, le retrait du mercure est réalisé lors de la descente en pression jusqu'à pression atmosphérique alors que la seconde injection débute à basse pression ; les courbes ne sont donc pas jointives au niveau des grands rayons d'accès (fin du retrait, début de l'injection). Elles ne coïncident pas non plus vers les rayons d'accès les plus fins : la courbe de retrait ne comptabilise pas les rayons d'accès les plus fins à cause du phénomène d'ombrage présenté précédemment.

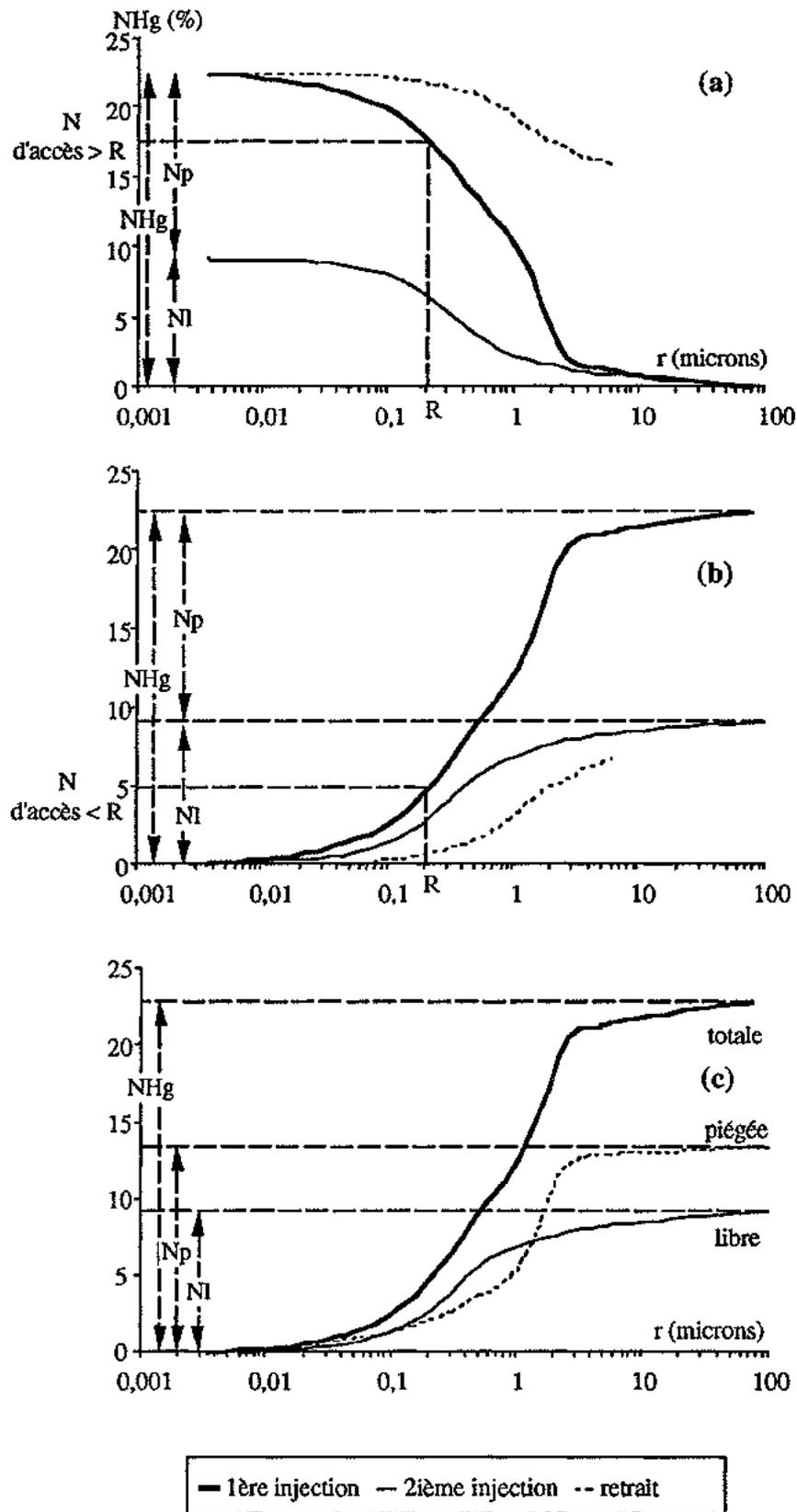
La distribution de la taille des accès à la porosité piégée n'apparaît pas sur la figure 4.16b. Elle est déterminée par différence à chaque pas de pression entre volume poreux total (première injection) et volume poreux libre (seconde injection) (Fig. 4.16c).

### **3.4. INFLUENCE DE LA TAILLE ET DE LA FORME DE L'ÉCHANTILLON**

L'échantillon analysé est un objet de quelques centimètres cube ; sa taille est limitée par la taille du pénétromètre réceptacle. La dimension des plus gros pores ne doit pas dépasser un ou deux millimètres pour assurer la représentativité de l'essai. Dans le cas d'un matériau granulaire, les grains constitutifs de la matrice rocheuse ne doivent pas dépasser 5 mm pour que les résultats soient représentatifs de la totalité de la texture du matériau.

Le pénétromètre réceptacle étant de forme cylindrique, les échantillons cylindriques ( $\varnothing$  : 2,5cm, L : 2,5cm) offrent une grande surface de contact avec la paroi du pénétromètre, favorisant ainsi le piégeage de bulles de vapeur de mercure entre l'échantillon et la paroi. Lors de l'admission du mercure dans le pénétromètre, l'augmentation de pression provoque l'envahissement de ces sites par le mercure et la surestimation de la porosité. Nous avons utilisé des échantillons cubiques (arête de 2 à 2,5cm) afin de limiter ce phénomène, le contact échantillon / paroi étant ainsi réduit à une arête du cube.

Une modification de la surface externe des échantillons (variation de la surface d'échange entre le milieu poreux et le mercure) peut engendrer des variations dans les résultats de l'essai (Pellerin, 1980). Nos mesures ayant un caractère comparatif, nous avons donc conservé la même forme d'échantillon pour tous les essais afin d'éviter ces artéfacts.



**Fig.4.16.** Courbes porosimétriques cumulées. (a). Courbes restituées par l'appareil, (b). Courbes modifiées, les ordonnées représentent le complément du volume poreux envahi à la porosité, (c). Courbes modifiées, la courbe de porosité piégée est déduite des deux autres.

## 4. RESULTATS - INTERPRETATIONS

L'ensemble des résultats graphiques (courbes cumulées et histogrammes des porosités totales, libres et piégées) pour chaque faciès calcaire étudié est porté sur la figure 4.17. Dans les deux types de représentation, l'axe des abscisses, correspondant aux rayons d'accès aux pores (en micromètre), présente une échelle logarithmique. Cette représentation découle d'une échelle de pression d'injection en progression géométrique, la gamme de pression ( $5 \cdot 10^{-6}$  à 200 MPa) étant beaucoup plus large que la gamme de porosités mesurées (de 0 à 25%). De ce fait, les classes de rayons d'accès ont une taille variable et la représentation à partir de ces classes conduit à un "pseudo-histogramme" où les centres de classes suivent une progression géométrique. Les paramètres quantitatifs liés aux porosités totales, libres et piégées sont rassemblés dans les tableaux 3.I, 3.II et 3.VIII. Ce sont des valeurs moyennes issues de plusieurs essais pour chaque faciès calcaires.

### 4.1. REPRODUCTIBILITÉ ET VALIDITÉ DE L'ESSAI POROSIMÉTRIQUE

Pour chaque type de matériau, plusieurs essais ont été réalisés de manière à vérifier la reproductibilité de la méthode. Celle-ci s'est avérée très bonne, l'allure des courbes étant la même. Dans le cas où les échantillons testés présentent des porosités totales légèrement différentes, on obtient des courbes sensiblement affines (Fig. 4.18). Chaque courbe et "pseudo-histogramme" associé de la figure 4.17 correspondent à un échantillon donné. La bonne reproductibilité de l'essai permet de généraliser le résultat au faciès étudié.

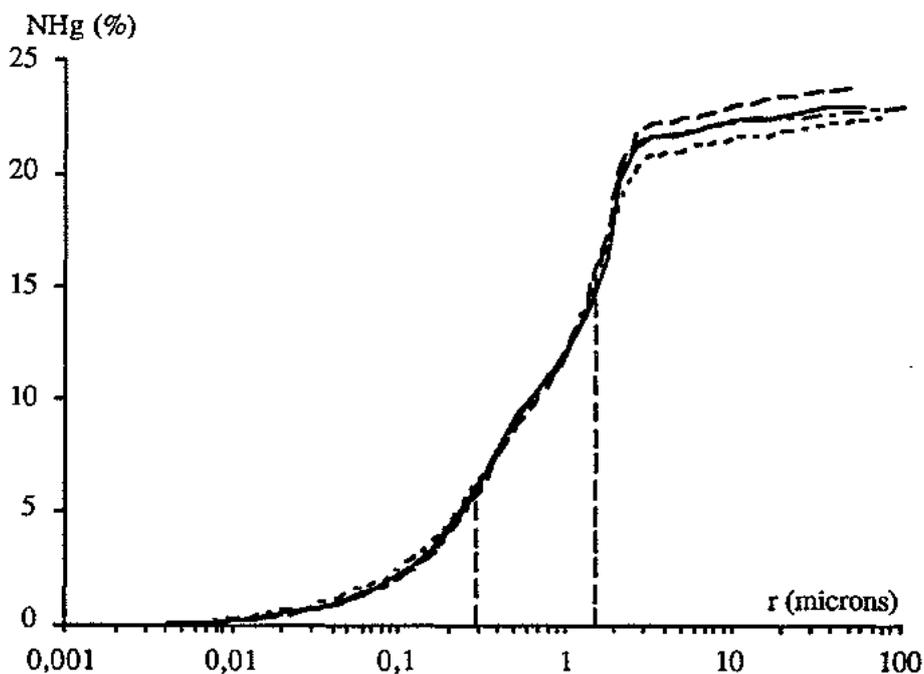
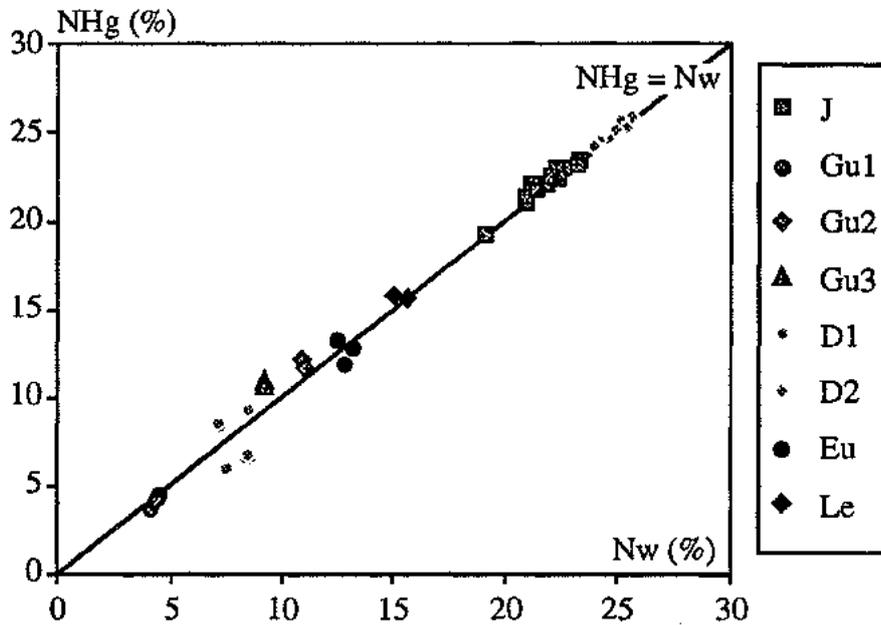


Fig. 4.18. Affinité des courbes porosimétriques.

Exemple du calcaire de Jaumont ( $J5 - N_t = 23\%$ ).

Les courbes d'injection et de retrait sont systématiquement tangentes à l'axe des abscisses au voisinage de l'origine. Ceci s'interprète classiquement comme la forte probabilité d'absence de volume poreux dont les rayons d'accès sont inférieures à quelques dizaines d'angstroems, dimension limite mesurée. Les courbes présentent généralement un palier horizontal assez net vers les grands rayons, ce qui confirme que la plage d'investigation (0,003 à 150  $\mu\text{m}$ ) est satisfaisante pour le type de matériau considéré.

La figure 4.19 montre la relation entre la porosité totale accessible au mercure ( $N_{\text{Hg}}$ ) et la porosité totale accessible à l'eau sous vide ( $N_w$ ) présentée dans le chapitre précédent. L'ensemble des matériaux calcaires étudiés est porté sur cette figure. La concordance entre les deux valeurs de porosités, aux domaines de variations près, confirme la validité de la mesure au mercure. Les domaines de variations des mesures porosimétriques sont généralement plus faibles que lors de la mesure à l'eau : les échantillons les plus grands (éprouvettes cylindriques - 5x10cm, porosité accessible à l'eau) sont plus sensibles aux hétérogénéités de faciès, d'une échelle de l'ordre de 5cm (litage, granoclassement, alternance de granulométries différentes, variations latérales), que les échantillons cubiques, de petites tailles (2,5x2,5cm), traités au mercure.



**Fig.4.19.** Porosité totale accessible à l'eau sous vide ( $N_w$ ) et porosité totale au mercure ( $N_{\text{Hg}}$ ).

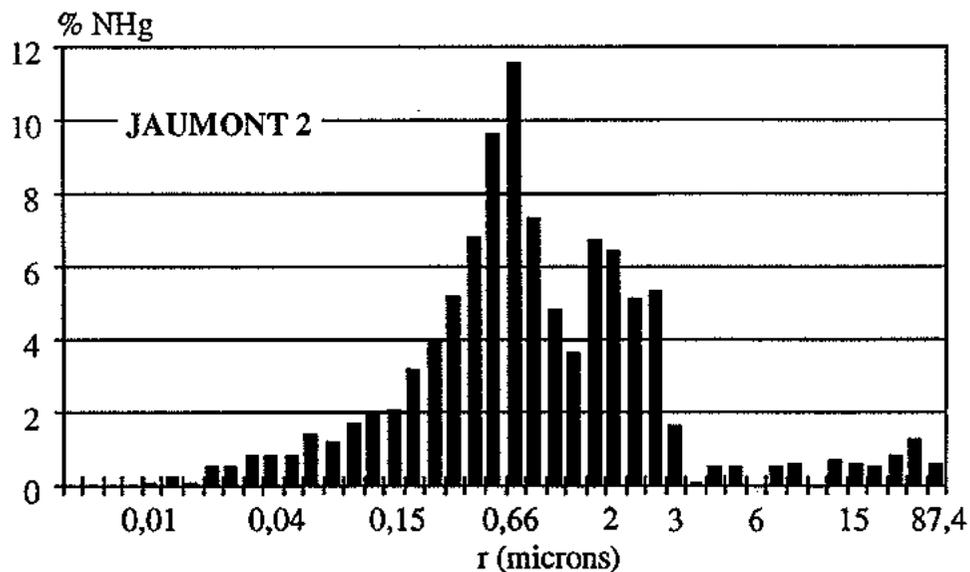
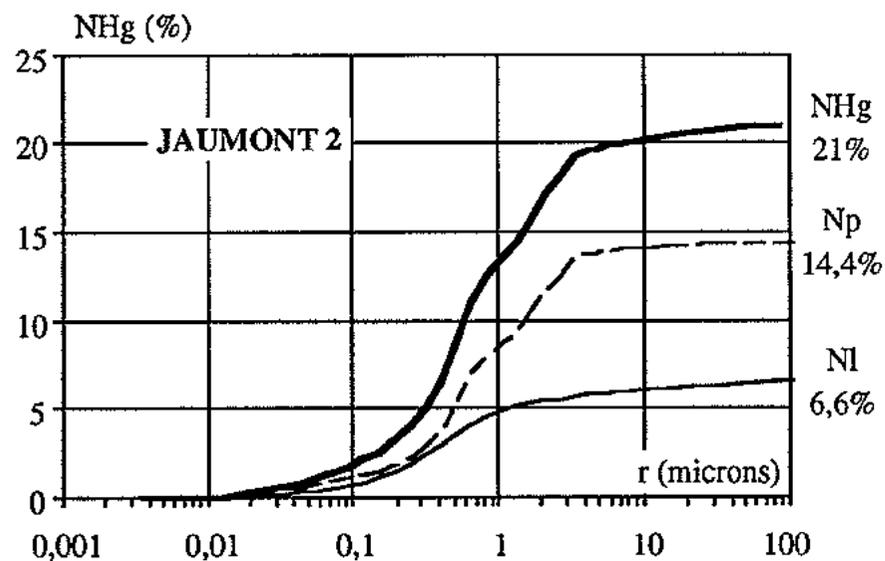
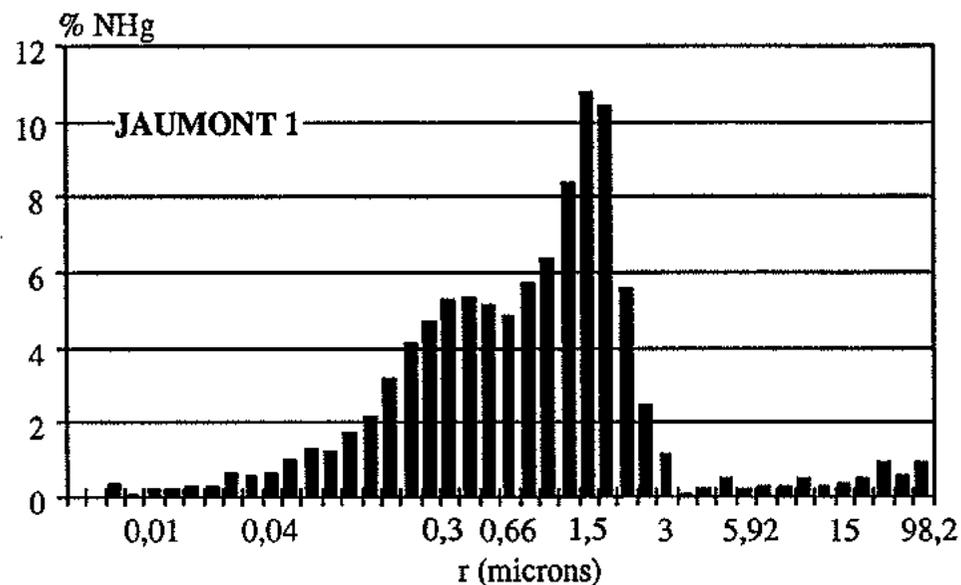
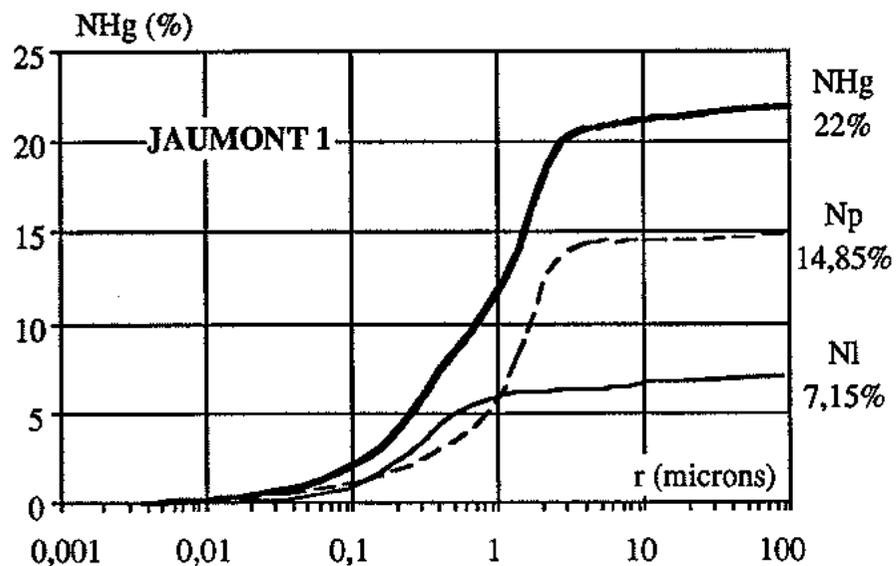


Fig. 4.17. Courbes porosimétriques cumulées (volume poreux (%) / Rayon d'accès ( $\mu\text{m}$ )) et "pseudo-histogrammes" de distribution (part du volume poreux / Rayon d'accès centre de classe) pour l'ensemble des roches calcaires étudiées.

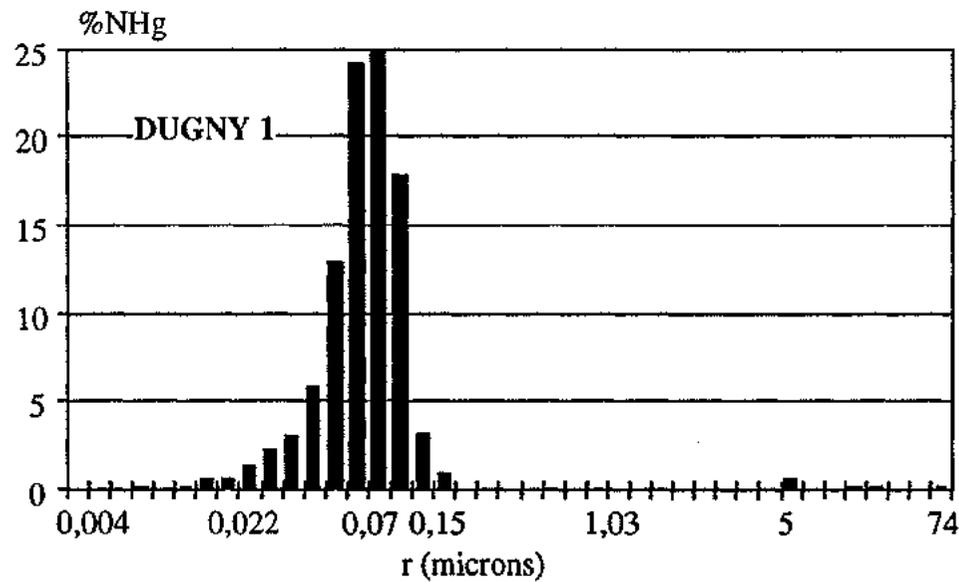
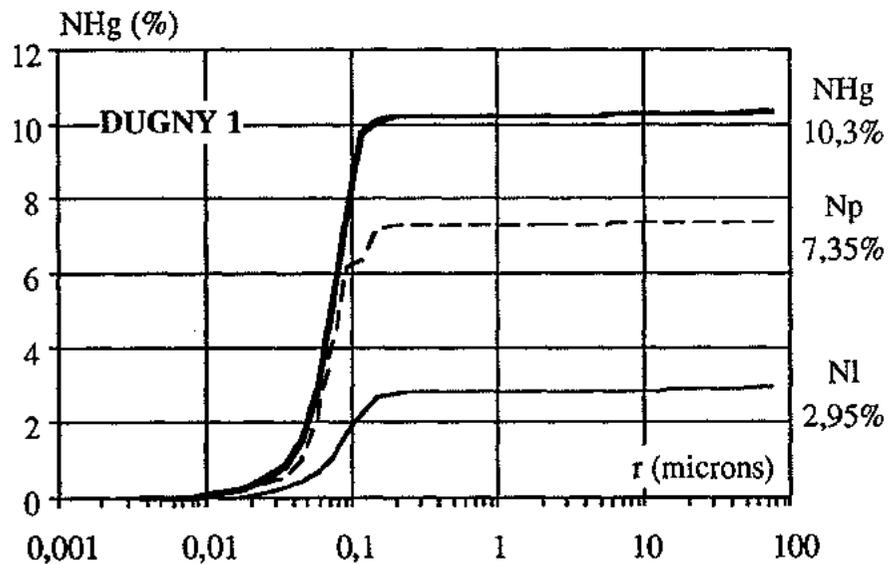
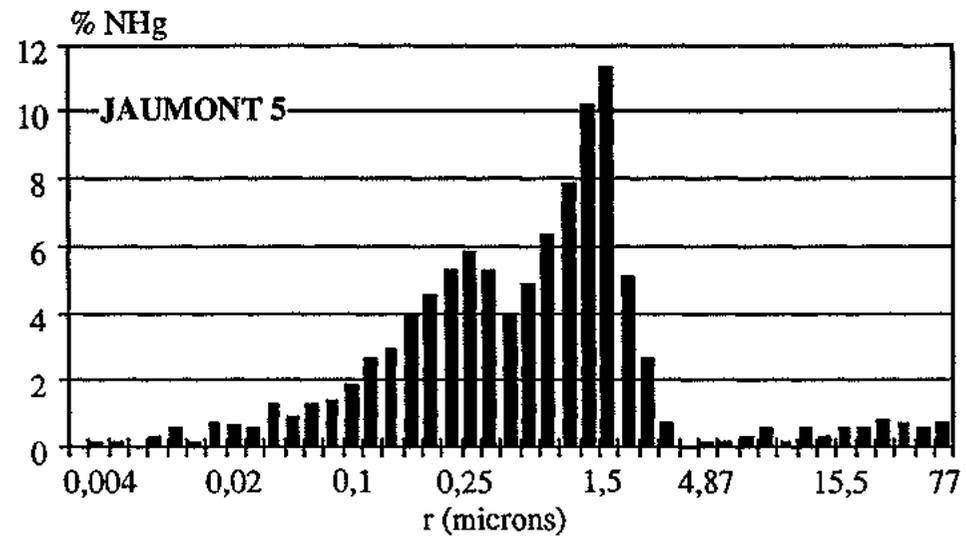
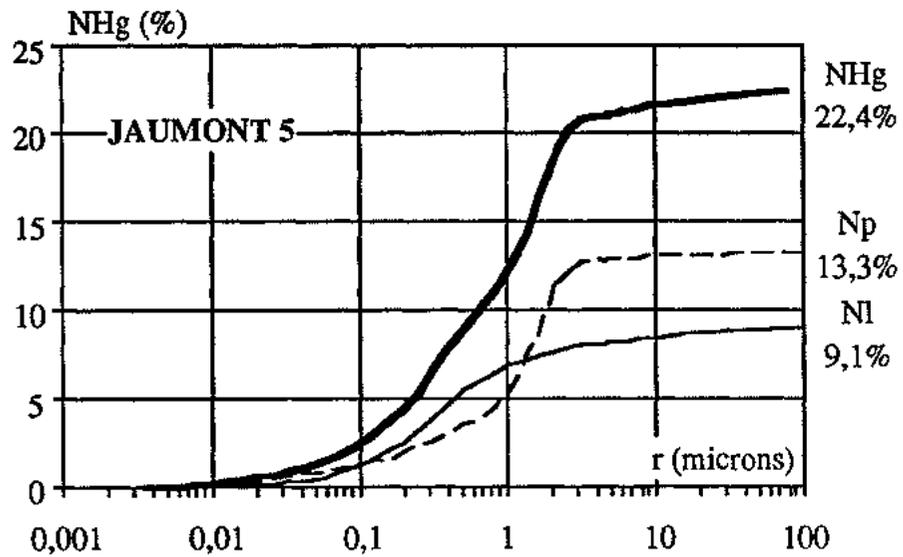


Fig. 4.17. Suite.

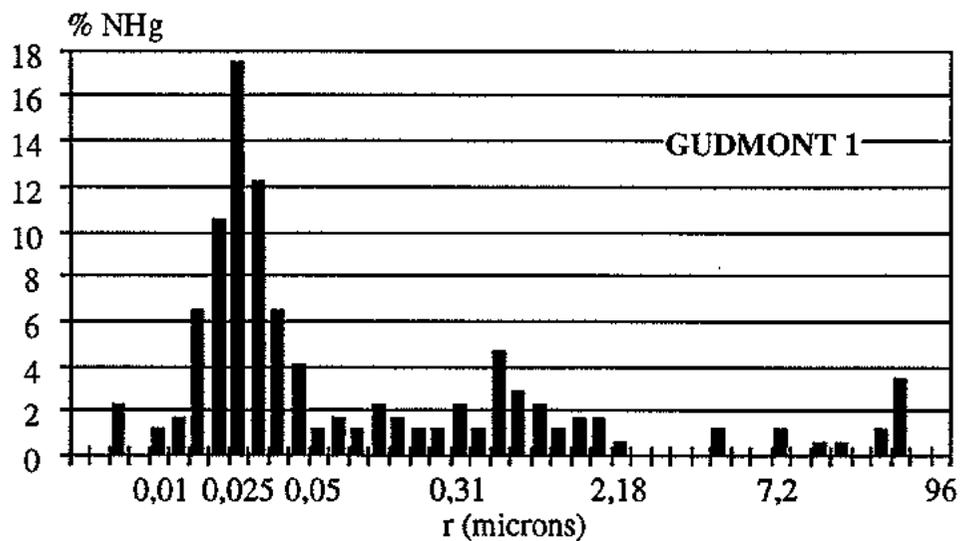
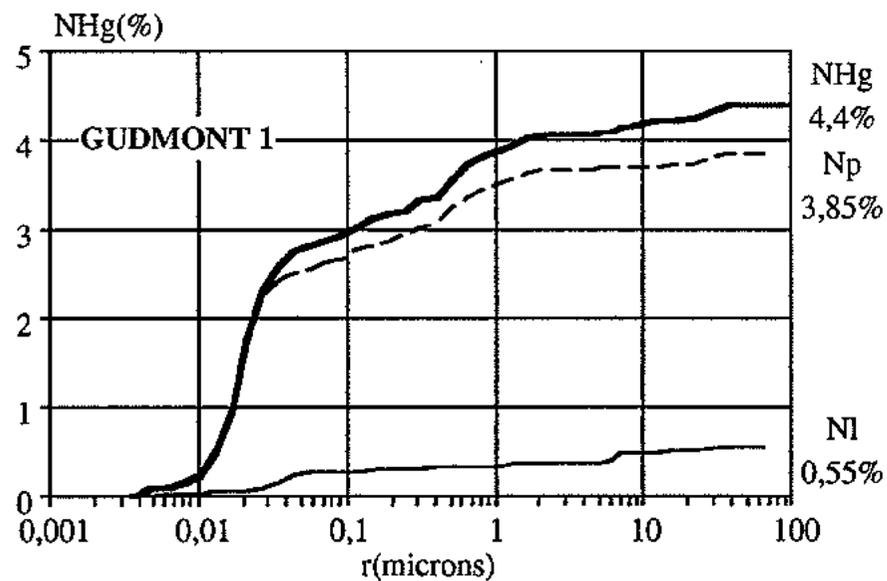
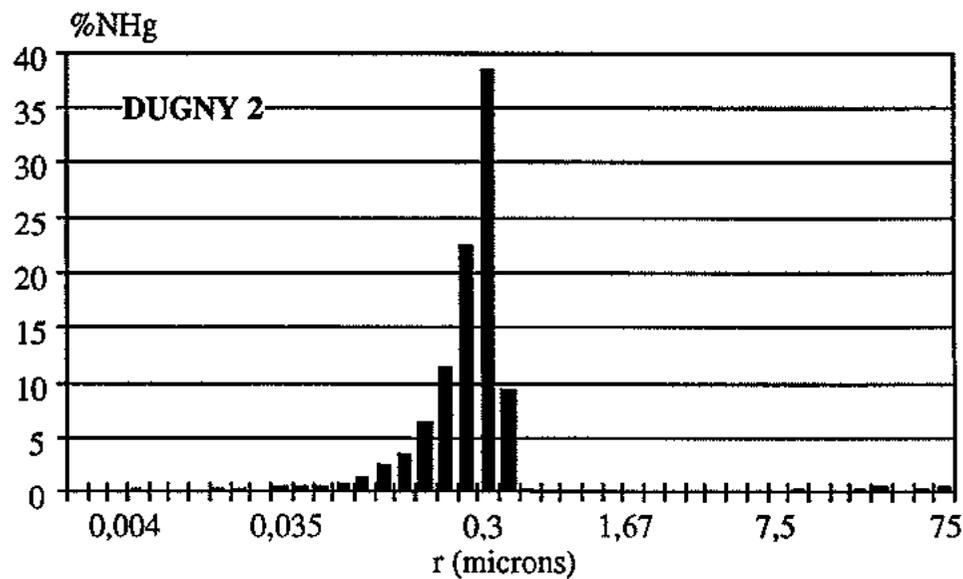
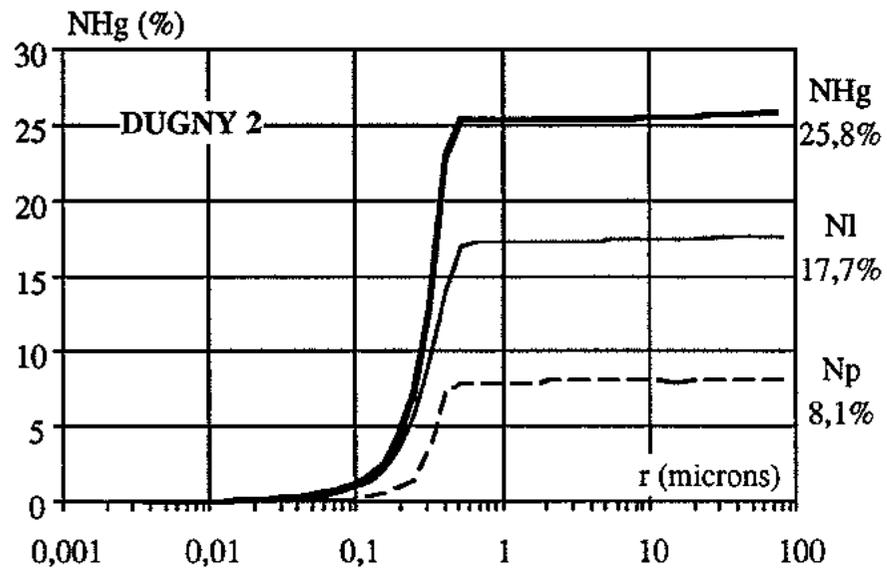


Fig. 4.17. Suite.

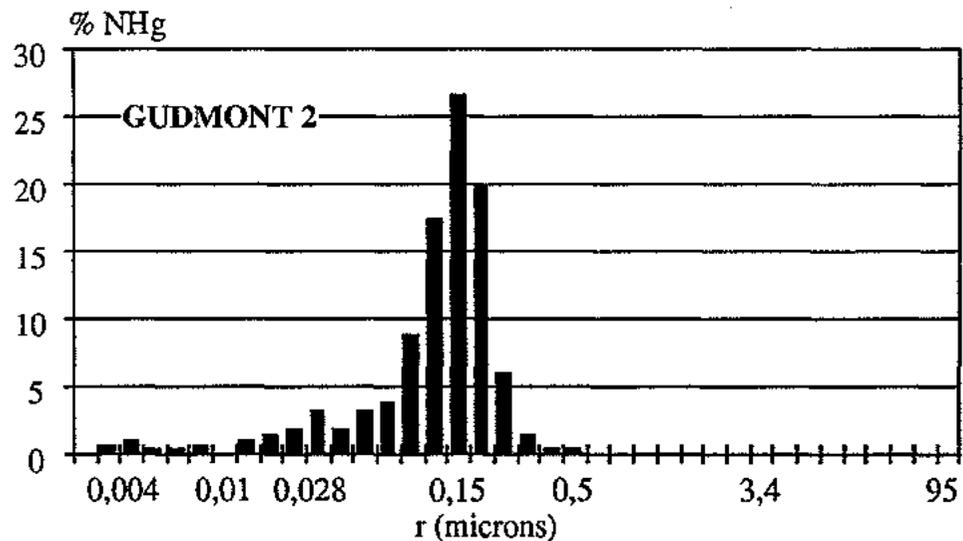
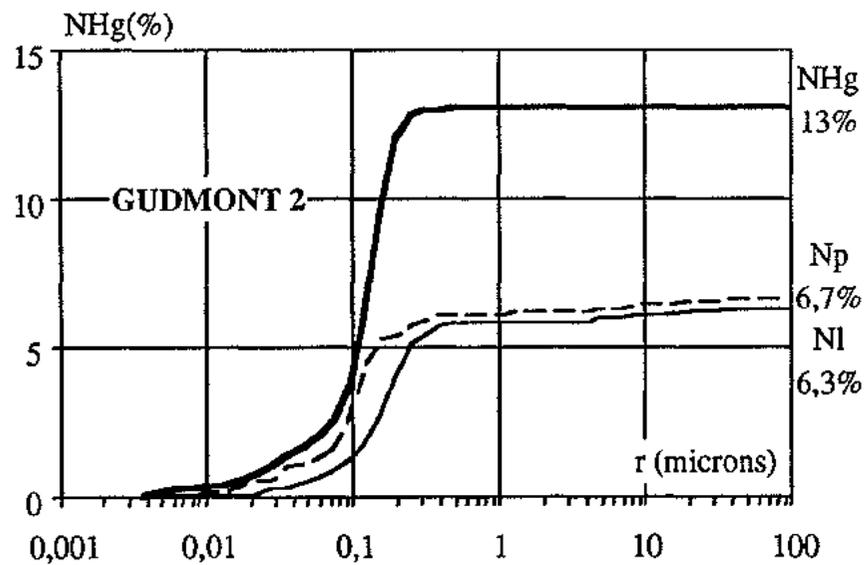
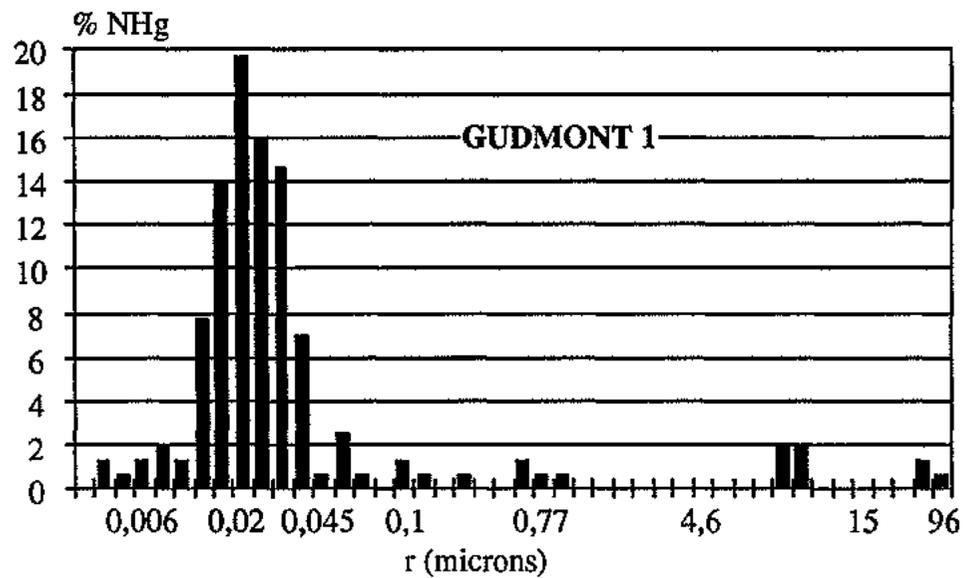
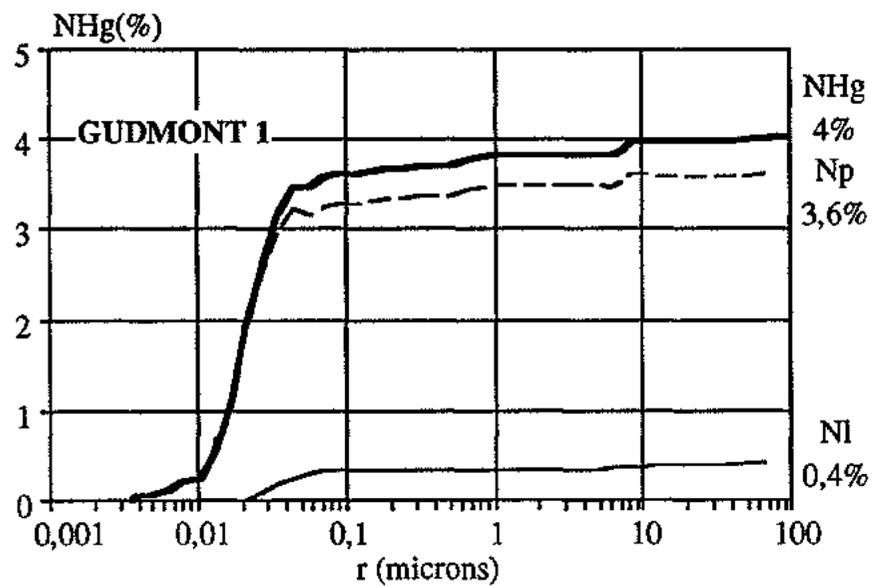


Fig. 4.17. Suite.

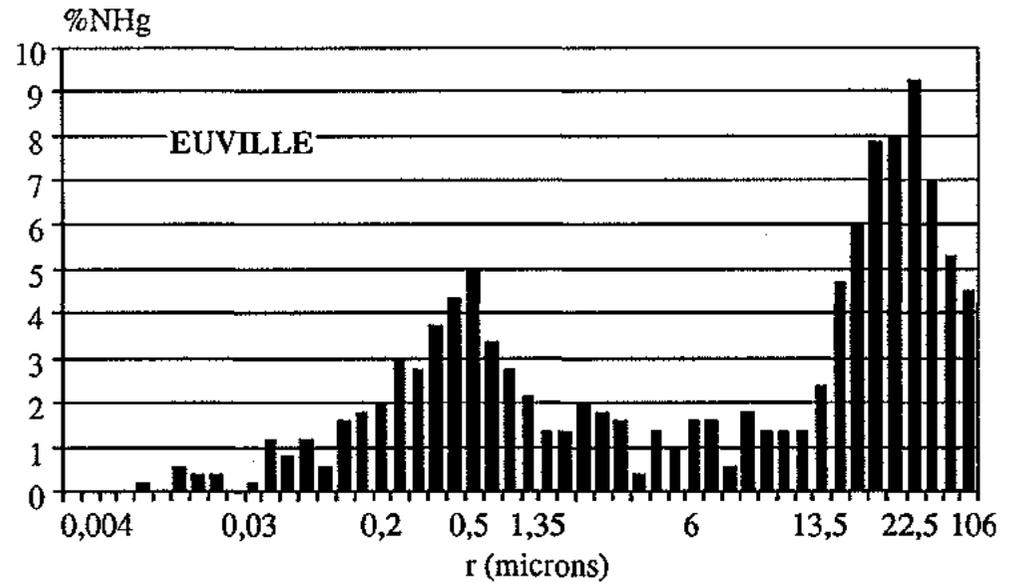
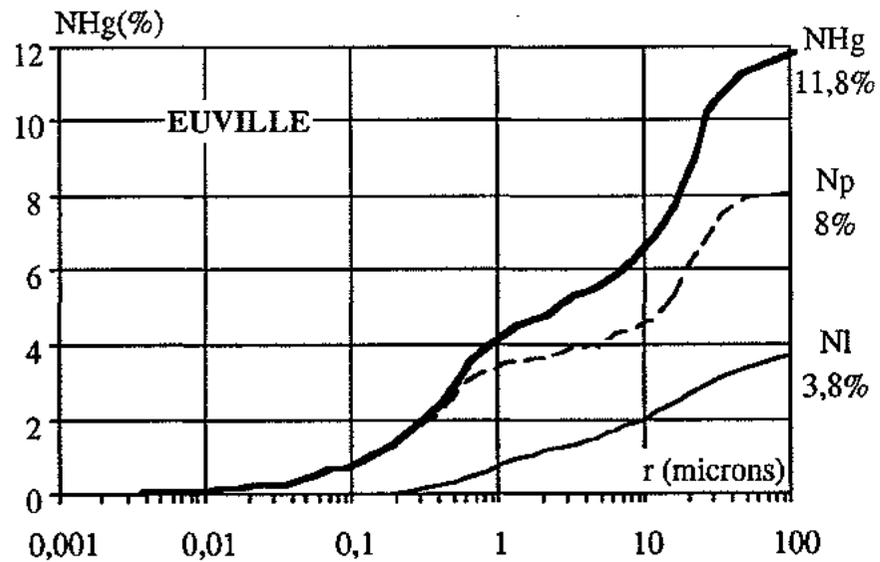
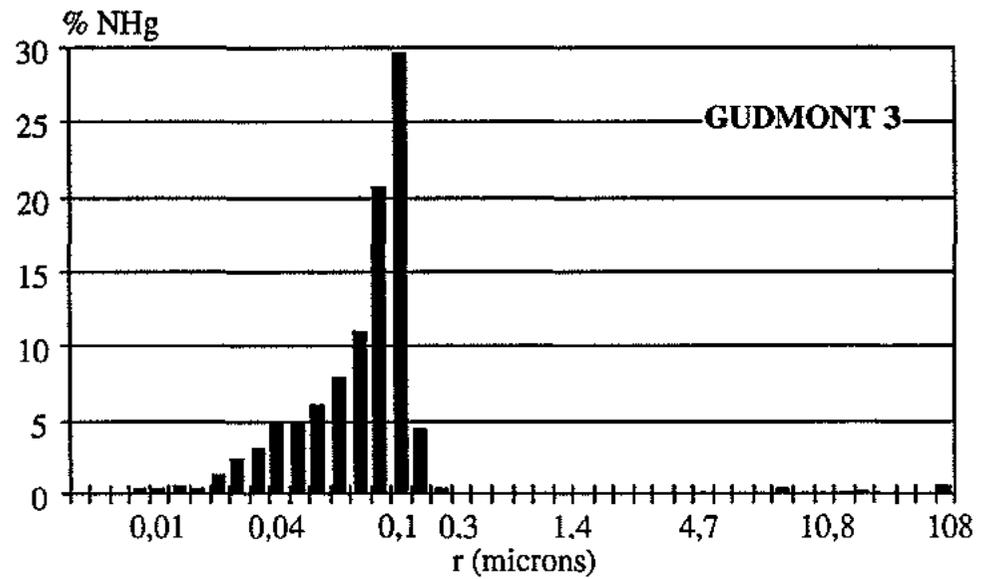
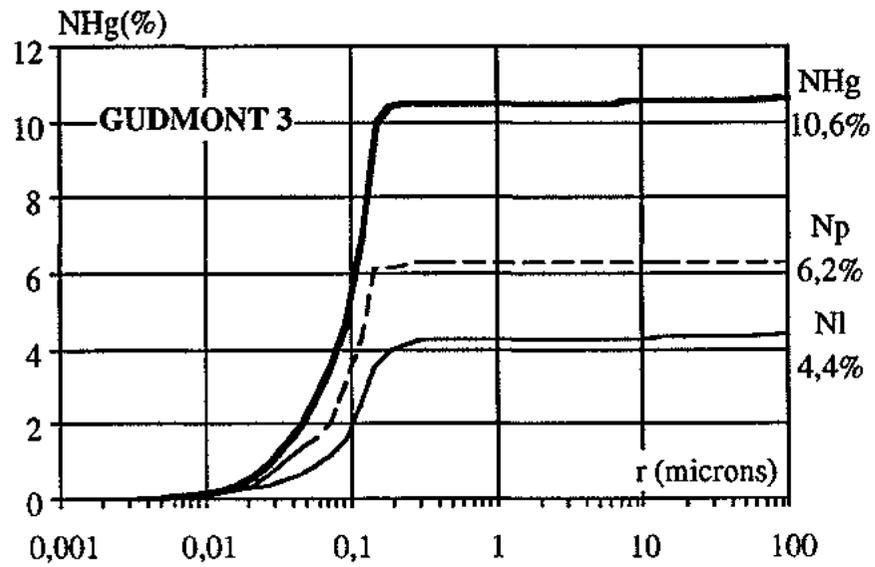


Fig. 4.17. Suite.

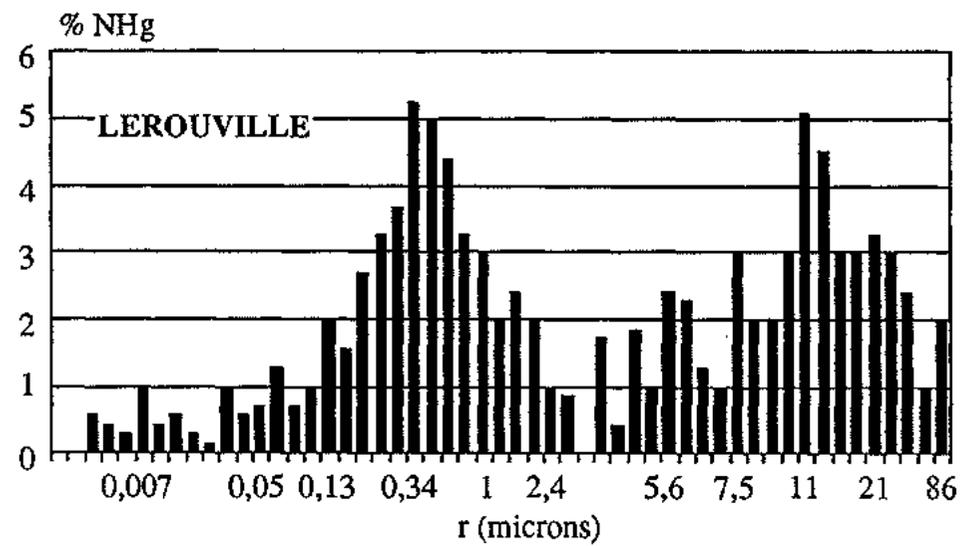
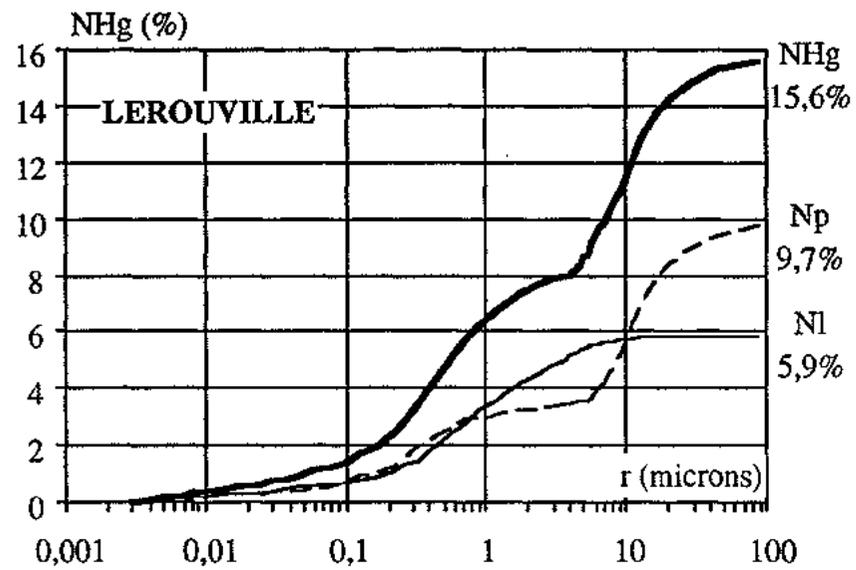


Fig. 4.17. Suite et fin.

Ech.	N <sub>w</sub> (%)	N <sub>Hg</sub> (%)	D.V.	Accès aux pores R			Accès aux pores r		
				Classe ( $\mu\text{m}$ )	R moy ( $\mu\text{m}$ )	N(R) (%)	Classe ( $\mu\text{m}$ )	r moy ( $\mu\text{m}$ )	N(r) (%)
J 1	21,3	21,6	$\pm 0,9$	0,9 - 3	1,5	10	0,15 - 0,6	0,3	5
J 2	21,1	21,25	$\pm 0,8$	1 - 3,5	2	5,5	0,3 - 0,95	0,7	8,5
J 5	23	23	$\pm 0,7$	0,85 - 3	1,5	10	0,1 - 0,5	0,25	6,5
Gu 1	4,3	4,5	$\pm 0,3$	0,06 - 9	-	0,5 - 1,5	0,01 - 0,04	0,025	3,3 - 2,5
Gu 2	11,4	12,5	$\pm 0,5$	-	-	-	0,075 - 0,25	0,15	10
Gu 3	9,3	10,4	$\pm 0,7$	-	-	-	0,015 - 0,2	0,1	9,5
D 1	9,12	8	$\pm 1$	-	-	-	0,03 - 0,15	0,07	7,5
D 2	23,3	25,5	$\pm 0,7$	-	-	-	0,15 - 0,5	0,3	22,5
Eu	13,7	12	$\pm 0,3$	5 - 40	20	6	0,15 - 0,9	0,5	3
Le	15,6	15,5	$\pm 0,4$	5 - 30	10	7	0,1 - 0,7	0,4	4,4

Ech.	N <sub>&gt;1<math>\mu\text{m}</math></sub> (%)	N <sub>&gt;1<math>\mu\text{m}</math>/N<sub>Hg</sub></sub> (%)	N <sub>&lt;1<math>\mu\text{m}</math></sub> (%)	N <sub>&lt;1<math>\mu\text{m}</math>/N<sub>Hg</sub></sub> (%)	C <sub>d</sub>	S <sub>po</sub> (m <sup>2</sup> /g)	r <sub>h</sub> ( $\mu\text{m}$ )
J 1	10	46	11,5	54	3,8	1,2	0,15
J 2	8,25	39	13	61	2,5	0,86	0,25
J 5	11	48	12	52	3,2	1,37	0,12
Gu 1	0,15 - 0,4	14,5	3,85	85,5	1,4	1,45	0,023
Gu 2	0,05 - 0,1	1	12,4	99	0,9	1,93	0,058
Gu 3	0,2	2	10,2	98	0,9	1,52	0,033
D 1	0,15	2	7,85	98	0,8	1,32	0,07
D 2	0,2	0,8	25,3	99,8	0,6	1,13	0,29
Eu	7,5	62,5	4,5	37,5	17	0,9	0,27
Le	9,5	61,5	6	38,5	16	1,03	0,13

*Tab. 4.1. Paramètres quantitatifs issus de la porosimétrie au mercure et liés au volume poreux total.*

Ech	N <sub>1</sub> (%)	N <sub>1</sub> /N <sub>Hg</sub> (%)	N <sub>1</sub> >1 μ (%)	N <sub>1</sub> <1 μ (%)	R <sub>1</sub>			r <sub>1</sub>			C <sub>d1</sub>	S <sub>po1</sub> m <sup>2</sup> /g
					Clas. (μm)	R <sub>1m</sub> (μm)	N(R <sub>1</sub> ) (%)	Clas. (μm)	r <sub>1moy</sub> (μm)	N(r <sub>1</sub> ) (%)		
J1	7,15	31,5	1,5	6	-	-	-	0,1-0,7	0,3	4	2	0,28
J2	6,6	31	1,6	5	-	-	-	0,2-0,95	0,45	4	2,2	0,18
J5	9,1	39,5	2,1	7	-	-	-	0,1-0,8	0,3	5	2,3	0,35
Gu1	0,5	10-15	0,05	0,45	-	-	-	0,02-0,04	0,03	0,3	1,7	0,08
Gu2	6,5	50	0,5	6	-	-	-	0,06-0,3	0,15	5	1	0,44
Gu3	5,1	49	0,2	4,9	-	-	-	0,025-0,2	0,1	4	1,1	0,5
D1	2,3	30	0,1	2,3	-	-	-	0,05-0,15	0,08	1,7	0,95	0,29
D2	17,5	70	0,1	17,4	-	-	-	0,15-0,5	0,25	15,5	0,7	0,53
Eu	3,7	33	2,7	1	6-30	15	1,6	0,4-2,5	0,8	1	8	0,15
Le	6	38	2,4	3,6	-	-	-	0,2-5	0,9	4,4	4	0,2

*Tab. 4.II. Paramètres quantitatifs issus de la porosimétrie au mercure et liés au volume poreux libre.*

Ech	N <sub>p</sub> (%)	N <sub>p</sub> /N <sub>Hg</sub> (%)	N <sub>p</sub> >1 μ (%)	N <sub>p</sub> <1 μ (%)	R <sub>p</sub>			r <sub>p</sub>			C <sub>d<sub>p</sub></sub>
					Clas. (μm)	R <sub>p</sub> m (μm)	N(R <sub>p</sub> ) (%)	Clas. (μm)	r <sub>p</sub> moy (μm)	N(r <sub>p</sub> ) (%)	
J1	14,8	68,5	8,3	6,5	0,7-3	1,5	10	-	-	-	3,6
J2	14,5	68	6	8,5	1,5-3,5	2	4,5	0,3-0,8	0,5	4,5	2
J5	13,2	58	7,7	5,5	0,8-3	1,5	11,5	0,2-0,5	0,3	2	3,2
Gu1	4	85	0,75	3,5	0,06-9	-	0,5-1,2	0,01-0,04	0,02	2,5	1,4
Gu2	6,2	50	0,5	5,7	-	-	-	0,08-0,15	0,1	3,5	0,9
Gu3	5,3	51	0,1	5,2	-	-	-	0,02-0,15	0,1	5,8	1,3
D1	5,7	72	0,1	5,7	0,12-0,15	0,13	0,7	0,035-0,09	0,07	4,2	0,7
D2	8	31	0,1	8	-	-	-	0,25-0,5	0,35	7	0,5
Eu	8	66	4,4	3,6	8-40	20	3,7	0,15-0,7	0,5	2	18
Le	9,5	62	6,3	3,2	6-20	10	5,4	0,1-0,7	0,3	2,2	12

*Tab. 4.III. Paramètres quantitatifs issus de la porosimétrie au mercure et liés au volume poreux piégé.*

## 4.2. POROSITÉ UNIMODALE ET POROSITÉ BIMODALE

L'examen qualitatif des courbes d'injection de mercure (Fig. 4.17) permet de reconnaître une ou plusieurs familles de rayons d'accès aux pores définies par les décrochements subverticaux des courbes cumulées. La présence de ces familles d'accès est également visualisée par les "pseudo-histogrammes". On distingue des réseaux poreux unimodaux à un point d'inflexion sur la courbe d'injection (une famille d'accès aux pores) et des réseaux poreux multimodaux avec au moins deux points d'inflexion. Cette distinction correspond à une différenciation en terme de faciès calcaire. Les roches calcaires micritiques avec (wackestone) ou sans éléments figurés (mudstone) ont un réseau poreux unimodal. Les calcaires à ciment microsparitique à sparitique (grainstone) présentent une multimodalité de la distribution des accès aux pores. Cette remarque, relevée sur les dix faciès étudiés, est confirmée par l'examen des courbes porosimétriques d'un grand nombre de roches calcaires fournies par Bousquié (1979) et Pavone (1982).

L'étalement du spectre porosimétrique est mesuré par un coefficient de dispersion  $C_d$ , calculé à partir d'un rapport de pressions d'injection (Wardlaw *et al.*, 1988, Géraud, 1991) :

$$C_d = \frac{P_{80} - P_{20}}{P_{50}}, \quad (4.23)$$

où  $P_{80}$ ,  $P_{50}$  et  $P_{20}$  sont les pressions d'injection correspondant respectivement à un envahissement de 80, 50 et 20% du milieu poreux.

Ce coefficient quantifie le tri des accès aux pores. L'analyse de ce paramètre (Tab. 3.I) fait ressortir une valeur seuil ( $C_d = 1$ ) séparant les différents types de réseaux :

- $C_d < 1$ , les accès aux pores sont bien triés, la distribution est resserrée autour d'une valeur ; c'est le cas des calcaires à matrice micritique de Dugny (D1 et D2) et du calcaire oolithique de Gudmont (Gu2 et Gu3, également à matrice micritique).
- $C_d > 1$ , les accès aux pores sont moyennement ou mal triés, cette catégorie regroupe :
  - les réseaux à dominante unimodale mais à distribution étalée (calcaire de Gudmont à faciès sublithographique, Gu1),
  - les réseaux multimodaux à tendance bimodale et à distribution étalée ; c'est le cas des trois faciès du calcaire bioclastique de Jaumont (J1, J2, J5),
  - les réseaux bimodaux stricts (calcaires à entroques d'Euville, Eu, de Lérrouville, Le).

Wardlaw et MacKellar (1981) interprètent une distribution d'accès aux pores bien triée comme le résultat d'une répartition aléatoire des hétérogénéités dimensionnelles à l'échelle du réseau. Cette interprétation fait suite à des expérimentations sur des micromodèles en verre fritté. Toute fraction volumique du milieu poreux est accessible par le même rayon d'accès quelque soit la distribution effective des pores sur ce volume poreux. Ainsi, une distribution unimodale, bien triée, sur la courbe d'injection de mercure peut avoir deux origines :

- Soit le réseau ne présente effectivement qu'une taille de pore et un rapport rayon de pore / rayon d'accès proche de 1 ; dans ce cas, les vides sont de type capillaire (rayon constant) et le spectre issu de la porosimétrie reflète bien la distribution effective sur le réseau.

- Soit la distribution effective des pores et accès sur le réseau est large mais ceux-ci sont répartis aléatoirement et un seul accès, en général l'accès de plus faible rayon, commande l'injection de mercure. Dans ce cas, la distribution porosimétrique ne reflète pas la distribution effective sur le réseau. On retrouve les limites de l'essai porosimétrique mises en évidence par la théorie de la percolation et principalement le déplacement de la courbe d'injection vers les plus petits rayons.

Par contre, une distribution d'accès aux pores mal triée correspond à un milieu où les hétérogénéités dimensionnelles présentent un arrangement non aléatoire. A l'échelle du réseau, l'arrangement spatial des pores conduit à un milieu poreux compartimenté en domaines de pores d'une taille donnée. Ces fractions du volume poreux sont accessibles par des accès de rayon fonction de la taille du pore. Cette corrélation entre pore et accès constitue la seconde échelle d'arrangement du réseau. Chatzis et Dullien (1985) et Ioannidis et al. (1993) ont également montré l'importance de cette corrélation rayon de pore / rayon d'accès sur les processus de drainage et en particulier sur l'injection de mercure. Les réseaux avec corrélations ont des courbes de pressions capillaires plus graduelles et montrent un étalement plus important du spectre porosimétrique que des réseaux à distribution aléatoire.

L'analyse de photographies des roches calcaires en lames minces ou au Microscope Electronique à Balayage (annexe 1) confirme la présence de distributions avec ou sans arrangements et permet de mieux visualiser les relations entre les structures et textures des matériaux et le type de distribution porosimétrique qui peut en découler.

Le calcaire de Dugny à texture crayeuse (D2, photos 11 et 13) présente une matrice micritique lâche (cristaux polyédriques "flottants"). Le réseau poreux est constitué de vides de tailles sensiblement identiques, de type capillaire, sans répartition préférentielle ni arrangement. Pour une pression d'injection donnée, on assistera à une invasion complète du réseau poreux. Ceci se traduit par un spectre porosimétrique unimodal strict et un faible coefficient de dispersion.

Le calcaire de Gudmont oolithique (Gu2 et 3) peut être analysé à deux échelles différentes : l'échelle granulaire et l'échelle de la microtexture. D'un point de vue sédimentologique, les oolithes et la matrice micritique ont un dépôt synchrone. De ce fait, à l'échelle des échantillons étudiés, les grains oolithiques ont une disposition aléatoire dans la matrice micritique et aucun arrangement n'est observé à cette échelle (photo 17). De plus, les structurations originelles radiales et circulaires des oolithes sont masquées par une micritisation secondaire importante (photo 20). De la même façon que pour le calcaire de Dugny crayeux, la micrite intergranulaire et intragranulaire secondaire ne présente pas d'arrangement préférentiel et contient des vides à tendance capillaire (photo 19). Ceci se traduit par une courbe d'injection de mercure unimodale et un faible coefficient de dispersion.

Les calcaires de Dugny 1 et de Gudmont 1 ont tous les deux un faciès macroscopique de type sublithographique. La microtexture montre, dans les deux cas, une micrite constituée de cristaux de calcite xénomorphes organisés en mosaïque. Pourtant, le calcaire de Dugny 1 a un spectre unimodal strict et un coefficient de dispersion faible par rapport au calcaire de Gudmont 1. Malgré des lacunes de cristallisation dans la micrite, l'homogénéité de ce matériau conduit à un seul type d'accès (photos 9 et 10). Par contre, Gudmont 1 contient des zones à forte activité algale (voiles stromatolithiques), où les cristaux sont de plus grandes tailles et pratiquement coalescents. Ils forment une structure très

dense (photo 16) par rapport aux domaines constitués d'une mosaïque de cristaux classique (photos 15), plus proche de l'organisation de Dugny 1, quoique plus dense (porosité totale plus faible). Ces différents arrangements confèrent au calcaire de Gudmont 1 un spectre plus étalé.

Le calcaire à entroques d'Euville montre un arrangement à l'échelle de la microtexture. Les entroques ont conservé leur structure en trémis et la cimentation sparitique intergranulaire présente le même type de structuration du fait d'une cristallisation syntaxiale à partir des débris de crinoïdes (Photo 5 et 6). Ce type de structure renferme une microporosité très fine. Les entroques sont organisées autour d'un canal central qui représente un porosité intragranulaire de rayon plus large. Des lacunes dans la cimentation sparitique intergranulaire forment également des espaces poreux de grande taille. Des dissolutions secondaires entre les bordures de grains micritisés et la sparite syntaxiale, zones de circulations préférentielles, font apparaître un autre type d'espaces poreux (joints de grains) (photo 7). De la même façon, le calcaire de Jaumont présente différents degrés d'organisation de son milieu poreux. Des lacunes dans la cimentation microsparitique à sparitique, ainsi que des dissolutions internes aux bioclastes forment des vides de grandes dimensions (photos 1 et 2). Le litage sépare la microstructure en zones à macroporosité et zones à microporosité (photo 4). Ces différents types de porosités confèrent à ces matériaux des distributions porosimétriques très étalées, bimodales à multimodales, et des coefficients de dispersion élevés traduisant l'arrangement de la structure de ces roches.

#### 4.3. MICROPOROSITÉ ET MACROPOROSITÉ

Les termes de macroporosité et microporosité définissent généralement les volumes poreux constitués respectivement de vides de grandes tailles et de vides de petites dimensions. Comme nous l'avons indiqué dans le chapitre 1 (Généralités et définitions), la dimension limite entre ces deux entités est variable selon les auteurs et les méthodes d'analyses. Selon Bousquié (1979), un seuil de  $1\mu\text{m}$ , en termes de rayons d'accès mesurés au porosimètre à mercure, correspond à une réalité physique : une estimation de la porosité bien individualisée et visible en lame mince donne une valeur proche de la macroporosité, d'accès supérieur à  $1\mu\text{m}$ , déterminée par la porosimétrie au mercure.

Cette limite entre micro et macroporosité est plus délicate si on considère la répartition de la porosité au sein du faciès et notamment la distinction entre porosité intergranulaire et porosité intragranulaire.

##### *Porosité intergranulaire*

Ce volume poreux est généralement "bien connecté" (joints de grains, lacunes de cimentation). Dans ce cas, le seuil défini par Bousquié (1979) est applicable.

##### *Porosité intragranulaire*

Ce volume poreux est souvent mal connecté avec le précédent (micritisation de la surface externe des grains par exemple). Une part de cette porosité peut être de dimension effective proche

d'une macroporosité (visible en lame mince) et être comptabilisée dans la microporosité par la porosimétrie au mercure du fait d'accès de faibles dimensions.

#### *Porosité des ciments (interne aux cristaux)*

Cette porosité, intergranulaire au sens où elle est située entre les éléments figurés, est un cas particulier. La coupure de type Bousquié est à appliquer avec précaution dans ce cas : les accès à ce volume poreux sont de très faibles dimensions quelque soit la taille effective des pores considérés.

Les techniques d'imprégnations de résines de couleurs différentes par centrifugations et imbibitions successives permettent dans certains cas de visualiser ces différents types de porosités et de mettre en évidence par exemple la macroporosité intragranulaire d'accès fins (Zinszner et Meynot, 1982).

La répartition des différentes familles d'accès aux pores pour l'ensemble des faciès calcaires étudiés est présentée sur la figure 4.20. La prise en compte d'un seuil à  $1 \mu\text{m}$  n'est pas toujours évidente. Les bornes de chaque famille sont déterminées graphiquement par les variations de pentes des courbes porosimétriques ; la précision sur ces valeurs est très variable et dépend du volume de pores d'accès intermédiaire entre les familles (pente des "pseudo-paliers" entre les familles principales). L'utilisation de ces rayons d'accès en valeur absolue est à prendre avec précaution ; la prise en compte de ces rayons en tant que valeurs relatives est recommandée. Dans le cas des calcaires à réseaux poreux unimodaux (Gudmont, Dugny), la famille d'accès principale est inférieure à  $1 \mu\text{m}$  et on peut parler de microporosité au sens de la définition présentée précédemment. Dans le cas des calcaires à réseaux poreux bimodaux (Jaumont, Euville, Lérrouville), la limite à  $1 \mu\text{m}$  n'a pas de signification particulière, puisqu'elle est bien souvent incluse dans l'une des familles d'accès.

Nous conserverons les termes de micro et macroporosité pour une description qualitative sans notion de rayon limite entre les deux. La famille principale d'accès aux pores des calcaires à réseaux poreux unimodaux est incluse dans la microporosité. Cette microporosité est généralement intergranulaire et localisée au sein de la charpente cristalline de la matrice micritique. Toutefois, les faciès Gudmont 2 et 3 oolithiques renferment une part de microporosité intragranulaire située dans la structure fine et souvent micritisée des oolithes et une part de macroporosité intragranulaire d'accès fins (microporosité au porosimètre à mercure) résultant d'une micritisation superficielle des oolithes.

Le calcaire de Gudmont à faciès sublithographique (Gu1) a un spectre unimodal ; la macroporosité représentée sur la figure 4.20 reflète en fait l'étalement du spectre. L'ensemble de la porosité de ce matériau est principalement localisé entre les grains de micrite organisés en mosaïque.

Pour tous ces matériaux constitués principalement d'une matrice micritique et à spectre unimodal, on note une très bonne corrélation entre le rayon d'accès moyen au réseau et la porosité totale (Fig. 4.21). Comme l'avait montré Wardlaw (1976) sur des calcaires à matrice dolomitique fine, une augmentation de la porosité traduit un relâchement de la matrice et par conséquent, un élargissement des vides intercrystallins.

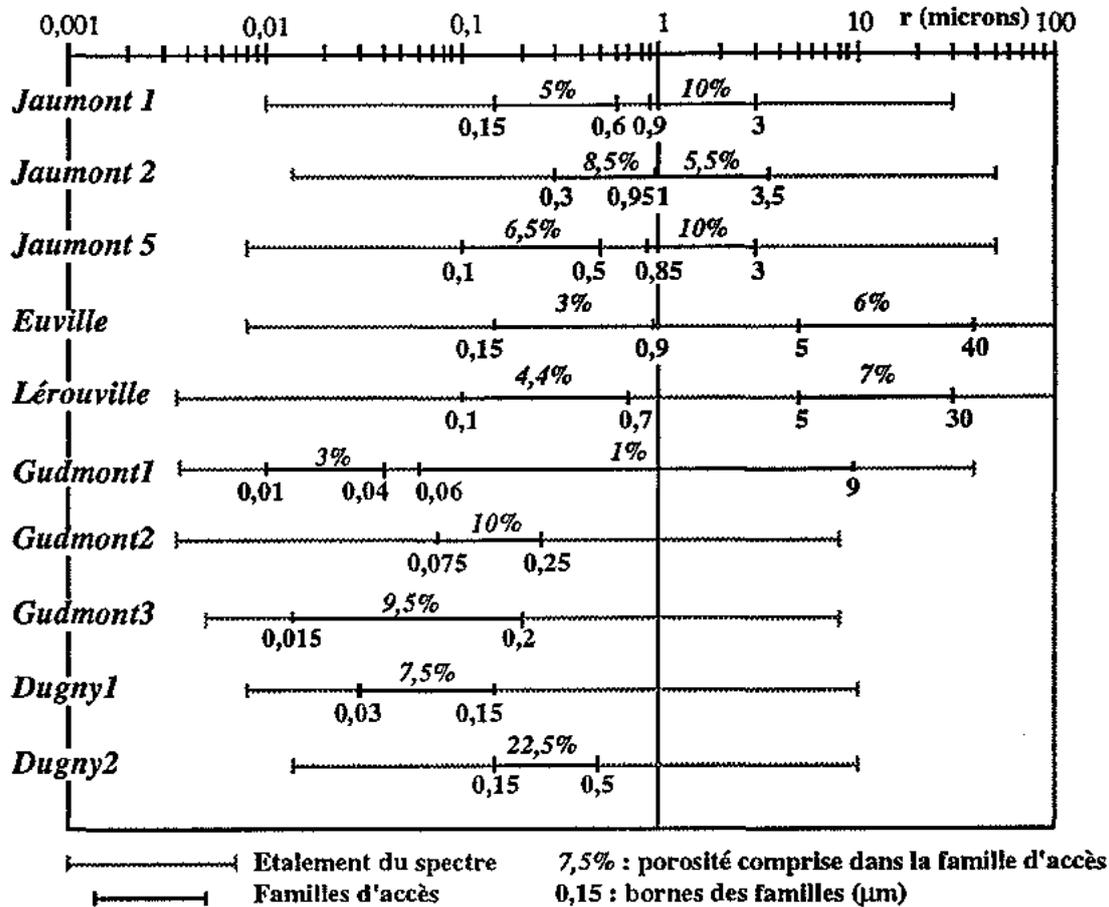


Fig. 4.20. Répartition des différentes familles d'accès aux pores autour du rayon d'accès 1µm.

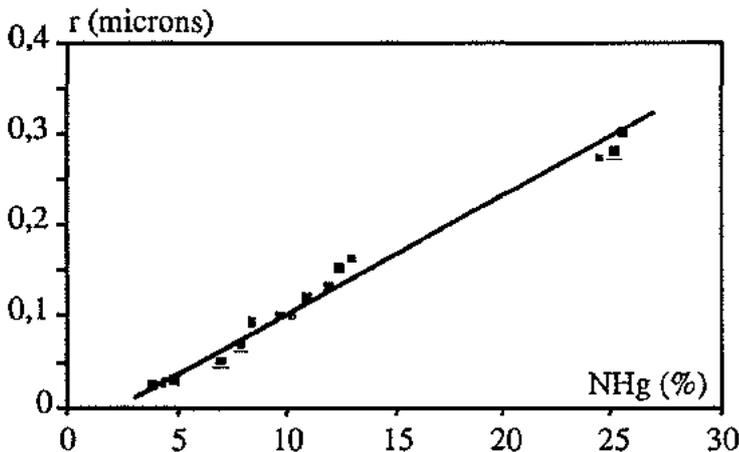


Fig. 4.21. Relation entre la porosité totale et le rayon d'accès moyen au réseau pour les calcaires micritiques à spectres unimodaux.

Les calcaires à réseaux poreux bimodaux ont une famille (accès fins) incluse dans la microporosité et l'autre (accès larges) dans la macroporosité. La macroporosité est soit intergranulaire (lacunes de cimentation, litage (Jaumont)), soit intragranulaire (structure interne des entroques, dissolution des bioclastes). Une microporosité intergranulaire est représentée par les joints de grains (surtout pour les calcaires à entroques) ou par des vides dans les zones de cimentation microsparitique (Jaumont). Les grains peuvent renfermer une microporosité propre dans leur structure.

Nous avons également conservé la répartition entre porosités d'accès inférieur et supérieur à  $1\mu\text{m}$  (Tab. 3.I) afin de comparer avec les données bibliographiques mais en ayant bien à l'esprit qu'il ne s'agit nullement d'une répartition en terme de dimensions effectives mais basée sur les rayons d'accès aux pores. Une forte porosité d'accès inférieur à  $1\mu\text{m}$  ne signifie pas obligatoirement que le matériau a le réseau poreux le plus fin. Par exemple, la totalité du volume poreux du calcaire de Dugny crayeux (D2) a un accès inférieur à  $1\mu\text{m}$  ( $N_{<1\mu\text{m}} / N_{\text{Hg}} = 100\%$ ) et une famille de microporosité d'accès de l'ordre de  $0,3\mu\text{m}$  ; le calcaire de Gudmont sublithographique (Gu1) présente une famille de microporosité d'accès plus faible ( $r = 0,025\mu\text{m}$ ) mais sa porosité d'accès inférieur à  $1\mu\text{m}$  ne constitue que 85% de sa porosité totale.

#### 4.4. POROSITÉS LIBRES ET PIÉGÉES

Conformément à ce qui a été décrit dans le paragraphe 2.4., il existe de façon systématique une quantité de mercure irréversiblement piégée dans le milieu poreux du matériau à la suite du cycle première injection / retrait. La porosité correspondante ou porosité piégée ( $N_p$ ) représente 30 à 90% de la porosité totale et traduit l'accessibilité des pores par des étranglements fins (Bousquié, 1979, Wardlaw et MacKellar, 1981). Le complément de la porosité piégée à la porosité totale représente le volume poreux vide de mercure après l'opération première injection / retrait ou porosité libre ( $N_l$ ). Ainsi, la porosité totale d'un matériau se décompose de la façon suivante :  $N_t = N_l + N_p$  ; la répartition entre  $N_p$  et  $N_l$  dépend de la structure du milieu poreux.

D'après les figures 4.22 et 4.23 représentant la porosité piégée en valeur absolue ou en fraction de la porosité totale en fonction de la porosité totale, il n'apparaît pas de relation simple entre volume poreux piégé et porosité totale.  $N_p$  a tendance à augmenter avec  $N_{\text{Hg}}$  alors que  $N_p/N_{\text{Hg}}$  montre une évolution décroissante. Pavone (1982) explique la tendance évolutive décroissante de la part de porosité piégée ( $N_p/N_{\text{Hg}}$ ) avec la porosité totale (Cf fig. 4.23) par une augmentation statistique des connexions dans le réseau poreux du fait d'un volume poreux plus important. Ceci est valable si l'on compare des matériaux de structure et texture sensiblement identiques. Dans notre cas, les différences de faciès calcaires engendrent des écarts importants dans cette relation.

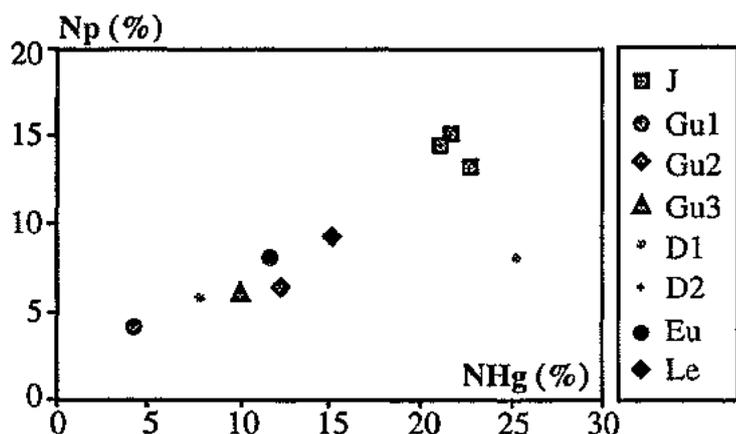


Fig. 4.22. Porosité piégée ( $N_p$ ) en fonction de la porosité totale ( $N_{\text{Hg}}$ ).

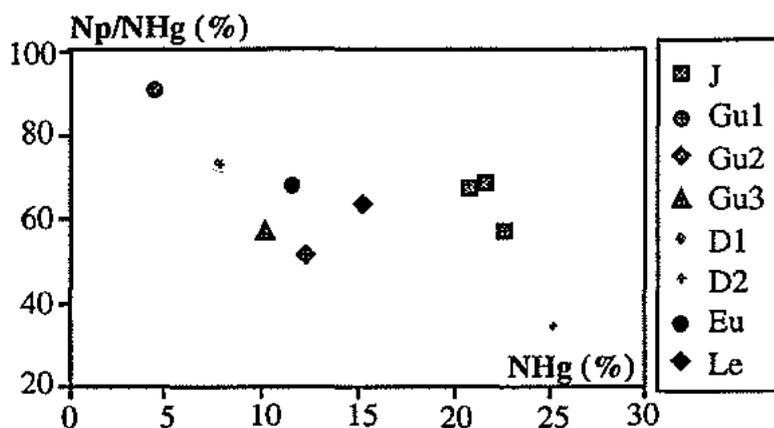


Fig. 4.23. Pourcentage de porosité piégée dans la porosité totale ( $N_p/N_{Hg}$ ) en fonction de la porosité totale ( $N_{Hg}$ ).

#### 4.4.1. Distribution des porosités libres et piégées

De même que les courbes de première injection (porosité totale), les courbes de seconde injection (porosité libre) et leurs compléments à la première injection (porosité piégée) se décomposent en une ou plusieurs familles principales d'accès aux pores (voir figure 4.17). Les coefficients de dispersion des distributions de porosités libres ( $C_{dl}$ ) et piégées ( $C_{dp}$ ) sont calculés pour l'ensemble des matériaux de la même façon que pour la porosité totale ( $C_{dt}$ ). Les coefficients de dispersion des spectres de porosités piégées sont sensiblement du même ordre de grandeur que pour la porosité totale (Fig. 4.24) ; les spectres de distribution des porosités piégées et totales sont du même type (même dispersion et même étalement des spectres). La relation coefficient de dispersion de la porosité libre / coefficient de dispersion de la porosité totale varie selon l'ordre de grandeur de ces coefficients (Fig. 4.24).  $C_{dl}$  est sensiblement identique à  $C_{dt}$  pour les faibles valeurs (calcaires à réseaux poreux unimodaux) ; dans ce cas, les distributions des porosités libres et totales sont globalement du même type. Par contre, pour des valeurs plus élevées de ces coefficients,  $C_{dl}$  est inférieur à  $C_{dt}$ . C'est le cas des calcaires à réseaux poreux bimodaux où le spectre de porosité libre montre un étalement moins important que celui de la porosité totale.

La répartition des porosités libres et piégées en volume poreux d'accès inférieur ou supérieur à  $1\ \mu\text{m}$  ( $(N < 1\ \mu\text{m})_l / (N > 1\ \mu\text{m})_l$ ,  $(N < 1\ \mu\text{m})_p / (N > 1\ \mu\text{m})_p$ ) en fonction du même type de répartition des porosités totales ( $N < 1\ \mu\text{m} / N > 1\ \mu\text{m}$ ) est présentée sur la figure 4.25. Il apparaît sur cette figure que la répartition par rapport à l'accès  $1\ \mu\text{m}$  est sensiblement identique pour les porosités totales, libres et piégées sur l'ensemble des matériaux ; le calcaire de Gudmont oolithique (Gu2) se détache nettement de la droite  $x = y$ . Ceci est dû à la très faible valeur des volumes poreux d'accès supérieur à  $1\ \mu\text{m}$  (inférieure à 0,5%) ; une faible variation de ce pourcentage engendre dans ce cas une différence d'au moins une puissance de 10 entre porosités totale et libre ou piégée.

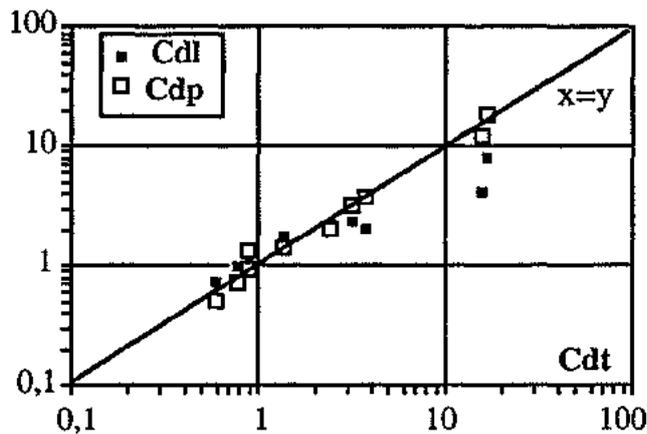


Fig. 4.24. Coefficients de dispersion des spectres de porosités libres et piégées ( $C_{dl}$  et  $C_{dp}$ ) en fonction du coefficient de dispersion de la porosité totale ( $C_{dt}$ ).

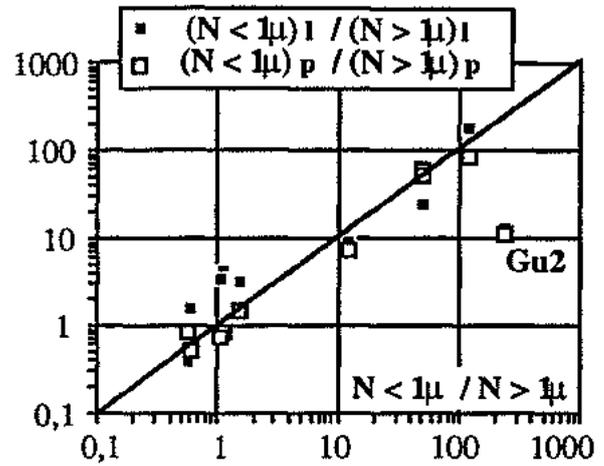


Fig. 4.25. Répartition des porosités libres et piégées par rapport au rayon d'accès de  $1\mu\text{m}$  en fonction de la répartition de la porosité totale.

La répartition des spectres de porosités libres et piégées en familles d'accès aux pores diffère selon que l'on est en présence de calcaires à réseaux poreux unimodaux ou bimodaux (Fig. 4.26).

La porosité piégée des calcaires à réseaux poreux bimodaux (Jaumont, Euville, Lérrouville) présente sensiblement les mêmes familles d'accès aux pores que la porosité totale (microporosité et macroporosité). Seul le faciès 1 du calcaire de Jaumont a un spectre de porosité piégée réduit à la famille de macroporosité du spectre initial. Les porosités comprises dans les familles macroporeuses sur les spectres "piégés" ou "totaux" sont du même ordre de grandeur. Par contre, la microporosité piégée a une valeur divisée par 2 ou 3 par rapport à la microporosité totale. L'ensemble du volume poreux subit le piégeage mais celui-ci est plus important au niveau de la macroporosité.

Les spectres de porosités libres des calcaires à porosité totale de type bimodale montrent une tendance à l'unimodalité. Ces spectres ne sont généralement constitués que de la famille de microporosité des spectres initiaux ; la majeure partie de la macroporosité est piégée, ceci confirme la remarque faite précédemment sur la diminution du coefficient de dispersion des spectres de porosités libres par rapport aux porosités totales pour ces matériaux.

Dans le cas des calcaires à réseaux poreux unimodaux (Gudmont 2 et 3, Dugny), les spectres de porosités totales, libres et piégées ont sensiblement la même famille principale d'accès aux pores et diffèrent seulement par l'importance relative de la porosité comprise dans cette famille.

Le calcaire à faciès sublithographique de Gudmont (Gu1) a un comportement intermédiaire. C'est un calcaire à réseau poreux unimodal mais dont le spectre présente un étalement relativement important. Dans ce cas, la porosité piégée a pratiquement le même spectre que la porosité totale (mêmes familles d'accès, mêmes porosités comprises dans ces familles). Ceci est dû au fort pourcentage de piégeage dans ce réseau. La porosité libre est très faible et se situe dans la microporosité.

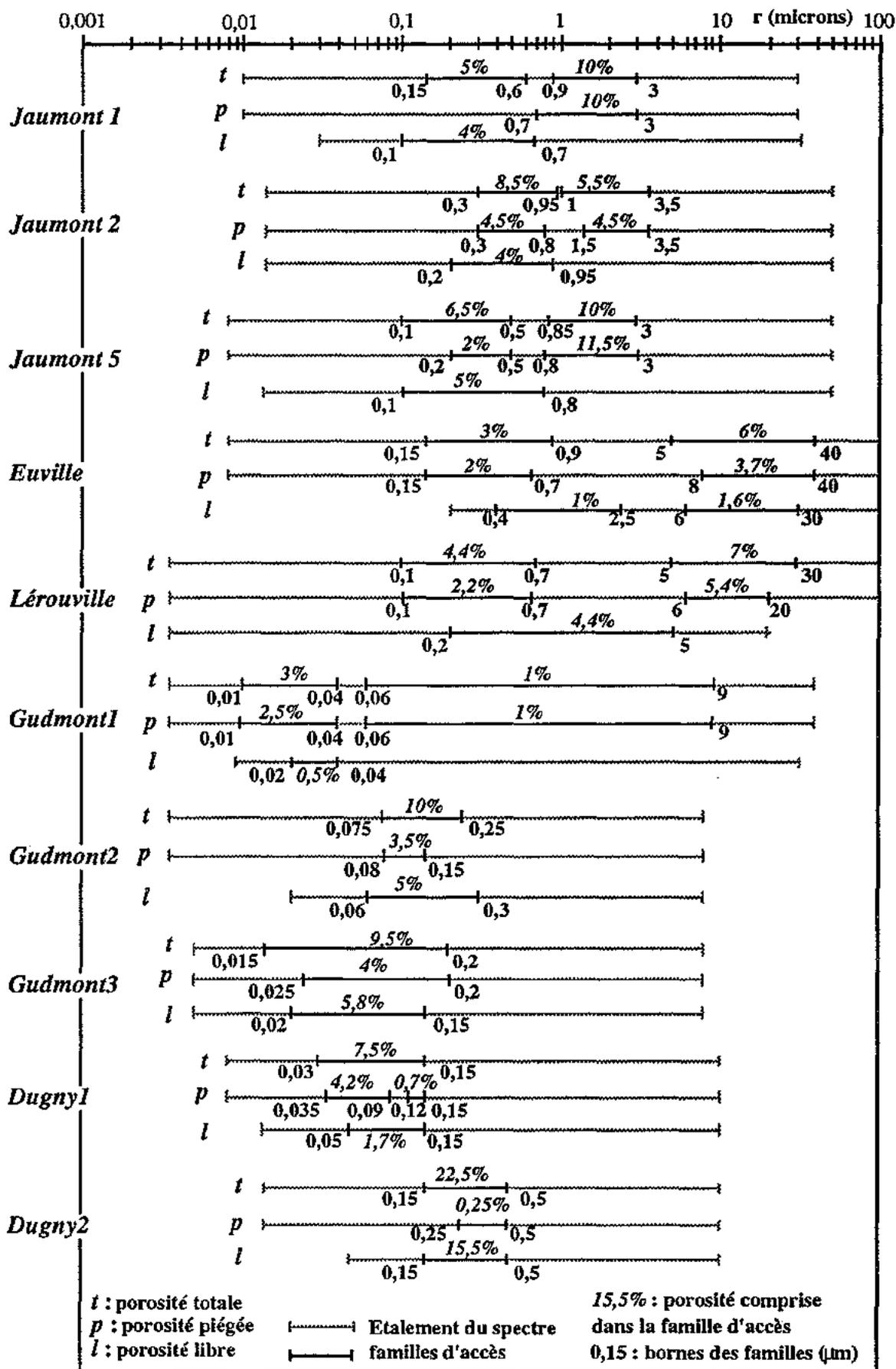


Fig. 4.26. Répartition des familles d'accès des porosités libres, piégées et totales.

#### 4.4.2. Signification de la porosité piégée

Les résultats expérimentaux (Tab. 4.III) montrent que la porosité piégée ne constitue pas une part prépondérante de la porosité totale (moins de 50%) pour les calcaires à réseaux poreux unimodaux stricts (Dugny 2, Gudmont 2 et 3). Par contre, ce volume poreux piégé représente la plus grande partie de la porosité totale (plus de 60%) au sein des calcaires à réseaux poreux bimodaux ou unimodaux à spectres étalés (Jaumont, Euville, Lérouville et Gudmont 1). Ces derniers renferment une large gamme de rayons d'accès reflétant une organisation du réseau en une suite d'étranglements et d'évasements. Cette structure peut être schématisée par un système pores subsphériques / étranglements de rapport rayon de pore / rayon d'accès élevé et favorise le piégeage en multipliant les sites d'initialisation de rupture du film de mercure.

L'étalement des spectres porosimétriques traduit un arrangement du réseau en différents sous-réseaux, ou domaines d'accès donnés, et influence l'importance relative du volume poreux piégé en favorisant le piégeage dans les domaines de pores larges à accès fins (Wardlaw et Mc Kellar, 1981). Mertz (1989) a montré que la porosité piégée augmentait avec le nombre de familles de pores présentes dans le milieu poreux. Cette relation a été établie à partir de simulation de drainage de mercure dans des réseaux à mailles carrées où chaque nœud correspond à un pore de dimension donnée.

L'influence de l'étalement du spectre apparaît sur la figure 4.27 qui représente le pourcentage de porosité piégée en fonction du coefficient de dispersion du spectre initial,  $C_{dt}$ . Les porosités piégées les plus importantes correspondent aux calcaires à forts coefficients de dispersion (bimodaux ou unimodaux étalés). Pour ces matériaux, le piégeage est plus important en valeur relative au sein de la macroporosité (Fig. 4.26). Cette famille délimite un domaine de macropores où le phénomène de piégeage est prépondérant. Seul le calcaire de Dugny à faciès sublithographique (D1) a une porosité piégée relativement importante malgré un faible coefficient de dispersion. Ce matériau présente un faciès micritique très homogène, les accès sont tous de même type mais des lacunes de cristallisation dans la micrite favorise le piégeage.

Le volume poreux piégé lors du retrait du mercure est un paramètre global du milieu poreux. Il traduit une certaine structure du réseau résultant des conditions nécessaires à l'initialisation du piégeage (accessibilités des pores, rapports rayons de pores / rayons d'accès) ainsi qu'à son importance relative (arrangement du réseau en domaines, accessibilité aux limites de ces domaines). Une forte porosité piégée correspond à un réseau à porosité de pores *s.s.* (porosité nodale) majoritaire et structuré comme suit :

- pore élémentaire limité par des accès fins (rayon de pore / rayon d'accès élevé),
- domaine de pores larges à accessibilité réduite (échelle du réseau).

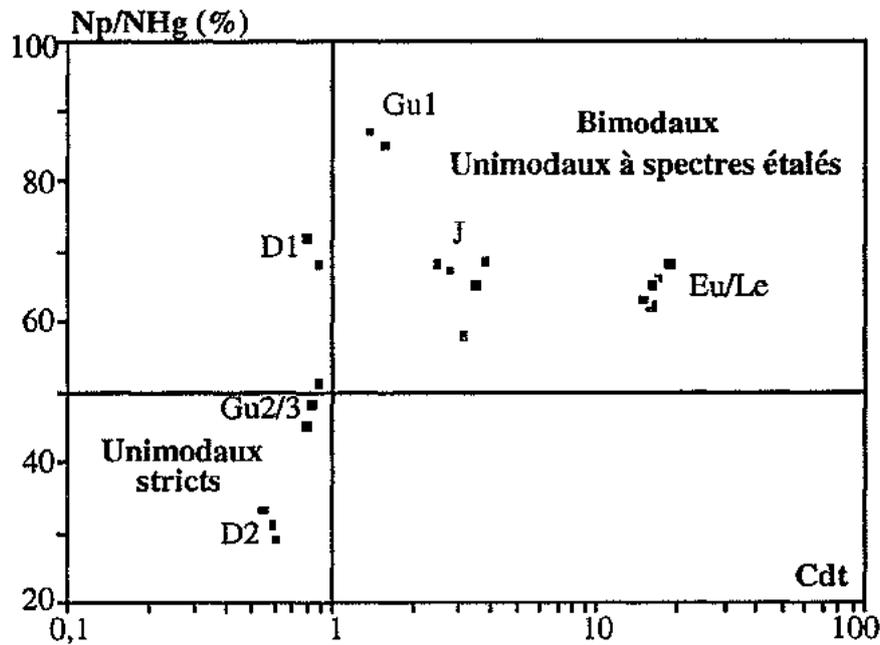


Fig. 4.27. Porosité piégée ( $N_p/N_{Hg}$ ) en fonction de la dispersion des spectres initiaux ( $C_d$ ).

#### 4.4.3. Signification de la porosité libre

Les calcaires à forte porosité libre (faible porosité piégée) ont des réseaux poreux unimodaux faiblement dispersés. Les images M.E.B. ont montré, pour ces matériaux, des vides sans grandes variations dimensionnelles, à tendance capillaire. La porosité libre, par opposition à la porosité piégée, traduit un réseau où la porosité de type capillaire est prépondérante. Une diminution du rapport rayon de pore / rayon d'accès a pour effet d'augmenter le volume poreux libre (Wardlaw, 1976). Cet auteur a bien montré l'influence de l'agencement des cristaux sur la relation porosité libre / porosité totale (Fig. 4.28) à partir d'exemples pris sur des calcaires dolomitiques fins. Une tendance à la coalescence cristalline, dans ce type de matériaux, se traduit par une réduction simultanée des porosités totales et libres. Ceci peut s'appliquer, dans notre cas, aux calcaires à matrice micritique. L'évolution de la structure de la matrice micritique des calcaires de Gudmont 1, Dugny 1 - micrite en mosaïque - aux calcaires de Gudmont 2 / 3, Dugny 2 - charpente cristalline lâche - résulte en une augmentation des porosités totales et libres.

De plus, une disposition aléatoire des vides dans le réseau favorise le retrait du mercure et augmente le volume poreux libre.

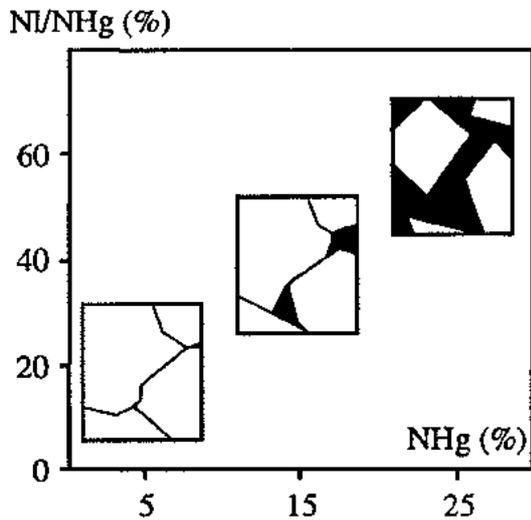


Fig. 4.28. Influence de l'agencement cristallin sur la relation porosité totale / porosité libre (d'après Wardlaw, 1976).

#### 4.5. AUTRES PARAMÈTRES DÉTERMINÉS PAR LA POROSIMÉTRIE AU MERCURE

Outre les mesures qualitatives (bimodalité / unimodalité, porosité piégée / libre) et quantitatives (dimensions des vides), la porosimétrie au mercure permet d'évaluer d'autres grandeurs caractéristiques du réseau poreux telles que les masses volumiques réelles et apparentes, les surfaces de pores et les rayons hydrauliques.

##### 4.5.1. Masses volumiques

L'appareillage fournit une mesure des masses volumiques apparente ( $\rho_d$ ) et de la fraction solide ( $\rho_s$ ). Ces deux grandeurs sont calculées à des étapes différentes de l'essai porosimétrique. La détermination du volume total de l'échantillon, nécessaire au calcul de  $\rho_d$ , est effectuée entre les phases de basses pressions et de hautes pressions, lorsque le mercure entoure l'échantillon à pression atmosphérique. Le volume de la fraction solide, entrant dans le calcul de  $\rho_s$ , est déterminé en fin de phase de hautes pressions, par différence entre le volume total de l'échantillon et le volume de vide envahi par le mercure.

Les valeurs de ces deux paramètres (valeurs moyennes issues de plusieurs essais porosimétriques) et les domaines de variations encadrant ces valeurs moyennes sont présentés dans le tableau 4.IV. Nous avons également reporté dans ce tableau les valeurs de  $\rho_d$  et  $\rho_s$  déterminées par les autres méthodes (Chap.3) pour comparaison.

La mesure de la masse sèche des échantillons est identique pour toutes les méthodes présentées (séchage à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante) ; les différences sur les masses volumiques seront dues essentiellement à des variations sur les mesures des volumes total et solide.

Faciès	$\rho_d$ Hg	$\rho_d$ dimens	$\rho_d$ hydro.	$\rho_s$ Hg	$\rho_s$ hydro.	$\rho_s$ picno.	$\rho_s$ dens.
Jaumont 1	2,13±0,02	2,12±0,03	2,17±0,04	2,71±0,01	2,72±0,045	2,69±0,01	2,713
Jaumont 2	2,12±0,015	2,12±0,03	2,17±0,04	2,704±0,012	2,72±0,045	2,69±0,01	2,713
Jaumont 5	2,08±0,016	2,07±0,02	2,13±0,035	2,705±0,016	2,72±0,04	2,68±0,015	2,711
Gudmont 1	2,585±0,02	2,59±0,015	2,62±0,025	2,715±0,015	2,73±0,03	2,71±0,025	2,72
Gudmont 2	2,36±0,015	2,39±0,025	2,44±0,04	2,685±0,012	2,71±0,045	2,7±0,015	2,71
Gudmont 3	2,41±0,02	2,42±0,02	2,48±0,045	2,691±0,013	2,7±0,04	2,69±0,01	2,715
Dugny 1	2,45±0,01	2,46±0,025	2,48±0,02	2,702±0,004	2,72±0,025	2,7±0,005	2,715
Dugny 2	2,03±0,01	2,06±0,015	2,19±0,025	2,715±0,02	2,72±0,025	2,71±0,005	2,715
Euville	2,35±0,02	2,31±0,02	2,39±0,025	2,685±0,01	2,71±0,02	2,7±0,01	2,717
Lérouville	2,29±0,01	2,27±0,01	2,35±0,02	2,697±0,01	2,71±0,025	2,7±0,025	2,714

Tab. 4.IV. Masses volumiques réelles ( $\rho_s$ ) et apparentes ( $\rho_d$ ) déterminées par la porosimétrie au mercure et par les méthodes classiques. Toutes les valeurs sont en  $g/cm^3$ .

D'après quelques remarques expérimentales, le volume total des échantillons, déterminé par la porosimétrie au mercure, semble être mesuré par défaut (calcul de  $\rho_d$  par excès) :

- de part ses propriétés de fluide non mouillant, le mercure entourant l'échantillon à pression atmosphérique, forme des ménisques convexes qui moulent les infractuosités de surface,
- Lors du passage de basse pression à pression atmosphérique, on assiste à un début d'invasion du réseau poreux.

Ceci est vrai pour les calcaires présentant une macroporosité de surface (Jaumont, Euville, Lérouville) ;  $\rho_d$ , donnée par la porosimétrie au mercure, est, dans ce cas, légèrement supérieure à  $\rho_d$  mesurée à partir des dimensions de l'échantillon. Par contre, pour les autres faciès, à porosité plus fine,  $\rho_d$  au mercure est inférieure aux  $\rho_d$  déterminées par les autres méthodes et semble plus proche de la réalité.

Le volume solide est obtenu par :  $V_s = V_t - V_v$ . Le volume des vides est mesuré par défaut puisqu'il mesure les vides accessibles au mercure jusqu'à une pression seuil donnée. De ce fait,  $\rho_s$  au mercure est toujours légèrement inférieure aux valeurs déterminées par les autres méthodes. Toutefois, les faibles variations de  $\rho_s$  montrent que le mercure envahit la plus grande partie du réseau poreux. L'accessibilité du réseau est pratiquement aussi bonne au mercure sous pression qu'à l'eau sous vide (pesée hydrostatique) malgré sa viscosité et l'absence de mouillabilité.

la masse volumique réelle est anormalement faible pour les calcaires à entroques (Euville, Lérouville) et oolithiques (Gudmont 2 et 3) ; ceci peut être dû à une porosité occluse non négligeable dans ces faciès, liée à une micritisation préférentielle de la périphérie des grains (Cf Chap. 3, porosité accessible à l'eau sous vide).

La détermination des masses volumiques au porosimètre à mercure est reproductible sur plusieurs essais comme le montrent les domaines de variations très faibles. Les valeurs moyennes sont, dans ce cas, beaucoup plus significatives que pour les autres méthodes.

#### 4.5.2. Surface de pores

Il est généralement admis que la porosimétrie au mercure fournit des spectres de distribution des accès aux pores, non seulement en fonction des volumes poreux, mais également en fonction des surfaces de pores envahies par le mercure. Chaque surface élémentaire est calculée sur des bases thermodynamiques en utilisant la notion de travail ( $P \cdot dV$ ) nécessaire à l'envahissement d'une surface:

$$dS = \frac{P \cdot dV}{\sigma \cdot \cos\theta} \quad (4.24)$$

avec  $P$  : pression d'injection,  $dV$  : volume injecté,  $\sigma$  et  $\theta$  : tension de surface et angle de contact.

L'utilisation de ces distributions de surfaces de pores n'est pas très commode. D'après Van Brakel et al (1981), ces surfaces n'ont qu'une valeur relative, puisque la notion de travail implique une réversibilité du mouvement du ménisque de mercure. Dans le cas d'un milieu poreux contenant des pores interconnectés, le travail est irréversiblement dépensé durant la pénétration du mercure et les valeurs de surfaces de pores sont systématiquement calculées par excès.

Les surfaces élémentaires sont rapportées à la masse de matériau (surfaces élémentaires spécifiques) ; dans un élément de volume unitaire du matériau, un volume poreux donné représente une surface de pores plus grande si il est constitué de pores de faibles rayons (plus grande densité sur l'élément de volume). De ce fait, les spectres de surface de pores sont déplacés vers les accès de faibles rayons par rapport aux spectres de volumes poreux.

Il paraît plus intéressant d'utiliser la notion de surface spécifique totale de pores, déterminée par intégration des surfaces élémentaires sur l'ensemble du volume poreux. La surface spécifique ( $S_{po}$ ) est exprimée en  $m^2/g$  de matériau (voir Tab. 4.I).

Selon Wall et Brown (1980), la surface spécifique déterminée par la porosité au mercure ne peut être considérée comme une valeur absolue ; elle est généralement inférieure à la surface spécifique déterminée par la méthode BET - adsorption d'azote. L'invasion du réseau poreux par le mercure n'est pas totale : la pression d'injection seuil limite l'invasion aux vides d'un rayon supérieur à  $0,003\mu m$  ; les vides de plus faibles dimensions, bien qu'ils soient généralement peu présents dans les matériaux calcaires, ne sont pas comptabilisés. Néanmoins, dans le cadre d'une analyse comparative, cette mesure reste valable.

La relation entre surface de pores spécifique et porosité totale est complexe comme le montre la figure 4.29. En fait, il n'y a pas de raison absolue pour qu'une telle relation existe. Par contre, la surface de pores dépend de la répartition et de la taille des vides. En particulier, la surface de pores décroît globalement avec l'augmentation du rayon d'accès moyen de la famille de microporosité indépendamment de la valeur de la porosité totale (Fig. 4.30).

La deuxième injection de mercure, correspondant à l'envahissement de la porosité libre, fournit également une surface spécifique de pores qui traduit la surface spécifique de la porosité libre,  $S_{po1}$  (cf Tab. 4.II). Contrairement à la porosité totale, la part de la surface spécifique attribuée à la porosité libre ( $S_{po1} / S_{po}$ ) croît assez nettement avec le pourcentage de porosité libre (Fig. 4.31). La porosité libre est principalement constituée par la microporosité ; elle traduit une porosité à tendance capillaire et de petite dimension. Ce type de structure influence fortement la surface de pores.

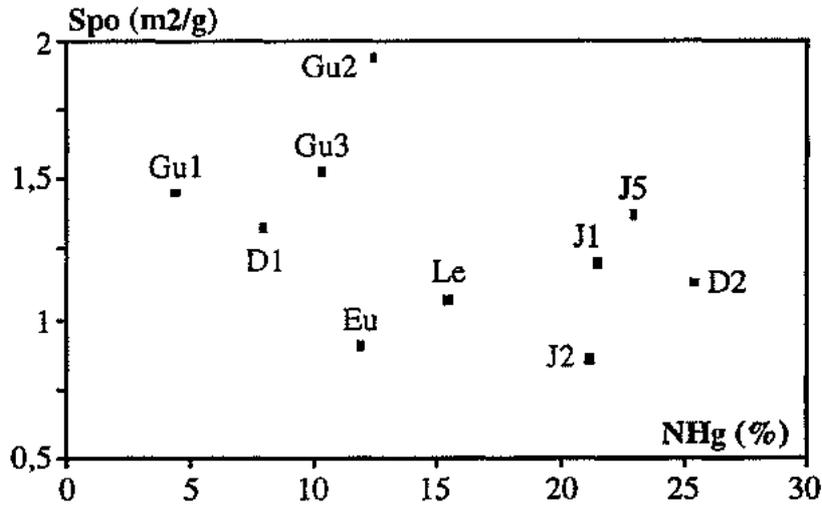


Fig. 4.29. Surface de pores spécifique en fonction de la porosité totale.

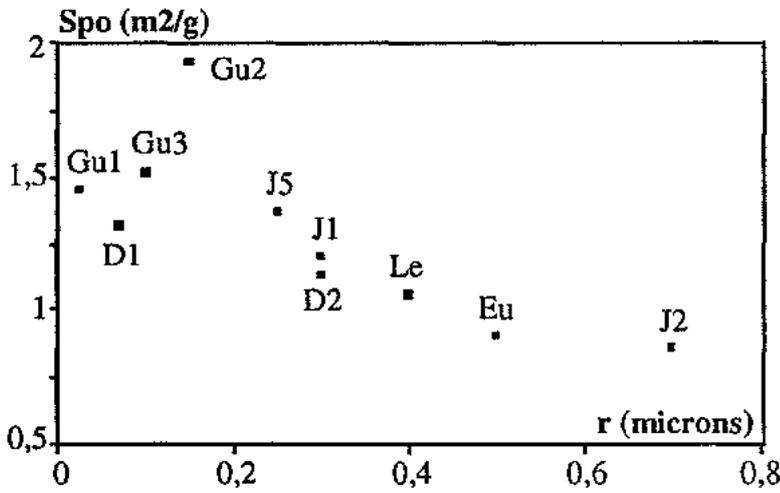
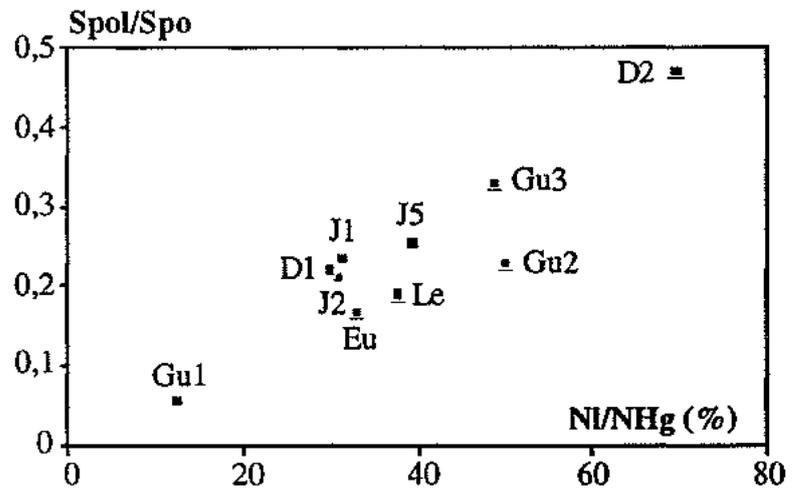


Fig. 4.30. Surface de pores spécifique en fonction du rayon d'accès moyen de la famille de microporosité.

Fig. 4.31. Part de la surface de pores spécifique de la porosité libre en fonction du pourcentage de porosité libre.



### 4.5.3. Rayon hydraulique

La porosimétrie au mercure fournit une détermination du rayon hydraulique d'un réseau poreux. Ce rayon correspond à la grandeur caractéristique introduite dans le modèle de milieu équivalent, formulé par Kozeny et Carman, et ayant trait aux propriétés de transport en milieu poreux. Le rayon hydraulique est défini comme la longueur caractéristique qui contrôle les propriétés hydrauliques d'une roche poreuse. Il traduit la dimension d'un conduit fictif traversant un milieu équivalent et schématisant l'ensemble du réseau poreux réel concerné par le transport de fluide.

Le rayon hydraulique ( $r_h$ ) est proportionnel au rapport du volume total de pores sur la surface de pores :

$$r_h = \frac{2 \times V_{\text{pores}}}{S_{\text{pores}}} \quad (4.25)$$

Le calcul automatique du rayon hydraulique par le porosimètre à mercure est réalisé à l'aide de la relation précédente (la détermination de  $S_{\text{pores}}$ , surface de pores, a été définie précédemment).

Les valeurs du rayon hydraulique, présentées dans le tableau 4.I, placent systématiquement cette grandeur dans la microporosité. La figure 4.32 montre la relation entre le rayon hydraulique ( $r_h$ ) et le rayon d'accès moyen de la famille de microporosité qui constitue la majeure partie de la porosité libre, celle-ci influençant directement les propriétés de transport (Bousquié, 1979). Nous avons également noté sur cette figure l'étalement de la famille de pores. Le rayon hydraulique est égal au rayon d'accès moyen pour les calcaires micritiques sans éléments figurés (Gudmont 1, Dugny 1 et 2). Pour les autres faciès, le rayon hydraulique est plus proche de la borne inférieure de la famille de microporosité.

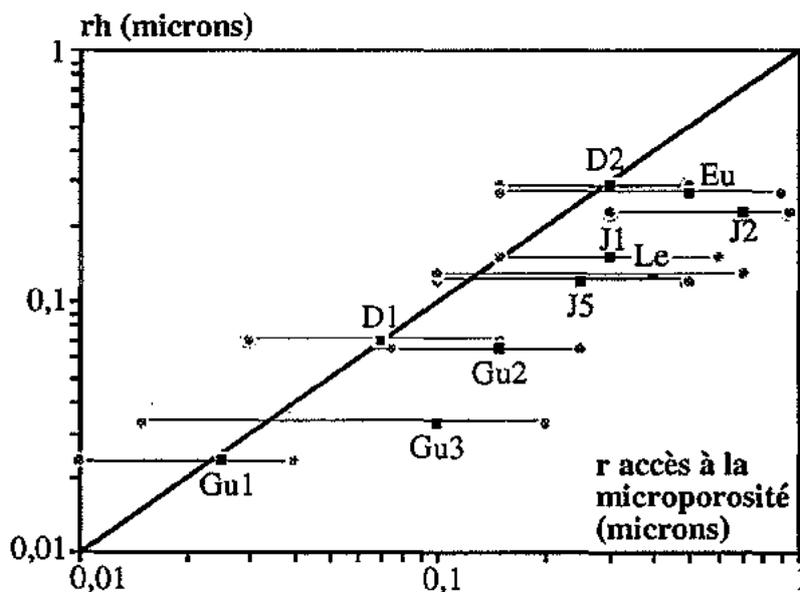


Fig. 4.32. relation entre le rayon hydraulique ( $r_h$ ) et le rayon d'accès à la microporosité ( $r$ ).  
Les traits horizontaux représentent l'étalement de la famille d'accès aux micropores.

#### 4.6. COMPARAISON ENTRE POROSIMÉTRIE ET ANALYSE D'IMAGE POUR QUELQUES PARAMÈTRES DU RÉSEAU POREUX

Une étude comparative des paramètres déterminés par la porosimétrie au mercure (méthode d'étude indirecte) et par l'analyse automatique d'images (méthode directe) a été réalisée à partir de photographies au microscope électronique à balayage (M.E.B.) sur un des faciès étudiés, à savoir le calcaire de Dugny à texture crayeuse (Beaucour, 1993).

Les deux difficultés principales de cette démarche sont les suivantes :

- comparaison de données issues de mesures en 2D (analyse d'image) et 3D (mercure),
- visualisation des pores effectifs à l'analyse d'image et détermination des accès aux pores par la porosimétrie.

Le calcaire de Dugny à texture crayeuse a été choisi afin de limiter ces problèmes. En effet, ce faciès est homogène dans toutes les directions, et nous avons vu précédemment que son réseau poreux est principalement constitué de vides de type capillaire (faible rapport rayon de pore / rayon d'accès). L'analyse de photographies M.E.B., et non de lames minces, est justifiée par la faible dimension des objets à quantifier au sein de ce faciès - rayon d'accès moyen aux pores de l'ordre de  $10^{-1} \mu\text{m}$  -, ces échelles étant plus facilement discernables sur images M.E.B. que sur photographies de lames minces.

##### 4.6.1. Principe de l'analyse d'image

Le traitement automatique des images (logiciel OPTILAB X 1.4) englobe des opérations de seuillage des niveaux de gris, réglage des luminosités et contrastes. Le seuillage qui transforme l'image niveaux de gris en une image binaire est délicat puisqu'il va délimiter les objets étudiés (pores et grains). L'image possède un certain relief lié à la profondeur de champ de la mise au point photographique. De ce fait, la limite grain - pore n'est pas nette, surtout si on est en présence de grains de forme arrondie. Le postulat de départ de l'analyse d'image est une détermination des paramètres d'un réseau poreux 3D à partir d'une image 2D. Les longueurs déterminées sont assimilées à des surfaces, les surfaces à des volumes. Pour rester homogène avec cette hypothèse de départ, seule la part des grains située en premier plan est considérée effectivement comme matrice solide ; la part restante (située dans la profondeur de champ) est assimilée au volume poreux.

Le traitement proprement dit fait intervenir des érosions et dilatations des images. Le nombre de ces opérations, ainsi que l'utilisation de filtre, dépend du paramètre que l'on souhaite mesurer.

Les paramètres déterminés par l'analyse d'image regroupent :

- la porosité (rapport sections des pores / surface totale de l'image),
- la section des pores (S),
- le périmètre de ces sections (p),
- le facteur d'élongation (f), défini comme le rapport de la plus grande dimension d'un pore sur la corde moyenne perpendiculaire (inverse d'un coefficient de forme,  $f = L/2r$ ),
- le rayon hydraulique ( $r_h$ ) (surface / périmètre de pore).

#### 4.6.2. Résultats - Interprétations

Les résultats présentés par Beaucour (1993) sont résumés dans le tableau 4.V et concernent trois échantillons issus du calcaire de Dugny à texture crayeuse (D2) montrant différents stades d'évolution de la matrice micritique. Les valeurs de porosités totales, de rayons d'accès moyen et de rayon hydraulique de ces échantillons mesurées au porosimètre à mercure sont également portées dans ce tableau.

	Analyse d'image					Porosimétrie au mercure		
	N (%)	S ( $\mu\text{m}^2$ )	p ( $\mu\text{m}$ )	f	r <sub>h</sub> ( $\mu\text{m}$ )	N (%)	r ( $\mu\text{m}$ )	r <sub>h</sub> ( $\mu\text{m}$ )
Ech. 1	11,6	0,95	4,05	2,98	0,2	19,7	0,27	0,19
Ech. 2	22,7	0,7	3,93	3,23	0,15	22,8	0,37	0,22
Ech. 3	20,5	1,34	5,89	3,35	0,19	25	0,33	0,23

Tab. 4.V. Résultats du traitement automatique d'image et de la porosimétrie au mercure sur le calcaire de Dugny à faciès crayeux.

#### Porosités totales

Les porosités totales déterminées par analyse d'image sont systématiquement inférieures à celles déterminées par la porosimétrie au mercure. De plus, les gradients de porosités sont différents selon les deux méthodes. Un échantillon a une porosité quasiment divisée par deux par rapport à la mesure au mercure; par contre, l'échantillon 2 présente la même valeur de porosité par les deux méthodes. Cette variabilité des mesures, liée à la faible part du réseau poreux présent sur une image, rend difficile la comparaison entre porosimétrie au mercure et analyse d'image sur peu d'exemples. Une bonne estimation de la porosité par l'analyse d'image doit passer par de multiples photographies à traiter afin d'approcher le volume envahi par le mercure.

#### Détermination d'un rayon de capillaire

Les facteurs d'élongation sont élevés et confirment la structure capillaire des vides pour ce matériau. En schématisant ces vides par des tubes cylindriques et en estimant que ceux-ci apparaissent en coupe longitudinale sur l'image, les paramètres sections et périmètres des pores peuvent nous permettre d'approcher la valeur du rayon r de ces capillaires.

Une coupe longitudinale d'un tube cylindrique peut être schématisé par un parallélépipède de côté L, longueur du tube et 2r. Dans ce cas, la section S est égale à :

$$S = 2r.L = 2r.2fr, \text{ (avec } f = L/2r\text{),}$$

il vient donc :

$$r = \frac{\sqrt{S/f}}{2} \quad (4.26)$$

D'un autre côté, le périmètre p s'exprime par :

$$p = 2L + 4r = 4rf + 4r = 4r(f + 1),$$

il vient :

$$r = \frac{p}{4(f + 1)} \quad (4.27)$$

	r (section)	r (périmètre)	r (Hg)
Ech. 1	0,28	0,25	0,27
Ech. 2	0,24	0,23	0,37
Ech. 3	0,32	0,34	0,33

*Tab. 4.VI. rayons de pores calculés à partir de l'analyse d'image et rayons d'accès au mercure.*

Le tableau 4.VI montre que l'estimation des rayons est très proche des rayons d'accès mesurés au mercure. De part la structure capillaire du réseau, ces rayons d'accès au mercure sont du même ordre de grandeur que les rayons effectifs. Pour ce type de matériau, on peut donc, à partir d'une schématisation relativement grossière, avoir une bonne estimation des dimensions des vides par l'analyse d'image.

De la même façon, les rayons hydrauliques, correspondant aux rayons du milieu équivalent (théorie de Kozeny - Carman), mesurés par les deux méthodes sont sensiblement identiques et sont proches des valeurs des rayons de pores.

#### **4.6.3. Conclusion**

Pour ce type de matériau, très homogène, où les vides sont de type capillaire, l'analyse d'image fournit des résultats satisfaisants et corrélables aux résultats de la porosimétrie au mercure quant aux mesures dimensionnelles des vides. Par contre, la densité des vides peut varier fortement d'une image à l'autre (une image représente une surface de l'ordre de  $10^{-3}$  mm<sup>2</sup>) traduisant des compactations ou des relachements locaux de la matrice micritique. Cette variation rend plus délicate l'estimation de la porosité totale de ces matériaux malgré leur homogénéité apparente.

## 5. INTERPRETATION EN TERME DE FACIES POREUX

Les caractéristiques découlant des courbes d'injection de mercure et les interactions entre ces différents paramètres permettent de mettre en évidence des grands types de réseaux poreux que nous appellerons "faciès poreux" par analogie aux faciès carbonatés.

La figure 4.33 présente la classification obtenue. L'interdépendance des diverses caractéristiques conduit à une hiérarchisation de celles-ci. Le type de distribution des courbes d'injection (volume poreux en fonction de la dimension des accès), unimodale ou multimodale, est la première étape de différenciation des réseaux. Entre un pôle unimodal strict et un pôle bimodal strict, se situent des réseaux unimodaux étalés ou multimodaux à tendance bimodale.

Les coefficients de dispersion de ces distributions quantifient le degré d'arrangement des réseaux. Une valeur de  $C_d$  inférieure à 1 résulte soit d'une distribution effective peu dispersée de la taille des accès (un accès unique, les vides sont de type capillaire *s.s.*), soit d'une distribution aléatoire de la taille des vides. Les coefficients de dispersion plus élevés (supérieurs à 1) correspondent à un arrangement du réseau à l'échelle locale (rayon de pore/rayon d'accès) et à plus grande échelle (répartition en domaines envahis par le mercure à partir d'accès de tailles variables). Des visualisations par photographies M.E.B. confirment ces différents degrés d'arrangement.

La confrontation des résultats de secondes injections de mercure (porosité libre,  $N_l$  et porosité piégée,  $N_p$ ) avec les différents types d'organisation des réseaux poreux permet d'associer les réseaux sans arrangement (unimodaux stricts,  $C_d < 1$ ) à une porosité libre importante et conduit à une structure capillaire, bien connectée, pour ces réseaux. Les réseaux avec arrangement (spectres étalés,  $C_d > 1$ ) présentent une porosité piégée supérieure à la porosité libre ; la configuration principale de ces réseaux est une structure de porosité de pore *s.s.* constituée de pores nodaux (par analogie aux noeuds d'un réseau) reliés par des accès fins. Un réseau secondaire connecté, composé de capillaires sans variations dimensionnelles importantes, existe tout de même dans ce cas, son volume dépend du pourcentage de porosité libre mais reste toujours inférieur au volume poreux piégé ( $N_p > N_l$ ).

La position des différents matériaux calcaires étudiés dans cette classification fait ressortir une relation entre "faciès poreux" et faciès carbonaté (milieu de dépôt et histoire diagénétique). Le "faciès poreux" des roches à matrice micritique, issues d'un milieu de sédimentation calme, dépend de leur histoire diagénétique. La diagenèse d'une boue carbonatée peut conduire, soit à une texture de type charpente de cristaux lâche, soit à une texture de type mosaïque cristalline dense. D'après Moshier (1989), le "chemin diagénétique" suivi dépend des conditions géochimiques et du rapport volume de sédiments / volume d'eau dans le système. Le chemin conduisant à une charpente micritique lâche résulte d'un système confiné, avec un rapport volume de sédiments / volume d'eau élevé, isolé de sources additionnelles de carbonates. La rétention d'une partie de la porosité du sédiment initial confère à cette texture micritique une porosité importante et constituée de capillaires bien connectés.

La micrite en mosaïque provient d'une diagenèse en système ouvert et présente une porosité réduite et mal connectée du fait d'une cristallisation secondaire importante.

Les calcaires à matrice micritique de type charpente cristalline lâche constituent le pôle unimodal strict (Dugny 2, Gudmont 2 et 3). Les réseaux sont bien connectés, favorisant la porosité libre. Par contre, les calcaires de Gudmont 1 et de Dugny 1 à faciès sublithographique montrent une micrite à texture en mosaïque ; la porosité intercristalline est réduite, les vides sont plus proches de pores *s.s.* et sont mal connectés (forte porosité piégée). L'étalement du spectre est important pour Gudmont 1, du fait d'une hétérogénéité de la structure micritique : mosaïque classique et structures plus denses liées à une forte activité algaire.

Le pôle bimodal est représenté par les grainstones bioclastiques (milieux de dépôts à hydrodynamisme moyen à fort). La porosité de pore provient de dissolutions diagénétiques des grains (Jaumont) ou de lacunes de cimentation. Le réseau connecté des calcaires à entroques, se présentant principalement sous forme de joints de grains, a une origine diagénétique : la zone de transition entre la bordure micritisée d'un fragment d'entroque et les grands cristaux de sparite syntaxiale constitue un chemin de circulation préférentielle favorisant la dissolution. Ces matériaux ont une forte porosité piégée ; celle-ci est généralement limitée par les accès de plus grandes dimensions mis en évidence par les distributions porosimétriques.

Nous avons placé sur la figure 4.33 un certain nombre de faciès calcaires testés par la porosimétrie au mercure et tirés des travaux de Bousquié (1979). Leur position dans la classification confirme les relations entre volumes poreux libres et piégés et type de faciès (Tab. 4.VII).

Cette classification permet d'avoir une estimation des paramètres donnés par la deuxième injection de mercure (porosités libre,  $N_l$  et piégée,  $N_p$ ) à partir d'une simple première injection et de quelques données relatives aux faciès. Cette interprétation est valable pour les roches carbonatées et plus largement pour les roches sédimentaires dont le réseau poreux est composé de pores et capillaires ; par contre, en ce qui concerne les roches cristallines, elle doit être adaptée en ayant à l'esprit une configuration différente du milieu poreux presque exclusivement fissural.

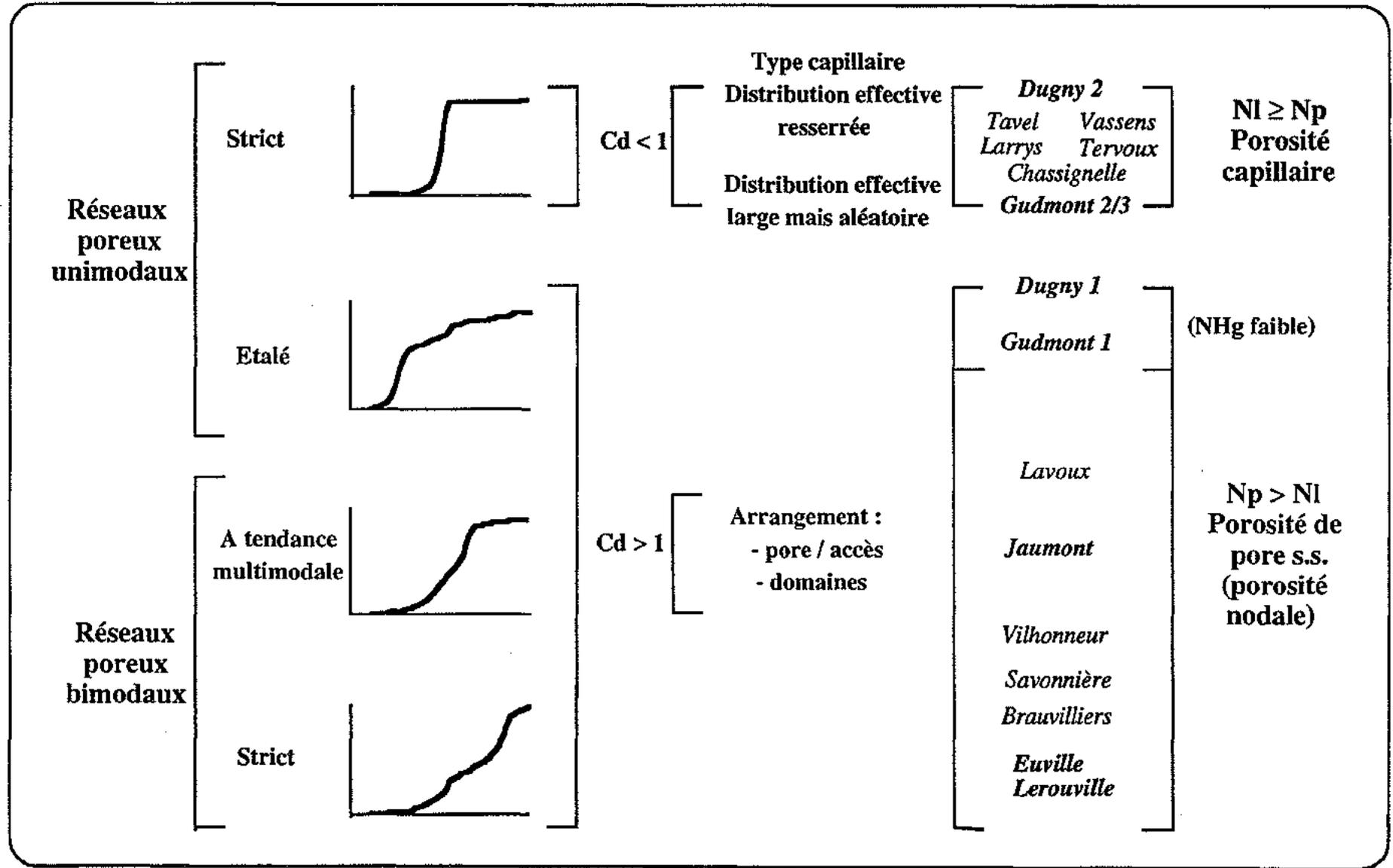


Fig. 4.33. Détermination de "faciès poreux". Classification en fonction des différents paramètres définis par la porosimétrie au mercure. Les faciès calcaires étudiés sont en gras, les autres proviennent des travaux de Bousquié (1979).

	Faciès	N <sub>Hg</sub> (%)	N <sub>1</sub> /N <sub>Hg</sub> (%)	N <sub>p</sub> /N <sub>Hg</sub> (%)
<b>Tavel</b>	Mudstone Biomicrite	8,6	50	50
<b>Vassens</b>	Foraminifères microcristallins - Phase de liaison peu développée (micrite à microsparite)	37,2	67	33
<b>Larrys</b>	Oolithes micritiques nombreuses et interpénétrées Phase de liaison peu développée	14	60	40
<b>Tervoux</b>	Pellets recristallisés Matrice micritique et ciment microsparitique	27	71	29
<b>Chassignelle</b>	Oolithes et pellets micritisés Matrice micritique et ciment microsparitique	11	60	40
<b>Lavoux</b>	Pellets, échinodermes Ciment sparitique et micrite éparsée	15,4	45	55
<b>Vilhonneur</b>	Oolithes (800µm) Ciment sparitique	11,2	43	57
<b>Savonnière</b>	Oolithes Ciment microsparitique	34,2	36	64
<b>Brauwilliers</b>	Oolithes, bioclastes Ciment microsparitique	27,6	35	65

*Tab. 4.VII. Caractéristiques porosimétriques et description sommaire de différentes roches calcaires tirés des travaux de Bousquié (1979).*

## 6. CONCLUSION

L'injection de mercure dans un matériau poreux fournit une estimation satisfaisante du volume poreux total ; celui-ci montre une bonne concordance avec la porosité accessible à l'eau sous vide. La forme des spectres des différentes composantes de la porosité (totale, libre et piégée) en fonction des dimensions de leurs accès nous renseigne, d'un point de vue qualitatif, sur l'étalement des distributions d'accès aux pores et a des implications sur le type d'arrangement, ordonné ou aléatoire, du réseau. Par contre, les paramètres dimensionnels quantitatifs sont à relativiser. Une approche en terme de percolation fait ressortir des déplacements des spectres vers les plus faibles rayons d'accès pour les courbes d'injection ( $N_{Hg}$ , 1<sup>ère</sup> injection, et  $N_l$ , 2<sup>ème</sup> injection) et des resserrements autour des rayons médians pour les courbes de retrait. Le piégeage de mercure dans le réseau lors de ce retrait dépend fortement de la distribution des hétérogénéités à l'échelle locale (rapport rayon de pore/rayon d'accès) et à l'échelle du réseau (répartition du volume poreux en domaines). Ce volume piégé marque une configuration du réseau en pores nodaux reliés par des étranglements fins (porosité de pore) ; le volume libre, vide de mercure à la fin du retrait, correspond à un réseau de capillaires bien connectés.

D'autres caractéristiques des réseaux poreux, telles que les masses volumiques, le rayon hydraulique, la surface de pores spécifique, sont déterminés par la porosimétrie au mercure. Le rayon hydraulique, grandeur caractéristique intervenant dans les propriétés de transport de fluide (modèle du milieu équivalent de Kozeny - Carman) est inférieur au rayon moyen d'accès à la microporosité. La surface de pore spécifique augmente avec une diminution des rayons d'accès et est reliée principalement à la porosité libre.

Les relations d'interdépendance entre les paramètres issus de cet essai permettent de mettre en évidence une évolution en terme de "faciès poreux" d'un pôle unimodal strict à forte porosité libre (calcaire à matrice micritique structurée en charpente lâche) vers un pôle bimodal strict à forte porosité piégée (calcaire bioclastique à ciment sparitique). Sur la base de cette évolution, nous proposons une classification des réseaux poreux reposant sur l'allure des courbes de première injection, leurs coefficients de dispersion et la répartition des volumes poreux piégés et libres (Fig. 4.33).



---

**DETERMINATION DE LA POROSITE  
DE FISSURE A PARTIR DE L'ESSAI  
DE COMPRESSION ISOTROPE**

Les mesures de déformation des roches sous pression hydrostatique montrent que la diminution relative de volume par unité de pression n'est pas toujours constante. Ce comportement anélastique est attribué à la présence de fissures et à leur fermeture sous pression (Walsh, 1965). L'essai de compression isotrope (compressibility test) conduit donc à la détermination de la porosité de fissure d'un matériau rocheux. L'analyse des courbes issues de cet essai permet également le calcul de certains paramètres relatifs à la microfissuration et à la géométrie des fissures (Walsh, 1965, Morlier, 1969, 1971).

**1. PRINCIPE ET INTERPRETATION CLASSIQUE DE L'ESSAI DE COMPRESSION ISOTROPE**

La déformation volumique  $\Delta V/V$  d'un matériau sous compression isotrope hydrostatique est déterminée d'une manière indirecte à partir de la mesure des déformations linéaires d'un échantillon (de forme cubique) équipé de jauges d'extensométrie.

Pour un matériau fissuré, les courbes  $\Delta L/L$  et  $\Delta V/V$  en fonction de la pression ont la forme représentée sur la figure 5.1a : pour les pressions faibles, de O à A, les fissures se referment progressivement. Au point A, toutes les fissures sont refermées ; le matériau se comporte comme s'il n'était pas fissuré et la variation de volume en fonction de la pression est linéaire.

La droite AB coupe l'axe des déformations en un point qui correspond à la porosité de fissure  $\eta_0$  du matériau. La pente de la partie linéaire finale de la courbe pression - déformation volumique (AB) donne le module de compressibilité K (bulk modulus) de la matrice solide du matériau.

Morlier (1969), à partir des travaux de Walsh (1965), a développé une interprétation de cet essai en termes de densité et de répartition de la fissuration selon un paramètre de forme  $\alpha$ . Dans le modèle de Morlier, les fissures sont assimilées à des ellipsoïdes aplatis.

La déformation d'un échantillon peut se décomposer en déformation matricielle et déformation due aux fissures :

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{P}{K} + \eta(P) , \quad (5.1)$$

$K$  est le module de compressibilité de la matrice (bulk modulus) et  $\eta(P)$  représente la déformation par fermeture des fissures.

A partir de la courbe initiale (Fig. 5.1a), on trace la courbe  $\eta(P)$  (Fig. 5.1b). Pour trouver le spectre de fissuration du matériau  $h(\alpha)$ , il suffit de dériver deux fois la courbe  $\eta(P)$  (Fig. 5.1c). Du spectre de fissuration  $h(\alpha)$ , on peut déduire un  $\alpha$  moyen, correspondant au mode de la distribution.  $\alpha$  à une signification de coefficient de forme et est assimilable à un rapport épaisseur / longueur de la fissure.

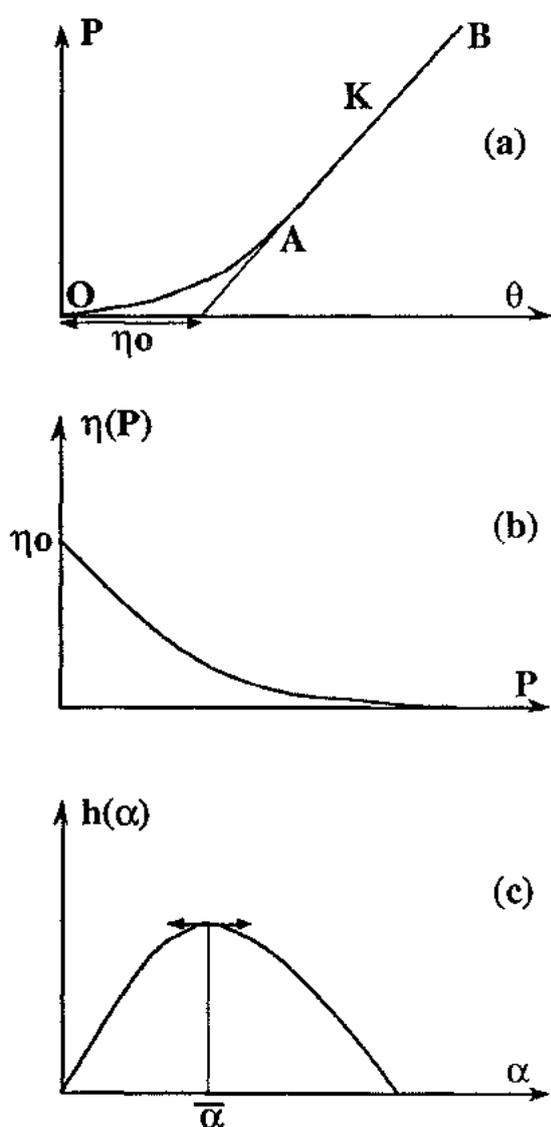


Fig. 5.1. Interprétation classique de l'essai de compression isotrope (d'après Morlier 1969).

(a) Courbe déformations  $\theta$  (linéaires  $\Delta L/L$  et volumiques  $\Delta V/V$ ) en fonction de la pression  $P$ . L'intersection de la partie linéaire avec l'axe des déformations fournit la porosité de fissure  $\eta_0$ .

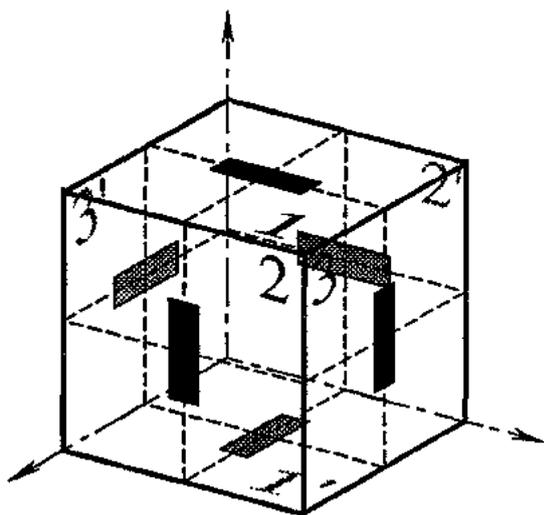
(b) Courbe porosité de fissure en fonction de la pression issue de (a).

(c) Spectre de fissuration ( $\alpha$  : coefficient de forme,  $h(\alpha)$  : densité de fissuration) provenant de la double dérivation de la courbe (b).

## 2. METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

### 2.1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Les échantillons soumis à l'essai de compression hydrostatique isotrope sont de forme cubique (5 cm d'arête). Les faces sont rectifiées (écart au parallélisme  $\leq 10^{-3}$  radians) afin d'obtenir une géométrie "quasi parfaite" et une répartition effective isotrope des contraintes. Les cubes, après nettoyage et séchage à l'étuve, sont équipés de jauges de déformations sur leur six faces (Fig. 5.2). Les échantillons présentant une stratification ou un litage (calcaire de Jaumont, calcaire de Gudmont oolithique) sont préparés de façon à ce qu'un des trois plans définis par le cube soit confondu avec le plan d'anisotropie.



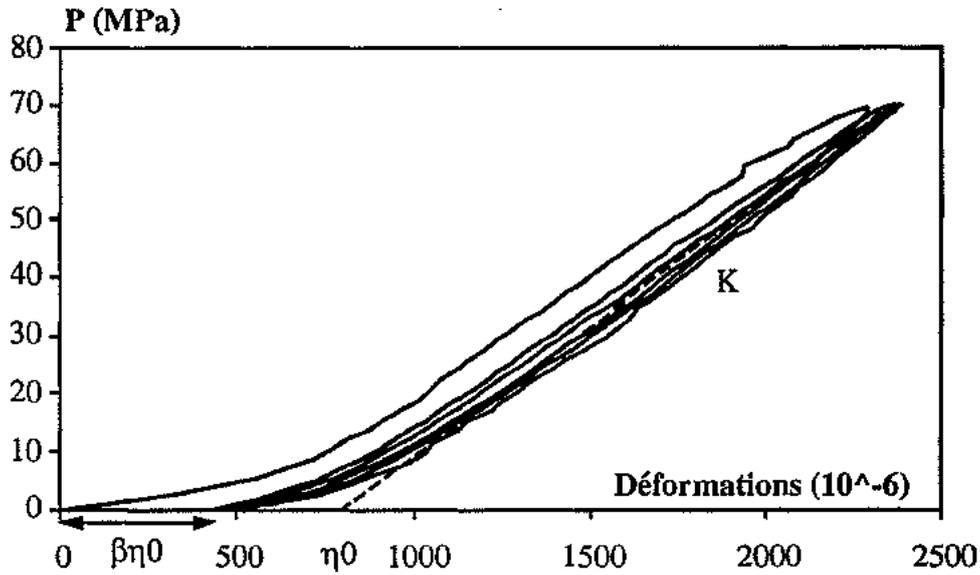
*Fig. 5.2. Echantillon pour essai de compression isotrope équipé de jauges de déformation. La déformation linéaire perpendiculaire à un des plans du cube est mesurée par un couple de jauges.*

### 2.2. RÉALISATION DE L'ESSAI

L'échantillon, recouvert d'un moule de silastène, est placé dans une cellule sous pression hydrostatique et subit des cycles chargement - déchargement. Les déformations sont mesurées et enregistrées tout au long de ces cycles (Fig. 5.3). Au cours des premiers cycles, une partie du volume de fissures fermées au chargement ne se rouvre pas au déchargement du fait d'une inélasticité du matériau. Les cycles sont poursuivis jusqu'à l'obtention de chargements/déchargements confondus sur l'axe des déformations. Généralement, 4 cycles suffisent pour atteindre cette superposition. Il subsiste tout de même un hystérésis entre chargement et déchargement ; ce décalage est probablement à attribuer à la viscosité du matériau qui induit un retard à la réversibilité de la décompression de la matrice et de la réouverture des vides.

Les paramètres relatifs à la fissuration sont calculés sur le dernier chargement. Les déformations linéaires selon chacun des 3 plans du cube sont calculées à partir des mesures sur un couple de jauges. La déformation volumique de l'échantillon résulte de la sommation des

déformations linéaires. La pente de la partie linéaire de la courbe pression - déformation volumique fournit le module de compressibilité  $K$  du matériau (bulk modulus). La porosité de fissure  $\eta_0$  correspond à l'intersection de cette partie linéaire avec l'axe des déformations.



*Fig. 5.3. Cycles chargement - déchargement de l'essai de compression isotrope. Au cours des premiers cycles, une fraction  $\beta$  de  $\eta_0$  se ferme et ne se rouvre pas.*

### 3. RESULTATS - INTERPRETATIONS

Les courbes pression - déformations linéaires et volumique de chaque faciès sont présentées sur la figure 5.4. Les 3 faciès du calcaire de Jaumont ayant un comportement sensiblement identiques, nous n'avons présenté qu'un exemple qui correspond au faciès J2 ; il en est de même pour les calcaires oolithiques de Gudmont (Gu2 et 3) et pour les calcaires à faciès sublithographiques (Gu1 et D1). L'ensemble des résultats chiffrés concernant cet essai est résumé dans le tableau 5.I.

Ech.	$\eta_0$ (%)	$\epsilon_1$ ( $10^{-3}$ )	$\epsilon_2$ ( $10^{-3}$ )	$\epsilon_3$ ( $10^{-3}$ )	K (MPa)	$\bar{\alpha}$ ( $10^{-4}$ )	$h(\alpha)$ max
Jaumont 1	0,04	0,27	0,22	0,25	18200	9,8	0,13
Jaumont 2	0,034	0,25	0,1	0,2	18480	11	0,155
Jaumont 5	0,05	0,3	0,26	0,28	18620	10,3	0,168
Gudmont 1	$1,5 \cdot 10^{-4}$	0,025	0,005	0,012	31970	-	-
Gudmont 2	0,06	0,48	0,01	0,16	36000	8,2	0,4
Gudmont 3	0,05	0,4	0,05	0,11	32200	6,5	0,32
Dugny 1	0,008	0,018	0,017	0,015	28520	-	-
Dugny 2	0,1	0,57	0,87	0,23	13570	17,1	0,46
Euville	0,17	0,22	0,87	0,72	16390	8,5	1,27
Lérrouville	0,13	0,5	0,5	0,64	21250	8,3	0,58

Tab. 5.I. Résultats relatifs à l'essai de compression isotrope.  $\eta_0$  : porosité de fissure,  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$ ,  $\epsilon_3$  : déformations linéaires selon les trois plans des cubes, K : module de compressibilité (bulk modulus),  $\bar{\alpha}$  : coefficient de forme modal,  $h(\alpha)$  : densité de fissuration ( $\alpha$  et  $h(\alpha)$  sont issus de la double dérivation de la courbe  $\eta(P)$ ).

#### 3.1. ANISOTROPIE DES MATÉRIAUX

Les déformations linéaires  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$  et  $\epsilon_3$  correspondent aux variations relatives de longueurs enregistrées perpendiculairement aux plans 1, 2 et 3 du cube. La déformation  $\epsilon_i$  marque une fissuration parallèle au plan i.

Les calcaires de Jaumont et de Gudmont oolithique (Gu2 et 3) présentent une anisotropie visible macroscopiquement liée à un litage pluridécimétrique. Le calcaire de Gudmont à faciès sublithographique (Gu1), à texture homogène, montre tout de même un plan préférentiel marqué par quelques faisceaux stylolithiques. Les cubes provenant de ces matériaux ont leurs plans 1 parallèles à ces discontinuités. Seul Gudmont 2 présente une déformation linéaire  $\epsilon_1$  se détachant très nettement des deux autres plans.

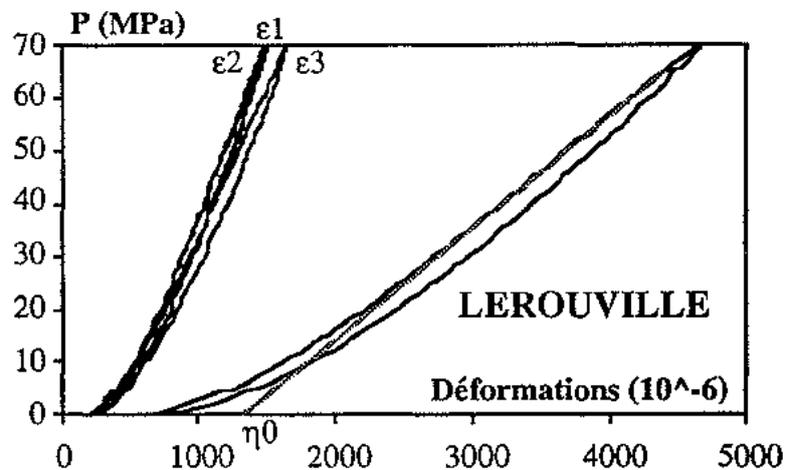
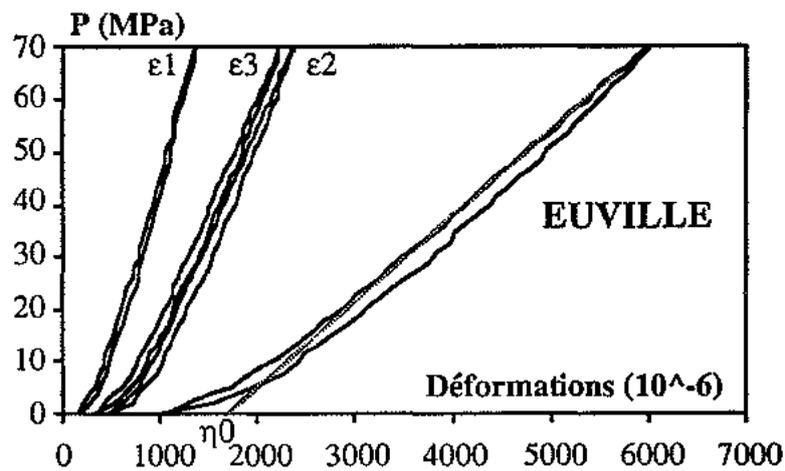
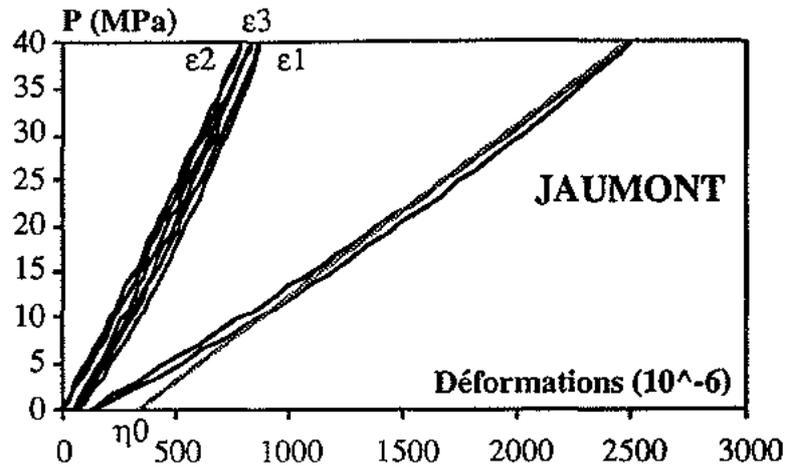
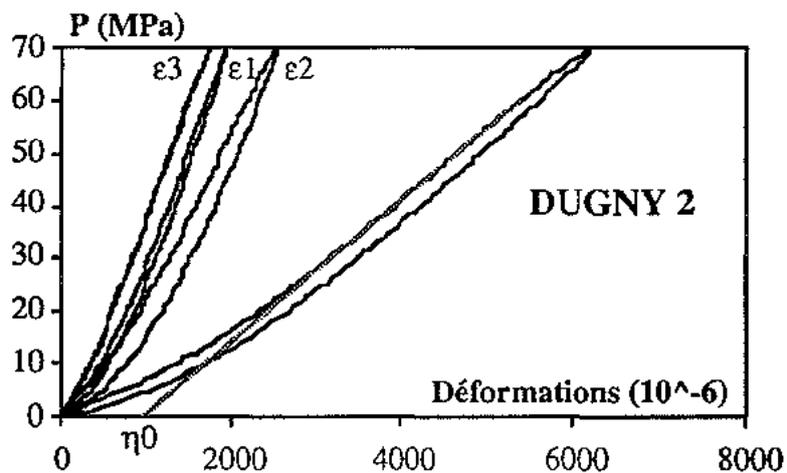
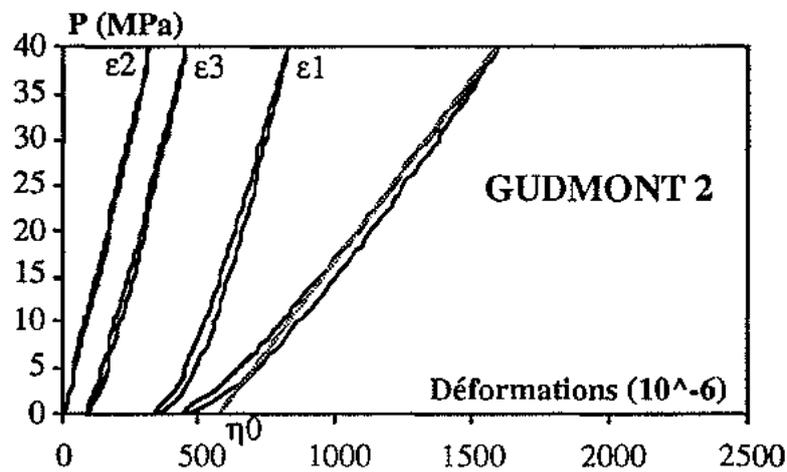
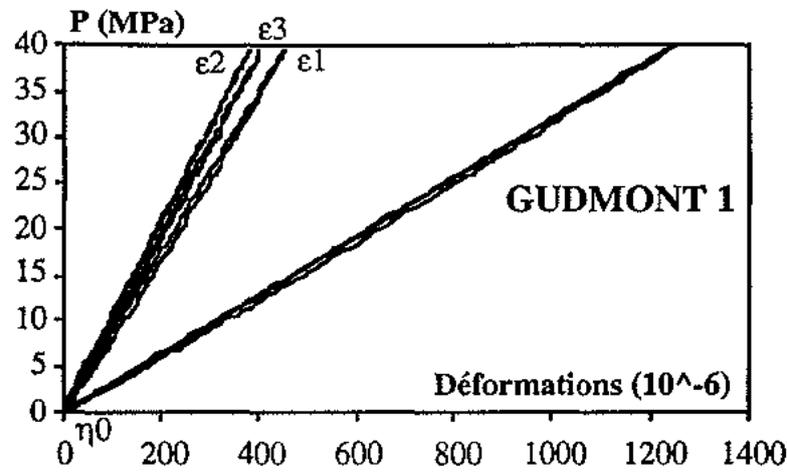


Fig. 5.4. Courbes pression - déformations issues de l'essai de compression isotrope. Pour plus de clarté, seuls les derniers cycles chargement - déchargement sont portés sur la figure. Les courbes  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$ ,  $\epsilon_3$  correspondent aux déformations linéaires selon les plans 1, 2, 3 ; la 4ème courbe représente la déformation volumique. La porosité de fissure ( $\eta_0$ ) et le module de compressibilité ( $K$ , bulk modulus) sont déterminés sur le dernier chargement de la courbe de déformation volumique.



*Fig. 5.4. Suite. On notera, pour le calcaire de Gudmont 2, le décalage important des courbes pressions - déformations du dernier cycle chargement/déchargement (le seul représenté sur cette figure) témoignant d'un pourcentage élevé de fissures non rouvertes au cours des cycles précédents.*

Les calcaires de Jaumont et de Gudmont 1 ont un comportement quasi isotrope. On trouve l'explication de ces différences en revenant à la texture carbonatée :

- les stylolithes du faciès Gu1 sont remplis de calcite recristallisée qui bloque leur fermeture,
- le litage du calcaire de Jaumont résulte principalement de variations granulométriques du même matériel sédimentaire (bioclastes de tailles variées, cimentation microsparitique ou sparitique). Ce type d'arrangement favorise plutôt une porosité de pore à tendance subsphérique qu'une porosité de fissure proprement dit et n'apparaît pas au niveau des courbes de déformations,

- le litage du calcaire de Gudmont oolithique est dû à des niveaux constitués de matériel autre que le matériel oolithique, composant principal du faciès (niveaux micritiques ou niveaux coquilliers). Ce type de litage confère au matériau un comportement fortement anisotrope vis-à-vis de l'essai de compression hydrostatique.

Les calcaires d'Euville et de Dugny 2 à texture crayeuse présentent une tendance à l'anisotropie bien qu'ils soient macroscopiquement homogènes. Cette anisotropie peut provenir d'une direction principale soit dans l'allongement des capillaires (D2), soit dans l'organisation microscopique des grains (Eu).

### 3.2. POROSITÉ DE FISSURE

Les porosités de fissure  $\eta_0$ , exprimées en pourcentage du volume total de matériau (Tab. 5.I) varient de  $1,5 \cdot 10^{-4}$  (Gu1, porosité totale  $N_t = 5\%$ ) à 0,2% (Eu, porosité totale  $N_t = 13\%$ ).  $\eta_0$  ne représente qu'une très faible part de la porosité totale ; les roches calcaires sont peu fissurées par rapport à des matériaux granitiques, par exemple, où  $\eta_0$  constitue la majeure partie de la porosité totale.

Des deux types de porosités mis en évidence par la porosimétrie au mercure, pores nodaux ou capillaires, la porosité de fissure se rapproche du second. Un capillaire (une dimension est grande devant les deux autres) pourra potentiellement se fermer lors de l'essai de compression hydrostatique. Par contre, la répartition isotrope des contraintes autour d'une cavité sphérique ne permettra pas sa fermeture. Inversement, une fissure participera au réseau capillaire interconnecté constituant la porosité libre au mercure ; des mesures porosimétriques sur des matériaux granitiques fissurés ont montré une prédominance de la porosité libre (Cuxac *et al.*, 1991). D'après Homand-Etienne (1985), le milieu fissural peut être assimilé à un réseau de tubes présentant des aspérités ; cette interprétation va également dans le sens d'une concordance entre porosité libre et porosité de fissure.

Dans notre cas, la relation entre ces deux paramètres n'est pas évidente du fait d'une grande différence d'échelle (Fig. 5.5). Néanmoins, une évolution croissante entre  $N_t$  et  $\eta_0$  se dessine,  $\eta_0$  représentant entre 0,5 et 1% de  $N_t$  (Tab. 5.II). Seuls les calcaires à entroques (Eu, Le) se détachent nettement ( $\eta_0$  plus élevée, entre 2,5 et 5% de  $N_t$ ). Ces matériaux présentent des structures de joints de grains (dissolution préférentielle à la limite entre la bordure micritisée des entroques et le ciment sparitique) qui fonctionnent comme des fissures (Pavone, 1982). Ces structures constituent une part importante de la porosité libre de ces matériaux.

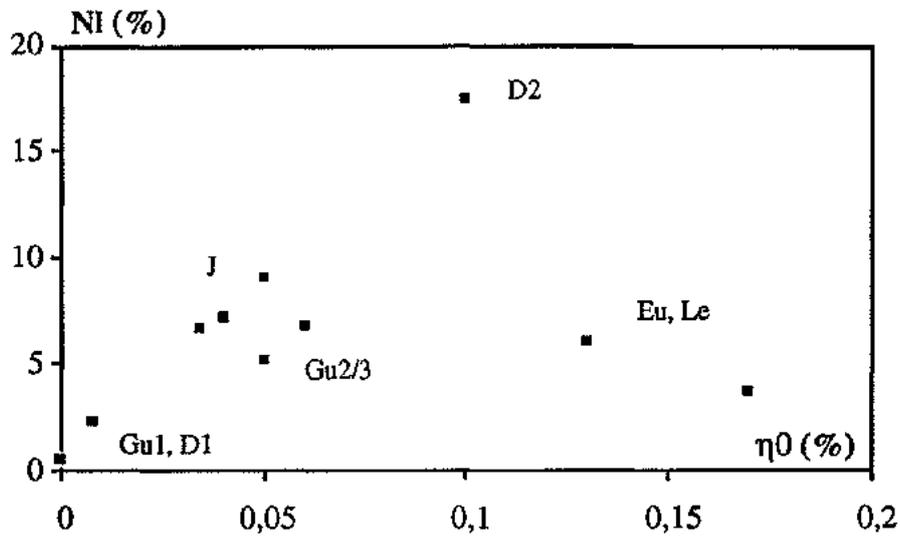


Fig. 5.5. Porosité de fissure  $\eta_0$  (essai de compression isotrope) et porosité libre  $N_I$  (porosimétrie).

Faciès	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
$\eta_0/N_I$ (%)	0,53	0,52	0,55	0,03	0,9	0,95	0,4	0,57	4,5	2,5

Tab. 5.II. Pourcentage de porosité de fissure rapporté au pourcentage de porosité libre.

Si l'on considère que la porosité de fissure déterminée par l'essai de compression isotrope fait partie de la porosité de type capillaire définie par la porosité libre au mercure, pourquoi celle-ci ne représente-t-elle qu'une part si faible de la porosité libre ? Les valeurs extrêmes du tableau 5.II peuvent nous donner quelques renseignements :

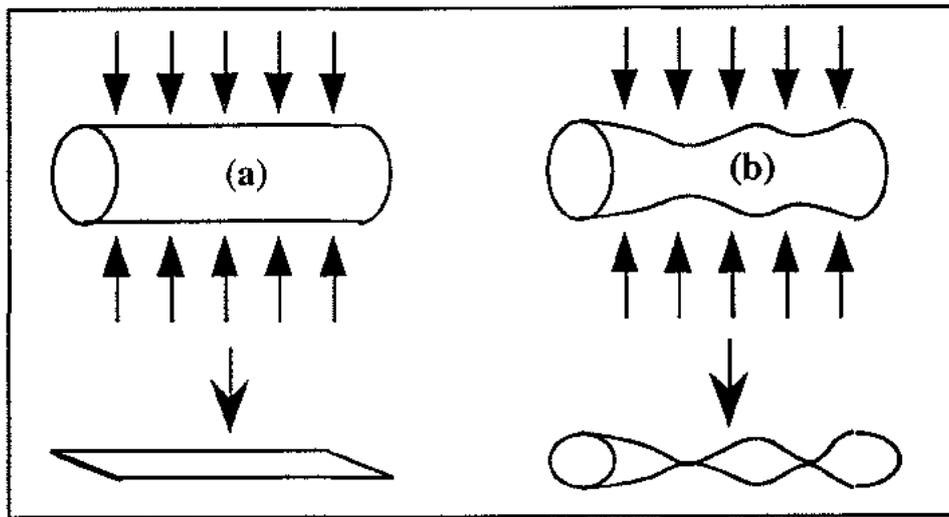
- Gudmont 1 a une porosité de fissure très faible qui ne représente que 0,03% de la porosité libre. Celle-ci, également faible, se localise dans des relachements de la matrice micritique ; ces vides sont relativement éloignés d'une géométrie capillaire type.

- La porosité de fissure des calcaires à entroques (Eu, Le), représentant 2,5 à 4,5% de la porosité libre, est fortement influencée par la présence de joints de grains. Les grains d'entroques ont une forme tubulaire et les joints de grains sont proches d'une géométrie capillaire.

- Les calcaires de Gudmont oolithiques à porosité libre de type capillaire représentant plus de 50% du réseau poreux ont une porosité de fissure constituant près de 1% du volume poreux libre.

Il apparaît donc que plus un capillaire a une forme proche d'un tube cylindrique, plus il fonctionne comme une fissure et se ferme totalement sous compression isotrope. Un capillaire présentant des variations dimensionnelles (pas trop importantes, sinon il appartient à la porosité piégée) se ferme sous compression isotrope uniquement au niveau des étranglements, et conserve un volume "ouvert" important constitué d'un chapelet de pores à tendance subsphériques. La figure 5.6 schématise ces deux comportements.

La porosité de fissure des matériaux calcaires déterminée par l'essai de compression isotrope mesure une part de la porosité libre au mercure composée de capillaires proches d'une forme cylindrique. D'après les résultats obtenus, cette part est peu importante ( $\leq 5\%$ ).



*Fig. 5.6. Représentation schématique de la fermeture d'un capillaire sous compression isotrope.  
 (a) capillaire cylindrique totalement fermé,  
 (b) capillaire à variations dimensionnelles, un chapelet de pores subsphériques subsiste.*

### 3.3. MODULE DE COMPRESSIBILITÉ

Le module de compressibilité K (bulk modulus) rend compte de l'aptitude de la matrice solide à se déformer d'une manière élastique. Un module élevé, correspondant à une pente raide sur la droite pression - déformation après la fermeture des vides, indique une montée sous pression du matériau sans déformation importante.

Le module de compressibilité est lié à la nature minéralogique du matériau. Dans le cas des roches carbonatées, la calcite est le minéral prépondérant voire l'unique composant du matériau. Le type de liaison dans la phase minérale ainsi que la cristallinité de celle-ci sont les facteurs principaux de variations du module de compressibilité. Ce module diminue généralement avec une augmentation du degré de fissuration ; ceci est surtout visible lors de l'évolution de la porosité de fissure sur un même matériau (fissuration thermique, Homand-Etienne, 1985). Cette relation est beaucoup moins évidente si l'on représente le module de compressibilité des différents faciès calcaires en fonction de leur degré de fissuration initial (Fig. 5.7). Le calcaire de Dugny a un module faible malgré une porosité de fissure relativement élevée du fait de sa texture crayeuse ; les liaisons entre les cristaux de micrites sous forme de ponts calcitiques très fins confèrent une structure lâche au matériau. La composition minéralogique du calcaire de Jaumont fait apparaître un pourcentage d'argiles relativement important par rapport aux autres faciès (1,5% au lieu de 0,5 à 0,7% pour les autres calcaires) qui peut être une des causes de son faible module.

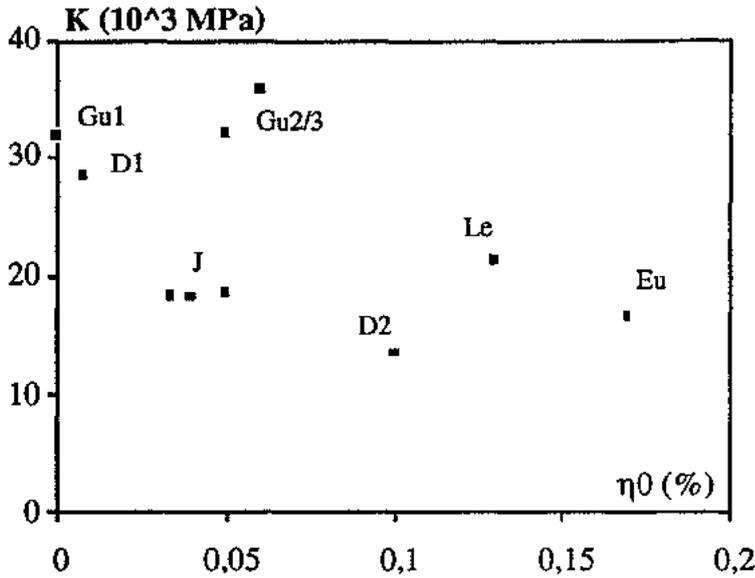


Fig. 5.7. Module de compressibilité  $K$  en fonction de la porosité de fissure initiale  $\eta_0$  des différents faciès calcaires.

### 3.4. DENSITÉ DE FISSURATION ET COEFFICIENT DE FORME

Les spectres de fissuration représentant la densité de fissuration en fonction du coefficient de forme des fissures, obtenus par la méthode de la double dérivation de la courbe  $\eta(P)$  présentée précédemment, sont rassemblés sur la figure 5.8.

L'équation de  $\eta(P)$ , nécessaire à la détermination de sa dérivée seconde, est déduite d'un ajustement polynomial d'ordre 3. Les coefficients de relation  $R^2$  obtenus sont supérieurs à 0,95. Cette approximation nous suffit puisque nous souhaitons principalement dégager les tendances évolutives des spectres. Le coefficient de forme modal des spectres ainsi que la densité de fissuration maximale sont reportés dans le tableau 5.I.

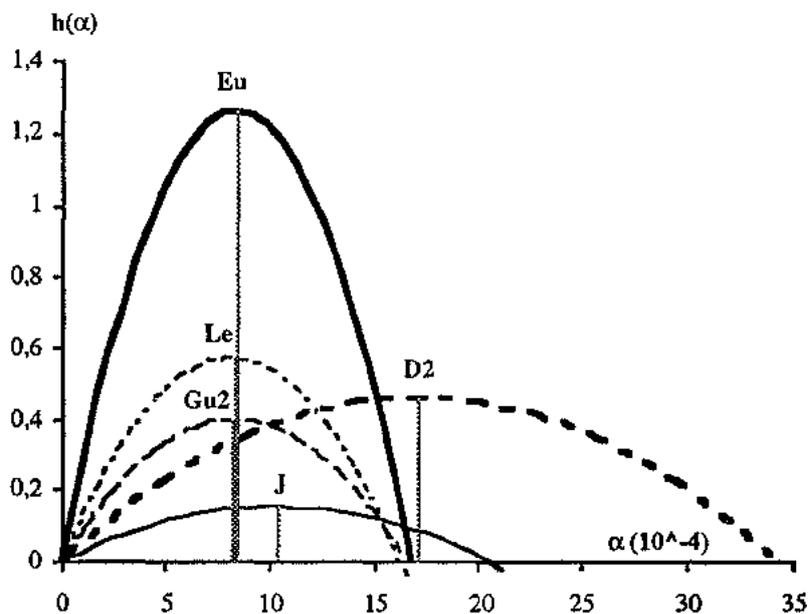


Fig. 5.8. Spectres de fissuration des différents faciès calcaires. Le mode de chaque distribution est visualisé par un trait pointillé.

Les calcaires à faciès sublithographique (Gu1, D1) n'apparaissent pas sur cette figure ; la très faible porosité de fissure de ces matériaux conduit à un spectre de fissuration pratiquement plat. Les spectres sont centrés autour d'un coefficient de forme de  $6$  à  $10.10^{-4}$  pour la plupart des matériaux sauf pour le calcaire de Dugny à texture crayeuse où le coefficient de forme modal est de  $17.10^{-4}$ . La forme des spectres des calcaires d'Euville et, dans une moindre mesure, de Lérrouville confirme l'hypothèse de l'influence importante des structures de joints de grains sur la fissuration. En effet, la distribution resserrée du coefficient de forme, associée à une forte densité de fissuration, pourrait correspondre à ces limites de grains, ces structures ayant des dimensions relativement constantes (La taille des grains est elle même bien triée et leur forme est pratiquement constante). Le spectre du calcaire de Dugny à texture crayeuse (D2) est très étalé malgré une distribution porosimétrique unimodale stricte. Cette dispersion du coefficient de forme peut être due, dans ce cas, à une variation de la longueur des capillaires. L'étalement du spectre de fissuration du calcaire de Jaumont est logique vu la multimodalité de sa porosité totale et de sa composante libre.

Dans le but d'apprécier les rapports entre porosité de fissure et porosité libre, de type capillaire, Nous avons calculé une longueur théorique  $L$  de fissure à partir des paramètres dimensionnels des porosités libre et fissurale. Le coefficient de forme modal  $\bar{\alpha}$  du spectre de fissuration équivaut à un rapport épaisseur/longueur ; le rayon d'accès moyen à la porosité libre ( $r_1$ ) est assimilé à une demi-épaisseur de fissure (Tab. 5.III). Ces longueurs théoriques semblent trop élevées par rapport aux dimensions globales des réseaux poreux (voir photos M.E.B.). Le modèle de la double dérivation suppose une forme unique et elliptique des fissures. Nous avons considéré précédemment l'hypothèse d'une forme tubulaire présentant des variations dimensionnelles plus ou moins importantes. L'éloignement de la forme réelle par rapport au modèle elliptique conduit à des valeurs de  $\bar{\alpha}$  sous estimées (Homand-Etienne et Houpert, 1989).

Le calcaire de Dugny (D2) a été traité par l'analyse d'image. Celle ci a fournit un coefficient de forme des capillaires de l'ordre de  $28.10^{-2}$  (l'analyse d'image mesure en fait un facteur d'élongation  $f=L/2r$ , inverse d'un coefficient de forme) alors que le spectre de fissuration est centré autour d'une valeur de  $17.10^{-4}$ . La surestimation des longueurs théoriques peut également provenir de la prise en compte du rayon moyen des capillaires et non d'un rayon propre aux capillaires se comportant comme des fissures.

Faciès	J1	J2	J5	Gu2	Gu3	D2	Eu	Le
$\bar{\alpha}$	$9,8.10^{-4}$	$11.10^{-4}$	$10,3.10^{-4}$	$8,2.10^{-4}$	$6,5.10^{-4}$	$17,1.10^{-4}$	$8,5.10^{-4}$	$8,3.10^{-4}$
$r_1$ ( $\mu\text{m}$ )	0,3	0,4	0,3	0,15	0,1	0,3	0,8	0,9
$L$ ( $\mu\text{m}$ )	610	730	580	365	310	350	1880	2170

Tab. 5.III. Longueur  $L$  des capillaires calculée à partir du coefficient de forme  $\bar{\alpha}$  et du rayon moyen d'accès à la porosité libre  $r_1$  ( $L = 2r_1\bar{\alpha}$ ).

Malgré ces quelques réserves quant à la valeur absolue des longueurs calculées, leur évolution relative en fonction des faciès donne tout de même quelques renseignements.  $L$  augmente avec la cristallinité et la granulométrie du matériau. Les calcaires à matrice micritique (D2, et Gu2/3 où les oolithes sont le plus souvent micritisées, totalement ou au moins sur leurs périphéries) présentent les longueurs de capillaires les plus faibles. Ces longueurs sont plus élevées pour les calcaires bioclastiques à ciment sparitique et augmentent avec la taille des grains (200 à 500 $\mu$ m pour le calcaire de Jaumont ; 1 à 2mm pour les calcaires à entroques). Dans ce cas, la bonne concordance entre les longueur calculées et la taille des grains confirme l'influence des vides de type joints de grains sur la porosité de fissure de ces matériaux.

#### 4. CONCLUSION

L'essai de compression isotrope fournit une estimation de la porosité de fissure  $\eta_0$  fondée sur la mesure des déformations d'un matériau sous pression hydrostatique.

Les calcaires sont des roches peu fissurées ;  $\eta_0$  est inférieure à 0,2% et quantifie les vides tubulaires (capillaires) les plus proches d'une forme cylindrique. De ce fait, la porosité de fissure est comprise dans la porosité libre déterminée par la porosimétrie au mercure mais ne représente qu'au plus 5% de celle-ci. Les vides de type joints de grains (surtout présents dans les calcaires à entroques) participent fortement à cette porosité de fissure.

Les caractéristiques dimensionnelles des fissures, issues des spectres de fissuration, sont plus discutables. L'éloignement de la forme réelle des fissures et capillaires par rapport au modèle elliptique utilisé conduit à un déplacement des spectres de fissuration vers de très faibles valeurs de coefficient de forme.

L'influence de l'anisotropie macroscopique du matériau dépend du type de discontinuités et du remplissage de celles-ci. Le module de compressibilité, déterminé sur la courbe pression - déformation après fermeture des fissures, diminue avec une augmentation de la porosité de fissure  $\eta_0$  mais cette évolution est masquée par les variations de texture carbonatée.

---

**PROPAGATION ET ATTENUATION  
DES ONDES ULTRASONIQUES**

La caractérisation des matériaux rocheux par des méthodes ultrasoniques est couramment utilisée, notamment dans les domaines de la géologie de l'ingénieur et de la mécanique des roches. L'étude de la propagation des ondes longitudinales et 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 mécaniques (module d'élasticité, coefficient de Poisson). Le paramètre "vitesse de l'onde longitudinale" fait l'objet d'un essai normalisé pour l'identification des pierres calcaires (NF B. 10.505) et des bétons (NF P. 18. 418).

L'analyse des signaux ultrasoniques en terme d'atténuation a été surtout exploitée en géophysique pétrolière et en géophysique du globe (Toksöz *et al.*, 1979, Bourbié *et al.*, 1986). Des travaux récents présentent le paramètre atténuation comme un moyen de caractérisation géotechnique d'un matériau (Klimis, 1988). Ce paramètre est particulièrement intéressant pour l'analyse de l'anisotropie d'un matériau, soit structurale, soit liée à une microfissuration (Tarif, 1986, Cuxac, 1991) à condition d'avoir un soin expérimental très particulier.

Nous allons traiter plus particulièrement dans cette partie de l'influence du milieu poreux carbonaté (texture, porosité, porométrie) sur la propagation et l'atténuation des ondes ultrasoniques. Nous étudierons ultérieurement l'évolution de ces paramètres acoustiques au sein de matériaux calcaires soumis à des conditions de gel.

## 1. RAPPELS THEORIQUES

Cette partie regroupe quelques rappels théoriques sur la propagation et l'atténuation des ondes dans un milieu élastique. Seules sont rappelées les notions nécessaires à la compréhension des mécanismes intervenant dans la propagation et l'atténuation d'une onde. Ces rappels font principalement référence aux travaux de Toksöz *et al.* (1979), Bourbié *et al.* (1986) et Cuxac (1991).

### 1.1. PROPAGATION DES ONDES DANS UN MILIEU ÉLASTIQUE ISOTROPE

Dans le cadre de l'élasticité linéaire régie par la loi de Hooke, expression simple de la relation unissant la contrainte à la déformation, l'équation du mouvement d'une onde dans un matériau isotrope s'écrit de la façon suivante :

$$(\lambda + 2\mu) \cdot \text{grad div } \mathbf{U} - \mu \cdot \text{rot rot } \mathbf{U} = \rho \frac{\delta^2 \mathbf{U}}{\delta t^2} \quad (6.1)$$

avec  $\rho$ , masse volumique du matériau,  $\lambda$  et  $\mu$ , coefficients de Lamé.

Soient  $\Phi$  un potentiel scalaire et  $\Psi$  un potentiel vecteur tel que  $\mathbf{U} = \text{grad } \Phi + \text{rot } \Psi$ . Considérons d'abord un mouvement irrotationnel ( $\text{rot } \mathbf{U} = 0$  ;  $\mathbf{U} = \text{grad } \Phi$ ), l'équation du mouvement d'une onde devient :

$$\begin{aligned} (\lambda + 2\mu) \cdot \nabla^2 \Phi &= \rho \frac{\delta^2 \Phi}{\delta t^2} \\ \nabla^2 \Phi &= \frac{1}{V_p^2} \frac{\delta^2 \Phi}{\delta t^2} \end{aligned} \quad (6.2)$$

avec :

$$V_p = \left( \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \right)^{1/2} \quad (6.3)$$

$V_p$  définit la vitesse d'une onde de compression (onde longitudinale). Ces ondes concernent la propagation d'une variation volumique ; le mouvement vibratoire se fait suivant la direction de propagation. Ces ondes sont également appelées ondes P, P correspondant à primaires car ce sont les ondes les plus rapides pouvant se propager dans un milieu élastique.

Si nous considérons maintenant un mouvement sans changement de volume tel que  $\mathbf{U} = \text{rot } \Psi$  ( $\text{div rot } \Psi = 0$ ), l'équation du mouvement de l'onde devient :

$$\nabla^2 \Psi = \frac{1}{V_s^2} \frac{\delta^2 \Psi}{\delta t^2} \quad (6.4)$$

avec :

$$V_s = \left( \frac{\mu}{\rho} \right)^{1/2} \quad (6.5)$$

$V_s$  définit la vitesse d'une onde de cisaillement. Le mouvement vibratoire a lieu dans un plan normal à la direction de propagation (ondes transversales). Ces ondes sont appelées ondes S, S correspondant à secondaires car plus lentes que les ondes P.

$V_p$  et  $V_s$  étant exprimées en fonction des coefficients de Lamé, la mesure du temps de propagation d'une onde ultrasonique dans une roche devrait donc permettre de caractériser celle-ci d'un point de vue mécanique. Dans le cas d'un matériau isotrope, le calcul du coefficient de Poisson  $\nu$  et du module d'Young  $E$  est le suivant :

$$\nu = \frac{1/2 - (V_s / V_p)^2}{1 - (V_s / V_p)^2} \quad (6.6)$$

$$E = \rho \frac{V_p^2(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad (6.7)$$

## 1.2. PROPAGATION DES ONDES DANS UN MILIEU POREUX SATURÉ

L'influence de l'état de saturation d'un matériau sur l'évolution de ses propriétés ultrasoniques a fait l'objet de nombreux travaux dont une grande partie concerne des calculs prédictifs de vitesses ultrasoniques sur un matériau multiphasique et traite généralement d'un état totalement saturé par rapport à un état sec.

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 à l'échelle du pore (écoulements locaux) et des notions de distribution des fluides dans les réseaux poreux.

### 1.2.1. Milieux biphases

La propagation d'une onde purement élastique dans un milieu biphase solide / liquide (roche totalement saturée) a été décrite par Biot (1956) qui a introduit les notions de couplage inertiel fluide / solide et de déplacements relatifs de ces deux phases. Une perméabilité relativement importante est nécessaire aux mouvements relatifs fluide / solide. Cette théorie prédit une dépendance fréquentielle sur une plage de 10 à 100 KHz. Deux ondes longitudinales apparaissent : en phase (onde P classique) et en opposition de phase (onde de compression à vitesse lente). Une seule onde S est engendrée, le fluide n'intervenant pas dans le cisaillement.

La formulation de ces vitesses est une combinaison complexe de termes provenant des matrices de rigidité et de masse du milieu composite (solide / liquide) et de chacun des composants.

Un certain nombre d'hypothèses sont nécessaires à l'application de cette théorie :

- longueur d'onde grande devant les dimensions des volumes élémentaires (tailles des pores) ; cette hypothèse est nécessaire pour décrire les phénomènes par la mécanique des milieux continus,
- petits déplacements tant pour la phase fluide que solide,
- continuité de chacune des phases,
- une matrice supposée élastique et isotrope.

Gassmann (1951) a introduit une relation simple reliant le module de compressibilité d'une roche saturée au module de compressibilité du même matériau à l'état sec, déduite directement des considérations d'élasticité linéaire :

$$\frac{1}{K^*} - \frac{1}{K_0} = \left( \frac{1}{K'} - \frac{1}{K_0} \right) \cdot \frac{\phi}{1 + \phi \left( \frac{1}{K'} - \frac{1}{K_0} \right) / \left( \frac{1}{K} - \frac{1}{K_0} \right)} \quad (6.8)$$

où  $K_0$ ,  $K$ ,  $K'$  sont respectivement les modules de compressibilité de la matrice minérale, de la roche sèche et du fluide saturant,

$K^*$  est le module de compressibilité prédit pour la roche saturée.

$$\frac{1}{\mu^*} = \frac{1}{\mu} \quad (6.9)$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement du matériau sec,

$\mu^*$  est le module de cisaillement prédit pour le matériau saturé.

Les vitesses du matériau saturé sont ensuite définies en terme de modules effectifs :

$$V_p^* = \left[ \frac{K^* + 4/3\mu^*}{\rho^*} \right]^{1/2}, \quad V_s^* = \left[ \frac{\mu^*}{\rho^*} \right]^{1/2} \quad (6.10)$$

où  $\rho^*$  est la masse volumique du milieu triphasique.

Les résultats de Gassmann partent d'une hypothèse d'isotropie de l'espace poreux. Ils sont applicables pour des fréquences pas trop élevées afin de négliger les effets d'inertie et de dispersion.

Kuster et Toksöz (1974a et b) décrivent les caractéristiques de propagation d'une onde plane en assimilant le milieu poreux à une matrice contenant des inclusions. Cette approche repose sur la détermination des modules effectifs  $K^*$  et  $\mu^*$  du milieu biphasique à partir des modules  $K$ ,  $\mu$  et  $K'$ ,  $\mu'$  de la matrice et des inclusions et en tenant compte de la géométrie des inclusions. La masse volumique  $\rho^*$  du milieu est traduite par une combinaison des masses volumiques  $\rho$  et  $\rho'$  de la matrice et des inclusions :

$$\frac{K^* - K}{3K^* + 4\mu} = \frac{1}{3} \frac{K' - K}{3K + 4\mu} \sum_{m=1}^M c(\alpha_m) \cdot T_{ijij}(\alpha_m) \quad (6.11)$$

$$\frac{\mu^* - \mu}{6\mu^*(K + 2\mu) + \mu(9K + 8\mu)} = \frac{\mu' - \mu}{25\mu(3K + 4\mu)} \cdot \sum_{m=1}^M c(\alpha_m) \cdot \left[ T_{ijij}(\alpha_m) - \frac{1}{3} T_{ijij}(\alpha_m) \right] \quad (6.12)$$

$$\rho^* = \rho(1 - \phi) + \phi\rho' \quad (6.13)$$

avec  $K^*$ ,  $K$  et  $K'$  modules de compressibilité respectifs du milieu effectif (matrice et inclusions), de la matrice et des inclusions,

$\mu^*$ ,  $\mu$  et  $\mu'$  modules de cisaillement respectifs du milieu effectif, de la matrice et des inclusions,

$\phi$  porosité (les inclusions correspondent au fluide saturant totalement la matrice),

- $c(\alpha_m)$  concentration des pores de coefficient de forme  $\alpha_m$  ( $\phi = \sum_{m=1}^M c(\alpha_m)$ ),  
 M nombre de coefficients de forme,  
 $T_{ijkl}$  et  $T_{ijj}$  quantités scalaires fonction de  $K, \mu, K', \mu'$  et  $\alpha_m$ .

Les vitesses sont ensuite exprimées en termes de modules effectifs (eq. 6.10).

Wyllie *et al.* (1956) proposent un modèle empirique donnant la vitesse de propagation des ondes à travers un milieu biphasique (phase 1 et 2) :

$$\frac{1}{V} = \frac{\phi}{V_1} + \frac{1 - \phi}{V_2} \quad (6.14)$$

où  $V_1, V_2$  sont les vitesses de propagation dans les milieux 1 et 2,  
 $\phi$  et  $(1 - \phi)$  sont les proportions volumiques des milieux 1 et 2.

Cette approche a fournit des résultats satisfaisants pour des milieux consolidés saturés (calcaires et grès) ; dans ce cas, le milieu 1 est le fluide, le milieu 2 la matrice, et  $\phi$  la porosité.

Cette formulation est couramment utilisée en géophysique pétrolière pour une estimation rapide des caractéristiques d'une roche (Bourbié *et al.*, 1986). Elle a été définie sur des matériaux sous contrainte (roches en profondeur) et son application à des matériaux sous pression atmosphérique engendre des dispersions dans les résultats (Bourbié et Zinszner, 1985).

Une autre formulation de la propagation d'une onde dans un milieu biphasique a été proposée par Wyllie *et al.* (1956) en tenant compte du module de compressibilité  $K$  et du coefficient de Poisson  $\nu$ . La relation reliant la vitesse  $V$  à  $K, \nu$  et à la masse volumique  $\rho$  est de la forme :

$$K = \frac{\rho V^2}{1 + q} \quad (6.15)$$

où  $q$  est un paramètre introduit par les auteurs qui est fonction du coefficient de Poisson  $\nu$  :

$$q = 2 \cdot \frac{(1 - 2\nu)}{(1 + \nu)} \quad (6.16)$$

La vitesse de propagation de l'onde dans le milieu effectif s'écrit alors :

$$\frac{1 + q^*}{\rho^* V^{*2}} = \frac{(1 + q_1)\phi}{\rho_1 V_1^2} + \frac{(1 + q_2)(1 - \phi)}{\rho_2 V_2^2} \quad (6.17)$$

où  $V^*, V_1$  et  $V_2$  sont les vitesses respectives dans le milieu effectif, les phases 1 et 2,  
 $q^*, q_1$  et  $q_2$  sont définis par les relations 6.15 et 6.16,  
 $\rho^*, \rho_1$  et  $\rho_2$  sont les masses volumiques respectives du milieu effectif, des phases 1 et 2 :

$$\rho^* = \phi \rho_1 + (1 - \phi) \rho_2,$$

$\phi$  et  $(1 - \phi)$  sont les proportions volumiques respectives des milieux 1 et 2.

Dans la formule comme elle est écrite ici, le milieu 1 est assimilé au fluide saturant, le milieu 2 à la matrice et  $\phi$  à la porosité. Wyllie *et al.* (1956) suggèrent une valeur de 0,6 pour  $q$  associé à la

matrice solide et une valeur nulle pour  $q$  associé au fluide considéré de viscosité nulle. D'après ces auteurs, cette relation semble plus proche des résultats expérimentaux que la précédente.

De nombreux auteurs ont proposé des formules de Wyllie modifiées selon le volume de porosité présent dans le matériau. Raymer *et al.* (1980) proposent les relations suivantes (milieu 1 : fluide, milieu 2 : solide,  $\phi$  : porosité) :

$$\text{Roches consolidées} \quad \phi < 0,35 \quad V = \phi V_1 + (1 - \phi)^2 V_2 \quad (6.18)$$

$$\text{Sédiments non consolidés} \quad \phi > 0,45 \quad \frac{1}{\rho V^2} = \frac{\phi}{\rho_1 V_1^2} + \frac{1 - \phi}{\rho_2 V_2^2} \quad (6.19)$$

### 1.2.2. Milieux triphasiques

La prise en compte de 3 phases constituant le milieu effectif pour l'analyse de la propagation des ondes dans ce milieu est intéressante pour la détermination des vitesses dans les milieux partiellement saturés (matrice - eau - air). Une autre application possible est l'étude des matériaux gelés, la glace constituant la troisième phase du milieu (matrice - eau - glace).

La formulation de Gassmann (éq. 6.8 et 6.9) peut être étendue à 3 composants en remplaçant le module de compressibilité du fluide par :

$$K' = \frac{\phi\beta}{K'_1} + \frac{\phi(1 - \beta)}{K'_2} \quad (6.20)$$

où  $K'_1$  et  $K'_2$  sont les modules de compressibilité respectifs des fluides 1 et 2,  
 $\phi$  est la porosité,

$\beta$  et  $(1 - \beta)$  sont les fractions du volume poreux respectivement occupées par les fluides 1 et 2.

Cette extension suppose qu'un des deux fluides est totalement inclus dans l'autre.

Toksöz *et al.* (1976) ont élargi la formulation de Kuster et Toksöz (1974a et b) à un milieu effectif saturé par plusieurs fluides ; les équations 6.11, 6.12 et 6.13 sont modifiées de la façon suivante :

$$\frac{K^* - K}{3K^* + 4\mu} = \frac{1}{3} \sum_{n=1}^N \frac{K_n' - K}{3K + 4\mu} \sum_{m=1}^M c(\alpha_{m,n}) \cdot T_{ijj}(\alpha_{m,n}) \quad (6.21)$$

$$\frac{\mu^* - \mu}{6\mu^*(K + 2\mu) + \mu(9K + 8\mu)} = \sum_{n=1}^N \frac{\mu_n' - \mu}{25\mu(3K + 4\mu)} \sum_{m=1}^M c(\alpha_{m,n}) \cdot \left[ T_{ijj}(\alpha_{m,n}) - \frac{1}{3} T_{ijj}(\alpha_{m,n}) \right] \quad (6.22)$$

$$\rho^* = \rho(1 - \phi) + \sum_{n=1}^N c_n \rho_n' \quad (6.23)$$

où  $N$  est le nombre de fluides,

$K_n'$  est le module de compressibilité du  $n^{\text{ème}}$  fluide,

$\mu_n'$  est le module de cisaillement du  $n^{\text{ème}}$  fluide,

$c(\alpha_{m,n})$  est la concentration des pores de coefficient de forme  $\alpha_m$  et saturés par le fluide  $n$  :

$$\sum_{n=1}^N \sum_{m=1}^M c(\alpha_{m,n}) = \phi \text{ (porosité),}$$

$c_n$  est la proportion volumique du fluide  $n$  de masse volumique  $\rho_n'$  ( $\sum_{n=1}^N c_n = \phi$ ),

les autres paramètres sont identiques à ceux définis pour les équations 6.11, 6.12 et 6.13.

Cette extension introduit une hypothèse de distribution des fluides dans des pores (ou familles de pores) différents.

King *et al.* (1988) généralisent les équations relatives à un milieu biphasique de Kuster et Toksöz (1974) à un milieu à 3 phases (solide - eau - glace). Mais, à la différence de l'approche de Toksöz *et al.* (1976), les auteurs procèdent à une détermination des modules effectifs par étapes. Dans un premier temps, les modules effectifs du milieu biphasique constitué par la glace (matrice) et l'eau non gelée (inclusions) sont déterminés à partir des équations initiales de Kuster et Toksöz (1974). Ces paramètres sont ensuite introduit dans un deuxième modèle où la matrice correspond au milieu complexe glace - eau et les inclusions sont assimilées à la phase solide (quartz dans le cas précis des auteurs). Les modules effectifs du milieu triphasique sont ainsi déduits des équations de ce deuxième modèle.

D'après Toksöz *et al.* (1976), cette approche suppose que les phases sont imbriquées l'une dans l'autre par inclusions multiples ; les deux phases saturantes (eau - glace) pouvant ainsi être localisées dans les mêmes pores.

Un autre type d'introduction d'une troisième phase dans le milieu poreux est l'extension des formules de Wyllie. Timur (1968), s'intéressant à la propagation d'une onde dans un matériau gelé, détermine la vitesse de l'onde de compression en utilisant l'équation initiale de Wyllie (éq. 6.14) dans le cas où la totalité de l'eau du matériau (initialement saturé) est gelée (milieu 1 : glace, milieu 2 : solide). Si le volume d'eau n'est qu'en partie gelé, l'auteur propose d'élargir la formule de Wyllie à 3 composants :

$$\frac{1}{V^*} = \frac{(1 - \phi)}{V_1} + \frac{\beta\phi}{V_2} + \frac{(1 - \beta)\phi}{V_3} \quad (6.24)$$

où  $V^*$ ,  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  sont les vitesses des ondes P respectives du milieu effectif, de la matrice solide, de la glace et de l'eau,

$\phi$  est la porosité,

$\beta$  et  $(1 - \beta)$  sont les fractions volumiques respectives de la glace et de l'eau.

Cette approche semble donner des résultats satisfaisants sur matériaux consolidés poreux tels que calcaires et grès.

Deschâtres *et al.* (1989) utilisent, dans le cas de milieux poreux non consolidés gelés, la deuxième approche de Wyllie *et al.* (1956) qui tient compte des propriétés élastiques (éq. 6.17) en ajoutant un troisième composant, la glace :

$$\frac{1}{\rho^* V^{*2}} = \frac{1 - \phi}{\rho_1 V_1^2} + \frac{\beta \phi}{\rho_2 V_2^2} + \frac{(1 - \beta) \phi}{\rho_3 V_3^2} \quad (6.25)$$

$$\rho^* = \phi \rho_1 + \beta \phi \rho_2 + (1 - \beta) \phi \rho_3 \quad (6.26)$$

où  $V^*$ ,  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  sont les vitesses des ondes P respectives du milieu effectif, de la matrice solide, de la glace et de l'eau non gelée,

$\rho^*$ ,  $\rho_1$ ,  $\rho_2$  et  $\rho_3$  sont les masses volumiques respectives du milieu effectif, de la matrice solide, de la glace et de l'eau non gelée,

$\phi$  est la porosité,

$\beta$  et  $(1 - \beta)$  sont les fractions volumiques respectives de la glace et de l'eau non gelée.

Les auteurs négligent l'influence du paramètre  $q$  sur les hypothèses suivantes :

- lorsque toute l'eau est sous forme liquide (milieu non gelé), l'influence du cisaillement est nulle et  $q = 0$ ,

- lorsque toute l'eau est transformée en glace (milieu gelé), les valeurs de  $q$  pour le milieu effectif, la matrice solide et la glace sont considérées du même ordre de grandeur et les termes en  $(1 + q)$  s'annulent.

Cette approche, qui revient à l'extension de la formule de Wyllie modifiée par Raymer *et al.* (1980) (éq. 6.19) à 3 composants, semble être satisfaisante dans le cas de matériaux poreux gelés non consolidés.

Leclaire (1992) a développé un modèle de propagation acoustique dans les milieux poreux soumis au gel suivant la formulation de Biot (1956) en intégrant un deuxième solide (matrice de glace) au système biphasique matrice solide / eau.

Suite à un certain nombre d'hypothèses fondées sur l'analyse des mécanismes de congélation des milieux finement dispersés saturés d'eau, et en particulier l'absence de contact mécanique direct entre le solide et la glace, l'auteur a écrit les équations de couplage envisagées par Biot, couplage élastique, couplage inertiel et couplage visqueux, entre le solide et l'eau et entre l'eau et la glace avant de considérer le système complet constitué par les 3 phases.

La formulation des couplages élastique et inertiel conduit à la détermination des vitesses de propagation ; l'atténuation et la dispersion sont décrites par les équations du couplage visqueux.

Seules les propriétés de la matrice de glace viennent s'ajouter aux paramètres de la théorie de Biot. Les modules élastiques de cette matrice sont déterminés d'une manière élégante en faisant appel

à la théorie de la percolation : au cours d'un processus de dégel, la rigidité de la matrice de glace initialement connectée diminue du fait de la diminution de la proportion de glace et de la disparition progressive des ponts reliant les noyaux de glace entre eux. La percolation rend bien compte de ce phénomène.

L'auteur utilise ensuite une loi de puissance (théorie de la percolation, voir Chap.4, § 2.3) pour déterminer les modules élastiques qui sont exprimés par rapport à une quantité de glace critique constituant le seuil de percolation.

### 1.3. NOTION D'ATTÉNUATION

Le signal ultrasonique qui se propage dans une roche s'atténue au cours de son trajet. Cette atténuation est la manifestation de phénomènes d'interactions entre l'onde et le milieu de propagation. Il faut distinguer l'atténuation intrinsèque, liée à l'anélasticité de l'ensemble matrice solide - fluide saturant, de l'atténuation extrinsèque due à la diffraction de l'onde par réflexion. L'atténuation se caractérise par une diminution de l'amplitude de l'onde et une perte préférentielle de ses hautes fréquences.

Un modèle viscoélastique linéaire est communément utilisé pour rendre compte de la dissipation d'énergie durant le passage de l'onde. Dans ce cas, l'équation du mouvement est donnée par :

$$\rho \frac{\delta^2 U}{\delta t^2} = M(\omega) \frac{\delta^2 U}{\delta x^2} \quad (6.27)$$

où  $M(\omega)$  est un module complexe qui découle de la loi de comportement  $\sigma(t) = m(t) \cdot \varepsilon(t)$  ( $m(t)$  : dérivée de la fonction relaxation ;  $M(\omega)$  : transformée de Fourier de  $m(t)$  ;  $\omega$  : pulsation).

Pour une onde plane, on démontre qu'une solution de l'équation du mouvement peut s'écrire sous la forme :

$$U = U_0 \cdot e^{[i(\omega t - k^* x)]} \quad (6.28)$$

avec  $x$ , distance parcourue par l'onde,

$k^*$ , nombre d'onde complexe ;  $k^* = \frac{\omega}{V^*}$  ( $V^*$  : vitesse de phase).

La solution précédente peut également s'écrire :

$$U = U_0 \cdot e^{-\alpha x} \cdot e^{[i\omega(t - x/c)]} \quad (6.29)$$

avec  $k^* = \frac{\omega}{c} - i\alpha$  où  $c$  est un réel.

Le facteur  $e^{-\alpha x}$  exprime l'atténuation de l'onde.  $\alpha$ , appelé coefficient d'atténuation, est un des paramètres qui va quantifier l'atténuation.

L'autre paramètre le plus souvent rencontré pour décrire l'atténuation est le facteur de qualité qui s'exprime par le rapport des parties réelle et imaginaire du module complexe  $M(\omega)$  issu du modèle viscoélastique linéaire :  $Q = \frac{M_r}{M_i}$ .

Ce paramètre peut être défini comme le rapport de l'énergie maximale emmagasinée pendant un cycle sur l'énergie dissipée durant ce cycle :  $Q = \frac{2\pi E}{\Delta E}$ .

Ces deux paramètres sont liés entre eux par la relation suivante :

$$\alpha = \frac{\pi f}{QV} \quad (6.30)$$

où  $f$  est la fréquence et  $V$  la vitesse de l'onde.

Cette relation est simplifiée mais donne une bonne estimation de la relation entre  $Q$  et  $\alpha$  (Tarif, 1986).

Le facteur de qualité est inversement proportionnel au coefficient d'atténuation et quantifie donc l'absence d'atténuation. Pour plus de commodité, on utilise souvent le paramètre  $1000/Q$  appelé facteur d'atténuation.

#### 1.4. MÉCANISMES ENVISAGÉS POUR EXPLIQUER L'ATTÉNUATION

Les mécanismes avancés pour expliquer le phénomène d'atténuation sont souvent complexes et encore mal compris. De plus, ces mécanismes seraient différents selon l'état de saturation de la roche considérée.

Les pertes d'énergies dues à la diffraction (atténuation extrinsèque) résultent des multiples interactions de l'onde avec les discontinuités ou obstacles dans le matériau (grains, pores, microfissures) et peuvent être importantes lorsque la longueur d'onde devient comparable à l'échelle de l'hétérogénéité. L'atténuation extrinsèque, liée à ces phénomènes de diffraction, représenterait la majeure partie de l'atténuation dans le cas de matériaux secs (Johnston *et al.*, 1979). L'importance de cette forme de dissipation est soulignée par l'indépendance en fréquence des facteurs de qualité. Cependant, ce mécanisme ne peut expliquer la totalité du comportement anélastique de la matrice solide ; une atténuation intrinsèque existe et trouve une origine locale à l'échelle des éléments granulaires et fissuraux.

Le phénomène de friction aux contacts entre les grains ou au niveau de fissures est un des mécanismes invoqué pour interpréter l'atténuation intrinsèque d'un matériau. Dans ce cas, l'atténuation dépendrait fortement des conditions de surface de grains et fissures (Walsh, 1966). Mavko (1979), étudiant la non linéarité du phénomène, a remis en question ce mécanisme : il s'agirait d'un mécanisme à seuil se déclenchant pour des amplitudes de déformation supérieures à  $10^{-6}$  dans des conditions normales de pressions et de température. Selon Mavko (1979) et Johnston *et al.* (1979), la part non linéaire de l'atténuation résulterait du mécanisme de frottement ou friction entre les grains dans le cas de fréquences ultrasoniques ( $f = 10^5$  à  $10^6$  Hz) ; néanmoins, ce mécanisme ne semble pas suffisant pour expliquer toute l'atténuation d'un matériau.

En ce qui concerne le rôle d'une très faible quantité d'eau (film d'eau adsorbée sur les surfaces de grains ou parois de fissures), Mavko (1979) prévoit une augmentation de l'atténuation due au frottement (effet lubrifiant sur les surfaces de friction). La présence d'une faible quantité d'eau dans

un matériau pourrait également engendrer un mécanisme d'atténuation lié aux propriétés capillaires (Bourbié *et al.*, 1986). Une dissipation visqueuse sur les amas d'eau isolés dans les aspérités de surface induirait une atténuation de l'onde. Dans ce cas, la valeur de l'atténuation dépend énormément de la microstructure du milieu poreux (état de surface, tortuosité et taille des vides).

Un autre type d'atténuation pourrait provenir de la présence d'une faible quantité d'eau distribuée sur la surface poreuse d'un matériau. Lors du passage de l'onde dans un tel matériau, la rupture des liaisons chimiques entre la surface des grains et les molécules d'eau adsorbées (liaisons hydrogènes) provoquerait une atténuation du signal ultrasonique (Titmann *et al.*, 1980). Ce modèle d'atténuation est directement fonction de la surface spécifique du milieu poreux. D'après Bourbié *et al.* (1986), les valeurs de surfaces spécifiques et d'atténuation pour différents matériaux (grès, matériaux artificiels) sont incompatibles avec l'hypothèse d'un mécanisme d'atténuation uniquement de surface. Pour ces auteurs, l'atténuation des ondes dans un matériau très faiblement saturé serait le résultat de plusieurs phénomènes et dépendrait de la microstructure du milieu, combinant la dissipation visqueuse sur les aspérités et les ruptures de liaisons chimiques.

Dans le cas d'une roche partiellement ou totalement saturée, les phénomènes les plus probables seraient les mécanismes de Biot et de "squirt flow". La théorie de Biot (1956) prend en compte les mouvements relatifs globaux du fluide et du solide induits par le passage de l'onde. Une perméabilité relative importante est nécessaire à ce mouvement relatif.

Le mécanisme de "squirt flow" (squirt : gicler) implique un mouvement local du fluide à l'intérieur des cavités poreuses (Mavko et Nur, 1975, O'Connell et Budiansky, 1977). Ce mécanisme est initialisé par le passage de l'onde. En effet, la compression des grains et des tubes capillaires engendre une pression locale qui met en mouvement le fluide à l'intérieur des pores. D'après Bourbié *et al.* (1986), le phénomène de "squirt flow" semble le mieux adapté pour expliquer qualitativement les observations liées à l'atténuation des ondes.

La présence de plusieurs phases du même composant dans un matériau peut induire une atténuation de l'onde qui traverse ce matériau. A l'échelle microscopique, la propagation d'une onde entraîne des variations de température par couplage thermomécanique. L'équilibre thermodynamique est modifié par cet effet de thermo-relaxation. Des transferts de masses entre les différentes phases en présence assurent le rééquilibrage thermodynamique et provoquent une dissipation d'énergie. Ce mécanisme d'atténuation a été analysé de façon théorique par Kjartansson (1979) mais n'a pas été vérifié expérimentalement.

Le changement de phase du composant saturant un milieu poreux peut engendrer des variations importantes de l'atténuation. Tout d'abord, le changement de phase induit généralement une modification de la viscosité et l'atténuation diminue avec une augmentation de la viscosité (rigidité plus grande du système fluide-matrice solide). Par exemple, un milieu saturé en glace est beaucoup moins atténuant que le même milieu saturé en eau à température ambiante (Toksöz *et al.*, 1979). Les phénomènes de relaxation et de dissipation d'énergie liés au changement de phase entraînent de fortes atténuations au passage d'une phase à l'autre (Jackson et Anderson, 1970). Spetzler et Anderson (1968) ont observé des atténuations importantes aux points critiques de changement de phase (point de congélation, point de condensation) dans des systèmes multi-composants.

## 1.5. TECHNIQUES DE MESURES DE L'ATTÉNUATION

Les différentes techniques de mesures de l'atténuation des ondes ultrasoniques en laboratoire se divisent en deux grandes catégories différenciées par leurs domaines fréquentiels :

- les systèmes vibrants,
- les méthodes par propagation d'onde.

Les systèmes vibrants (pendule de torsion, barre de résonance) permettent de travailler à des fréquences comprises entre quelques hertz et quelques kilohertz, fréquences utilisées notamment en sismique ou en diagraphies soniques. Ces techniques font appel à des ondes stationnaires et non à des ondes de propagation.

Deux techniques de mesure de l'atténuation utilisent la propagation d'ondes : les méthodes par écho et les méthodes par transmission. Le domaine fréquentiel de ces méthodes - 0,1 à 1 MHz - induit des longueurs d'ondes inférieures aux systèmes vibrants et une variation d'échelle dans les mécanismes de déformation des signaux (ultrasoniques et sismiques).

Le principe de la méthode par écho est le suivant : le signal émis par un cristal piézoélectrique, collé sur une face d'un échantillon, subit des réflexions multiples à l'interface libre. L'atténuation est déduite de l'amplitude spectrale de deux réflexions successives. Cette méthode suppose des pertes négligeables aux diverses interfaces notamment aux interfaces cristal source - colle - échantillon et n'est valable que dans le cas d'atténuations relativement faibles (Bourbié *et al.*, 1986).

La méthode par transmission repose sur la comparaison des amplitudes spectrales de signaux ayant traversé différents échantillons (échantillon de référence et échantillon étudié) de même longueur et de géométrie identique. Le rapport de spectres des deux amplitudes spectrales fournit un facteur de qualité en atténuation.

Les mesures expérimentales d'atténuations (et de vitesses des ondes) présentées dans notre étude sont réalisées à partir de cette dernière méthode.

## **2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL**

### **2.1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS**

#### **2.1.1. Géométrie - Usinage**

Selon le but de la mesure, des échantillons de géométries différentes ont été réalisés. Cette phase de préparation est délicate si l'on veut obtenir des états de surface et des géométries les plus parfaits possibles. Quelque soit la géométrie de l'échantillon, ses faces, après sciage, sont rectifiées afin d'assurer une planéité et un parallélisme "quasi-parfait". La qualité de cet état de surface intervient de façon très importante dans la mesure des vitesses et de l'atténuation des ondes ultrasoniques. La préparation des faces à la rectifieuse par la méthode de retournement de l'échantillon nous permet de limiter l'écart au parallélisme à environ  $10^{-3}$  radians.

##### **• Eprouvettes cylindriques**

Pour les essais de caractérisation ultrasonique des matériaux, nous utilisons des échantillons cylindriques de 50 mm de diamètre et 100 mm de longueur (dimensions spécifiées par la norme NF B 10 505, pierre calcaire - mesure de la vitesse de propagation des ondes).

Dans le cas d'une roche calcaire anisotrope (stratification, litage), les échantillons sont carottés perpendiculairement au plan d'anisotropie principal du bloc de matériau afin d'intégrer l'effet de ces discontinuités dans les mesures.

##### **• Cubes**

La détermination de l'anisotropie structurale ou de microfissuration d'un matériau par l'analyse de ses propriétés ultrasoniques nécessite des échantillons cubiques. Comme pour les cylindres, la préparation des cubes (50 mm d'arête) tient compte de la structure de la roche ; le plan d'anisotropie principal visible constitue un des trois plans définis par la géométrie cubique.

#### **2.1.2. Etat de saturation**

Après usinage, les échantillons sont lavés et étuvés, puis pesés et mesurés. Les mesures ultrasoniques sont effectuées sur échantillons secs et saturés.

##### **• Echantillon sec**

Les échantillons sont placés dans une étuve à 50°C pendant 48 heures. Ils sont ensuite disposés dans un dessiccateur jusqu'à retour à température ambiante.

##### **• Echantillon saturé**

Les échantillons sont saturés à l'eau sous vide (Chap. 3 - mesure de la porosité). Ils sont ensuite conservés dans l'eau jusqu'au moment de la mesure ultrasonique.

Des essais ont également été réalisés sur des échantillons partiellement saturés. Ces saturations intermédiaires sont obtenues soit par séchage à partir de l'état totalement saturé, soit par imbibition d'eau à pression atmosphérique à partir de l'état sec. Une fois la saturation désirée obtenue, les échantillons sont emballés dans un manchon en caoutchouc afin d'obtenir une homogénéisation de la répartition de l'eau dans le milieu poreux avant la mesure.

## 2.2. CHAÎNE DE MESURE

### 2.2.1. Matériel utilisé

Plusieurs montages ont été réalisés afin d'effectuer des mesures ultrasoniques sous différentes conditions. Néanmoins, la chaîne d'acquisition et de traitement des données est toujours la même (Fig. 6.1).

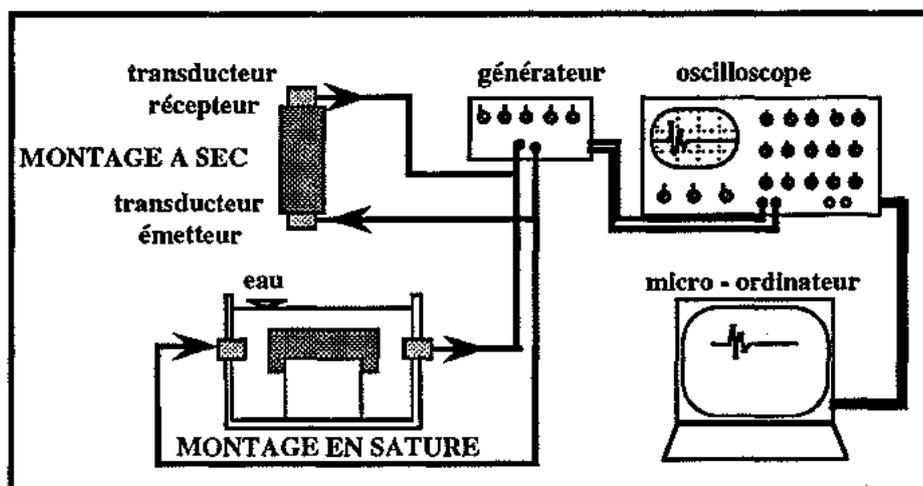


Fig. 6.1. Chaîne d'acquisition et de traitement des données ultrasoniques.

#### • Le générateur d'impulsions

Le générateur Panametrics 5055PR fait office d'émetteur-récepteur. Il envoie une impulsion électrique que le transducteur convertit en impulsion ultrasonore. Ce générateur est relié à un oscilloscope, assurant ainsi la transmission et la synchronisation du signal.

#### • L'oscilloscope

C'est un oscilloscope Tektronix 2430A muni d'une interface GPIB. Cet appareil enregistre des signaux de 1024 points avec une résolution de 8 bits. La fréquence d'échantillonnage maximale est de 100 MHz. La bande passante est de 150 MHz. Il peut mémoriser 4 signaux et possède une fonction moyenne agissant sur un maximum de 256 signaux. Une interface IEEE permet la connexion à un micro-ordinateur. Cet appareil est équipé d'un curseur qui permet la lecture directe de l'intervalle de temps entre émission et réception du signal avec une précision de l'ordre de 0,1  $\mu$ s.

#### **• Les transducteurs piézoélectriques**

Des transducteurs Panametrics de plusieurs types sont utilisés :

- type A 101 et 2151 respectivement pour la mesure des ondes P et S sur échantillons secs. Leur fréquence est centrée à 500 KHz,
- type A 301S de fréquence centrale 500 KHz pour les mesures d'ondes P sur échantillons saturés.

#### **• Le micro-ordinateur**

Un micro-ordinateur permet le stockage et l'analyse des signaux à l'aide du logiciel SPD conçu par Tektronix.

### **2.2.2. Montage pour les mesures sur échantillons secs**

Ces mesures font intervenir une presse manuelle et des bagues de plexiglas permettant le centrage de l'éprouvette par rapport aux transducteurs.

Le couplage entre l'échantillon et les transducteurs est assuré grâce à un couplant visqueux type Sofranel SWC. Une légère charge est appliquée par la presse manuelle (100N) assurant ainsi le maintien et le bon contact de l'ensemble.

### **2.2.3. Montage pour les mesures sur échantillons saturés**

Les mesures à saturation totale sont réalisées en immersion dans une cuve d'eau préalablement désaérée (Fig. 6.1). Aucun contact direct n'existe entre les transducteurs et l'échantillon. Le signal étant véhiculé par l'eau, il est impératif qu'aucune trace d'air ne s'interpose sur le chemin de l'onde. Les échantillons sont donc conservés dans l'eau avant la mesure afin d'éliminer toute bulle d'air sur leur surface externe. Le temps de parcours de l'onde dans l'eau est soustrait au temps de parcours total pour obtenir la vitesse de l'onde dans l'échantillon.

Les échantillons partiellement saturés renferment une certaine quantité d'air dans leur milieu poreux. Dans ce cas, l'eau ne peut être utilisée comme couplant. Nous utiliserons donc, pour ces mesures, le montage pour échantillons secs. Après avoir enlevé le manchon de protection, un essuyage des faces de l'échantillon assure une surface pas trop humide et un bon contact entre échantillon - couplant - transducteur.

## **2.3. MESURES DES VITESSES**

Suite à l'installation de l'échantillon dans le montage adéquat (sec ou saturé), différents réglages (fenêtre de fréquence de l'oscilloscope) assurent une bonne visualisation du signal. La première arrivée est pointée sur l'écran de l'oscilloscope et le temps de parcours noté. Le signal est ensuite enregistré pour être traité ultérieurement.

Dans le cas du montage "à sec", un temps d'attente de quelques minutes est nécessaire pour obtenir un étalement uniforme du couplant et une amplitude optimum du signal.

Pour la mesure en immersion, une mesure "à blanc" est réalisée afin de déterminer la vitesse dans l'eau et le temps de retard correspondant au temps de parcours dans l'eau avant et après le passage dans l'échantillon. Ce temps de retard est soustrait au temps total lu sur l'oscilloscope.

Les vitesses des ondes P et S sont ensuite calculées de la façon suivante :

$$V_{Psec} \text{ ou } V_{Ssec} \text{ (m/s)} = \frac{L}{t}, \quad V_{Psat} \text{ (m/s)} = \frac{L}{t - t_{retard}}, \quad (6.31)$$

avec  $L$  (en mètres), longueur de l'échantillon,

$t$  (en secondes), temps de parcours lu sur l'oscilloscope,

$t_{retard}$  (en secondes), temps de parcours dans l'eau (mesure à saturation totale,  $V_{Psat}$ ).

L'erreur relative sur la mesure des vitesses est estimée à 0,5% pour les mesures "à sec" et 1% pour les mesures en immersion.

## 2.4. CALCUL DE L'ATTÉNUATION DES ONDES P

Nous avons déterminé l'atténuation du signal des ondes P au travers d'un échantillon en calculant le facteur de qualité en atténuation  $Q$  par la méthode du rapport des spectres.

### 2.4.1. Méthode du rapport des spectres

Cette méthode consiste en une comparaison des amplitudes spectrales de deux signaux, l'un provenant d'un échantillon de référence, l'autre de l'échantillon à étudier (Toksöz *et al.*, 1979). La géométrie et la longueur des deux échantillons sont identiques.

Nous rappelons l'équation donnant l'amplitude spectrale d'une onde plane :

$$U(f) = G(f,x) \cdot e^{-\alpha(f)x} \cdot e^{[i(2\pi ft - kx)]} \quad (6.32)$$

avec  $G(f,x)$ , fonction tenant compte des effets de la géométrie de l'échantillon et de la source,

$x$ , longueur de l'échantillon,

$\alpha(f)$ , coefficient d'atténuation.

Sachant que  $\alpha(f) = \frac{\pi f}{QV}$  et que  $Q$  est considéré indépendant de la fréquence sur la gamme utilisée (0,3 - 0,8 MHz) (Toksöz *et al.*, 1979), le rapport des spectres de deux signaux peut s'écrire sous la forme :

$$\text{Ln} \left( \frac{U(t)}{U_r(t)} \right) = -\pi \left[ \frac{1}{QV} - \frac{1}{Q_r V_r} \right] x f + \text{constante} \quad (6.33)$$

L'échantillon de référence (indice  $r$ ) est une éprouvette en aluminium. L'aluminium est considéré comme non atténuant, son facteur de qualité  $Q_r$  est de l'ordre de 150000. Ainsi, le terme  $1/Q_r V_r$  peut être négligé.

Le logarithme du rapport des spectres est tracé en fonction de la fréquence (Fig. 6.2). La pente de la droite obtenue sur l'intervalle de fréquence considéré est :

$$p = -\frac{\pi x}{QV}, \quad (6.34)$$

on a donc :

$$Q = -\frac{\pi x}{pV}. \quad (6.35)$$

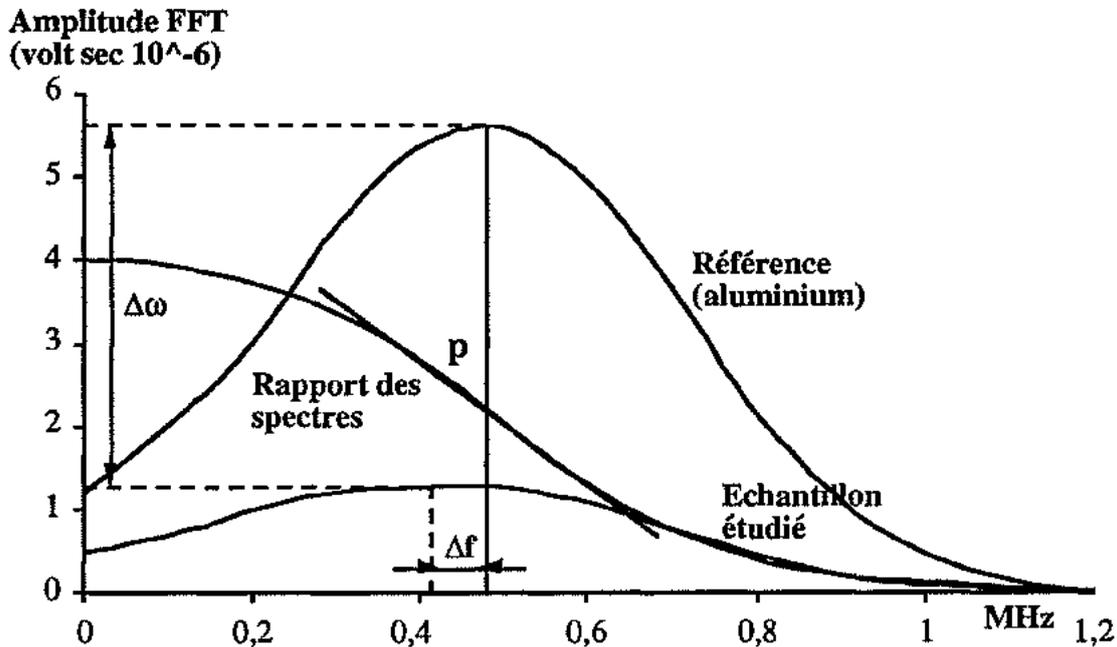


Fig. 6.2. Détermination de l'atténuation des ondes par la méthode du rapport des spectres.  $p$  : pente du rapport spectre étudié / spectre de l'aluminium. L'intervalle considéré comprend les pics des deux spectres. L'atténuation totale du matériau se décompose en une atténuation en fréquence ( $\Delta f$ ) et une atténuation en amplitude ( $\Delta\omega$ ). Les spectres résultent d'une du signal brut (Amplitude FFT).

Le facteur de qualité peut être utilisé tel quel pour décrire l'atténuation des ondes. Il peut être combiné avec la vitesse des ondes pour donner un autre paramètre quantifiant l'atténuation (Tarif, 1986) :

$$A = \frac{10^6}{QV}, \quad (6.36)$$

$A$  est appelé facteur d'atténuation (à distinguer du coefficient d'atténuation  $\alpha = \pi f/QV$ ). Le facteur  $10^6$  a seulement pour but de mettre les résultats sous une forme simple.

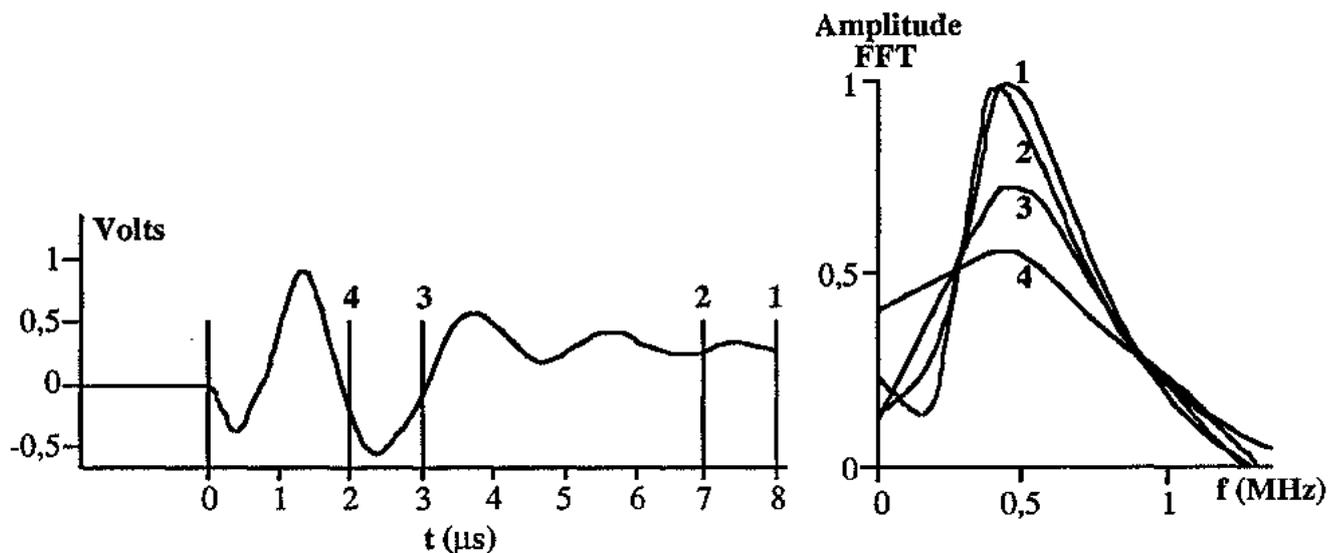
### 2.4.2. Méthode d'exploitation du signal

L'exploitation et le traitement du signal, opérations nécessaires à la détermination de l'atténuation, ne peuvent se faire sans quelques précautions, sous peine d'introduire des artefacts dus aux calculs.

#### • Longueur du signal à exploiter

Le signal reçu par l'oscilloscope est perturbé par des arrivées multiples résultant des réflexions sur les parois de l'échantillon et sur des "miroirs" présents dans la roche. Le signal à exploiter doit être le plus long possible afin d'intégrer un maximum d'informations mais il doit également être exempt d'arrivées secondaires. La figure 6.3 montre l'influence de la longueur du signal traité sur le spectre fréquentiel (Cuxac, 1991).

Pour l'ensemble de nos mesures, nous avons choisi de sélectionner une longueur de signal correspondant à une période et demi (position 3 sur la figure 6.3).



*Fig. 6.3. Allure du spectre fréquentiel en fonction de la longueur du signal exploité (d'après Cuxac, 1991).*

Les matériaux peu atténuants présentent des signaux qui "saturent" généralement en amplitude. Dans ce cas, nous introduisons une atténuation au niveau du générateur d'impulsion afin de limiter les signaux en amplitude et d'enregistrer le maximum d'informations. L'atténuation maximale rajoutée par l'opérateur est conservée pour l'ensemble des matériaux étudiés et n'intervient donc pas dans l'analyse comparative des résultats.

#### • Bruit de fond

Le signal visualisé sur l'oscilloscope est toujours perturbé par un bruit de fond aléatoire. L'oscilloscope utilisé permet de moyenniser sur un maximum de 256 arrivées. En général, nous avons travaillé sur une moyenne de 64 arrivées ce qui nous permet d'éliminer suffisamment le bruit aléatoire.

#### • Fenêtre de calcul

Un point délicat de la méthode de calcul du facteur de qualité réside en la détermination de l'intervalle de fréquence dans lequel on calcule la pente du rapport des spectres. En effet, la figure 6.2 montre que le résultat du rapport des spectres peut être décomposé en une suite de segments de droites de pentes différentes.

Dans nos essais, le spectre de l'aluminium, matériau non atténuant est toujours centré autour d'une fréquence de 500 KHz, fréquence centrale des transducteurs. Le spectre fréquentiel du matériau calcaire étudié est centré autour d'une fréquence inférieure, comprise entre 200 et 500 KHz, puisque l'atténuation du signal se traduit par une perte préférentielle de ses hautes fréquences. Nous avons donc choisi de calculer le facteur de qualité en tenant compte de la pente du segment englobant les fréquences centrales de l'aluminium et de l'échantillon étudié. Une fois l'intervalle défini, toutes les mesures sont réalisées de la même manière.

#### 2.4.3. Précision sur le calcul du facteur de qualité

L'erreur relative sur le calcul du facteur de qualité est estimée à 5%. Cette valeur tient compte des erreurs relatives sur les vitesses et sur le calcul de la pente du rapport des spectres. Elle tient compte également de l'erreur liée aux défauts de parallélisme des faces de l'échantillon. Tarif (1986) estime cette dernière à 0,3% sur des valeurs de Q comprises entre 0 et 40 et pour des écarts au parallélisme n'excédant pas  $5 \cdot 10^{-3}$  radians.

### 3. RESULTATS - INTERPRETATIONS

Le tableau 6.I résume l'ensemble des résultats qui ont trait aux propriétés ultrasoniques des matériaux calcaires étudiés à l'état sec ou saturé. Les valeurs indiquées dans le tableau sont des valeurs moyennes issues de mesures effectuées sur un minimum de 10 échantillons par faciès calcaire. Les domaines de variation des vitesses, facteurs de qualité Q et d'atténuation A englobent la précision sur les mesures (paragraphe précédent) et la variabilité rencontrée lors de la mesure d'un paramètre sur un ensemble d'échantillons d'un même faciès.

Faciès calcaire	V <sub>p</sub> (m/s)	DV	V <sub>s</sub> (m/s)	DV	V <sub>p</sub> /V <sub>s</sub>	Q <sub>p</sub>	DV	A <sub>p</sub> (10 <sup>6</sup> /QV)	DV
Jaumont 1 (J1)	3545	±60	2160	±40	1,64	25	±1,5	11	±0,5
Jaumont 2 (J2)	3530	±45	2200	±25	1,61	18	±1,5	16	±0,8
Jaumont 5 (J5)	3365	±65	2060	±35	1,63	20	±1,2	15	±0,7
Gudmont 1 (Gu1)	5420	±30	2980	±20	1,82	19	±1,5	9,5	±0,6
Gudmont 2 (Gu2)	3710	±50	2400	±35	1,54	18	±1,2	15	±0,5
Gudmont 3 (Gu3)	4740	±25	2770	±20	1,71	16	±1	13	±0,8
Dugny 1 (D1)	5500	±25	3130	±30	1,76	23	±1,5	8	±0,4
Dugny 2 (D2)	2900	±30	1740	±30	1,67	14,5	±1	23	±0,5
Euville (Eu)	3860	±20	2280	±25	1,68	12	±1,5	20	±0,8
Lérrouville (Le)	3750	±40	2230	±35	1,68	12,2	±1,2	21	±0,7

Faciès calcaire	V <sub>psat</sub> (m/s)	DV	V <sub>psat</sub> /V <sub>p</sub>	Q <sub>psat</sub>	DV	A <sub>psat</sub> (10 <sup>6</sup> /QV <sub>sat</sub> )	DV
Jaumont 1 (J1)	3800	±80	1,07	21	±1,7	12,5	±0,6
Jaumont 2 (J2)	3760	±70	1,06	16	±1,6	16,5	±0,9
Jaumont 5 (J5)	3540	±65	1,05	17	±1,5	16,6	±0,7
Gudmont 1 (Gu1)	5460	±50	1,007	18,5	±1,5	10	±0,6
Gudmont 2 (Gu2)	4030	±65	1,08	16	±1,3	15,5	±0,7
Gudmont 3 (Gu3)	4960	±40	1,05	14	±1,2	14,5	±0,6
Dugny 1 (D1)	5720	±45	1,04	22	±1,6	8	±0,3
Dugny 2 (D2)	3180	±55	1,09	12,2	±1,2	25,5	±0,6
Euville (Eu)	4310	±40	1,12	9	±1,5	25,7	±0,7
Lérrouville (Le)	4100	±60	1,1	9,5	±1,3	25,6	±0,5

Tab. 6.I. Propriétés ultrasoniques des matériaux calcaires à l'état sec (tableau du haut) et totalement saturés (tableau du bas). Valeurs moyennes et domaines de variation (DV).

### 3.1. PROPRIÉTÉS ULTRASONIQUES ET POROSITÉ

#### 3.1.1. Vitesses

La vitesse des ondes longitudinales ou transversales dans un matériau poreux est influencée par la distribution des hétérogénéités dans ce matériau. L'importance relative du volume poreux induit généralement une diminution de la vitesse des ondes suivant une relation négative quasi hyperbolique (Gregory, 1976) : à l'état sec, la présence de vides, donc d'air, dans le matériau limite la propagation des ondes. Cette relation est globalement bonne sur des matériaux sensiblement identiques ou sur une très large gamme de porosité. Par contre, des dispersions importantes apparaissent si l'on compare des matériaux de minéralogies diverses et à degrés de complexité des volumes poreux différents ou si l'on travaille sur une gamme de porosité plus resserrée.

Dans notre cas, les minéralogies sont identiques mais les textures carbonatées et les réseaux poreux sont très divers. La décroissance globale des vitesses des ondes P et S avec l'augmentation de la porosité, observée sur la figure 6.4, est en fait beaucoup plus complexe dans le détail. Les calcaires de Gudmont oolithiques (Gu2), d'Euville (Eu) et de Lérrouville (Le) ont pratiquement la même vitesse pour l'onde P mais présentent des porosités comprises entre 9 et 16%. Par contre, les calcaires de Dugny sublithographique (D1) et de Gudmont oolithiques (Gu2 et 3) ont une valeur de porosité sensiblement identique (autour de 10%) et des vitesses variant de 5500 à 3700 m/s. L'augmentation de  $V_p$ , onde de compression (Gu2, 3700 m/s ; Gu3, 4750 m/s ; D1, 5500m/s) correspond à une rigidité croissante de la matrice facilitant le passage de l'onde P (Gu2 : matrice micritique en charpente lâche, oolithes micritisées, litages importants - Gu3 : id. Gu2 mais présence de niveaux sparitiques plus rigides, moins de litages - D1 : micrite en mosaïque plus dense).

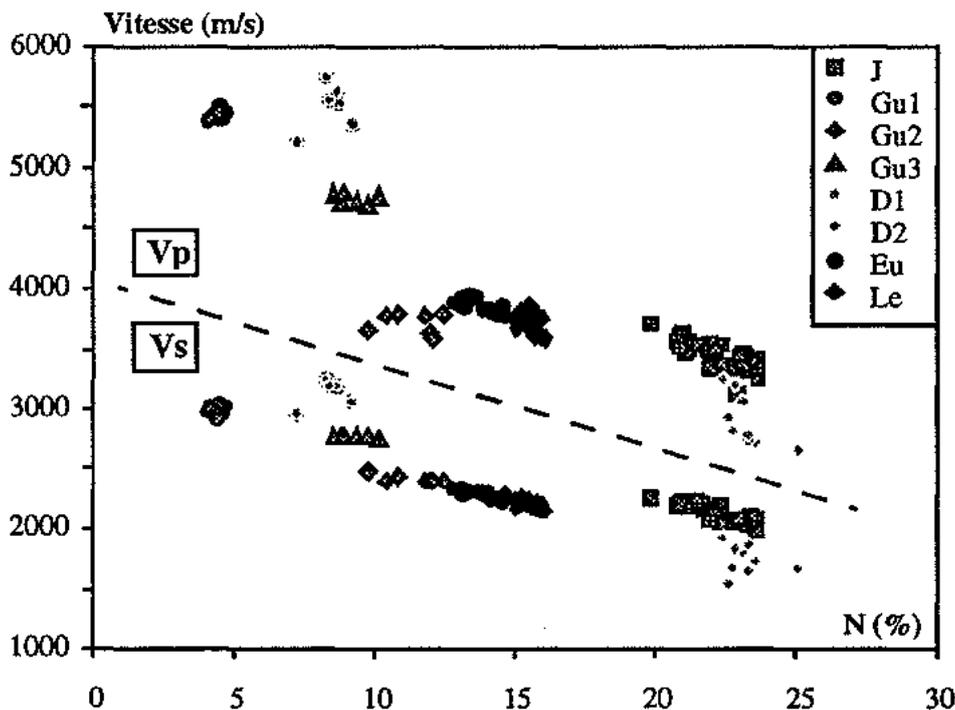


Fig. 6.4. Evolution des vitesses des ondes P ( $V_p$ ) et S ( $V_s$ ) avec la porosité.

D'après O'Connell et Budiansky (1974) et Toksöz *et al.* (1976), la répartition du volume poreux a plus d'effet sur la vitesse des ondes que la valeur globale de la porosité. La vitesse des ondes P et S est particulièrement sensible à la présence de vides présentant des coefficients de forme faibles. Ces coefficients de forme ("aspect ratio" - épaisseur/longueur) impliquent des espaces poreux assimilés à des fissures plates.

Kuster et Toksöz (1974a et b) calculent les vitesses des ondes P et S dans des milieux poreux à partir de modèles théoriques tenant compte des modules de compressibilité (K) et de cisaillement (G ou  $\mu$ ) du milieu global (matrice + pores) et de la matrice solide, de la porosité du milieu et des coefficients de forme des vides composant cette porosité (éq. 6.11, 6.12 et 6.13, § 1.2.1.). Les vitesses chutent de 20% sur une gamme de porosité de 0 à 5% pour des coefficients de forme de  $5.10^{-2}$  alors qu'elles sont pratiquement stationnaires sur la même gamme de porosité pour des coefficients de forme de 1.

L'évolution des vitesses longitudinales (P) et transversales (S) en fonction de la porosité libre (déterminée par la porosimétrie au mercure) confirme les données théoriques. La porosité libre quantifie le volume de vides de type capillaire et fissural. Ces vides sont caractérisés par un rapport rayon de pore / rayon d'accès proche de 1 et ont au moins une dimension très grande devant les deux autres. Le coefficient de forme de ces espaces poreux est faible par rapport à celui des pores dits "subsphériques".

La figure 6.5 regroupe les mesures réalisées sur l'ensemble des faciès calcaires étudiés. La mesure de la porosité libre au porosimètre à mercure est effectuée sur un fragment de l'éprouvette cylindrique utilisée pour la mesure des vitesses ; les volumes mis en jeu ne sont donc pas les mêmes. De plus, les remarques apportées à la figure 6.4 sur les variations de vitesses liées aux différences de textures carbonatées sont toujours valables dans ce cas. Nous parlerons donc de tendances évolutives plutôt que de réelles corrélations pour ce type de représentation. La figure 6.5 montre, dans un premier temps, une tendance à la décroissance des vitesses des ondes (plus particulièrement pour la vitesse des ondes P) pour des faibles valeurs de porosités libres, puis une diminution plus progressive des vitesses, voire un palier, pour des porosités libres plus élevées.

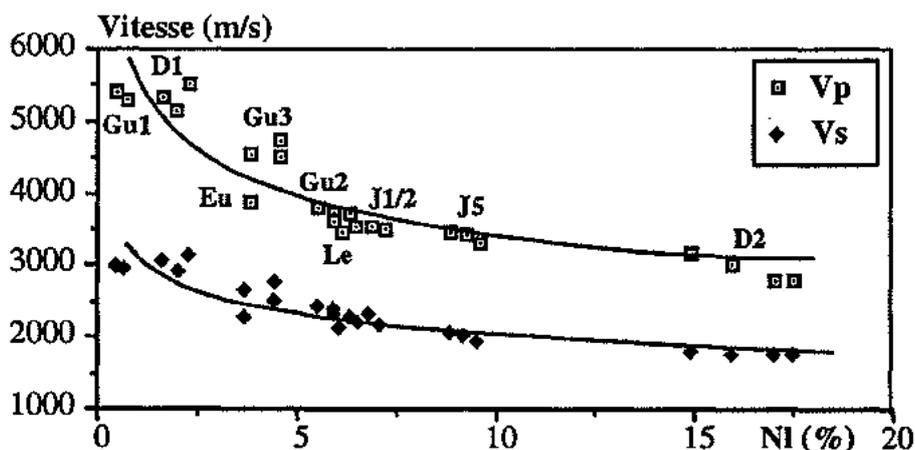


Fig.6.5. Evolution des vitesses des ondes P et S en fonction de la porosité libre mesurée par la porosimétrie au mercure.

La limitation de la porosité libre à sa fraction microporeuse permet de préciser ces tendances évolutives (Fig. 6.6). La porosité libre d'accès inférieur à  $1\ \mu\text{m}$  ("microporosité libre") représente les espaces poreux dont les coefficients de forme sont les plus faibles (pour ce type de vide, le rayon d'accès correspond au rayon effectif).

Les calcaires à réseaux poreux bimodaux ont une "microporosité libre" nettement inférieure à la porosité libre dans sa globalité. Cette figure fait donc ressortir un comportement particulier pour ces matériaux par rapport à la figure précédente. Dans le cas des calcaires à réseaux poreux unimodaux, la microporosité libre représente la presque totalité du volume poreux libre et on retrouve donc la même tendance évolutive que sur la figure 6.5 avec décroissances rapide et progressive. Deux hypothèses peuvent expliquer ce comportement :

- soit il existe une densité critique de capillaires et fissures au dessus de laquelle il n'y a plus d'influence sur la vitesse,
- soit l'augmentation du volume poreux libre a une influence variable sur la vitesse selon qu'il résulte d'une densité de vides croissante ou d'une augmentation de l'épaisseur des vides.

Cette dernière hypothèse semble la plus satisfaisante ; elle correspond aux travaux de O'Connell et Budiansky (1974) qui ont montré théoriquement l'effet prépondérant de la densité de fissures sur les propriétés ultrasoniques par rapport à l'épaisseur de ces fissures. Dans notre cas, les phases de diminution rapide de la vitesse coïncident effectivement avec une augmentation de "microporosité libre" essentiellement liée à une densité de vides croissante, le rayon d'accès moyen restant du même ordre de grandeur (ces rayons sont portés sur la figure 6.6).

Les calcaires à réseaux poreux bimodaux montrent une tendance évolutive sensiblement linéaire entre vitesse de l'onde P et "microporosité libre". Nous arrivons dans ce cas à une situation paradoxale : les calcaires à réseaux poreux bimodaux pour lesquels l'organisation du milieu poreux atteint un degré de complexité élevé présentent une relation "microporosité libre" / vitesse de l'onde P d'une forme simple, sensiblement linéaire. En fait, ces roches représentées par les calcaires d'Euville, de Lérrouville et de Jaumont (J1, J2 et J5) montraient déjà sur la figure 6.4 une évolution linéaire entre vitesse et porosité totale ; c'est cette relation qui transparait sur la figure 6.6 (la "microporosité libre" est proportionnelle à la porosité totale pour ces matériaux).

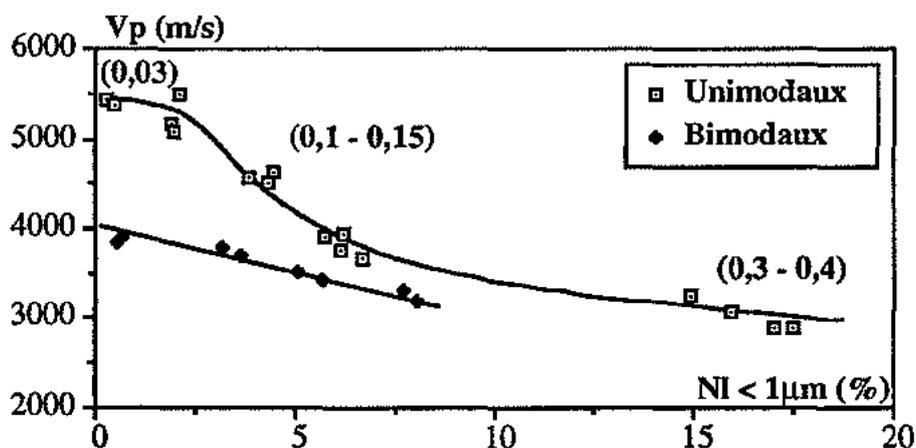


Fig. 6.6. Evolution de la vitesse des ondes P en fonction de la porosité libre d'accès inférieur à  $1\ \mu\text{m}$ .

### 3.1.2. Atténuations

Bien qu'en moyenne l'atténuation augmente avec la porosité, les travaux de Johnston *et al.* (1979) (Fig. 6.7) montrent la complexité de cette relation. Dans notre cas, la figure 6.8, qui présente l'évolution des facteurs de qualité  $Q$  et d'atténuation  $A$  mesurés sur matériaux secs en fonction de la porosité totale, fait apparaître des nuages de points sans réelles relations. Une des difficultés de cette représentation est la grande dispersion des mesures d'atténuation sur un faciès. De plus, il est difficile de comparer des faciès différents vu le nombre de mécanismes avancés pour expliquer l'atténuation :  $Q$  et  $A$  représentent l'atténuation totale mesurée et englobent l'atténuation extrinsèque résultant principalement des phénomènes de diffraction (discontinuités, litages) et l'atténuation intrinsèque liée au milieu poreux (friction, dissipation visqueuse). Le facteur d'atténuation  $A$ , issu d'un couplage entre  $Q$  et la vitesse, montre une légère tendance croissante avec la porosité totale. La prise en compte de la vitesse améliore la relation atténuation / porosité.

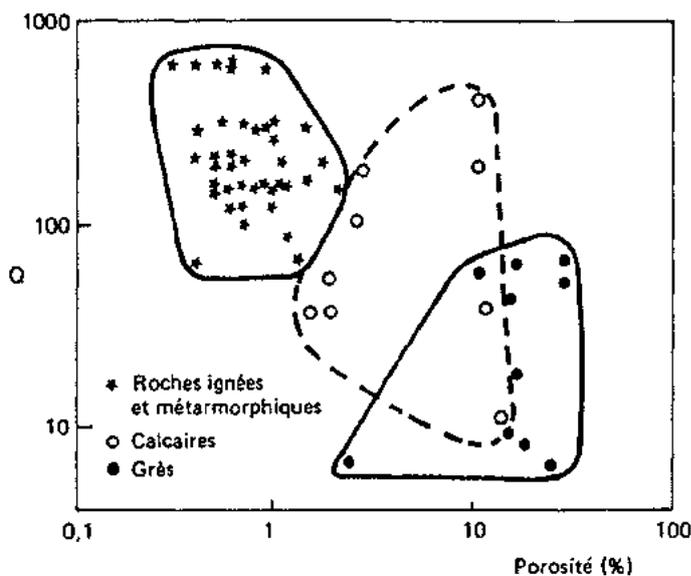


Fig. 6.7. Atténuation en fonction de la porosité pour de nombreux types de roches (d'après Johnston *et al.*, 1979).

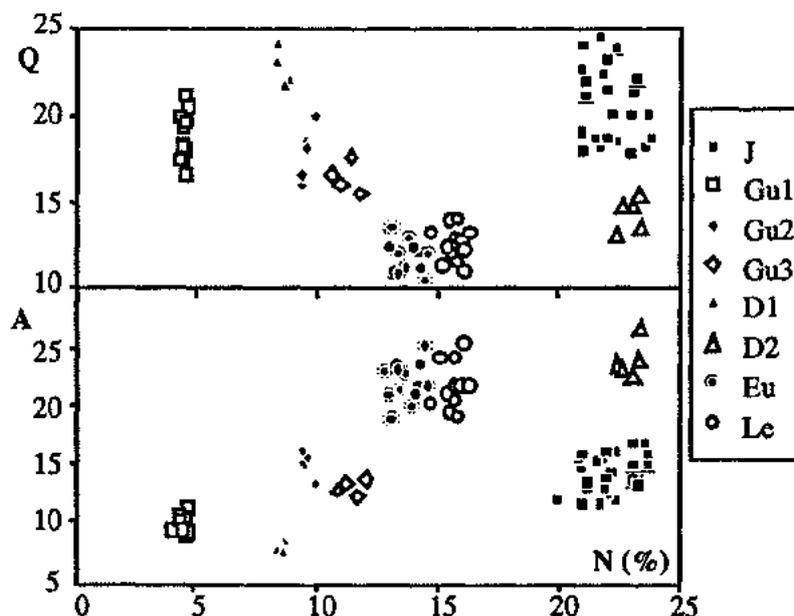


Fig. 6.8. Facteurs de qualité  $Q$  et d'atténuation  $A$  en fonction de la porosité totale pour l'ensemble des matériaux étudiés.

L'évolution des deux paramètres d'atténuation en fonction de la porosité libre (vides de type capillaire et fissural) est représentée sur la figure 6.9. De la même manière que sur la figure précédente, mais dans une moindre mesure, la dispersion sur les valeurs de  $Q$  masque la décroissance de ce paramètre avec la porosité libre. Par contre, le facteur d'atténuation  $A$ , introduisant l'effet de la vitesse, présente une relation plus nette reflétant l'influence de la porosité libre sur l'atténuation des ondes. En effet, les mécanismes avancés pour expliquer l'atténuation sur matériaux secs incluant la friction aux contacts entre les fissures, les dissipations visqueuses et les ruptures de liaisons chimiques (liaisons hydrogènes) au niveau des amas d'eau liée isolés dans les vides les plus fins (Toksöz et al., 1979), font apparaître une influence des vides de faibles coefficients de forme, vides comptabilisés dans le volume poreux libre mesuré au porosimètre à mercure.

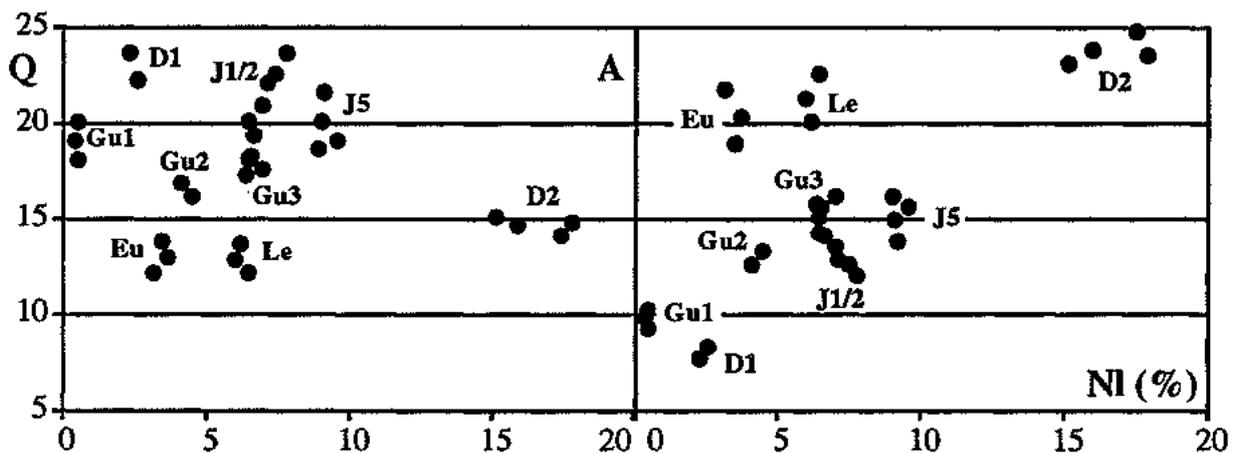


Fig. 6.9. Facteurs de Qualité  $Q$  et d'atténuation  $A$  en fonction de la porosité libre déterminée par la porosimétrie au mercure.

Les calcaires à entroques d'Euville et de Lérouvville se détachent de la relation  $A/N_l$ . Ces matériaux renferment des fissures particulières (voire Chap.5., microfissuration) localisées aux joints de grains (entroques) représentant une part non négligeable de la porosité libre (5 à 10%). Ce type de structure influence fortement l'atténuation des ondes (Klimis, 1988) et ces calcaires, malgré une faible porosité libre, sont très atténuant vis à vis des ondes ultrasoniques longitudinales.

*Les relations entre les propriétés ultrasoniques (vitesses et atténuation) et la porosité sont complexes du fait de dispersions liées aux variations de textures carbonatées. Ces relations sont meilleures si on limite la porosité à sa composante libre déterminée par la porosimétrie au mercure. Les propriétés ultrasoniques semblent plus influencées par le réseau capillaire bien connecté.*

### 3.2. PROPRIÉTÉS ULTRASONIQUES ET FISSURATION

#### 3.2.1. Notion d'indice de qualité

La notion d'indice de qualité d'un matériau, développée par Tourenq *et al.* (1971), est fondée sur la comparaison de la vitesse des ondes P mesurée ( $V_{mes}$ ) et d'une vitesse théorique du matériau. Connaissant la composition minéralogique d'une roche, il est possible de calculer la vitesse théorique de sa matrice solide, considérée comme parfaitement homogène ( $V_{th} = \sum x_i V_i$ , avec  $x_i$ , teneur du minéral de vitesse  $V_i$ ). L'indice de qualité est défini par le rapport de ces deux vitesses :

$$IQ = \left( \frac{V_{mes}}{V_{th}} \right) \cdot 100. \quad (6.37)$$

Tourenq *et al.* (1971) et Durand (1978) ont montré expérimentalement que IQ pouvait être mis sous la forme  $IQ = (1 - \alpha N_p - \beta N_f) \cdot 100$ , où  $N_p$  et  $N_f$  sont les porosités de pore et de fissure et  $\alpha$ ,  $\beta$  des coefficients empiriques d'une valeur respective de 1,6 et 22. Cette relation a permis de construire un abaque qui donne une estimation de la porosité de fissure connaissant l'indice de qualité et la porosité de pore (Fig. 6.10).

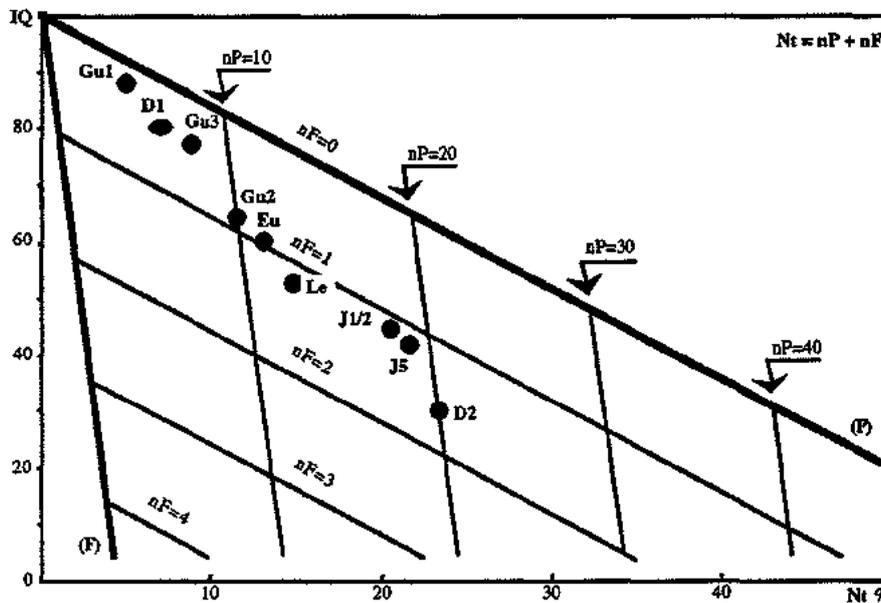


Fig. 6.10. Abaque Indice de qualité (IQ) - porosité totale ( $N_t$ ).  $N_p$  désigne la porosité de pore et  $N_f$  la porosité de fissure (Tourenq *et al.*, 1971).

Les vitesses théoriques des matériaux étudiés, calculées à partir des compositions minéralogiques (annexe 1), sont proches de la vitesse dans la calcite (6660 m/s) - 6610 m/s pour le calcaire de Jaumont à 6665 m/s pour le calcaire d'Euville - le pourcentage de ce minéral étant toujours supérieur à 95%. L'indice de qualité est compris entre 33 (Dugny 2) et 89 (Gudmont 1).

Ces matériaux montrent effectivement une relation pratiquement linéaire entre IQ et  $N_t$  (Fig. 6.10), mais différente de celle de Tourenq et Durand. Les coefficients empiriques  $\alpha$  et  $\beta$  ne semblent pas appropriés pour décrire le comportement des roches calcaires étudiées. Nous avons tout de même

utilisé cette relation pour déterminer une valeur précise de  $N_f$  (Tab 6.II) en faisant l'approximation généralement adoptée (Bousquié, 1979) d'une porosité de pore égale à la porosité totale.

	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
IQ	47	46	42	89	64	77	81	33	60	53
$N_f$	1,43	1,54	1,65	0,31	0,88	0,64	0,5	1,79	0,85	1,1

Tab. 6.II. Indice de qualité (IQ) et porosité de fissure ( $N_f$ ) calculés d'après Tourenq et al. (1971).

Les valeurs de  $N_f$  sont comparées aux valeurs de  $\eta_0$ , porosité de fissure déterminée par l'essai de compression isotrope (Fig. 6.11). L'absence évidente de relation entre ces deux paramètres montre bien qu'ils ne mesurent pas la même chose. Les calcaires à entroques (Euville, Lérrouville), renfermant pourtant des structures de type joints de grains proches de fissures vraies ( $\eta_0$  importante), n'ont pas une valeur de  $N_f$  particulièrement élevée. La fermeture d'une fissure lors d'un essai de compression isotrope et sa prise en compte dans  $\eta_0$  n'est effective que si elle présente une forme particulière, tubulaire sans grandes variations dimensionnelles. L'indice de qualité, et  $N_f$ , marquent les discontinuités d'un matériau, quelque soient leurs géométries (ce paramètre a également été dénommé indice de continuité par Denis *et al.* (1979)). Il inclue également l'effet d'élasticité de la matrice qui peut varier bien que sa minéralogie reste constante (calcite en micrite à structure lâche ou en cristaux sparitiques soudés).

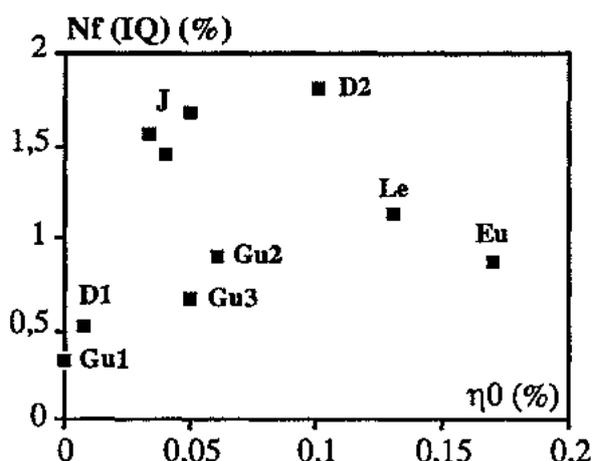


Fig. 6.11. Porosité de fissure issue de l'indice de qualité ( $N_f$ ) et déterminée par l'essai de compression isotrope ( $\eta_0$ ).

L'influence de la fissuration s.s. sur les vitesses est généralement montrée expérimentalement par des mesures de vitesses dans un matériau sous pression effective croissante (Toksöz *et al.*, 1979, Bourbié *et al.*, 1986). La vitesse augmente pendant la phase de fermeture des fissures puis devient constante au cours de la phase de déformation élastique de la matrice solide. L'influence de la fissuration sur les vitesses peut également apparaître au cours d'essais de traction (Cuxac, 1991), de traitements thermiques positifs (Homand-Etienne, 1985) ou négatifs (Toksöz *et al.*, 1979), la création de fissures résultant en une diminution de la vitesse.

Par contre, l'influence du volume de fissures initial sur les vitesses dans des matériaux différents est moins évidente. Dans notre cas, les variations de porosités de fissure sont trop faibles et l'effet sur les vitesses est masqué par les variations de porosités totales et de textures carbonatées (Fig. 6.12). Une relation se dessine tout de même si l'on se limite à des faciès relativement proches comme les faciès micritiques.

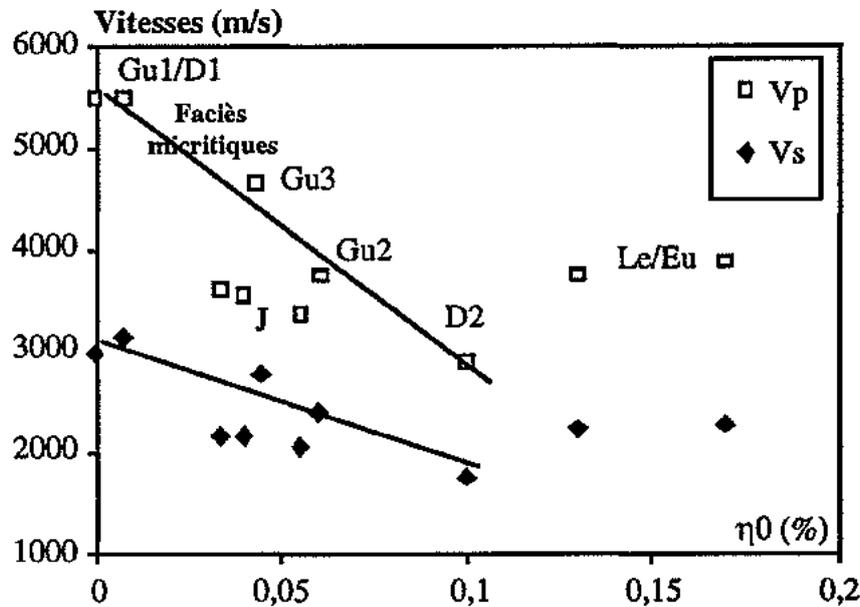


Fig. 6.12. Vitesses des ondes P et S en fonction de la porosité de fissure  $\eta_0$  (compression isotrope). Les droites portées sur cette figure ne sont pas des droites de corrélation mais marquent simplement la linéarité de la relation  $V_p, V_s / \eta_0$  pour des faciès semblables (faciès micritiques).

### 3.2.2. Atténuation des ondes P et fissuration

La relation atténuation des ondes / fissuration est classiquement mise en évidence lors d'essais de compression, de traction ou au cours de traitements thermiques (Toksöz *et al.*, 1979). Néanmoins, cette relation est généralement plus marquée que pour les vitesses. En effet, les mécanismes d'atténuation (dissipation par friction pour les matériaux parfaitement secs, écoulements locaux par mouvements relatifs du fluide par rapport au solide pour des matériaux comprenant une très faible quantité d'eau) font plus particulièrement intervenir les vides de type fissural strict comme les limites et joints de grains ou les tubes capillaires fins proches d'une forme cylindrique (Johnston *et al.*, 1979, Bourbié *et al.*, 1986). Cette signature plus marquée de la fissuration sur l'atténuation des ondes apparaît sur les figures 6.13a et 6.13b sur lesquelles les facteurs de qualité Q et d'atténuation A évoluent assez nettement avec la porosité de fissure  $\eta_0$  (compression isotrope). La relation atténuation / porosité de fissure est influencée par la composante densité de fissuration  $h(\alpha)$  de  $\eta_0$  comme le montrent les figures 6.13c et 6.13d. Ceci rejoint l'approche théorique de O'Connell et Budiansky (1974) qui favorise l'effet de densité de fissuration plutôt que l'action de l'épaisseur des fissures.

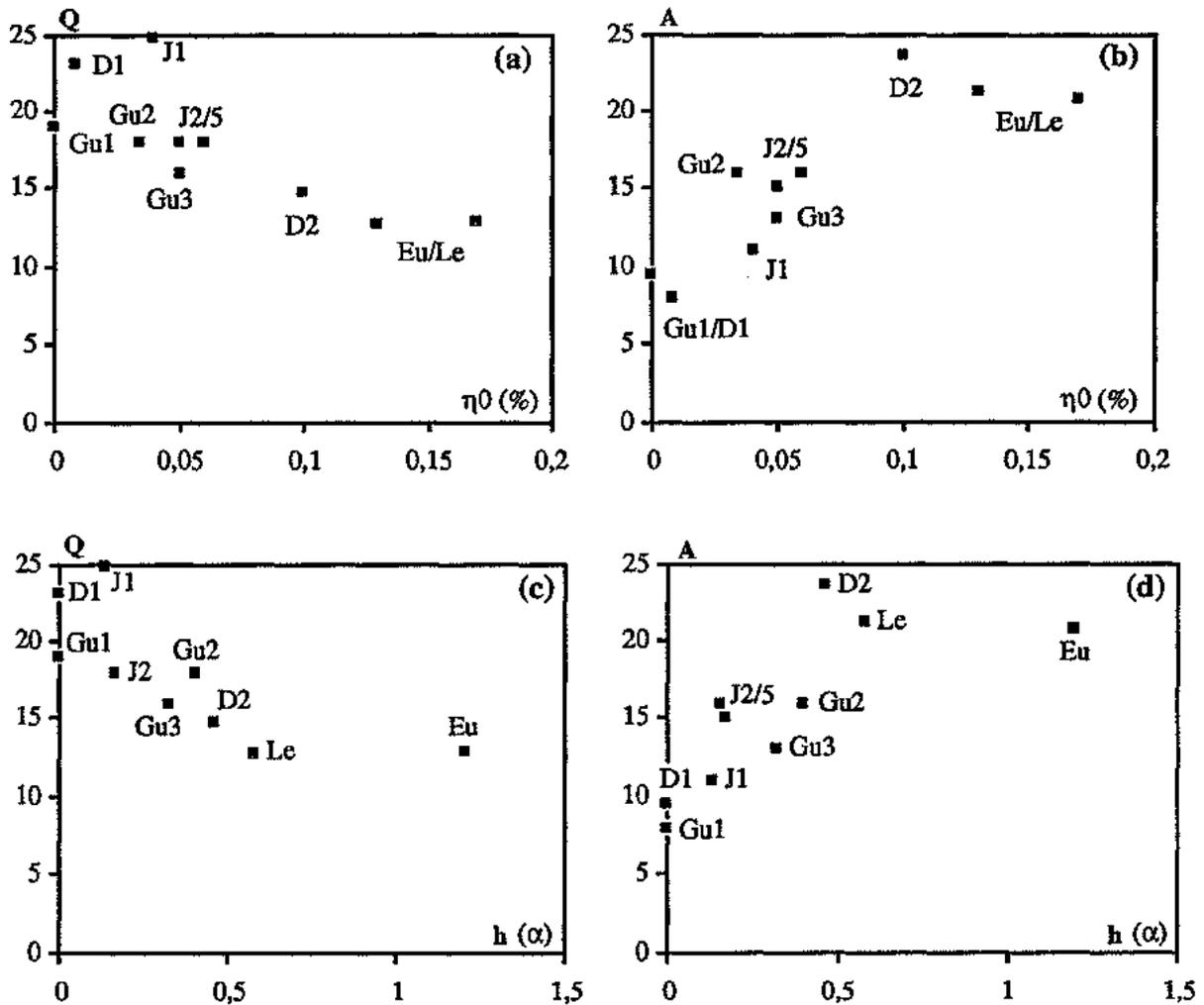


Fig. 6.13. Evolution des facteurs de qualité  $Q$  et d'atténuation  $A$  avec la porosité de fissure  $\eta_0$  (a et b) et avec la densité de fissuration  $h(\alpha)$  (c et d).

### 3.2.3. Influence de l'anisotropie des matériaux

L'anisotropie apparente des matériaux calcaires étudiés est principalement liée à la présence de litages ou stratifications (Jaumont, Gudmont 2), ainsi qu'à des faisceaux stylolithiques (Gudmont 1). Nous avons vu dans le chapitre précédent (compression isotrope) que cette anisotropie ne correspondait à un plan de fissuration préférentiel que dans le cas du calcaire de Gudmont oolithique (Gu2) où le litage est constitué d'alternances de niveaux de constituants différents (oolithes, niveaux micritiques où coquilliers).

Les propriétés ultrasoniques (vitesse de l'onde P et atténuation) ont été mesurées (Tab. 6.III) sur les échantillons cubiques utilisés pour l'essai de compression isotrope dans les trois plans définis par le cube (cf. schéma chap. 5.2). Le plan 1 est parallèle au plan d'anisotropie si il existe. On définit, à partir de ces vitesses, un coefficient d'anisotropie  $A_v$  exprimé de la façon suivante :

$$A_v = \frac{V_{\max} - V_{\min}}{V_{\text{moy}}} \cdot 100 \quad (6.38)$$

Les deux faciès à litages apparents (Jaumont, Gudmont 2) présentent effectivement une anisotropie de vitesses relativement élevée (proche de 10%). Par contre, seul Gudmont 2 montre une variation notable de facteur de qualité. Le litage de ce faciès forme des vides proches d'une géométrie fissurale ; ces vides influencent plus fortement l'atténuation des ondes du fait du phénomène de friction / relaxation décrit par Toksöz *et al.* (1979).

Faciès	Plans	V <sub>p</sub> (m/s)	Av (%)	Q <sub>p</sub>
Jaumont 5	1	3369	9,6	20,5
	2	3726		19,2
	3	3715		19,6
Gudmont 1	1	5422	0,7	19,7
	2	5395		19,5
	3	5386		20,1
Gudmont 2	1	3730	9,4	18,2
	2	4115		21,8
	3	4095		22,2
Dugny 2	1	2933	1,4	14,7
	2	2955		15,1
	3	2912		15,2
Euville	1	3855	1,65	12,2
	2	3796		13,1
	3	3792		12,6

**Tab. 6.III.** *Mesure des vitesses et atténuations des ondes P sur échantillons cubiques. Les plans 1,2 et 3 correspondent aux plans définis dans le chapitre 5.2 (essai de compression isotrope). Av correspond au degré d'anisotropie entre ces 3 plans.*

### 3.3. DÉTERMINATION DES MODULES ÉLASTIQUES À PARTIR DES VITESSES DES ONDES

Les vitesses des ondes dans une roche sont fonction de ses paramètres élastiques. La détermination de ceux-ci par la méthode ultrasonique présente des intérêts évidents : cette méthode est non destructive, elle nécessite un appareillage léger, les résultats sont quasi immédiats.

La formulation générale des vitesses des ondes à l'aide des modules élastiques (cf. § 1.1.) conduit à des expressions simples du module d'élasticité  $E$  (module d'Young) et du coefficient de Poisson  $\nu$  (éq. 6.6 et 6.7):

$$\nu = \frac{1/2 - (V_s / V_p)^2}{1 - (V_s / V_p)^2}$$
$$E = \rho \frac{V_p^2(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)}$$

Ces expressions s'appliquent à un matériau idéal, parfaitement isotrope. Dans le cas d'un matériau anisotrope, Cuxac (1991) propose des formulations complexes fondées sur la détermination de la classe de symétrie du matériau considéré et de sa matrice de raideur.

Lors d'un essai de compression uniaxiale, le module d'élasticité  $E$  correspond au rapport de la contrainte sur la déformation axiale. Il est déterminé par la pente de la partie linéaire (phase élastique) de la courbe contrainte - déformation et caractérise la déformation dans la direction de la contrainte appliquée. Le coefficient de Poisson  $\nu$  est égal au rapport de la déformation transversale sur la déformation axiale. ainsi,  $E$  caractérise ; il caractérise l'extension relative dans les directions orthogonales. Les modules calculés à partir des vitesses ultrasoniques sont dits dynamiques par opposition aux modules statiques obtenus lors d'essais de compression.

Les module dynamique ( $E_d$ ) et coefficient de Poisson ( $\nu$ ) des matériaux calcaires, calculés à partir des expressions précédentes, sont portés dans le tableau 6.IV. Si il existe une anisotropie apparente, les vitesses utilisées sont mesurées perpendiculairement au plan d'anisotropie. Les valeurs du module statique ( $E_{sc}$ ) déterminées par des essais de compression uniaxiale avec capteurs de déplacements, ainsi que les résistances à la compression ( $R_c$ ) sont également reportées dans le tableau pour comparaison. Certains faciès (Jaumont, Gudmont) ont subi des essais de compression uniaxiale avec jauges de déformations. Les modules et coefficients de Poisson issus de ces essais ( $E_{sj}$ ,  $\nu_j$ ) sont également présentés. Ces derniers sont systématiquement supérieurs aux valeurs calculées à partir de capteurs de déplacements.

Les valeurs de  $E_d$  sont toujours supérieurs à  $E_{sc}$  et à  $E_{sj}$ . Les différences les plus grandes sont obtenues avec les faciès les plus anisotropes (Jaumont, Gudmont 2 et 3 oolithiques). L'éloignement du matériau naturel par rapport au modèle isotrope, base de l'expression de  $E_d$ , est sans doute la cause des variations observées.

Faciès	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
$E_d$ (MPa)	23800	24300	21100	59000	34500	46800	55500	11600	27200	25300
$\nu_d$	0,2	0,19	0,21	0,28	0,17	0,24	0,26	0,25	0,23	0,23
$E_{sc}$ (MPa)	11200	12500	9800	42800	21100	27200	36500	8700	17500	16400
$E_{sj}$ (MPa)	15600	14200	13800	48700	24800	-	-	-	-	-
$\nu_j$	0,23	0,21	0,24	0,28	0,19	-	-	-	-	-
$R_c$ (MPa)	21	23	19	85	34	41	55	11	32	30

Tab. 6.IV. Modules dynamiques et coefficients de Poisson déterminés à partir des vitesses des ondes. Les modules statiques sont présentés pour comparaison.

Un module élevé rend compte de la raideur d'un matériau ; ce matériau, soumis à une contrainte axiale, se déformera peu. Le module d'élasticité décroît globalement avec l'augmentation de la porosité (Fig. 6.14). Les calcaires à matrices les plus denses et les moins poreux ont les modules les plus élevés (Gudmont 1, Dugny 1). Le calcaire de Dugny à texture crayeuse (D2) est très déformable du fait de sa matrice micritique lâche et a donc un module faible.

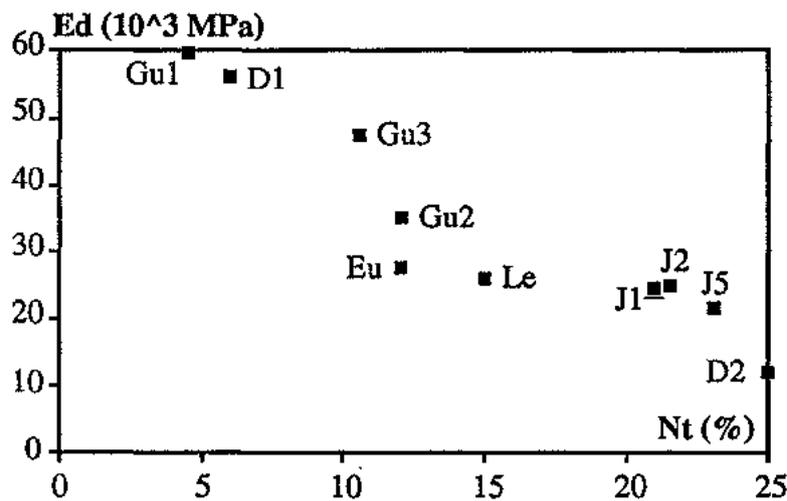


Fig. 6.14. Modules d'élasticités dynamiques en fonction de la porosité totale des matériaux.

### 3.4. PROPRIÉTÉS ULTRASONIQUES ET SATURATION

#### 3.4.1. Influence de la saturation totale

##### mesures des vitesses et atténuations des ondes P sur échantillons saturés

La vitesse et l'atténuation des ondes P sont mesurées sur les matériaux totalement saturés (saturation en eau sous vide) suivant le montage "en immersion" présenté au paragraphe 2.2.3 (Fig. 6.1). Les résultats de ces mesures (tab. 6.1, valeurs moyennes sur 10 mesures) sont reportés sur la figure 6.15 : la vitesse des ondes P est plus élevée à l'état saturé qu'à l'état sec ; par contre, la saturation totale provoque une diminution du facteur de qualité Q donc une augmentation de l'atténuation des signaux.

L'augmentation de la vitesse des ondes P dans un matériau saturé par rapport à une mesure à sec provient du fait que les pores totalement saturés deviennent plus difficiles à comprimer (Bourbié *et al.*, 1986). La saturation complète rigidifie en quelque sorte le matériau vis-à-vis des ondes P (ondes de compression). Par contre, l'atténuation est généralement plus importante sur un échantillon à l'état saturé. Les phénomènes d'écoulements locaux (mécanismes de Biot, "s squirt flow") dans un matériau saturé, initialisés par le passage de l'onde, induisent des pertes d'énergie par relaxation et une augmentation de l'atténuation.

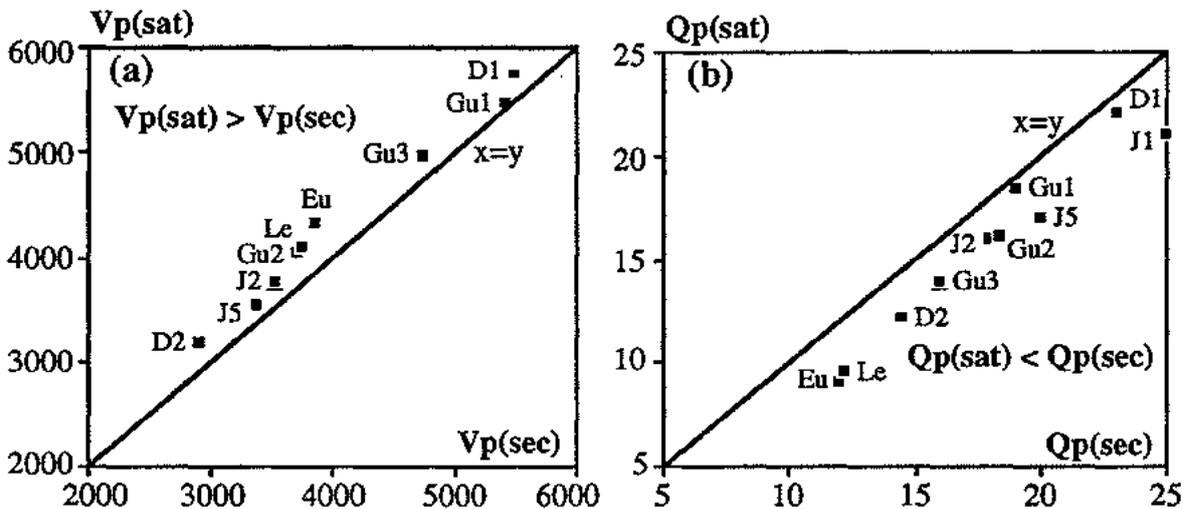


Fig. 6.15. Vitesses (a) et atténuations (b) des ondes P sur matériaux secs et saturés.

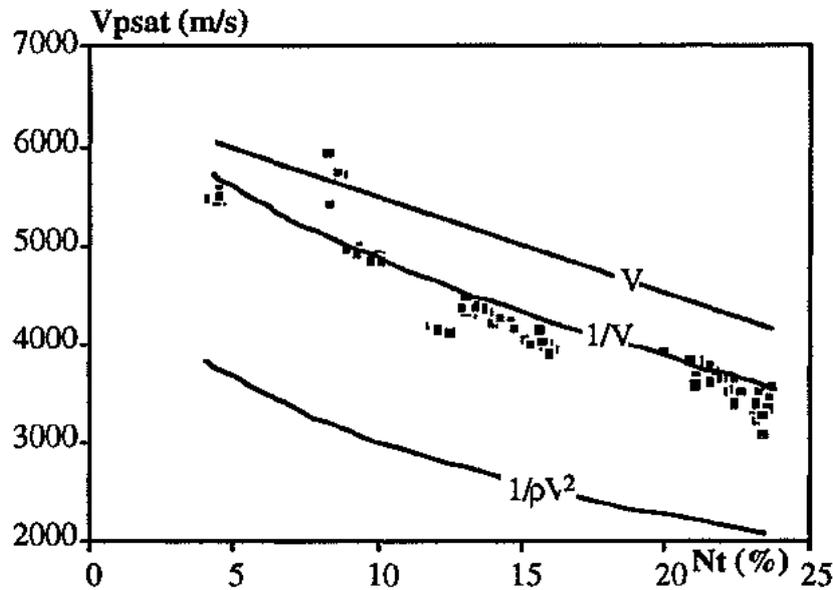
##### Calculs prédictifs des vitesses sur matériaux saturés

Il nous semblait intéressant de calculer les vitesses des ondes P du milieu biphasique matrice solide / eau saturant totalement les pores dans le cas de nos matériaux à partir des différents modèles prédictifs présentés dans le paragraphe 1.2 (propagation des ondes dans un milieu poreux saturé).

Le résultat des calculs issus des modèles fondés sur une combinaison des vitesses dans la matrice et dans l'eau et de la porosité totale (formules de Wyllie initiales, éq. 6.14 et modifiées, éq.

6.18 et 6.19) sont présentés sur la figure 6.16. Les valeurs expérimentales (vitesse à l'état saturé/porosité totale) sont également reportées sur cette figure.

Les résultats les plus satisfaisants proviennent de la formule de Wyllie initiale (éq. 6.14). Cette formulation semble bien s'appliquer aux matériaux poreux consolidés.



*Fig. 6.16. Vitesse de l'onde P dans les échantillons totalement saturés en fonction de la porosité totale. Comparaison entre les calculs par les formules de Wyllie (1/V) et de Wyllie modifiées (V, 1/ρV<sup>2</sup>) et les mesures en laboratoire.*

Une autre catégorie de modèles prédictifs repose sur la détermination des modules de compressibilité  $K^*$  et de cisaillement  $\mu^*$  du milieu effectif matrice/eau (formules de Gassmann, éq. 6.8 et 6.9, modèle de Kuster et Toksöz, éq. 6.11, 6.12 et 6.13).

Ces modèles nécessitent la connaissance des modules et masses volumiques relatifs à la matrice minérale, au matériau sec et au fluide saturant. Ces paramètres ont été choisis comme suit :

- module de compressibilité de la matrice minérale,  $K_0 = 38000$  MPa (valeur pour la calcite, issue de la bibliographie),
- module de compressibilité du matériau sec,  $K$  : la valeur utilisée est la valeur déterminée par l'essai de compression isotrope (Chap. 5),
- module de compressibilité de l'eau,  $K' = 2000$  MPa (valeur issue de la bibliographie),
- module de cisaillement du matériau sec,  $\mu$  : calculé à partir du module d'Young  $E$  et du coefficient de Poisson  $\nu$  par les équations de l'élasticité linéaire en milieu isotrope :

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

- module de cisaillement du fluide,  $\mu' = \mu_{\text{eau}} = 0$ ,
- masse volumique du solide,  $\rho = \rho_s$ , masse volumique de la fraction solide (Chap. 3),
- masse volumique de l'eau,  $\rho' = 1 \text{ g/cm}^3$ .

Le modèle de Kuster et Toksöz (1974a et b) tient compte, non pas de la porosité totale, mais de la répartition volumique de cette porosité dans des vides caractérisés par un coefficient de forme donné. Sur la base des distributions porosimétriques et des essais de compression isotrope, nous avons choisi de caractériser :

- les vides des calcaires à réseaux poreux unimodaux par un seul coefficient de forme,
- les vides des calcaires à réseaux poreux bimodaux par deux coefficients de forme, un relatif à la porosité capillaire, l'autre à la porosité piégée ; ce dernier est pris égal à 1 du fait de la forme subsphérique de ces vides.

Les valeurs des coefficients de forme ( $\alpha$ ) et des concentrations volumiques des vides caractérisés par ces coefficients de forme ( $c(\alpha)$ ) sont résumées dans le tableau 6.V.

Faciès	Porosité $\phi$ $0 < \phi < 1$	$\alpha_1$	$c(\alpha_1)$	$\alpha_2$	$c(\alpha_2)$
Jaumont 5	0,22	$10^{-3}$	0,08	1	0,14
Gudmont 1	0,045	-	-	1	0,045
Gudmont 2	0,11	$5.10^{-4}$	0,11	-	-
Dugny 1	0,08	-	-	1	0,08
Dugny 2	0,25	$2.10^{-3}$	0,25	-	-
Euville	0,12	$8.10^{-4}$	0,04	1	0,08
Lérouville	0,15	$8.10^{-4}$	0,05	1	0,1

Tab. 6.V. Coefficients de forme ( $\alpha_i$ ) et concentrations volumiques des vides caractérisés par ces coefficients de forme ( $c(\alpha_i)$ ) utilisés dans le modèle de Kuster et Toksöz (1974).

Les modules de compressibilité  $K^*$  et de cisaillement  $\mu^*$  du milieu effectif matrice solide/eau déterminés par ces deux modèles sont reportés dans le tableau 6.VI. L'introduction de ces modules dans l'équation 6.10 fournit les vitesses théoriques  $V_p^*$  du milieu effectif (matériau totalement saturé). Ces vitesses sont également reportées dans le tableau 6.VI.

Faciès	K (MPa)	$\mu$ (MPa)	$K^*G$ (MPa)	$\mu^*G$ (MPa)	$K^*KT$ (MPa)	$\mu^*KT$ (MPa)	$V_p^*G$ (m/s)	$V_p^*KT$ (m/s)	$V_{pmes}$ (m/s)
J5	18400	5000	22769	5000	22242	5125	3594	3572	3540
Gu1	32000	16797	40702	16797	33125	25536	4945	5102	5400
Gu2	35000	10417	38526	10417	40479	8782	4622	4607	4200
D1	28500	14683	35151	14683	31633	19979	4667	4816	5720
D2	13500	3600	18208	3600	17163	3688	3207	3142	3200
Eu	16400	7114	24426	7114	25616	12659	3724	4168	4300
Le	21200	6707	26667	6707	28893	8428	3855	4092	4100

Tab. 6.VI. Modules de compressibilité  $K^*$  et de cisaillement  $\mu^*$  déterminés par les modèles de Gassmann (G) et de Kuster et Toksöz (KT), et vitesses issues de ces modèles ( $V_p^*G$  et  $V_p^*KT$ ).

Les modules des matériaux secs (K et  $\mu$ ) ainsi que leurs vitesses mesurées

à l'état saturé ( $V_{pmes}$ ) sont également reportés dans ce tableau.

Les résultats de ces deux modèles sont comparés aux valeurs mesurées sur les figures 6.17 et 6.18. La corrélation entre vitesses issues du modèle de Gassmann et vitesses mesurées (Fig. 6.17) n'est pas très bonne ( $R = 0,86$ ) ; le seul point positif est une évolution similaire entre ces deux grandeurs. Le modèle de Gassmann repose sur une hypothèse d'isotropie de l'espace poreux ; de plus, son utilisation pour des fréquences ultrasoniques est rendue délicate du fait des effets d'inertie et de dispersion. Ces hypothèses et contraintes du modèle peuvent être responsables des variations dans les résultats.

Le modèle de Kuster et Toksöz fournit une corrélation entre vitesses calculées et vitesses mesurées meilleure que le précédent calcul ( $R = 0,91$ ) (Fig. 6.18). De plus, les points sont plus proches de la droite  $x = y$ . La prise en compte de la géométrie des vides semble améliorer le calcul des vitesses. Il subsiste néanmoins une différence entre valeurs calculées et valeurs mesurées. Ce modèle est fondée sur une hypothèse de répartition du fluide sous forme d'inclusions dans la matrice solide ; en réalité, les réseaux poreux présentent un certains degré de connexité et le fluide saturant se présente en films continus. L'éloignement du modèle par rapport à cette réalité peut être une cause de variation des résultats des calculs par rapport aux mesures.

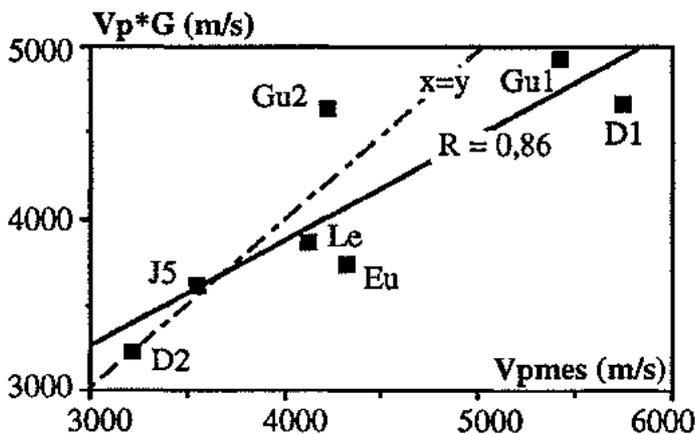
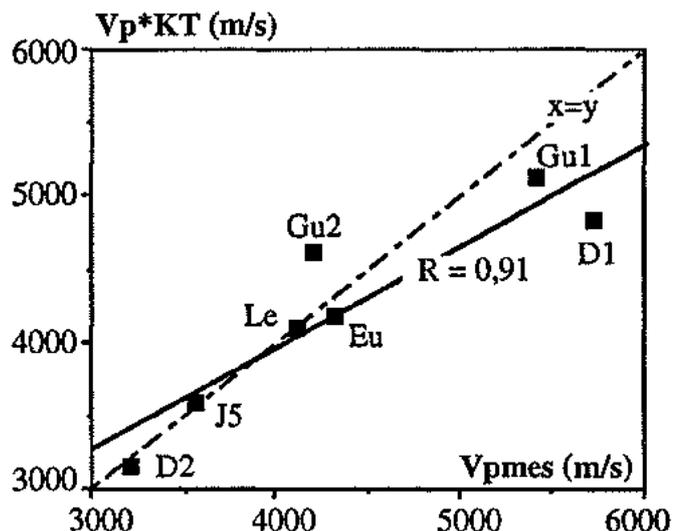


Fig. 6.17. Vitesses des ondes P dans les matériaux saturés calculées à partir du modèle de Gassmann ( $V_p^*G$ ) et mesurées ( $V_{pmes}$ ). Le coefficient de corrélation est de 0,86. La droite  $x=y$  est reportée pour mémoire.

Fig. 6.18. Vitesses des ondes P dans les matériaux saturés calculées à partir du modèle de Kuster et Toksöz ( $V_p^*KT$ ) et mesurées ( $V_{pmes}$ ). Le coefficient de corrélation est de 0,91. La droite  $x=y$  est reportée pour mémoire.



### Interprétation des résultats

Un certain nombre d'auteurs ont montré, soit d'une manière théorique (Toksöz *et al.*, 1976, 1979, O'Connell et Budiansky, 1976, Mavko et Jizba, 1991), soit d'une manière expérimentale (Bourbié et Zinszner, 1985, Mavko et Jizba, 1991), que la différence entre les propriétés ultrasoniques à sec et à l'état saturé est d'autant plus grande que le matériau renferme un volume de vides fissuraux important.

Nos mesures confirment cette influence de la fissuration, ou tout du moins, des vides proches d'une géométrie de fissure (Fig. 6.19). Le rapport propriétés ultrasoniques  $V_p$  et  $Q$  à l'état saturé /  $V_p$  et  $Q$  à l'état sec évolue d'une façon quasi linéaire avec la porosité de fissure ( $\eta_0$  par compression isotrope). Cette relation est positive dans le cas des vitesses (Fig. 6.19a) alors qu'elle est négative pour les facteurs de qualité (Fig. 6.19b).

La rigidité de l'ensemble vide - eau, plus grande dans les vides à faible coefficient de forme, provoque une augmentation de la vitesse de l'onde de compression ( $V_p$ ) ; les pressions capillaires développées sont plus importantes et à la limite, ces vides sont exclusivement saturés d'eau sous forme adsorbée dans laquelle les liaisons avec les parois sont très fortes. Par contre, les phénomènes d'écoulements locaux à la jonction entre ces vides de faibles coefficients de forme et les pores plus larges, relatifs au passage de l'onde, engendrent une augmentation de l'atténuation et donc une diminution du facteur de qualité.

Le résultat des calculs prédictifs de vitesses dans les matériaux saturés confirment également l'influence de la forme des vides : la corrélation entre vitesses calculées et vitesses mesurées est meilleure dans le cas du calcul par le modèle de Kuster et Toksöz qui tient compte de la géométrie des espaces poreux en introduisant les coefficients de forme de ces vides. Un autre résultat intéressant tiré de ce modèle est l'évolution du rapport module de compressibilité du milieu effectif  $K^*$  / module de compressibilité de la roche sèche. Ce rapport augmente nettement avec la porosité de fissure déterminée par l'essai de compression isotrope avec un coefficient de corrélation de 0,97 (Fig. 6.20). La présence d'eau dans les vides de type fissural rigidifie le squelette solide et limite d'autant plus la compressibilité du matériau saturé.

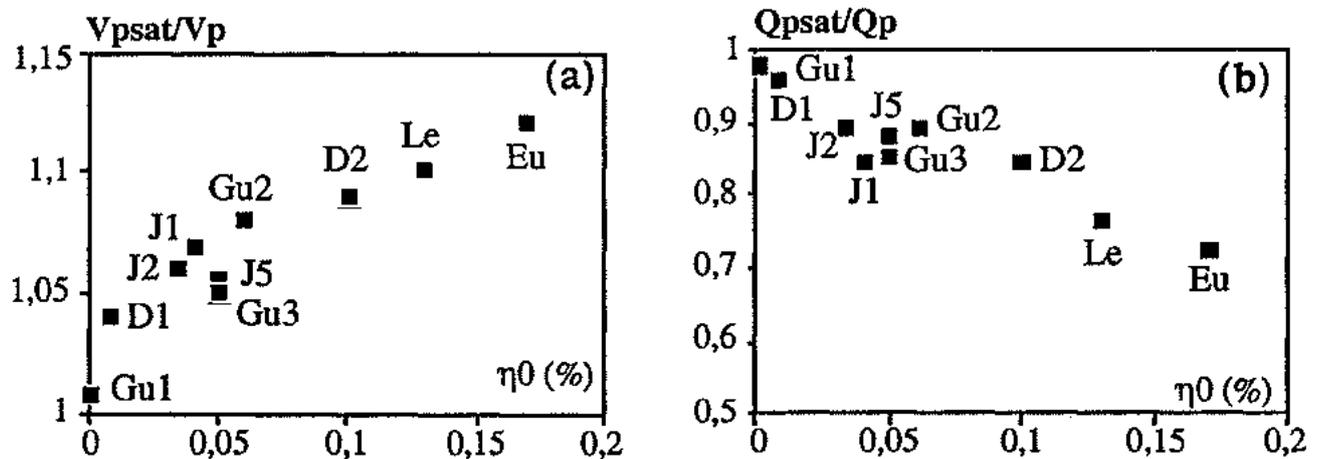


Fig. 6.19. Influence de la porosité de fissure  $\eta_0$  sur l'évolution des propriétés ultrasoniques entre l'état sec et la saturation totale. (a) Vitesses des ondes P, (b) atténuation des ondes P.

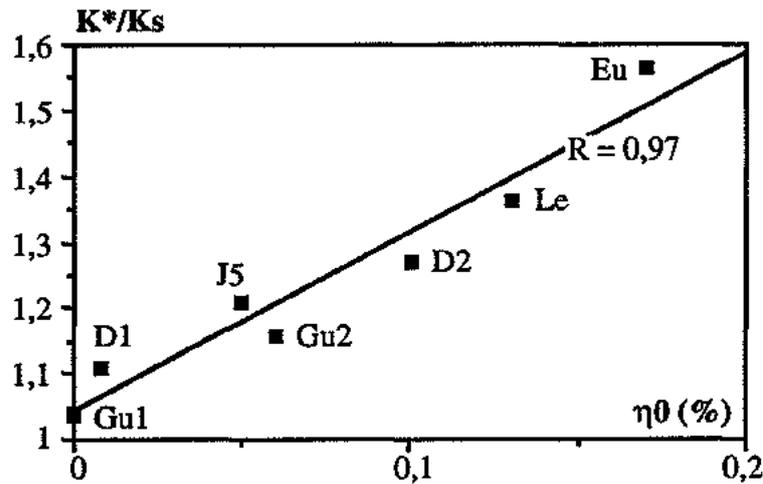


Fig. 6.20. Evolution du rapport du module de compressibilité du milieu effectif solide/eau  $K^*$  calculé par le modèle de Kuster et Toksöz sur le module mesuré à l'état sec  $K$  (essai de compression isotrope) avec la porosité de fissure du matériau  $\eta_0$ .

### 3.4.2. Influence de la saturation partielle

Nous avons vu précédemment que les mesures des propriétés ultrasoniques étaient différentes dans un matériau sec ou totalement saturé. L'évolution de ces propriétés entre ces deux états présente généralement un pic "négatif" (vitesse et facteur de qualité minimaux) pour un degré de saturation donné qui est fonction du matériau (Bourbié *et al.*, 1986). Afin d'évaluer l'influence du faciès calcaire (et du faciès "poreux") sur l'évolution des vitesses et atténuations des ondes P avec la saturation, et plus particulièrement, sur la position du pic, nous avons mesuré ces paramètres sur des échantillons à différents degrés de saturation.

#### Obtention des degrés de saturation intermédiaires

Les échantillons sont tout d'abord saturés totalement sous vide. Les saturations partielles sont ensuite obtenues par séchage à partir de la saturation totale. Le séchage s'effectue à l'air libre, la perte de masse est suivie par pesées successives. Dès que le degré de saturation voulu est atteint, l'échantillon est enveloppé dans un manchon en caoutchouc étanche dont l'intérieur est préalablement humidifié afin de rétablir un état d'équilibre entre les différentes phases (eau - air) dans le milieu poreux.

La distribution de l'eau dans le matériau à un degré de saturation donné obtenu par séchage est légèrement différente d'une distribution obtenue par immersion totale à pression atmosphérique ou sous vide. Cadoret *et al.* (1992) étudient la distribution des fluides dans une roche calcaire par une méthode d'imagerie par tomographie scanner des rayons X. Ces auteurs montrent qu'il existe une différence dans la répartition des fluides obtenue par séchage ou par imbibition sous vide progressif pour des saturations supérieures à 80% :

- la saturation par imbibition sous vide est homogène sur la totalité de l'échantillon,

- le séchage conduit à une saturation hétérogène sous forme d'amas centimétriques.

La cinétique du séchage est classiquement divisée en deux étapes (Masmoudi, 1990) :

- une première phase où le séchage est rapide : les pores les plus larges se vident et l'eau est acheminée par les capillaires fins jusqu'à la surface où a lieu l'évaporation, ceci jusqu'à l'équilibre des tensions capillaires dans le milieu,

- une seconde phase où la cinétique est plus lente : l'évaporation de l'eau des pores les plus fins a lieu à l'intérieur du réseau poreux, le transfert vers l'extérieur s'effectuant sous forme vapeur.

La première étape du séchage conduit à une réduction de la connexité de la phase fluide qui peut être responsable de l'hétérogénéité de la distribution des fluides observée par Cadoret *et al.* (1992) pour des saturations obtenues par séchage et supérieures à 80%.

Le gradient de saturation obtenu par séchage correspond donc à un gradient de taille des pores saturés alors qu'au cours d'une imbibition sous vide, on observe tout d'abord un envahissement du réseau poreux connecté de grand rayon d'accès puis des pores larges piégés (porosité piégée au mercure) et seulement aux très fortes saturations (vide le plus poussé), des capillaires les plus fins.

Cette différence de mode de saturation entraîne une variation dans les courbes atténuation / saturation et plus particulièrement un déplacement du pic vers les plus fortes saturations pour l'immersion sous vide (Bourbié et Zinszner, 1985). D'après Cadoret *et al.* (1992), l'évolution des propriétés ultrasoniques est identique sur des matériaux à saturations partielles inférieures à 80% obtenues par séchage ou par imbibition.

#### *Allure des courbes propriétés ultrasoniques / saturation - interprétation*

Les courbes vitesses et atténuations des ondes P en fonction du degré de saturation sont présentées sur la figure 6.21. La chronologie de l'essai (saturation obtenue par séchage) débute à saturation totale (100%) et s'achève autour de 5% de saturation ; pour plus de clarté dans l'explication des phénomènes, nous adopterons une lecture des degrés de saturation de 0 à 100%. Le gradient de saturation correspond à une augmentation de la taille des pores saturés d'eau. Le point à 0% résulte d'une mesure à sec après étuvage et retour à température ambiante.

Les vitesses décroissent globalement entre l'état sec et un degré de saturation intermédiaire ( $V_p$  minimale) puis augmentent jusqu'à une valeur maximale correspondant à la saturation totale (Fig. 6.21a). L'expression générale d'une vitesse,  $V = \sqrt{M/\rho}$  ( $M$ , module d'élasticité exprimant la rigidité du milieu et  $\rho$ , densité) fournit une explication qualitative à ce comportement. La saturation partielle de l'échantillon provoque d'abord une augmentation de la densité  $\rho$  donc une diminution de la vitesse. Par contre, quand les pores sont presque totalement saturés, ils sont plus difficiles à comprimer d'où une augmentation de la rigidité et de la vitesse.

Le calcaire d'Euville a un comportement particulier marqué par une décroissance très progressive de la vitesse (de 5 à 65%) puis un pic très net entre 80 et 95%. Ce comportement peut être rattaché à la bimodalité nette de son réseau poreux. Entre 5 et 65%, l'eau est principalement distribuée dans le réseau interconnecté (porosité libre au mercure) de faible dimension, dans lequel les

structures de joints de grains représentent un volume non négligeable ; l'augmentation de la densité est compensée par une rigidité importante de l'ensemble matrice/eau dans ce type de structure ce qui a tendance à limiter la diminution de vitesse. De 65 à 95%, la saturation des pores subsphériques (porosité piégée au mercure), représentant un volume poreux important, conduit à une forte augmentation de la densité et à une diminution de la vitesse. Le passage à la saturation totale induit une plus forte rigidité de l'ensemble matrice/eau et une augmentation de la vitesse.

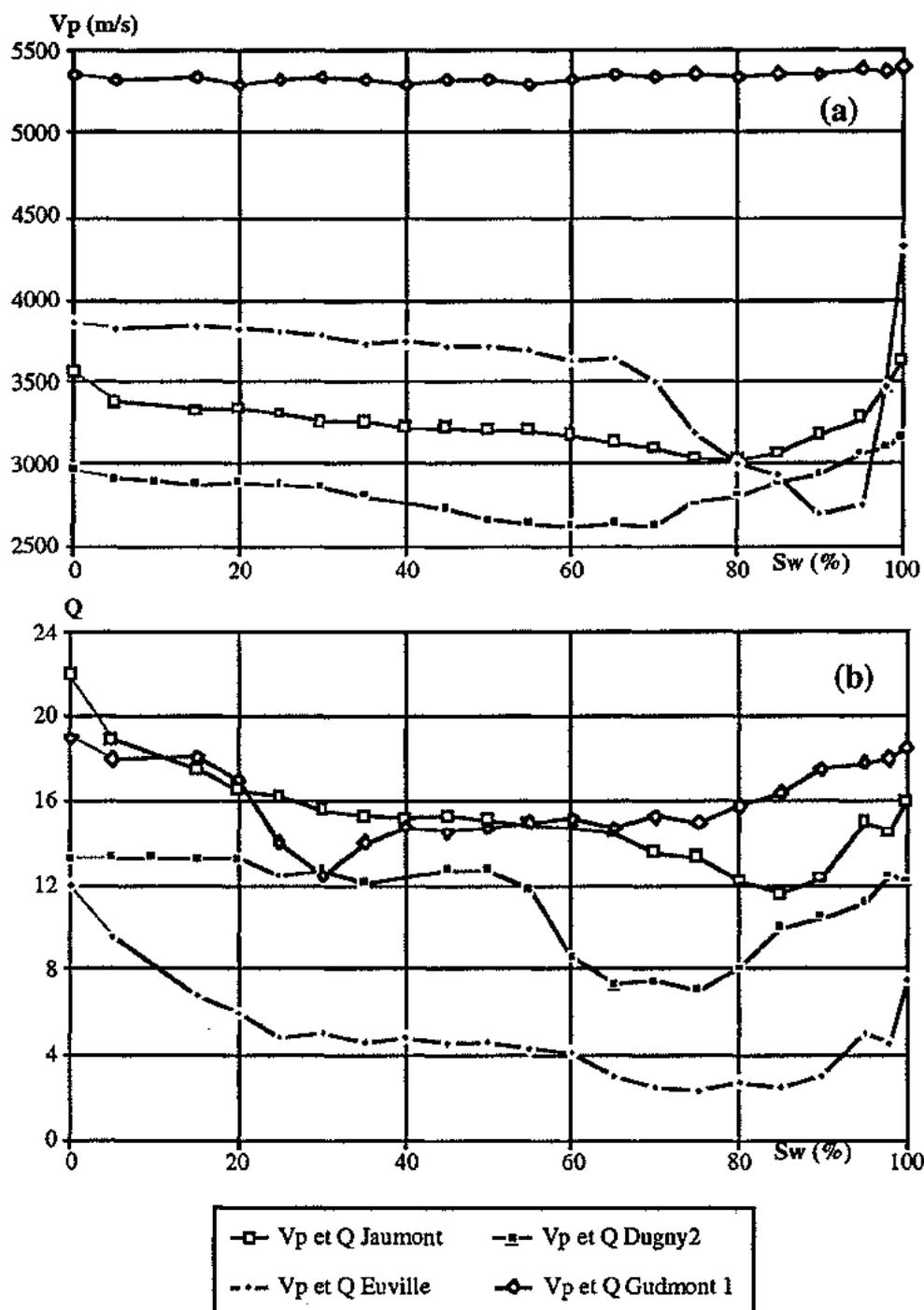


Fig. 6.21. Evolution des propriétés ultrasoniques (vitesses des ondes P (a), et facteurs de qualité (b)) avec le degré de saturation.

Le calcaire de Gudmont à faciès sublithographique ne présente pas de vitesse minimum ; la vitesse croît faiblement, mais régulièrement entre 0 et 100%. La porosité faible de ce matériau (4,5%) et la dimension des vides la constituant ( $0,02\mu\text{m}$ ) conduisent à un effet de densité négligeable devant l'effet de rigidification de la matrice ; ce comportement est similaire à celui observé sur des roches granitiques très peu poreuses (Toksöz *et al.*, 1976).

Le facteur de qualité montre une évolution similaire à celle des vitesses (fig. 6.21b) : diminution jusqu'à une valeur de Q minimale (atténuation maximale) puis augmentation. Cette évolution est cependant plus marquée que pour les vitesses. De plus, le facteur de qualité mesuré à saturation totale est inférieur à la mesure à sec comme nous l'avons vu précédemment.

L'allure des courbes atténuation/saturation traduit le type de réseau poreux concerné :

- calcaire d'Euville à réseau bimodal strict : deux phases de variations de Q,
- calcaire de Jaumont à réseau multimodal : Q décroît plus progressivement,
- calcaire de Gudmont 1 à spectre unimodal étalé : évolution de Q progressive avec tout de même une phase de chute plus brutale,
- calcaire de Dugny 2 à réseau unimodal strict : une seule phase de variation importante.

La répartition des phases de variations de Q par rapport au gradient de saturation coïncide avec la saturation des différentes familles de pores des réseaux poreux. Les variations les plus importantes (chute de 60% de Q entre 0 et 25% de saturation pour Euville, chute de 50% entre 50 et 65% de saturation pour Dugny 2) sont liées à la présence d'eau dans les vides de type fissural (joints de grains constituant la famille de pores de faible dimension pour Euville, capillaires cylindriques pour Dugny 2).

Cette concordance montre la prépondérance de l'effet d'écoulement relatif local de fluide ("s squirt flow") sur l'évolution du facteur de qualité. Les variations de ce paramètre correspondent à l'envahissement par l'eau d'une famille de pores dans laquelle prend place ce mécanisme d'écoulement local. L'atténuation est d'autant plus forte que la famille de pores concernée est plus proche d'une géométrie fissurale. La rigidité de l'ensemble matrice/eau agit tout de même pour des saturations proches de la saturation totale et provoque une augmentation du facteur de qualité.

### 3.5. CONCLUSION SUR LES MESURES DES PROPRIÉTÉS ULTRASONIQUES

L'étude des propriétés ultrasoniques sur un ensemble de matériaux calcaires à faciès variables est délicate. Les évolutions globales de ces paramètres (vitesses et atténuations) présentent des dispersions liées aux variations de textures carbonatées et par conséquent aux différences de structures de milieux poreux. Néanmoins, cette analyse apporte des renseignements intéressants sur la répartition du milieu poreux en termes de géométrie et de dimension.

Les vitesses et atténuations des ondes sont plus influencées par la porosité libre mesurée par la porosimétrie au mercure quantifiant le réseau capillaire connecté que par la porosité totale. Cette relation est dictée par le volume de vides de type fissural compris dans cette porosité libre (joints de grains, capillaires proches d'une forme cylindrique).

Le mécanisme d'atténuation sur matériau sec résultant principalement des frictions / relaxations aux limites de grains et de fissures, la relation atténuation / fissuration est meilleure que la relation vitesse / fissuration. De plus l'atténuation est plus influencée par la densité de fissuration que par l'épaisseur des fissures.

L'anisotropie des matériaux, liée principalement au litage, influe sur la vitesse. Par contre, l'atténuation n'est notablement modifiée que dans le cas d'un litage conférant réellement un caractère fissuré au matériau.

La saturation totale des matériaux induit une augmentation de la vitesse des ondes P en rigidifiant leurs milieux poreux et confirme la relation en  $1/V$  entre vitesse à l'état saturé et porosité totale exprimée par la formule de Wyllie. Par contre, l'atténuation est plus importante sur matériau saturé du fait des phénomènes d'écoulements locaux initialisés par le passage de l'onde.

La différence entre propriétés ultrasoniques à l'état sec et à l'état saturé est d'autant plus grande que le matériau renferme un volume important de vides de type fissural. La rigidité de l'ensemble matrice/eau est plus forte dans ce type de vide (augmentation de la vitesse) ; par contre, les écoulements locaux y sont prépondérants (augmentation de l'atténuation).

Cette influence de la géométrie des vides sur les propriétés ultrasoniques d'un matériau saturé est confirmée par la bonne corrélation existant entre les valeurs de vitesses mesurées et les valeurs calculées par le modèle de Kuster et Toksöz (1974) tenant compte du coefficient de forme des espaces poreux.

Les matériaux partiellement saturés (entre 5 et 95%) ont des vitesses inférieures à leurs valeurs à l'état sec et totalement saturé. Cette diminution de vitesse est due à un effet de densité (augmentation de la densité de l'ensemble matrice/eau par rapport au matériau sec).

Les facteurs de qualités présentent également une valeur minimale (atténuation maximale) pour un degré de saturation donné. Pour un faciès, le degré de saturation critique correspond à l'envahissement des familles de pores principales du réseau poreux ; le mécanisme d'écoulement relatif local ("squirt flow") dans ces vides entraîne une augmentation de l'atténuation du signal

ultrasonique, celle-ci étant d'autant plus importante que les pores sont proches d'une géométrie fissurale.

Ces propriétés ultrasoniques seront utilisées, par la suite, pour suivre l'évolution des matériaux soumis à des cycles gel / dégel. L'influence des vides de type fissural sur l'évolution de ces propriétés sera d'autant plus importante qu'elle sera dégagée des effets de dispersions liés aux textures carbonatées.



## **CONCLUSION DE LA PREMIERE PARTIE**

L'étude de la géométrie des réseaux poreux carbonatés par des méthodes indirectes (porosimétrie au mercure, essai de compression isotrope, ultrasons), couplés à des analyses qualitatives d'images M.E.B., a tout d'abord montré la grande complexité de ces réseaux. Néanmoins, cette approche du milieu poreux des roches calcaires permet d'individualiser les différentes composantes du volume poreux, chacune ayant un comportement particulier.

La porosité totale se divise en volume poreux piégé et volume poreux libre. Le premier représente la porosité ayant une configuration de pores subsphériques à accès fins. Le second quantifie le réseau capillaire interconnecté et regroupe capillaires et réseau fissural. L'essai de compression isotrope montre que la fissuration initiale *s.l.* des matériaux calcaires rassemble les fissures au sens strict (joints de grains) et les capillaires les plus proches d'une géométrie cylindriques. C'est cet ensemble qui influe principalement sur les propriétés ultrasoniques des matériaux.

Ces hétérogénéités des milieux poreux laissent présager d'une influence importante sur le comportement des fluides dans ces milieux. Ceci fait l'objet de la deuxième partie de ce travail.

Avant d'entamer cette seconde partie, quelques conclusions intermédiaires, quant aux techniques de mesures, peuvent être tirées :

- la mesure de la masse volumique de la fraction solide ( $\rho_s$ ) par la méthode du picnomètre demande un soin expérimental particulier mais semble la méthode de mesure la plus satisfaisante,

- la détermination de la porosité totale par immersion dans l'eau sous vide est une méthode simple qui fournit une très bonne estimation de volume poreux total,

- la porosimétrie au mercure est riche de renseignements sur la structure des milieux poreux si la démarche expérimentale est rigoureuse et si la réalité physique des paramètres mesurés est constamment prise en compte,

- l'essai de compression isotrope donne la porosité de fissure *s.s.* par rapport à l'indice de qualité issu des vitesses des ondes qui quantifie en fait une partie de la porosité libre,

- enfin, les mesures ultrasoniques confirment l'influence d'une partie du volume poreux (fissures, capillaires cylindriques) sur les vitesses des ondes et plus particulièrement sur l'atténuation des signaux ultrasoniques justifiant ainsi l'utilisation de ces dernières pour suivre l'évolution des matériaux au cours de cycles gel/dégel.



*2ème partie :*  
**COMPORTEMENT DES FLUIDES  
DANS UN MILIEU POREUX  
CARBONATE**



## **INTRODUCTION**

Le comportement des fluides dans un milieu poreux, regroupant les phénomènes de stockages et de transports, est largement influencé par la géométrie de ce milieu. Cette partie traite principalement de l'influence de cette géométrie sur la répartition et le déplacement des fluides dans le réseau poreux.

Elle se divise en deux volets :

- une partie théorique issue de la bibliographie qui tente de dégager les différents processus élémentaires mis en jeu. Les définitions générales et phénomènes fondamentaux qui régissent le stockage, la répartition des fluides et l'écoulement sont présentées.

- une partie expérimentale, réalisée sur l'ensemble des faciès calcaires, et qui rassemble l'étude des différents types de saturation : imbibition par immersion totale ou par capillarité et des mesures de perméabilité.



---

*SATURATION ET STOCKAGE DE  
FLUIDE EN MILIEU POREUX*

Nous nous attacherons principalement, dans ce chapitre, aux processus qui régissent la saturation en eau d'un milieu poreux.

Nous présenterons tout d'abord un aspect théorique fondé sur les expressions élémentaires des débits et flux massiques en milieu poreux et sur quelques modèles existants permettant d'expliquer la dynamique de saturation à partir de paramètres du milieu poreux. Nous tenterons de séparer la cinétique de la saturation et la répartition de l'eau obtenue en fin de saturation.

Nous aborderons ensuite, à partir d'une étude expérimentale fondée principalement sur des essais de saturation (par capillarité et par imbibition totale), le cas du milieu poreux carbonaté, en tenant compte de la complexité de sa géométrie.



# ***1. APPROCHE THEORIQUE DES PROCESSUS D'IMBIBITION D'UN MATERIAU POREUX***

L'imbibition en eau d'un matériau poreux en milieu naturel se présente sous deux formes principales :

- imbibition par capillarité,
- imbibition par immersion.

Ces différents processus mettent en jeu le comportement de l'eau, liquide ou vapeur, au sein d'un milieu poreux. Les cinétiques d'imbibition et les volumes d'eau concernés dépendent fortement des caractéristiques intrinsèques du milieu poreux.

## ***1.1. LES DIFFÉRENTES PHASES DE L'EAU***

L'eau, participant aux transferts de masses dans un milieu poreux, se présente soit en phase vapeur (vapeur d'eau) soit en phase condensée (eau liquide). La phase condensée regroupe plusieurs formes (libre, liée) qui interviendront différemment dans les transferts de masses.

L'eau libre (eau évaporable) est régit par les équilibres capillaires et participe activement aux transferts massiques.

L'eau liée ou eau adsorbée est constituée de molécules d'eau disposées en couches et orientées au voisinage de la paroi solide. L'orientation des molécules d'eau à structure dipolaire H-OH est perpendiculaire à la surface du solide et découle de forces d'attractions moléculaires importantes entre solide et liquide (de l'ordre de 1000 MPa d'après De Marsily, 1981). La participation de l'eau adsorbée aux transferts est plus réduite.

La phase liquide peut se présenter également sous la forme d'eau de constitution entrant dans les compositions minérales de la matrice solide (minéraux hydratés, argiles) ; dans ce cas, la participation aux transferts est quasi nulle.

## ***1.2. NOTION D'ÉTAT SEC***

Un processus d'imbibition d'un matériau poreux part d'un état initial donné comme sec ou très faiblement saturé pour arriver à un état final partiellement ou totalement saturé. L'état sec initial peut être défini comme l'état d'équilibre atteint par le matériau dans une atmosphère d'humidité relative nulle (Daïan, 1986). Cet équilibre est long à atteindre ; il met en jeu les mécanismes de diffusion de l'eau liquide, d'évaporation et de diffusion en phase vapeur.

Cet état est rarement atteint en milieu naturel. Un matériau aura une teneur en eau naturelle qui sera fonction des conditions climatiques, de l'exposition et de la nature du matériau.

Les essais en laboratoire ne tiennent pas compte de ce degré de saturation naturel puisque les échantillons, issus de carrières, ne présentent plus le même équilibre hydrique. Dans ces conditions, l'état sec de référence est défini par un séchage à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante et retour à température ambiante dans un dessiccateur.

A la notion d'état sec peut être associée la notion de teneur en eau irréductible. Au cours d'un drainage (régime biphasique eau - air, par exemple), la quantité d'eau non extraite du milieu poreux caractérise la saturation irréductible en fluide mouillant de ce milieu et témoigne de la rupture des films continus de fluide mouillant. Cette teneur en eau irréductible est difficile à éliminer. D'après De Marsily (1981), une température de chauffage de 900°C est nécessaire pour extraire la totalité de l'eau d'une argile. Après un séchage à 60°C, il subsiste donc toujours une saturation irréductible qui peut être limitée à une fraction de l'eau adsorbée piégée dans le matériau sous forme d'une fine pellicule autour des grains.

### 1.3. IMBIBITION PAR ABSORPTION CAPILLAIRE

#### 1.3.1. Ecoulements élémentaires

##### 1.3.1.a. Phase liquide

###### *Transfert de masse dans l'eau libre*

Le modèle d'écoulement le plus simple est donné par la loi de Poiseuille qui définit le débit massique dans un tube cylindrique droit de rayon  $r$  en fonction de la différence de pressions existant entre les deux extrémités du tube :

$$Q_L = -\rho_L \frac{\pi r^4}{8\eta} \frac{\delta P}{\delta x} \quad , \quad (7.1)$$

avec  $\rho_L$ , masse volumique du fluide,

$\eta$ , viscosité dynamique du fluide,

$\delta P/\delta x$ , gradient de pression sur une longueur  $x$  du tube.

Le flux massique par unité de surface est donné par :

$$J_L = -\rho_L \frac{r^2}{8\eta} \frac{\delta P}{\delta x} \quad . \quad (7.2)$$

Pour des rayons  $r$  très faibles, la résistance à l'écoulement des molécules circulant à proximité des parois n'est plus représentée par la viscosité classique. Low (1976) définit une viscosité globale qui est fonction de la dimension caractéristique  $I$  du conduit :

$$\eta(I) = \eta(\infty) \cdot e^{A/I} \quad (7.3)$$

où  $\eta(\infty)$  est la viscosité classique et  $A$ , une constante. Low donne une valeur seuil de  $I$  de 25Å au dessus de laquelle  $\eta(I) = \eta(\infty)$  et en dessous de laquelle  $\eta(I)$  s'écarte de  $\eta(\infty)$ .

### Transfert de masse dans la couche d'eau adsorbée

La notion de pression de la loi de Poiseuille perd son sens dans le cas d'une phase anisotrope à structure lamellaire telle que l'eau adsorbée. Il convient de remplacer cette notion de gradient de pression par la notion de gradient de potentiel matriciel  $\delta\phi_L$  qui définit la variation de l'enthalpie libre  $G_L$  d'un liquide avec la pression (Hillel, 1980, cité dans Daïan, 1986) :

$$\delta\phi_L = \rho_L (G_L - G_L^\circ), \quad (7.4)$$

$G_L^\circ$  est l'enthalpie libre initiale du liquide. Cette grandeur s'exprime en unité de pression.

Le transfert de masse dans la phase adsorbée, située dans un tube cylindrique de rayon  $r$ , peut être traité par analogie avec l'écoulement laminaire dans une lame mince d'épaisseur  $e_a$  (Daïan, 1986):

$$Q_L = -\rho_L \frac{2\pi r \cdot e_a^3}{3\eta(e_a)} \frac{\delta\phi_L}{\delta x} \quad \text{avec } \eta(e_a) = \eta(\infty) \cdot e^{A/2e_a}. \quad (7.5)$$

#### 1.3.1.b. Phase vapeur

Ce type de transfert résulte de la diffusion de l'eau sous forme vapeur dans l'air et est exprimé par la loi de Fick qui donne le flux massique  $J_V$  de la vapeur d'eau dans un tube capillaire de longueur  $x$ , en fonction du gradient de densité du mélange vapeur d'eau / air :

$$J_V = -D_0 \frac{\delta\rho_V}{\delta x} \quad (7.6)$$

où  $D_0$  est le coefficient de diffusion absolu de la vapeur d'eau dans l'air,  $D_0 = (1/3) l_m \bar{v}$  avec  $\bar{v}$ , vitesse moyenne des molécules de vapeur d'eau et  $l_m$ , libre parcours moyen caractéristique sans chocs mutuels de ces molécules.

La forme du coefficient de diffusion et le type de transfert en phase vapeur dépendent de la dimension du pore dans lequel a lieu l'écoulement (Daïan, 1986) :

- Le flux se localise dans des pores de rayon grand devant  $l_m$  ; le transfert est de type diffusion de vapeur s.s. :

$$J_V = -D_0(n_t - w)\tau \frac{\delta\rho_V}{\delta x} \quad (7.7)$$

où  $w$  est la teneur en eau en phase condensée dans la porosité  $n_t$ ,  
 $(n_t - w)$  est la teneur en gaz,  $\tau$  est la tortuosité du milieu.

- Les pores, sièges de l'écoulement gazeux, ont des rayons petits devant  $l_m$  ; les chocs molécules / paroi solide sont importants ; le flux est de type effusion de vapeur :

$$J_V = -D_e \frac{\delta\rho_V}{\delta x} \quad (7.8)$$

$$\text{avec, coefficient de diffusion apparente ; } D_e = \frac{D_0}{1 + l_m/2r} \quad (7.9)$$

pour  $2r \gg l_m$ , on retrouve  $D_e = D_0$  et un processus de type diffusion,

pour  $2r \ll l_m$ ,  $D_e \ll D_0$  et  $J_{Vef} < J_{Vdif}$ .

Daïan (1986) donne une valeur de  $l_m = 0,14\mu\text{m}$  dans des pâtes ciments. Le rayon seuil entre diffusion et effusion est alors de  $0,07\mu\text{m}$ .

### 1.3.1.c. Rôle de la géométrie du milieu poreux sur les transferts élémentaires

L'analyse des différents types de transferts présentés précédemment et les équations élémentaires associées font ressortir le rôle prépondérant des géométries et dimensions de pores sur ces transferts élémentaires. Les débits et flux massiques dans la phase condensée,  $Q_L$  et  $J_L$ , augmentent avec le rayon du pore dans lequel a lieu l'écoulement. La viscosité du fluide augmente d'une manière relative avec la diminution du rayon de pore. Les transferts en phase gazeuse sont de type effusion dans les pores très fins, ou de type diffusion s.s. dans les pores plus larges ; c'est la tortuosité du milieu qui interviendra dans ce dernier cas.

### 1.3.2. Loi de progression des ménisques eau - air

#### 1.3.2.a. Cas d'un tube cylindrique de rayon $r$

La loi la plus simple pour décrire la progression d'un ménisque eau-air dans un pore repose sur la schématisation de ce pore par un tube cylindrique droit de rayon  $r$  (Fig. 7.1). Dans un tel système, le flux massique  $J_L$  est donné par la loi de Poiseuille (éq. 7.1) :

$$J_L = \frac{r^2}{8\eta} \frac{\delta P}{\delta x} \quad (\rho_L = 1 \text{ dans le système d'unités concerné})$$

Pour une imbibition capillaire considérée comme une suite d'états d'équilibre et où l'action de la gravité est négligée, le gradient de pression est assimilé à la pression capillaire  $P_c$  siégeant au niveau du ménisque (le liquide libre est à pression atmosphérique) :

$$\delta P = P_c = - \frac{2\sigma \cos\theta}{r} \quad (7.10)$$

où  $\sigma$  est la tension de surface et  $\theta$ , l'angle de contact.

Le flux massique devient :

$$J_L = \frac{\sigma r}{4\eta x(t)} \quad , \quad (7.11)$$

avec  $x(t)$  : position du ménisque au temps  $t$  et  $\theta$ , angle de contact, considéré égal à 0 pour l'eau.

$J_L$  est assimilé à une vitesse et on peut l'identifier par la formulation générale de la vitesse de progression du ménisque ou équation de Washburn :

$$\frac{\delta x}{\delta t} = \frac{\sigma r}{4\eta x} \quad \text{soit} \quad x = \sqrt{\frac{\sigma r}{2\eta} t} + x_0^2 \quad . \quad (7.12)$$

Pout  $t = 0$ , la position du ménisque est  $x_0 = 0$  ; on peut donc exprimer la position du ménisque à un temps  $t$  par :

$$x = B\sqrt{t} \quad , \quad \text{avec} \quad B = \sqrt{\frac{\sigma r}{2\eta}} \quad . \quad (7.13)$$

L'augmentation de masse lors de l'imbibition est donnée par une expression du même type :

$$W = A\sqrt{t} \quad , \quad \text{avec} \quad A = \rho \pi r^2 \sqrt{\frac{\sigma r}{2\eta}} \quad (7.14)$$

On note que la longueur "mouillée" à un instant donné, croît avec le rayon du tube. La gravité n'intervient que dans le cas de capillaires de très gros rayons où le poids de la colonne d'eau peut équilibrer la pression capillaire.

La concordance entre ce modèle et l'expérimentation est principalement qualitative. Il décrit d'une manière satisfaisante la forme des courbes d'imbibition capillaire observées expérimentalement ( $x = B\sqrt{t}$ ,  $W = A\sqrt{t}$ ) et montre bien l'importance du rayon de pore sur la cinétique d'imbibition. Par contre, ce modèle ne donne pas de résultats réalistes quant aux valeurs quantitatives de rayons de pores (Mertz, 1989).

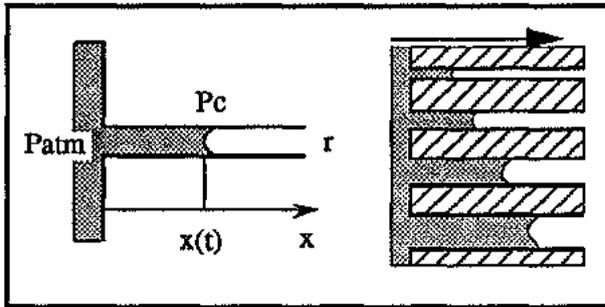


Fig. 7.1. Ascension capillaire dans un tube cylindrique de rayon  $r$ .

### 1.3.2.b. Cas d'un capillaire de rayon variable $r(x)$

La présence de pores de rayons variables dans un milieu poreux peut être schématisée par un tube cylindrique présentant des variations dimensionnelles disposées en série (Fig. 7.2). Dans un tel système (Dullien, 1979), le ménisque traverse successivement, au cours de sa progression, les portions de rayon  $r(x)$ . La pression imposée à la colonne est fonction de la position du ménisque :

$$\begin{aligned} \text{en } x = X, \quad p(X) &= -\frac{2\sigma}{r(X)}, \\ \text{en } x < X, \quad p(x) &= p(X) \frac{x}{X} = -\frac{2\sigma x}{Xr(x)}. \end{aligned} \quad (7.15)$$

Dullien (1979) montre que la loi de progression du ménisque est semblable à l'équation 7.13 :

$$x = B\sqrt{t} \quad \text{avec } B = \sqrt{\frac{\sigma r_c}{2\eta}} \quad (7.16)$$

où  $r_c$  est un rayon caractéristique fonction des rayons des tronçons composant le tube.

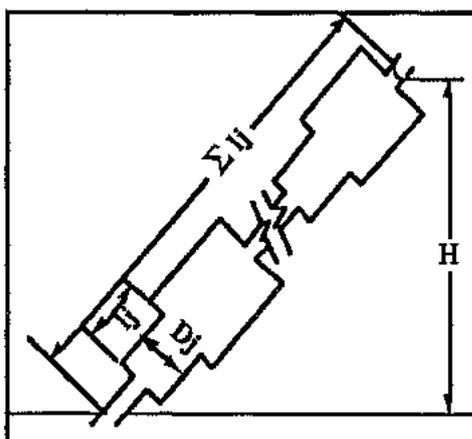


Fig. 7.2. Ascension capillaire dans un tube de rayon variable (Dullien, 1979).

Hammecker *et al.* (1993) proposent un modèle constitué d'une forme sphérique répétée périodiquement (Fig. 7.3) pour décrire la cinétique d'imbibition capillaire en milieu poreux. Le rayon du ménisque est exprimé en fonction de sa position  $z$  dans la sphère :

$$r(z) = (2Rz - z^2)^{1/2} \quad (7.17)$$

où  $R$  est le rayon de la sphère.

La pression capillaire varie également durant l'imbibition et devient une fonction de  $z$ ,  $P_c = 2\sigma/r(z)$ . Ces auteurs tiennent compte également de la gravité ; le gradient de pression total est la différence entre la pression capillaire et le poids de la colonne d'eau :

$$\delta P = \frac{2\sigma}{r(z)} - \rho g z. \quad (7.18)$$

Le débit dans un tel système dépend de la section la plus petite sur le chemin du fluide, donc de l'orifice d'accès de rayon  $r_1$  (Fig. 7.3), et peut être exprimé par la loi de Poiseuille en considérant une suite d'états d'équilibres dans un élément sphérique découpé en une infinité de tubes de sections cylindriques :

$$Q = \frac{\pi r_1^4}{8\eta z} \left( \frac{2\sigma}{r(z)} - \rho g z \right). \quad (7.19)$$

La cinétique de l'imbibition capillaire est exprimée par :

$$\frac{\delta z}{\delta t} = \frac{r_1^4}{8\eta z r(z)^2} \left( \frac{2\sigma}{r(z)} - \rho g z \right). \quad (7.20)$$

Pour un tube de longueur  $L$ , constitué d'un nombre  $n$  d'éléments sphériques, chaque élément sphérique est coupé à ses extrémités (Fig. 7.3), réduisant ainsi le chemin du fluide dans la sphère de  $2R$  à  $\varepsilon_2 - \varepsilon_1$  :

$$L = \sum_{j=1}^n (\varepsilon_2 - \varepsilon_1). \quad (7.21)$$

A un temps donné, le ménisque est situé dans la sphère  $j$  et a atteint une hauteur  $L_j$  du tube :

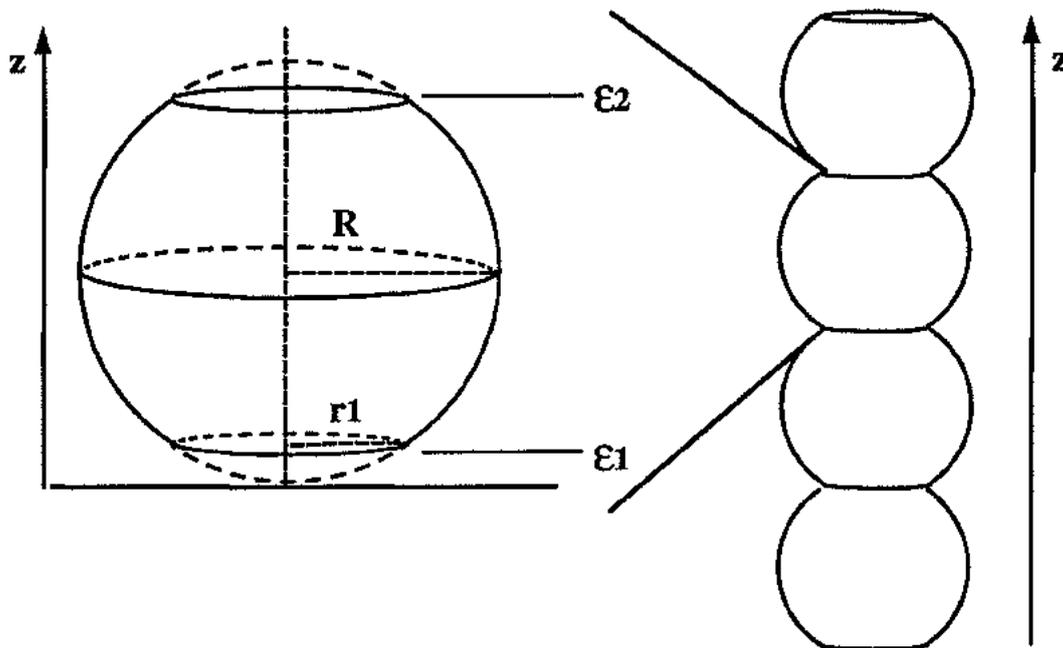
$$L_j = \sum_{i=1}^{j-1} (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) + z_j, \quad (7.22)$$

$z_j$  étant la hauteur du ménisque dans la sphère  $j$ .

La cinétique de l'imbibition capillaire dans un tel système composite devient :

$$\frac{\delta z}{\delta t} = \frac{r_1^4 (2\sigma - r(z_j)\rho g L_j)}{8\eta L_j r(z_j)^3} \quad (7.23)$$

Ce modèle décrit d'une manière satisfaisante les observations expérimentales (Mertz, 1989, Hammecker *et al.*, 1993) et tient compte à la fois des rayons de pores et des rayons d'accès. L'expression de  $\delta z/\delta t$  montre que ce sont les accès qui commandent la cinétique capillaire.  $\delta z/\delta t$  prend une valeur maximale quand le ménisque se situe au niveau de l'accès ( $r(z_j)$  minimal,  $r(z_j) = r_1$ ), diminue pour des rapports  $r(z_j)/r_1$  élevés ( $r(z_j)$  proche de  $R$ ) jusqu'à une valeur minimale pour  $z$  légèrement supérieur à  $z_R$ .



*Fig. 7.3. Ascension capillaire dans un assemblage de sphères répétées périodiquement.  
Modèle d'Hammecker et al. (1993).*

### 1.3.2.c. Réseaux bidimensionnels complexes

Des études expérimentales (Bousquié, 1979) ont montré que la progression du front d'imbibition dans des matériaux calcaires à porosités hétérogènes (réseaux multimodaux) s'écarte sensiblement de la loi théorique de cinétique capillaire en  $A\sqrt{t}$ . Bien qu'assurant en théorie une plus grande vitesse d'ascension capillaire, les macropores (où les grands rayons d'accès) doivent alimenter les petits pores (petits rayons d'accès) qui leur sont connectés. Cette réorganisation de la localisation des fluides ralentit la progression du ménisque.

Lenormand (1981) propose une expérimentation aux moyens de réseaux artificiels bidimensionnels composés de pores et capillaires de rayons variables et une modélisation à partir de la théorie de la percolation. Il met en évidence une redistribution des fluides après passage du front d'imbibition et notamment des ruptures de colonnes liquides aboutissant à la formation d'amas de fluide mouillant isolés.

### 1.3.3. Phénomène de piégeage d'air

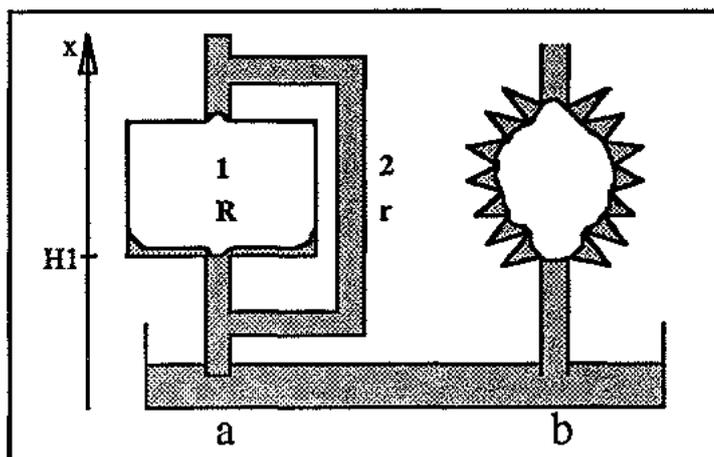
Le piégeage de bulles d'air lors de l'ascension capillaire peut avoir diverses origines (Bousquié, 1979). L'air peut se piéger dans un macropore par court-circuitage de celui-ci (dérivation) au profit d'un capillaire plus fin (Fig. 7.4a).

Pour une cote  $x < H_1$ , le ménisque est à la même hauteur dans les deux capillaires et le débit est donné par la loi de Poiseuille. Pour  $x = H_1$ , la pression motrice dans le capillaire 2 est  $P_{c2} = 2\sigma/r$  alors qu'elle est égale à  $P_{c1} = 2\sigma/R$  dans le capillaire 1.

Fig. 7.4. Piégeage d'air lors d'une ascension capillaire.

(a) piégeage par dérivation,

(b) piégeage lié à une rugosité de surface (Bousquié, 1979).



Les flux s'expriment de la façon suivante :

$$J_1 = \frac{\sigma}{4\eta x_1} \frac{r^2}{R} ,$$

$$J_2 = \frac{\sigma}{4\eta x_2} \frac{r^2}{r} , \quad (7.24)$$

et  $J_1 > J_2$ .

Pour  $r \ll R$ , le ménisque dans le capillaire atteint le sommet du système avant que le macropore 1 ne soit saturé, ce dernier piégeant une bulle d'air. Ce ralentissement du flux au niveau des élargissements du réseau poreux est également montré par le modèle de cinétique capillaire d'Hammecker *et al.* (1993). Ce piégeage est fonction du rapport  $R/r$  de la même manière que le piégeage définit par la porosimétrie au mercure.

Un autre type de piégeage d'air dans un macropore est lié à la présence d'irrégularités de surface (rugosité de la surface de pores) qui fonctionnent comme un réseau de micropores où les forces capillaires développées sont importantes (Fig. 7.4b).

Mertz (1989) a bien montré expérimentalement ces deux types de piégeage à partir d'injection de résine dans des grès (Fig. 7.5). Les grès dont la surface des grains est parsemée de particules argileuses, présentent des piégeages de type rugosité. Le fluide mouillant moule la surface et le fluide non mouillant remplit la presque totalité du pore. Les piégeages par dérivation sont surtout présents au sein des grès propres. Dans ce cas, le fluide non mouillant occupe le centre des pores, le fluide mouillant forme un film continu à la périphérie. Ce type de configuration suggère la présence d'un film précurseur de fluide mouillant précédant le ménisque proprement dit (De Gennes, 1985) lors d'une imbibition capillaire.

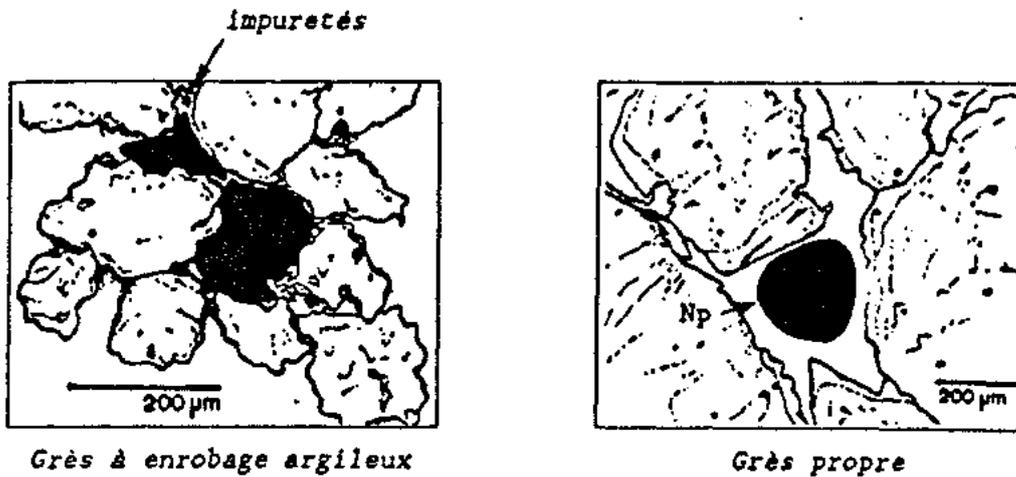


Fig. 7.5. Pores piégés invoquant des mécanismes de piégeage différents.  
Schéma d'après lame mince à double coloration (Mertz, 1989).

### 1.3.4. Processus dynamique de capillarité et état final de saturation

Dans un élément de volume poreux donné, après le passage du front d'imbibition, les écoulements transitoires laissent place à une configuration stable de l'état de saturation.

En théorie, lors de l'arrivée du ménisque, les pores à grands rayons d'accès sont remplis majoritairement par l'eau en phase condensée selon la loi de progression du ménisque. Les macropores dont le rapport rayon de pore / rayon d'accès est élevé ont une cinétique d'imbibition plus lente et participent activement au piégeage d'air (dérivation, rugosité de la surface des pores).

L'état stationnaire atteint après passage du front d'imbibition présente une configuration modifiée de la distribution de l'eau. En effet, le débit massique, croissant avec le rayon d'accès, favorise le drainage des pores à grands rayons d'accès (exception faite de l'eau adsorbée) vers les pores les plus fins qui ont tendance à piéger l'eau libre soit en îlots isolés, soit en films continus, selon le degré de saturation atteint (Dañan, 1986). Les transferts de masses en phase vapeur provoquent également des piégeages d'eau dans les pores fins par condensation ; l'augmentation de pression, inversement proportionnelle à la taille de l'accès, peut engendrer des dépassements du seuil de condensation. Hammecker *et al.* (1992) ont montré expérimentalement qu'un calcaire micritique à pores fins ( $0,15\mu\text{m}$ ) soumis à une atmosphère de 75% d'humidité relative, piégeait une quantité d'eau par adsorption ou condensation cent fois supérieure à un calcaire bioclastique à pores plus larges ( $0,7\mu\text{m}$ ) soumis au même traitement.

Dañan (1986) propose des seuils de teneurs en eau volumiques ( $w_v$ ), déterminés expérimentalement sur des mortiers, qui définissent trois types d'états d'équilibre après imbibition capillaire :

- teneurs en eau faibles ( $w_v < 4\%$ ) : l'eau condensée est principalement sous forme adsorbée ; les transferts de masse ont lieu dans la phase gazeuse, la vapeur emprunte des chemins composés des pores interconnectés de plus grandes dimensions. L'eau adsorbée ne participe pas aux transferts dans ce domaine de teneur en eau.

- teneurs en eau moyennes ( $4\% < w_v < 8\%$ ) : l'eau capillaire occupe les pores dans l'ordre croissant des rayons et forme des îlots isolés. La phase gazeuse forme des amas connectés. Les îlots d'eau liquide contribuent néanmoins aux transferts de façon importante et croissante avec la teneur en eau. La combinaison des flux microscopiques dans la vapeur et dans l'eau capillaire peut s'exprimer au moyen d'un schéma représentant les îlots liquides sous forme de sphéroïdes de plus en plus allongés à mesure que la teneur en eau augmente.

- teneurs en eau élevées ( $w_v > 8\%$ ) : la phase liquide se présente en films continus et constitue un réseau composé de pores de toutes dimensions. La phase gazeuse forme des îlots séparés les uns des autres et son rôle dans les transferts diminue jusqu'à disparaître.

Ces différents états d'équilibre définis qualitativement pour des teneurs en eau faibles, moyennes ou élevées peuvent être généralisés à tous matériaux poreux soumis à une imbibition en tenant compte des spécificités de leurs milieux poreux. Par contre, les valeurs seuils seraient à redéfinir pour chaque matériau.

#### **1.4. PRISE D'EAU PAR IMMERSION TOTALE**

La saturation complète sous pression atmosphérique, mesurée en laboratoire, donne une bonne estimation du degré de saturation maximal que peut prendre un matériau en conditions naturelles que les apports hydriques soient d'origine pluviale, ou proviennent de ruissellements ou de remontées capillaires (Mamillan, 1984). Ce degré de saturation est fonction de la nature de la roche.

Dans ce type de prise d'eau, les processus d'imbibition seront les mêmes que pour la capillarité. Néanmoins, l'ascension capillaire privilégie des chemins de transferts de masse de part l'existence, dans le matériau, d'un gradient de hauteur accessible à la frange d'eau. Ce gradient n'existe plus dans le cas d'une immersion totale et le nombre de chemins capillaires offerts aux transferts sera plus grand. Dans un intervalle de temps donné, la saturation par capillarité sera égale à la saturation obtenue par immersion totale si la vitesse d'ascension capillaire est rapide et elle lui sera inférieure si la vitesse est plus lente.

## **2. ETUDE EXPERIMENTALE DES MECANISMES DE SATURATION D'EAU EN MILIEU POREUX CARBONATE**

Le but de cette étude expérimentale est de préciser les états de saturation et la distribution de l'eau dans le milieu poreux carbonaté en fonction des caractéristiques géométriques de ce milieu.

### **2.1. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX**

#### **2.1.1. Saturation en eau par immersion totale sous pression atmosphérique - Coefficient D'Hirschwald**

Le principe de cet essai est fondé sur le fait que l'état de saturation obtenu après une immersion de 48 heures à pression atmosphérique est considéré comme un état d'équilibre et représente assez bien la saturation maximale atteinte en milieu naturel (Mamillan, 1984). La méthodologie permettant d'obtenir ce degré de saturation ou coefficient d'Hirschwald est définie par la norme AFNOR B 10 504 relative aux pierres calcaires (mesure du coefficient d'absorption d'eau).

Les échantillons utilisés sont des éprouvettes cylindriques,  $\varnothing$ :50mm et L:100mm, à faces rectifiées (la planéité est nécessaire pour une bonne détermination du volume total de l'éprouvette,  $V_t$ ). Si le matériau présente un litage ou une stratification, les cylindres sont taillés perpendiculairement à ces discontinuités. Les éprouvettes, préalablement séchées (étuve à 60°C jusqu'à masse constante puis retour à la température ambiante), sont placées dans un cristallisoir recouvert afin d'éviter l'évaporation. L'eau, préalablement désaérée, est admise dans le cristallisoir en plusieurs étapes :

- hauteur d'eau équivalente au quart de la hauteur des échantillons pendant 1h,
- hauteur d'eau équivalente à la moitié de la hauteur des échantillons pendant 23h,
- immersion totale des échantillons pendant 24h.

L'admission de l'eau doit être disposée à l'extérieur de la zone où sont situés les échantillons. De plus, lors de l'admission, le niveau ne doit pas dépasser la frange capillaire visible sur la surface des échantillons.

A la fin de l'essai, les éprouvettes sont essuyées avec un chiffon humide afin d'éliminer au maximum le film d'eau sur leur surface sans absorber l'eau de saturation. Par différence entre la masse obtenue en fin d'essai et la masse sèche, on obtient le volume d'eau  $V_w$  qui a pénétré dans le matériau ( $\rho_w = 1\text{g/cm}^3$ ).

Deux paramètres sont déduits de cette essai :

- la porosité accessible à l'eau par cette méthode :  $N_{48h} = V_w / V_t$ ,
- le degré de saturation obtenu ou coefficient d'Hirschwald :  $S_{48h} = N_{48h} / N_t$  ( $N_t$ , porosité totale). Dans ce cas, on prendra pour  $N_t$  la porosité accessible à l'eau sous vide  $N_w$  (le principe d'immersion est le même).

### 2.1.2. Absorption d'eau par capillarité

Le but de cet essai est de suivre la cinétique d'imbibition capillaire en termes de hauteur d'imbibition (hauteur de la frange capillaire en fonction du temps) et de degré de saturation (volume d'eau qui pénètre dans l'éprouvette en fonction du temps). Seule la cinétique de prise d'eau en masse fait l'objet d'une norme AFNOR (NF B 10 502, pierres calcaires - mesure de l'absorption d'eau par capillarité).

Les échantillons sont les mêmes que pour l'essai d'immersion totale (éprouvettes cylindriques,  $\varnothing=50\text{mm}$ ,  $L=100\text{mm}$ ). Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 7.6. Les éprouvettes, préalablement séchées, sont placées verticalement dans un bac en plexiglass et reposent sur une structure constituée de pointes métalliques dans le but d'assurer une bonne alimentation en eau par la base de l'échantillon. Un niveau d'eau constant d'environ 5mm par rapport à la base des échantillons est entretenu par un système régulateur. L'eau admise est préalablement désaérée. Le bac est recouvert pendant la totalité de l'essai pour conserver une atmosphère d'humidité relative proche de 100% autour des éprouvettes. Ceci est important si l'on veut éviter de superposer un mécanisme d'évaporation à celui de l'ascension capillaire.

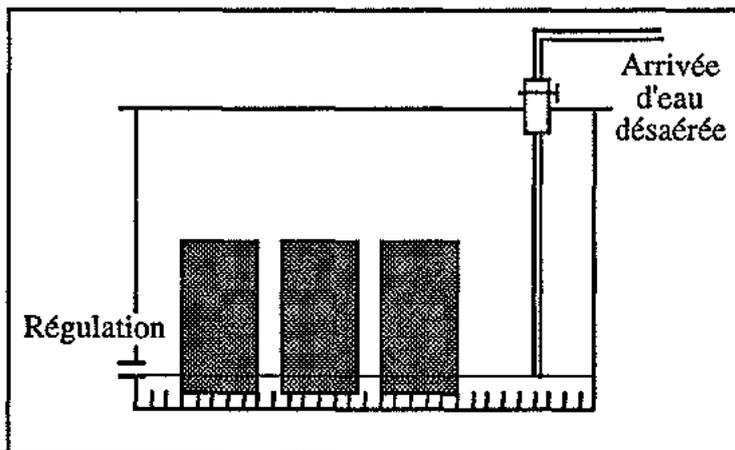


Fig. 7.6. Imbibition par ascension capillaire. Dispositif expérimental.

A intervalles croissants au cours de l'expérience, les éprouvettes sont pesées après essuyage de la base avec un chiffon humide et la hauteur de la frange capillaire est mesurée au pied à coulisse. Ces deux paramètres sont portés sur un graphique en fonction du temps ; les résultats se présentent sous forme de courbes  $H/\sqrt{t}$  (hauteur de la frange capillaire) et  $(\Delta W/S)/\sqrt{t}$  (prise d'eau par unité de surface en  $\text{g}/\text{cm}^2$ ).

## 2.2. RÉSULTATS - INTERPRÉTATIONS

### 2.2.1. Saturation par immersion totale

L'essai est réalisé sur au moins 10 éprouvettes par faciès. Les porosités accessibles à l'eau par immersion totale ( $N_{48h}$ ) et coefficients d'Hirschwald ( $S_{48h}$ ) (valeurs moyennes et domaines de variations) sont reportés dans le tableau 7.1. Les coefficients d'Hirschwald varient entre 50% (Euville) et pratiquement 100% (Dugny 2, Gudmont 2). La dispersion des valeurs de  $N_{48h}$  est du même ordre que pour les porosités accessibles à l'eau sous vide. Par contre, la variabilité de  $S_{48h}$  est très faible ; ce paramètre peut être considéré comme une constante pour un matériau donné.

Faciès	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
$N_w$ (%)	21,4	21,5	23	4,5	11,5	9,5	9,2	23,3	13,7	15,6
$N_{48h}$ (%)	13,2	12,2	15,2	3,6	11,2	9	7,5	22,3	7	9
DV	±1	±1,2	±0,8	±0,5	±1	±0,9	±0,9	±1	±0,8	±0,8
$S_{48h}$ (%)	63	57	66	80	97	95	82	96	52	58
DV	±1	±0,9	±1,1	±0,6	±1	±1	±0,8	±1,1	±1,1	±0,9
$N_l/N_{Hg}$ (%)	31,5	31	39,5	12,5	50	49	30	70	33	38
$N_l+N_p < 1/N_{Hg}$ (%)	64	62	66	89	96	99	90	99,5	59	60

Tab. 7.1. Porosités et coefficients d'Hirschwald ( $N_{48h}$  et  $S_{48h}$ ). Les domaines de variations (D.V) sont dans l'unité du paramètre concerné. Les valeurs des pourcentages de porosités libres au mercure et de porosités piégées d'accès inférieurs à  $1 \mu m$  sont rappelées pour comparaison.

#### 2.2.1.a. Influence du type de réseau poreux

Les différentes familles de matériaux définies par la porosimétrie au mercure (unimodaux, multimodaux) montrent un comportement différent vis-à-vis de l'imbibition totale. L'influence du réseau poreux apparaît sur la figure 7.7 qui fait ressortir deux types de relations entre  $N_{48h}$  et la porosité totale selon que l'on soit en présence de réseaux unimodaux ou bimodaux.

Les roches calcaires à réseaux poreux unimodaux ont toutes un coefficient de saturation élevé ( $S_{48h} \geq 80\%$ ). Cependant, celui-ci est compris entre 80 et 85% pour les réseaux poreux unimodaux étalés à forte porosité piégée au mercure (Gu1 et D1), alors qu'il est supérieur à 90% pour les réseaux poreux unimodaux stricts (D2, Gu2 et 3). Les roches à réseaux poreux bimodaux et à forte porosité piégée ont, au contraire, des coefficients d'Hirschwald plus faibles ( $S_{48h} < 70\%$ ).

La figure 7.8 représentant le coefficient d'Hirschwald en fonction du coefficient de dispersion de la courbe porosimétrique ( $C_d$ ) montre également l'influence du type de réseau sur l'imbibition.  $C_d$  quantifie l'étalement du spectre porosimétrique et le degré d'organisation du réseau poreux. L'augmentation de ce paramètre, résultant d'une plus grande complexité du réseau, induit une diminution du degré de saturation.

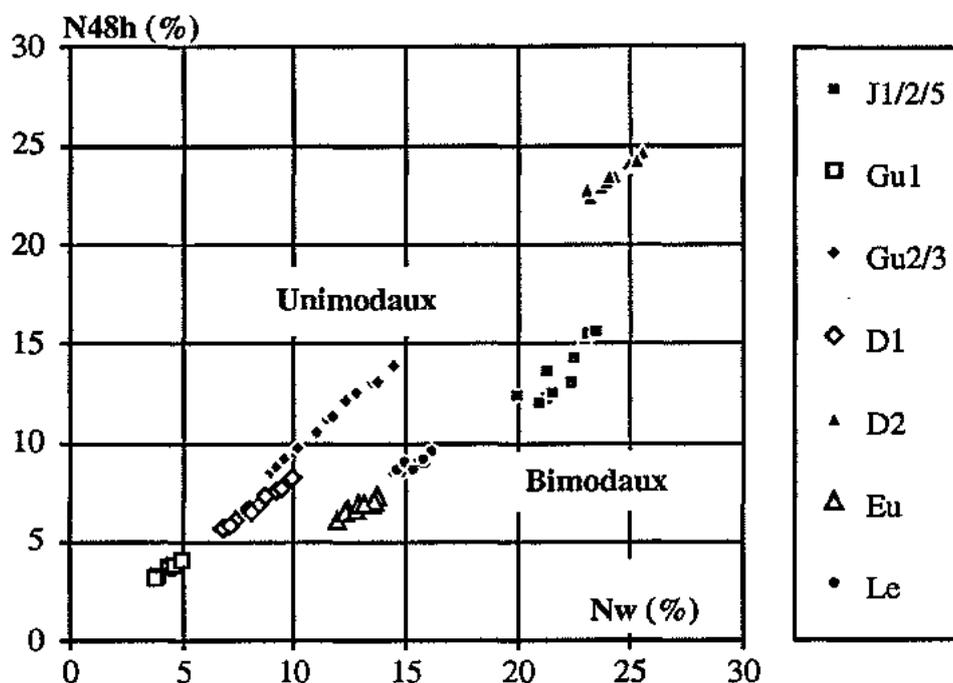


Fig. 7.7. Porosité accessible à l'eau par immersion totale  $N_{48h}$  en fonction de la porosité totale accessible à l'eau sous vide  $N_w$ .

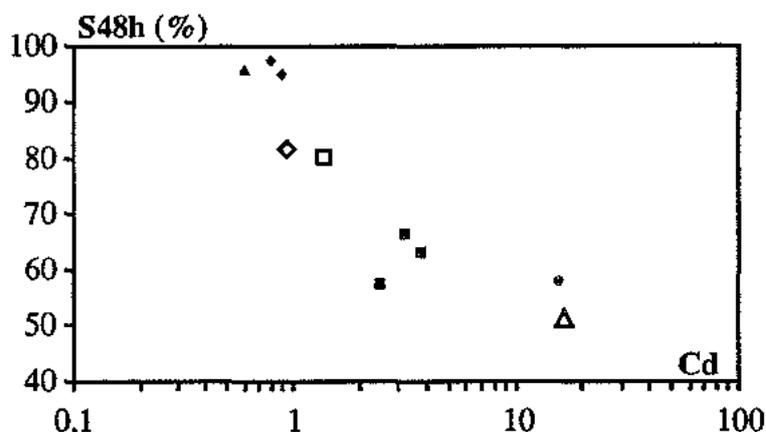


Fig. 7.8. Coefficient d'Hirschwald  $S_{48h}$  en fonction du coefficient de dispersion du spectre porosimétrique  $C_d$ . La légende des figurés est la même que pour la figure 7.7.

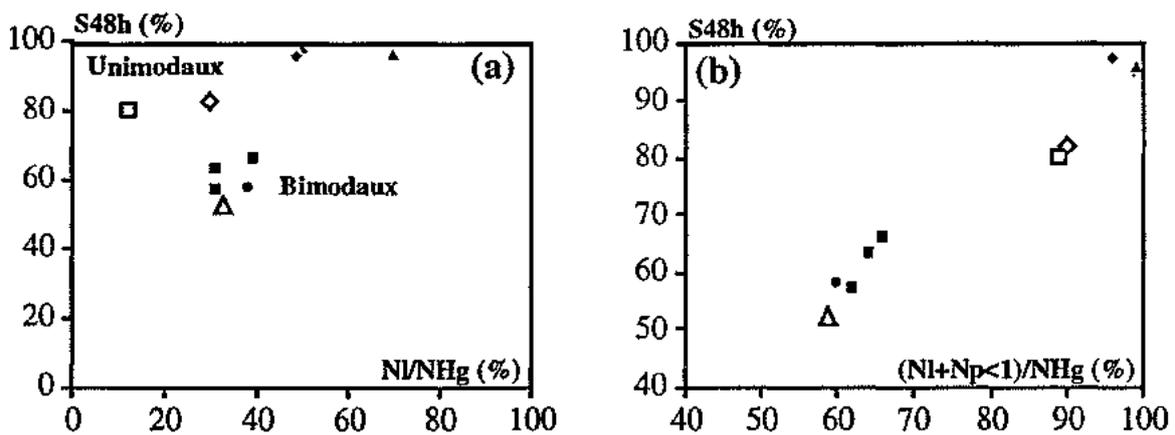
### 2.2.1.b. Détermination d'une porosité libre à l'eau

Le degré de saturation Hirschwald représente une saturation partielle du matériau ; une partie du réseau poreux piège un certain volume d'air.  $N_{48h}$  correspond donc à une porosité libre accessible à l'eau. Pour mettre en évidence la relation entre l'accessibilité à l'eau et au mercure ainsi que le rôle de la porosité piégée au mercure, deux graphiques sont présentés en parallèle (Fig. 7.9) :

- le premier (a) donne le coefficient de saturation ( $S_{48h}$ ) en fonction du pourcentage de porosité libre au mercure ( $N_l/N_{Hg}$ ). La relation entre ces deux paramètres n'est visiblement pas très bonne, bien qu'elle fasse ressortir la séparation entre unimodaux et bimodaux.

- le second (b) donne  $S_{48h}$  en fonction de la somme des pourcentages de porosités libre et piégée d'accès inférieur à  $1\mu m$  au mercure ( $(N_I+N_p<1) / N_{Hg}$ ).

Ce dernier graphique montre une relation plus nette entre les deux paramètres considérés malgré le petit nombre de points (nous n'avons représenté qu'un point  $(\overline{S_{48h}}, \overline{C_d})$  par faciès puisque les échantillons testés par les deux essais sont différents). Au cours de l'essai d'imbibition par immersion totale, seule la porosité piégée d'accès de grande dimension définie par la porosimétrie au mercure joue le rôle de piège pour les bulles d'air conformément au processus de piégeage par dérivation (cf Fig. 7.4, § 1.3.3) sans qu'il soit possible d'affirmer que cette "macroporosité" piégée au mercure soit le seul site de piégeage d'air. Le degré de saturation élevé des calcaires de Gudmont 1 et Dugny 1 (entre 80 et 85%) malgré une forte porosité piégée au mercure ( $N_p > 70\%$ ) s'explique ainsi par la faible dimension des accès de ce volume poreux piégé ( $(N_I+N_p<1) / N_{Hg} \approx 90\%$ ).



*Fig. 7.9. Coefficient d'Hirschwald en fonction du pourcentage de porosité libre au mercure (a) et du pourcentage de porosité libre augmentée du pourcentage de porosité piégée d'accès inférieur à  $1\mu m$  (b). La légende des figurés est la même que pour la figure 7.7.*

Plusieurs hypothèses permettent d'expliquer cette différence entre piégeage de mercure et piégeage d'air, ce dernier représentant un volume poreux plus réduit. Tout d'abord, les deux volumes piégés sont influencés par les relations rayons de pores / rayons d'accès mais ne résultent pas du même mécanisme. Le mercure reste piégé dans un macropore au cours de la phase de retrait quand la pression est trop faible pour lui permettre de franchir l'obstacle que représente un étranglement de faible rayon ( $P < P_{capillaire}$  de l'étranglement). Par contre, l'air reste piégé dans un macropore seulement si celui-ci présente une rugosité de surface importante ou est court-circuité par un capillaire plus fin. Les sites de piégeage d'air ne sont effectifs qu'à la fin de l'imbibition, alors que les sites de piégeage au mercure sont actifs dès l'initialisation du retrait et sont plus nombreux. De plus, les caractéristiques capillaires (tension de surface, angle de contact) des couples mercure/vapeur de mercure et air/eau sont différentes.

Bousquié (1979) explique la limitation du piégeage en air au volume piégée au mercure d'accès de grande dimension en faisant intervenir le film d'eau adsorbée sur la surface de pores. Après une immersion de 48h, la continuité de la phase liquide dans un macropore piégé d'air est rétablie par un film d'eau qui recouvre les parois. Ce film est constitué partiellement d'eau liée (5 à 6 couches monomoléculaires de quelques angströms d'épaisseur) et partiellement d'eau libre retenue dans les microinfractuosités de surface. Si ces structures sont de petites tailles, ce film liquide suffit à remplir une partie importante du volume piégé lors de l'injection de mercure. Par contre, dans les structures de grandes tailles, ce film occupe un très faible pourcentage du volume piégé.

Cette hypothèse repose implicitement sur le fait qu'un macropore, site de piégeage, a un rayon d'autant plus grand que son accès a un rayon élevé ce qui confirmerait l'existence de corrélations rayon de pore / rayon d'accès et l'influence de cette organisation du réseau sur le piégeage.

Pavone (1982) propose une hypothèse reposant sur le fait que le liquide ascendant est précédé, sur quelques portions de micromètres, de sa phase gazeuse. Dans ces conditions, les pores de faibles dimensions ne piègent plus de l'air mais le gaz correspondant au liquide ascendant ; celui-ci pouvant très vite absorber sa phase gazeuse, il comble ainsi cette porosité piégée.

L'immersion totale, poursuivie au delà de plusieurs semaines, ne montre pas d'évolution notable du degré de saturation. Ceci est lié à la cinétique très lente de la prise d'eau par dissolution des bulles d'air piégées et permet de considérer cet état de saturation comme un état d'équilibre.

*L'essai de prise d'eau par immersion totale permet d'obtenir un degré de saturation qui correspond à un état d'équilibre apparent. Les différentes familles de matériaux définies par la structure de leurs réseaux poreux (unimodale ou multimodale) réagissent différemment à cet essai. Les calcaires à réseaux poreux bimodaux et à forte porosité piégée au mercure présentent les degrés de saturation les plus faibles. Le degré d'arrangement des réseaux influence le piégeage d'air.*

*Lors de cette imbibition, l'eau envahit la porosité libre définie par la porosimétrie au mercure ainsi qu'une partie de la porosité piégée. Cette part est vraisemblablement constituée par les volumes piégés à accès les plus fins. La part de porosité piégée au mercure composée des macropores de grands rayons d'accès et de grandes dimensions effectives fonctionnent comme sites de piégeage d'air.*

### 2.2.2. Imbibition par capillarité

Cet essai a été réalisé sur 5 éprouvettes par faciès. Les résultats, sous forme de courbes de hauteur d'ascension capillaire et de prise d'eau en masse, sont présentés sur la figure 7.10. Les trois faciès du calcaire de Jaumont montraient des courbes similaires ; seules les courbes relatives au faciès J5 sont reportées sur la figure 7.10. Il en est de même pour les deux faciès oolithiques du calcaire de Gudmont ; seul Gu3 est donné en exemple.

#### 2.2.2.a. Migration de la frange capillaire

La courbe représentant la hauteur de migration de la frange capillaire (Fig. 7.10, carrés noirs) en fonction de la racine carrée du temps est sensiblement linéaire et de la forme  $H = B\sqrt{t}$  où B est le coefficient représentatif de la migration de la frange ( $\text{cm}/\text{mn}^{1/2}$ ), déterminé graphiquement par la pente de la droite.

L'immersion totale de la base de l'éprouvette sur quelques millimètres induit un départ de droite avec une pente plus élevée. Les droites sont limitées par la hauteur des éprouvettes sauf pour Gu1 et D1 où la frange capillaire n'a pas atteint le sommet après 5 jours d'essai.

Les valeurs du paramètre B (Tab. 7.II) sont comprises entre  $4.10^{-3}$  (Gudmont 1, la frange n'atteint pas le sommet) et  $0,7 \text{ cm}/\text{mn}^{1/2}$  (Dugny 2).

#### 2.2.2.b. Evolution de la prise d'eau en masse

Les courbes représentatives de la prise d'eau en masse par unité de surface ( $dW/S$ ) en fonction de la racine carrée du temps sont plus complexes (Fig. 7.10, carrés blancs). Conformément aux observations expérimentales de Bousquié (1979), Pavone (1982), Mertz (1989), ces courbes se divisent en deux phases :

- une partie plus ou moins linéaire, en début d'expérience, de la forme  $dW/S = A\sqrt{t}$  où A est le coefficient représentatif de la prise d'eau en masse ( $\text{g}/\text{cm}^2 \text{ mn}^{1/2}$ ). Ce paramètre est déterminé par la pente de la droite. Cette partie correspond à l'envahissement par l'eau du réseau interconnecté. Les valeurs de A oscillent entre  $2,5.10^{-3}$  pour Gudmont 1 et  $0,15 \text{ g}/\text{cm} \text{ mn}^{1/2}$  pour Dugny 2 (Tab. 7.II).

- Après une rupture de pente plus ou moins progressive, l'évolution se poursuit par une seconde courbe subrectiligne de pente faible. Cette faible cinétique de saturation correspond au lent remplissage du réseau mal connecté par dissolution des bulles d'air dans l'eau. Les degrés de saturation obtenus en fin d'essai sont reportés dans le tableau 7.II.

La jonction entre la droite de pente A et la partie subhorizontale coïncide avec l'arrivée de la frange capillaire au sommet des éprouvettes. Dans le cas où la frange n'atteint pas le sommet (Gudmont 1, Dugny 1), le palier n'apparaît pas sur la courbe.

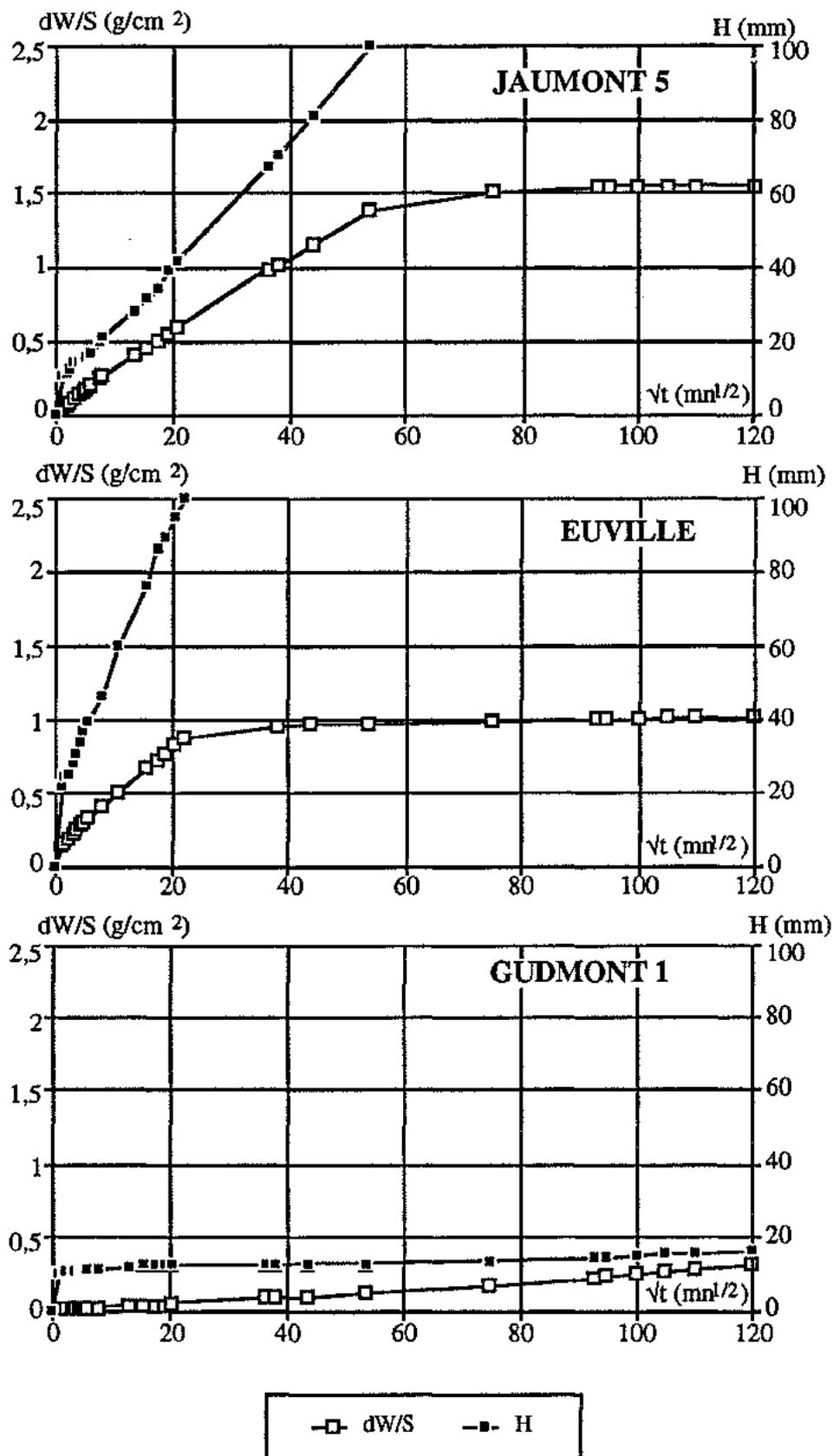


Fig. 7.10. Cinétique d'imbibition capillaire.  
 Prise d'eau par unité de surface ( $dW/S = A\sqrt{t}$ ).  
 Hauteur de la frange capillaire ( $H = B\sqrt{t}$ ).

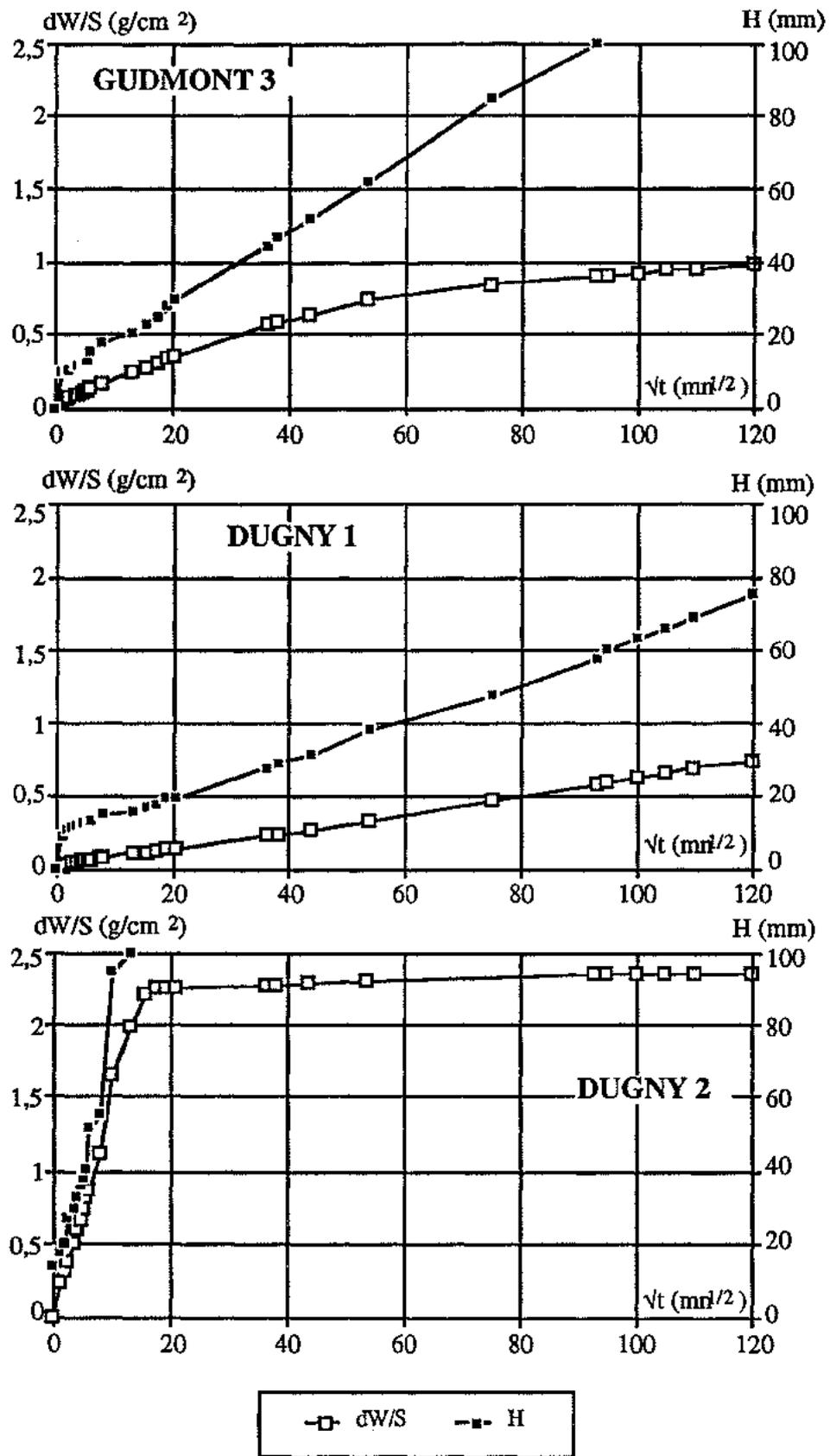


Fig. 7.10. Suite.

Facès	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
A g/cm <sup>2</sup> mn <sup>1/2</sup>	0,025	0,029	0,026	0,0025	0,017	0,015	0,006	0,144	0,035	0,033
B cm/mn <sup>1/2</sup>	0,16	0,175	0,17	0,0045	0,11	0,1	0,053	0,7	0,38	0,35
S <sub>cap</sub> (%)	63,5	59	67	58,5	97,5	94	67	98	54	59

*Tab. 7.II. Paramètres déterminés sur les courbes d'imbibition par capillarité :*

*A, coefficient représentatif de la prise d'eau en masse,*

*B, coefficient représentatif de la hauteur d'ascension,*

*S<sub>cap</sub>, degré de saturation obtenu en fin d'essai.*

### 2.2.2.c. Influence du type de réseau poreux sur l'allure des courbes d'absorption capillaire

L'interprétation classique des essais d'absorption capillaire dégage deux pôles de comportement qui sont fonction de la structure du réseau poreux des matériaux (Fig. 7.11, Mertz, 1989) :

- les matériaux à réseaux poreux unimodaux (Fig. 7.11a): la droite rectiligne de pente A résulte de la saturation de la famille de pores prédominante, bien interconnectée et uniformément répartie sur le réseau. La jonction entre cette droite et la phase subhorizontale se traduit par une rupture de pente très nette et coïncide avec l'arrivée de la frange capillaire au sommet de l'éprouvette (droite de pente B). Le degré de saturation correspondant est sensiblement égal au degré de saturation Hirschwald, S<sub>48h</sub>.

- Les matériaux à réseaux poreux multimodaux (Fig. 7.11b) : la cinétique d'imbibition est plus complexe ; la première partie de la courbe est composée de plusieurs segments de droites de pentes A<sub>i</sub> décroissantes. Cette cinétique témoigne de l'imbibition de plusieurs familles de pores de dimensions différentes (R<sub>1</sub> et R<sub>2</sub> sur la figure), chaque segment correspondant à la saturation d'une famille de pores. Ainsi, la multiplication du nombre de ruptures de pentes souligne l'hétérogénéité croissante du réseau poreux interconnecté. La jonction avec la deuxième partie de la courbe (palier) coïncide également dans ce cas avec le degré de saturation Hirschwald.

Les matériaux très peu poreux, à réseaux mal connectés et à structure hétérogène forment un cas particulier (Fig. 7.11c); la cinétique d'imbibition n'atteint pas le sommet de l'éprouvette et le degré de saturation en fin d'essai est limité.

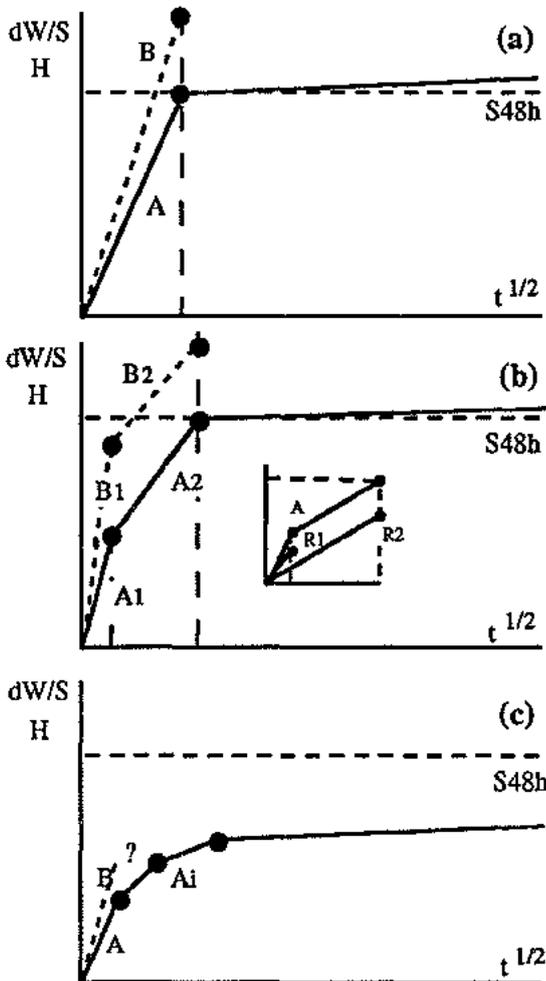


Fig. 7.11. Les types de réseaux poreux et leurs comportements au cours d'une absorption capillaire (d'après Mertz, 1989).

- (a) réseaux unimodaux,

- (b), réseaux bimodaux (détail : cinétiques de saturation variées des différentes familles de pores à l'origine des pentes multiples  $A_i$ ),

- (c) réseaux hétérogènes.

Afin de replacer les roches calcaires étudiées par rapport aux interprétations classiques et de comparer avec le degré de saturation Hirschwald, nous avons tracé l'évolution du degré de saturation obtenu par capillarité avec la racine carrée du temps (Fig. 7.12).

Tout d'abord, l'arrivée de la frange capillaire au sommet des éprouvettes coïncide avec la jonction entre la droite de pente A et le palier dans la plupart des cas sauf évidemment pour les calcaires de Gudmont 1 et de Dugny 1 où la cinétique d'imbibition est très lente et n'atteint pas la totalité de l'éprouvette. Ces deux matériaux rentrent dans le cas particulier des roches peu poreuses où l'imbibition capillaire est limitée. Un début de palier se dessine en fin d'essai ; le degré de saturation est nettement inférieur à  $S_{48h}$ . Cette cinétique très lente est certainement influencée, dans ce cas, par la taille très faible des accès (cf. porosimétrie au mercure).

Les calcaires à réseaux poreux bimodaux (Euville, Jaumont) ne présentent pas de pentes multiples comme on pourrait s'y attendre. Comme pour la saturation par immersion totale, seule la famille de plus faible rayon d'accès (porosité libre et porosité piégée de faible rayon d'accès) participe à l'imbibition capillaire. Le volume poreux piégé de grand rayon d'accès défini par la porosimétrie au mercure reste piégé d'air. Ces matériaux se comportent comme des matériaux à réseaux poreux unimodaux vis à vis de l'imbibition (une seule famille de pores y participe). La saturation atteinte à la fin de l'essai est égale à la saturation Hirschwald. Dans le cas du calcaire d'Euville, cette saturation est atteinte après seulement 7 à 8 heures du fait d'une cinétique d'imbibition rapide (B élevé).

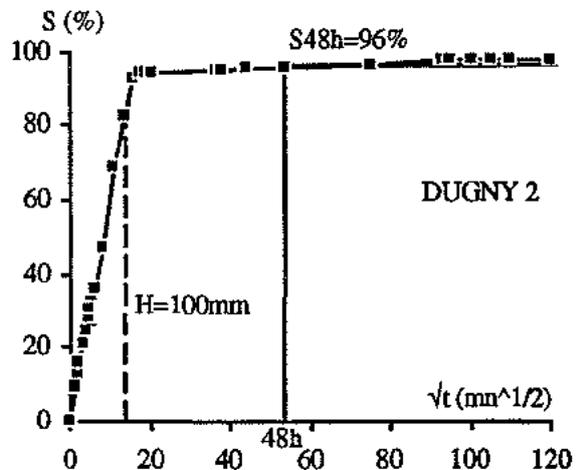
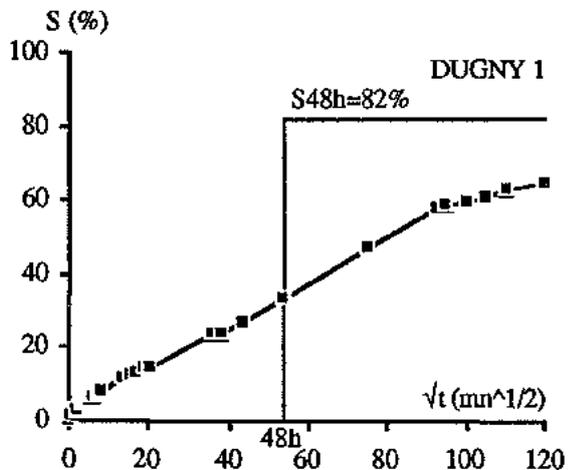
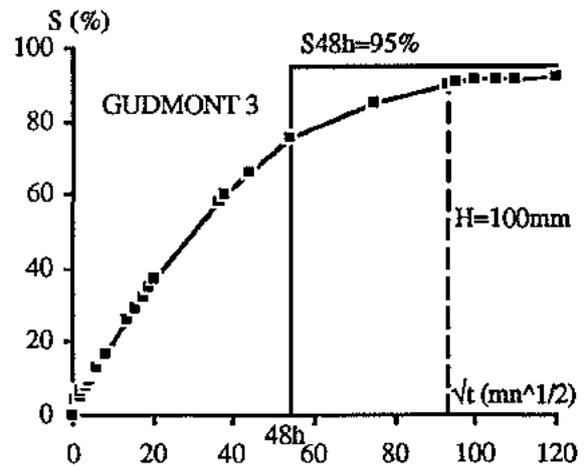
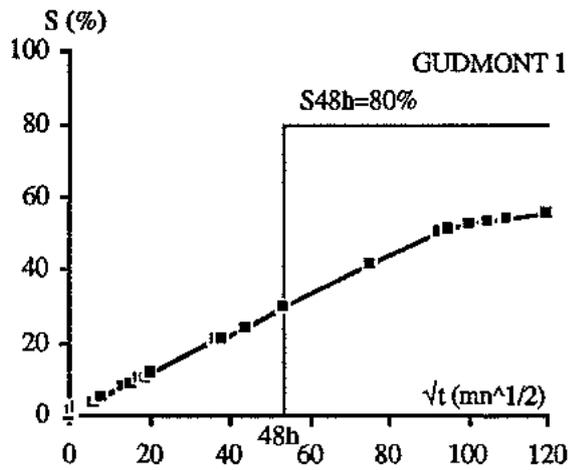
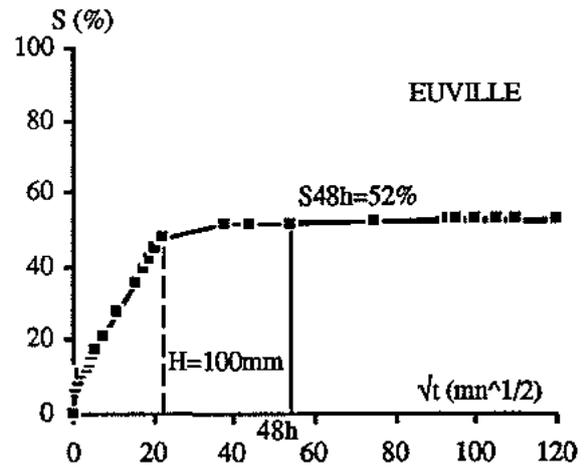
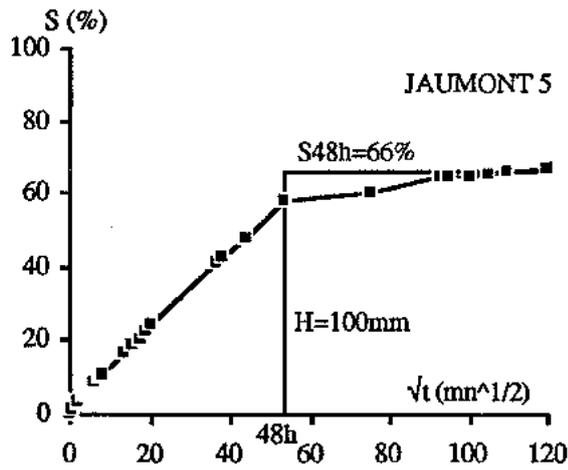


Fig. 7.12. Degré de saturation de l'éprouvette en fonction du temps. Le degré de saturation Hirschwald (S48h, trait plein) et l'instant où la fringe capillaire atteint le sommet de l'éprouvette (H=100mm, trait pointillé) sont reportés sur le graphique.

Le calcaire de Dugny à texture crayeuse (D2) à réseau poreux unimodal strict présente une première partie linéaire très nette et de pente élevée. La jonction avec le palier horizontal coïncide exactement avec l'arrivée de la frange capillaire au sommet de l'éprouvette. La saturation obtenue est importante et est égale à la saturation Hirschwald. De la même façon que pour le calcaire d'Euville, cette saturation est atteinte dès les premières heures de l'essai.

Le calcaire de Gudmont à faciès oolithique (Gudmont 2 et 3) ne présente pas de première partie linéaire nette bien qu'il ait un spectre porosimétrique très resserré autour d'une seule famille d'accès. Comme nous l'avons vu précédemment (cf. porosimétrie au mercure), ce matériau renferme en fait différents types de pores (matrice micritique, oolithes) mais leur distribution aléatoire sur le réseau conduit à une injection de mercure commandée par un seul accès (le plus fin) et donc à un spectre unimodal. La participation à l'imbibition capillaire de l'ensemble du réseau poreux connecté, constitué de ces différents types de pores, pourrait être la cause de la non linéarité de la courbe et de la forte saturation atteinte en fin d'essai ( $S_{cap} = S_{48h} = 95\%$ ).

Afin de mieux cerner le problème des saturations sélectives et successives de plusieurs familles de pores potentiellement présentes sur le réseau, nous avons calculé le degré de saturation du volume de matériau compris entre la base de l'éprouvette et la cote de la frange capillaire :

$$S_{sf_i} = \frac{N_{sf_i}}{N_w} \cdot 100 \quad \text{avec} \quad N_{sf_i} = \frac{dW_i}{S H_i} \quad (7.25)$$

$dW_i$  et  $H_i$ , prise d'eau en masse et hauteur de la frange capillaire à l'instant  $i$ ,

$S$ , section de l'éprouvette,

$S H_i$  et  $N_{sf_i}$ , volume de matériau et porosité remplie sous la frange capillaire,

$N_w$ , porosité accessible à l'eau sous vide.

Ce degré de saturation est reporté sur la figure 7.13 en fonction de la racine carrée du temps. La validité de ce calcul nécessite deux conditions :

- représentativité de la porosité totale sur toute la longueur de l'éprouvette,
- la frange capillaire forme une surface qui coupe l'éprouvette selon un plan horizontal ; le volume imbibé est considéré à tout instant comme un cylindre parfait.

La hauteur minimale de migration de la frange capillaire (premier point de mesure) est comprise entre 10 et 15mm pour tout les faciès. Le volume concerné est supérieur au volume de matériau soumis à l'essai de porosimétrie au mercure. La bonne concordance entre la porosité issue de cet essai et la porosité accessible à l'eau sous vide montre bien que l'on se situe au dessus du volume élémentaire représentatif. Néanmoins, la présence d'un litage plus ou moins marqué sur certains faciès (Jaumont, Gudmont 2 et 3) peut engendrer quelques variations dans les résultats.

La seconde hypothèse est plus discutable. En effet, les phénomènes d'évaporation à la surface externe des échantillons (l'atmosphère extérieure peut présenter une humidité relative légèrement inférieure à 100%), ajoutés à des pressions capillaires, moteur de l'ascension capillaire, plus importantes au coeur du matériau, amèneraient plutôt à privilégier une forme convexe pour la frange d'eau. Cette forme convexe de la frange capillaire a été observée par Fischer (1993) au cours de l'imbibition par capillarité de produits siliconés dans des calcaires et des grès.

Nous avons tout de même, pour simplifier la détermination du degré de saturation sous la frange capillaire, adopté une forme plane pour cette frange capillaire. Nous tiendrons compte de cette approximation pour l'interprétation des résultats.

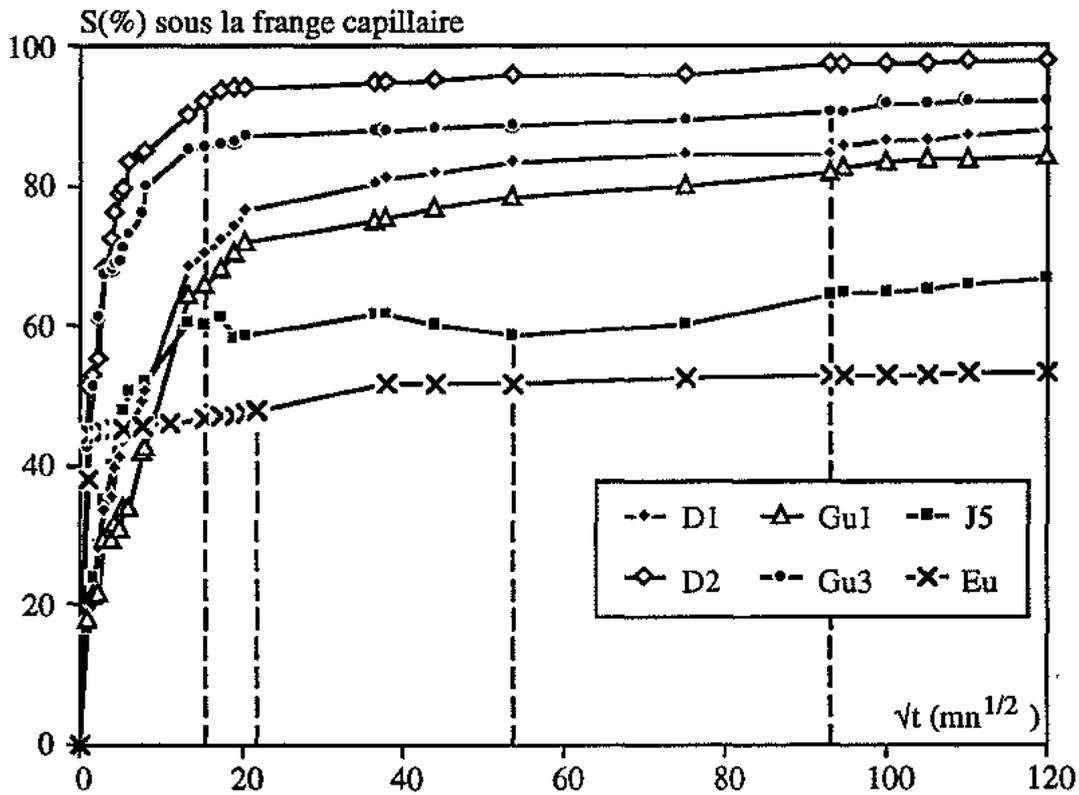


Fig. 7.13. Evolution de la saturation sous la frange capillaire lors de l'imbibition par ascension capillaire. Les traits pointillés marquent l'arrivée de la frange capillaire au sommet de l'éprouvette.

Il apparaît sur cette figure que le degré de saturation sous la frange capillaire atteint un palier dès le début de l'essai (entre 1h pour le calcaire d'Euville et 7h pour les calcaires de Gudmont 1 et de Dugny 1 à cinétique d'imbibition très lente), bien avant que la frange capillaire n'atteignent le sommet de l'éprouvette. Ce degré de saturation est sensiblement égal à celui obtenu en fin d'essai ( $S_{cap}$ ). Ce résultat concorde avec des cinétiques d'imbibition et des prises d'eau en masse (soit en  $dW/S$ , soit en  $S_{cap}$ ) linéaires.

Dans ce cas, comme nous l'avons vu précédemment, une seule famille de pores formant un réseau interconnecté participe à l'imbibition. Le pourcentage relatif de cette famille étant toujours le même dans le volume imbibé (homogénéité de la porosité totale et de ces différentes composantes le long de l'éprouvette), le degré de saturation sous la frange capillaire est sensiblement constant.

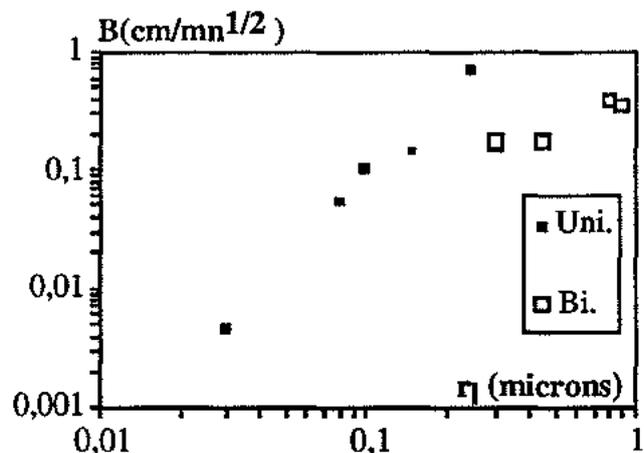
Par contre, l'interprétation du résultat de la figure 7.13 pour un matériau où la cinétique d'imbibition résulte de l'invasion différentielle de plusieurs familles de pores interconnectés est plus délicate. Le calcaire de Gudmont à faciès oolithique (Gu2 et 3) montre ce type de comportement contradictoire : la non linéarité de la courbe  $(dW/S)/\sqrt{t}$ , couplé à une évolution linéaire de la hauteur

de la frange d'eau devrait conduire à un degré de saturation sous la frange capillaire non constant en fonction du temps du fait de cinétiques d'imbibition multiples. Or,  $S_{sf}$  présente un palier assez net. L'hypothèse d'une convexité de la forme de la frange peut être une des causes de ce résultat contradictoire. Ce comportement peut s'expliquer également par la prise en compte d'une redistribution de l'eau après passage du front d'imbibition microscopique dans chaque capillaire (Daïan, 1986). On peut ainsi positionner la frange capillaire observée macroscopiquement au niveau de cette zone de redistribution, sous le front d'imbibition microscopique des chemins capillaires où le flux est le plus rapide (chemins de percolation). Ceci est confirmé par une remarque expérimentale : des zones humides apparaissent sur la surface sommitale de l'éprouvette avant l'arrivée de la frange capillaire. La redistribution de l'eau au niveau de la frange capillaire provoque l'invasion de l'ensemble du réseau connecté d'accès inférieur au chemin principal et conduit à un degré de saturation  $S_{sf}$  pratiquement constant et sensiblement égal à  $S_{cap}$ . Au début de l'essai, les chemins capillaires principaux se saturent très vite mais l'imbibition plus lente du volume poreux connecté situé sous la zone de redistribution (frange capillaire) ralentit la cinétique de prise d'eau et se traduit par une évolution asymptotique de  $(dW/S)/\sqrt{t}$  (et de  $S_{cap}/\sqrt{t}$ ).

#### 2.2.2.d. Influence des caractéristiques du réseau poreux sur les paramètres issus de l'imbibition capillaire

L'équation de Washburn (éq. 7.13, § 1.3.2.a) montre une influence directe du rayon du capillaire sur le coefficient B, pente de la droite de hauteur de frange d'eau. La prise d'eau par capillarité est commandée par le réseau connecté, représenté par le volume poreux libre. La relation entre le rayon d'accès à ce volume poreux et le coefficient B (fig. 7.14) confirme cette influence mais si cette relation est nette pour les calcaires à réseaux poreux unimodaux (du fait de la présence d'un seul rayon d'accès principal sur le réseau total et sur le réseau connecté), elle est plus diffuse pour les calcaires à réseaux poreux bimodaux. Dans ce dernier cas, l'ensemble du réseau non piégé d'air se sature par l'intermédiaire du réseau connecté principal ; cette redistribution a lieu derrière la frange capillaire et ralentit la cinétique d'imbibition (B plus faible).

Fig. 7.14. Relation entre le coefficient B (hauteur de la frange d'eau) et le rayon d'accès à la porosité libre  $r_l$  (uni : calcaires à réseaux poreux unimodaux, bi : calcaires à réseaux poreux bimodaux).



Le coefficient A, caractéristique de la prise d'eau en masse, ne fournissant aucune relation notable avec la porosité totale, nous avons déterminé des coefficients théoriques  $Ac_1$  et  $Ac_2$  à partir de B (Bousquié, 1979) :

-  $Ac_1$ , en supposant que seule la porosité libre,  $N_l$ , est remplie en dessous de la frange capillaire,

$$Ac_1 = B \cdot \rho_w \cdot N_l, \quad (\rho_w : \text{masse volumique de l'eau, } \rho_w = 1), \quad (7.26)$$

-  $Ac_2$ , en supposant que la porosité libre et la porosité piégée de plus faible accès est remplie en dessous de la frange. Nous avons choisi arbitrairement d'utiliser la valeur  $N_p < 1\mu\text{m}$  pour quantifier la porosité piégée d'accès fins,

$$Ac_2 = B \cdot \rho_w \cdot (N_l + N_{p<1}). \quad (7.27)$$

Ces deux pentes théoriques sont comparées à la pente mesurée sur la figure 7.15. Bien que variant dans le même sens,  $Ac_1$  et  $Ac_2$  sont dans l'ensemble assez nettement différents de A, contrairement aux observations de Bousquié (1979), et lui sont toujours supérieures sauf dans un cas qui correspond au calcaire de Gudmont 1 très peu poreux et à pores fins. Ce faciès est également le seul à montrer une différence notable entre  $Ac_1$  et  $Ac_2$  ; sa porosité piégée d'accès inférieure à  $1\mu\text{m}$  représente un volume important par rapport aux autres faciès.

Le fait que ces deux coefficients soient supérieurs à A impliquerait que la fraction de volume poreux utilisée pour le calcul de ces paramètres est trop élevée. En fait, A correspond à la partie linéaire de la courbe de prise d'eau en masse et seule une partie du réseau connecté, qui peut constituer le volume participant à la constitution d'un chemin de percolation, semble intervenir pendant cette phase linéaire, la partie restante ne se saturant que pendant la phase terminale de l'absorption capillaire.

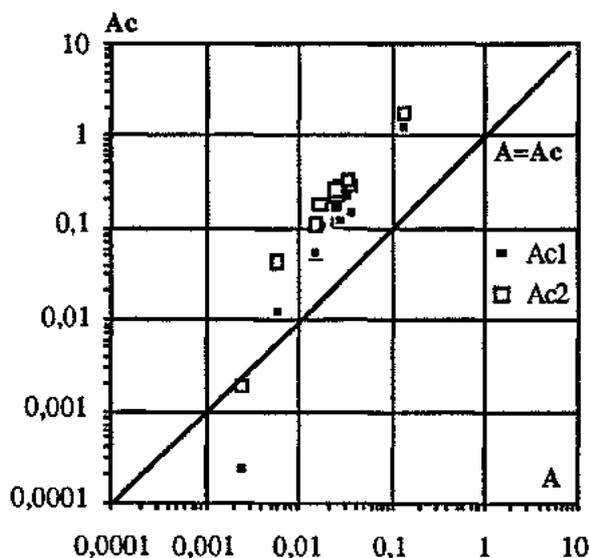


Fig. 7.15. Coefficient caractéristique de la prise d'eau en masse mesuré A et coefficients théoriques  $Ac_1$  et  $Ac_2$  calculés à partir de B en tenant compte respectivement de l'invasion de la porosité libre seule et de la porosité libre augmentée de la porosité piégée d'accès fins.

*L'essai d'imbibition par capillarité fournit des courbes de hauteur d'ascension et de prise d'eau en masse en fonction du temps.*

*Pour la plupart des matériaux (calcaires à réseaux poreux unimodaux ou bimodaux), l'imbibition concerne dans un premier temps une partie du réseau connecté assimilé au réseau connecté principal (appartenant à la porosité libre au mercure). La linéarité de la première partie de la courbe de prise d'eau en masse est liée à ce phénomène.*

*La frange d'eau visible sur l'échantillon reflète non pas l'imbibition du réseau principal mais la zone de redistribution de l'eau du réseau principal vers les réseaux connectés secondaires. Le degré de saturation sous la frange est constant. Si les réseaux secondaires représentent un volume non négligeable, la courbe de prise d'eau perd son caractère linéaire et prend une forme asymptotique.*

*Les courbes se poursuivent ensuite par des paliers subhorizontaux qui caractérisent une seconde phase d'imbibition à cinétique très lente (dissolution gazeuse).*

*Le degré de saturation atteint en fin d'essai est du même ordre que le degré de saturation Hirschwald sauf dans le cas des roches peu poreuses où l'imbibition capillaire est limitée.*

*Les sites de piégeage d'air sont représentés, comme pour l'imbibition par immersion totale, par la porosité piégée au mercure de grand rayon d'accès.*

### 2.3. CONCLUSION

Les conditions de saturation d'un matériau poreux calcaire sont fortement influencées par la géométrie et la structure de son réseau poreux.

Les réseaux complexes, à spectres de porosité au mercure multimodaux, présentent des degrés de saturation par immersion totale inférieurs à 80%, ceux-ci étant d'autant plus faibles que la complexité du réseau est importante. Le volume piégé d'air, complément du volume saturé à la porosité totale, est vraisemblablement constitué par la porosité piégée au mercure d'accès de grandes dimensions. Par contre, les calcaires à réseaux poreux unimodaux stricts ont un degré de saturation élevé (de l'ordre de 95%) confirmant ainsi la prépondérance de leur volume poreux libre mesuré par l'injection de mercure.

Cette distinction est moins évidente en ce qui concerne l'imbibition par capillarité. En effet, dans les deux cas, une partie du réseau connecté se sature dans un premier temps, induisant une première partie linéaire de la courbe de prise d'eau en masse. L'importance relative de ce réseau connecté, ainsi que ces dimensions, conduisent à des cinétiques d'imbibition plus ou moins rapides.

La saturation de la zone imbibée semble être constante au cours de l'imbibition et du même ordre que la saturation atteinte à la fin de l'essai. Celle-ci est comparable à la saturation obtenue par immersion totale sauf dans le cas des calcaires à réseaux poreux de faibles volumes et de faibles dimensions à cinétique très lente.

A la lumière de ces résultats, les différentes étapes de la cinétique de saturation peuvent être résumées ainsi :

- saturation, dans un premier temps, du réseau connecté vraisemblablement d'accès le plus grand (Washburn), déterminant un chemin de percolation dans le matériau. Cette phase est d'autant plus rapide et performante que le nombre de chemins disponibles est important (immersion totale).
- redistribution en amont de la frange d'imbibition et saturation du réseau connecté restant (réseau d'accès fins).
- piégeage d'air dans les pores larges à étranglements fins ; le volume piégé mesuré par le mercure, bien que supérieur, fournit une bonne image du phénomène.

Ce schéma n'est applicable que si l'apport d'eau est continu. Dans le cas d'une saturation limitée, le réseau connecté sert toujours de canal d'écoulement mais l'état d'équilibre atteint résulte d'une redistribution de l'eau et peut prendre les formes définies par Daïan (1986) :

- saturation très faible : l'eau est sous forme adsorbée, son volume relatif dépend de la surface spécifique du réseau. Cet état constitue la teneur en eau naturelle minimum d'un matériau, il est toujours présent dans les roches sous conditions atmosphériques normales.

- l'eau capillaire pénètre par le réseau connecté puis est drainée vers les pores les plus fins qui piègent l'eau libre en îlots isolés. Cet état d'équilibre est intermédiaire entre un piégeage d'eau adsorbée et une eau libre en film continu ; il correspond vraisemblablement à une plage de saturation faible.

- l'eau capillaire occupe le réseau connecté et forme des films continus. On rejoint le type de cinétique défini expérimentalement et le schéma précédent peut être appliqué.

---

**PROPRIETES DE TRANSPORT  
EN MILIEU POREUX**

Le transport en milieu poreux est caractérisé par une grandeur globale, la perméabilité, qui définit l'aptitude d'un milieu poreux à laisser circuler les fluides. La perméabilité intègre les différents aspects de la géométrie du milieu poreux et constitue la résultante d'un ensemble de paramètres intrinsèques aux milieux (rayons de pores, tortuosité, connexions du réseau) et aux fluides transportés (viscosité).

**1. DEFINITIONS - GENERALITES****1.1. LOI DE DARCY**

La perméabilité  $k$ , ou conductivité hydraulique, a été définie par Darcy, à partir de l'étude de la percolation d'eau à travers un filtre, comme étant le coefficient de proportionnalité entre le débit par unité de surface et la différence de charge entre les deux faces du système considéré. Cette loi a été généralisée à tous les fluides en tenant compte de la notion de viscosité et s'écrit :

$$\mathbf{q} = -\frac{k}{\eta} \cdot (\text{grad}p - \rho \mathbf{g}) , \quad (8.1)$$

où  $\mathbf{q}$  est le vecteur débit volumique par unité de surface,  $(\text{grad}p)$ , le gradient de pression fluide dans le milieu,  $\mathbf{g}$ , le vecteur accélération de la pesanteur,  $\eta$ , la viscosité du fluide,  $\rho$ , sa masse volumique, et  $k$ , la perméabilité du milieu.

$k$  est homogène à une surface et s'exprime en  $\text{m}^2$  (S.I.). Cette unité est généralement difficilement applicable pour décrire le transport de fluides dans un matériau naturel et l'unité pratique utilisée est le Darcy (D) ou le millidarcy (mD) ( $1\text{D} = 10^{-12} \text{m}^2$ ,  $1\text{mD} = 10^{-15} \text{m}^2$ ).

## 1.2. VALIDITÉ DE LA LOI DE DARCY

Le débit d'un gaz sous faible pression est modifié par un effet de glissement sur les parois des pores. Lorsque la distance entre les parois est du même ordre de grandeur que la longueur  $l_m$ , libre parcours moyen des molécules de gaz, la condition de vitesse nulle à l'interface fluide / matrice n'est plus vérifiée et un glissement moléculaire apparaît sur les parois. Pour une mesure au gaz à faible débit dans un milieu poreux, la perméabilité apparente déduite de la loi de Darcy est supérieure à celle d'un liquide dans les mêmes conditions (le phénomène de glissement moléculaire n'existe pas pour les liquides). Cet effet est connu sous le nom d'effet Klinkenberg. La loi du même nom définit la relation entre la perméabilité apparente et la pression moyenne  $p$  du gaz :

$$k_{app.} = k \cdot \left(1 + \frac{\alpha}{p}\right), \quad (8.2)$$

$k$  est la perméabilité vraie du milieu,  $\alpha$  est la "constante" de Klinkenberg, qui dépend des caractéristiques du milieu poreux.

## 1.3. FACTEUR D'ÉCHELLE

La notion de perméabilité est liée au volume de matériau considéré. Le débit de fluide dans un massif rocheux est principalement déterminé par les discontinuités à grande échelle de ce massif (réseau de fractures ouvertes, par exemple) qui favorisent la circulation du fluide et masquent l'effet du réseau de vides intrinsèques au matériau.

Par contre, les mesures au laboratoire permettent de déterminer la perméabilité intrinsèque du matériau, ou perméabilité matricielle. Celle-ci dépend de la nature du matériau et de sa porosité. On peut définir deux échelles de perméabilité matricielle selon que l'on soit en présence de microfissures ou de vides de type capillaires ou interconnexions.

La perméabilité résultant d'un réseau microfissural peut être 100 fois plus importante qu'une perméabilité relative aux pores proprement dit (Zinszner et Meynot, 1982). Par contre, la perméabilité liée aux capillaires voit son influence relative augmenter si le matériau est sous pression du fait d'une résistance à la fermeture plus forte (Bérnabé, 1991).

## 2. MESURE DE LA PERMEABILITE AU GAZ

### 2.1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

#### 2.1.1. Principe

L'essai consiste à mettre en contact l'une des faces d'une éprouvette de roche avec un gaz sous une pression connue et constante, et à mesurer le débit du fluide à la sortie de l'échantillon, les autres faces étant étanchéifiées par une pression de confinement.

#### 2.1.2. Echantillons

Les échantillons sont des éprouvettes cylindriques du même type que celle utilisées précédemment ( $\varnothing$  : 50mm, L : 100mm), rectifiées de façon à assurer le parallélisme des faces. Les échantillons sont carottés perpendiculairement à la stratification apparente du matériau si celle-ci existe. Quelques éprouvettes sont carottées parallèlement à ce plan afin de vérifier l'effet d'anisotropie sur la perméabilité.

#### 2.1.3. Appareillage

L'appareillage utilisé est un perméamètre haute-pression à charge constante de type I.F.P. schématisé sur la figure 8.1. Il est composé d'une cellule métallique type Hassler dans laquelle est bloqué l'échantillon contenu dans un manchon en caoutchouc. Deux têtes en acier inox permettent d'injecter et de recueillir les fluides ; l'étanchéité au niveau des têtes est assurée par une pression de confinement ( $P_h$ ) supérieure à la pression d'injection. Un débitmètre à bille permet de mesurer des débits de 3500 l/h à 1 l/h. Les débits plus faibles sont déterminés à l'aide d'un débitmètre à bulles de savon. Le fluide injecté est de l'azote C à teneur en eau inférieure à 3 ppm ; la pression d'étanchéité est assurée par de l'azote R.

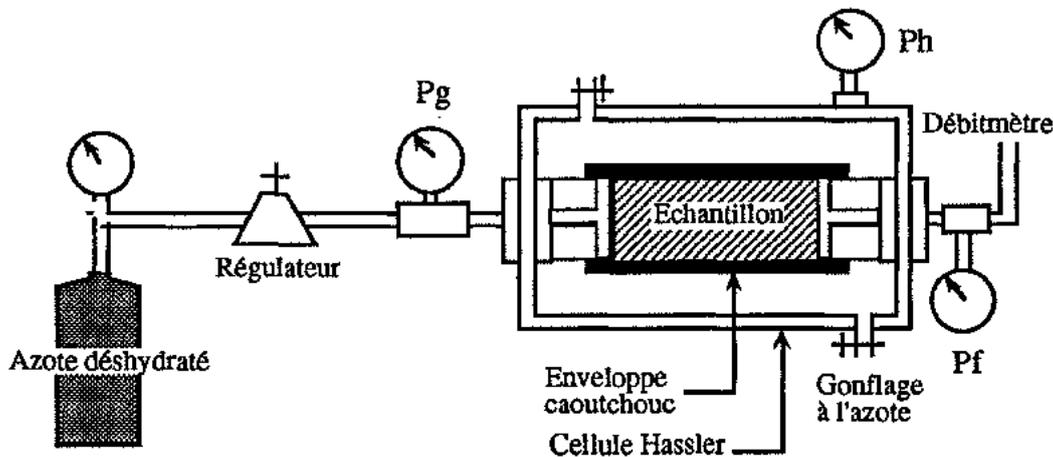


Fig. 8.1. Dispositif expérimental de mesure de la perméabilité.  
Perméamètre à charge constante à l'azote.

#### 2.1.4. Calcul de la perméabilité

En première approximation, on peut calculer la perméabilité en appliquant la loi de Darcy, le débit  $Q$  étant mesuré à la pression atmosphérique  $P_a$  :

$$k = \frac{2 \eta Q L P_a 10^{-12}}{(P_G^2 - P_F^2) S} \quad (8.3)$$

avec  $k$  : perméabilité intrinsèque ( $\text{cm}^2$ ),  $\eta$  : viscosité dynamique de l'azote ( $\text{Po}$ ),  
 $Q$  : débit de sortie ( $\text{cm}^3$ ),  $L$  : longueur de l'échantillon ( $\text{cm}$ ),  
 $P_a$  : pression atmosphérique ( $\text{bar}$ ),  $P_G$  : pression absolue aval ( $\text{bar}$ ),  
 $P_F$  : pression absolue amont ( $\text{bar}$ ),  $S$  : surface de l'échantillon ( $\text{cm}^2$ ).

Le résultat du calcul n'est pas strictement conforme à la réalité. Une loi d'écoulement (Monicard, 1965) peut être déterminée en assimilant le milieu poreux à un faisceau de tubes capillaires et en exprimant la perte de charge dans un canal poreux :

$$dp = \frac{\eta Q_m dr}{S k \rho} \left[ 1 + \frac{\alpha Q_m}{S} \right], \quad (8.4)$$

$Q_m$  est le débit massique,

$\rho = bp$ , la masse spécifique du gaz dans la tranche où la pression est  $p$ ,  $b$  est une constante pour un gaz donné.

$\alpha$  est un paramètre de forme qui dépend des élargissements, étranglements et longueurs des tubes capillaires, ainsi que de la porosité.

En intégrant l'expression (8.4) sur une longueur de 0 à  $l$  en écoulement parallèle, on obtient une loi de la forme :

$$\frac{P_G^2 - P_F^2}{Q_m} = \frac{1}{A} + \frac{B}{A} Q_m \quad (8.5)$$

avec  $\frac{1}{A} = \frac{2 \eta L}{S k b}$

$$B = \frac{\alpha}{\eta S}$$

D'un point de vue pratique, une fois l'étanchéité réalisée en gonflant le système à une pression de confinement assez faible, la pression amont  $P_G$  est injectée dans la roche en s'assurant que  $P_G$  soit inférieure de 10 bars à la pression de confinement. Les pressions amont  $P_G$  et aval  $P_F$  sont notées ainsi que la température et la pression atmosphérique. Les valeurs de  $P_G^2 - P_F^2 / Q_m$  sont ensuite reportées en fonction du débit massique  $Q_m$  (Fig. 8.2). Une régression linéaire permet de déterminer les paramètres  $1/A$  et  $B/A$  et de calculer les valeurs de la perméabilité  $k$ .

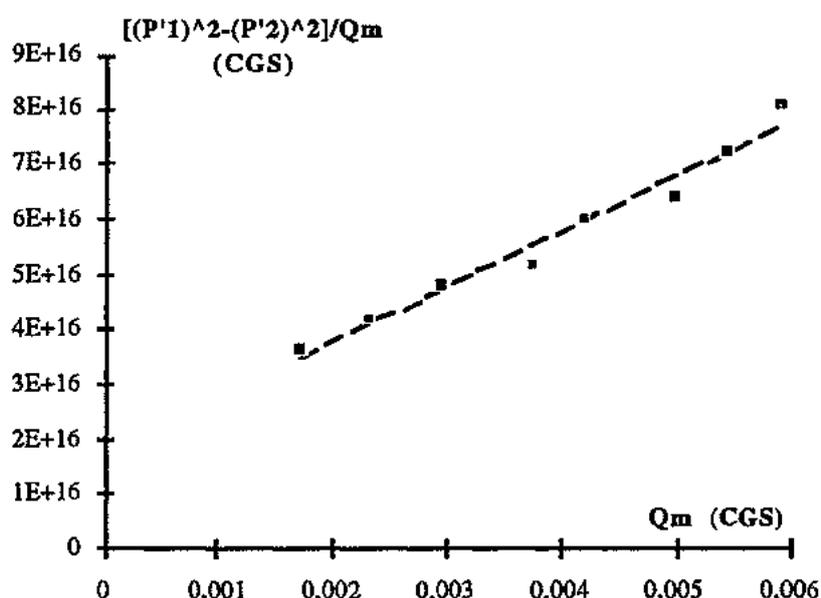


Fig. 8.2. Exemple d'ajustement des données expérimentales.

## 2.2. RÉSULTATS - INTERPRÉTATIONS

Les mesures sont effectuées sur un minimum de 5 échantillons par faciès. Les valeurs de perméabilité mesurées figurent dans le tableau 8.I. Les résultats sont relativement dispersés ; cette variabilité est logique du fait de la complexité des milieux poreux : un "chemin" préférentiel sur le circuit de l'azote peut augmenter exagérément la valeur de la perméabilité. De plus, les multiples lectures sur les manomètres et débitmètres peuvent entraîner des erreurs dans la détermination des pressions et débits. la pression d'injection ne devient constante qu'après un laps de temps plus ou moins long selon le matériau (établissement d'un régime établi), cette variation peut être une autre source d'erreurs.

	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
<b>k(perp)</b> (mD)	0,27	0,22	0,4	$0,15 \cdot 10^{-2}$	0,1	0,06	$0,4 \cdot 10^{-2}$	1	2,2	1
<b>DV</b> (mD)	$\pm 0,01$	$\pm 0,04$	$\pm 0,1$	$\pm 10^{-4}$	$\pm 0,01$	$\pm 5 \cdot 10^{-3}$	$\pm 10^{-3}$	$\pm 0,1$	$\pm 0,3$	$\pm 0,15$
<b>k(par)</b> (mD)	0,35	0,33	0,45	-	0,5	0,085	-	0,95	2,4	-

Tab. 8.I. Résultats des mesures de perméabilité à l'azote. *k(perp)* : perméabilité mesurée perpendiculairement à la stratification, *k(par)* : perméabilité mesurée parallèlement à la stratification. *DV* : domaine de variation en mD.

Les calcaires d'Euville, de Lérrouville et de Dugny ont les perméabilités les plus importantes (supérieures ou égales au millidarcy), les plus faibles sont associées aux calcaires faiblement poreux de Gudmont et de Dugny sublithographiques.

Des matériaux présentant une anisotropie liée à un litage, seuls les calcaires de Gudmont à faciès oolithique montrent une perméabilité nettement plus importante parallèlement au plan d'anisotropie. Le litage de ces matériaux constitue des vides de types fissural alors que le calcaire de Jaumont présente des vides de type pores dans son litage (Chap. 5. Porosité de fissure). Cette remarque, même si elle ne peut être généralisée à partir d'un seul exemple, confirme l'influence du réseau fissural sur la perméabilité qui résulte en une dépendance en pression des propriétés de transport (David, 1991).

Les relations entre perméabilité et porosité sont nettes si l'on considère un même matériau présentant des valeurs de porosité différentes (Jacquin, 1964). Dans notre cas, nous avons représenté la perméabilité en fonction de la porosité totale et en fonction de ces deux composantes, porosité libre et porosité de fissure (Fig. 8.3).

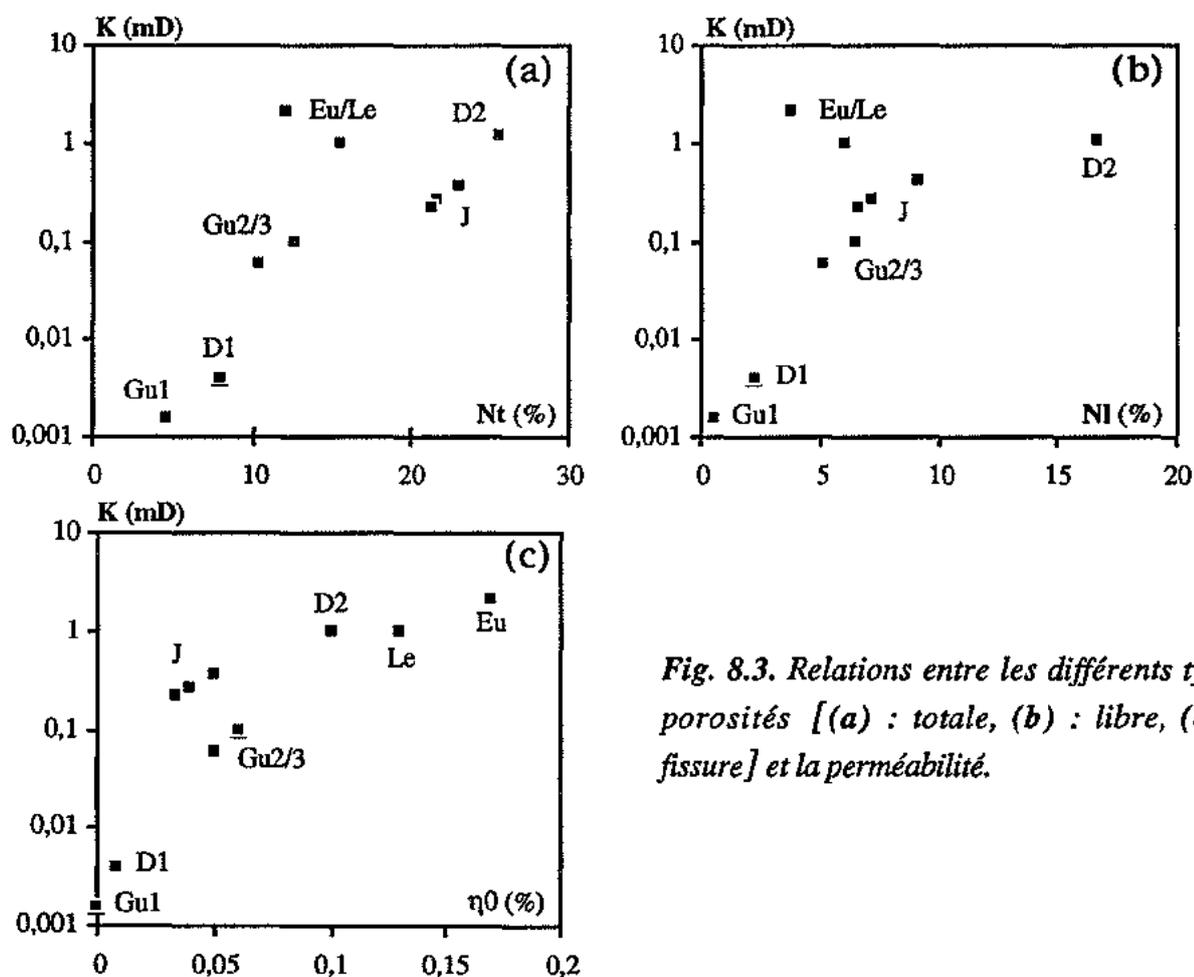


Fig. 8.3. Relations entre les différents types de porosités [(a) : totale, (b) : libre, (c) : de fissure] et la perméabilité.

La relation porosité totale / perméabilité ne paraît pas simple ; on observe des regroupements de points qui correspondent globalement aux types de faciès (sublithographique, oolithique, entroquites). La relation est meilleure si on considère seulement la porosité libre qui quantifie la connexion dans le réseau. Ce réseau connecté (capillaire) influence fortement les conductances au sens large (hydraulique et électrique) par rapport à la porosité nodale (subsphérique) qui intervient plutôt dans l'importance du volume poreux (Dullien, 1979). Seuls les calcaires à entroques (Euville, Lérrouville) se détachent assez nettement de cette relation. Ces matériaux se caractérisent par une porosité de fissure importante (joints de grains) et se replacent dans la relation porosité / perméabilité si l'on considère uniquement la porosité de fissure mesurée par l'essai de compression isotrope. Le réseau fissural facilite les connexions et augmente la perméabilité du milieu, cette dépendance induisant une dépendance de la perméabilité avec la pression ; ces vides fissuraux se ferment majoritairement quand le milieu est soumis à une pression (Bérnabé, 1991).

Un autre paramètre intervenant dans la perméabilité est la dimension des vides participant au transport. La figure 8.4 montre l'influence global du paramètre dimensionnel sur la perméabilité. Pour les calcaires à réseaux multimodaux, le rayon porté en abscisse est le rayon de la famille d'accès le plus faible, représentant la fraction connectée du réseau poreux.

Le coefficient B, caractéristique de la courbe d'ascension capillaire, peut être considéré comme représentant le transport d'eau, les pressions capillaires traduisant la différence de charge. Ce coefficient se relie globalement avec la perméabilité (Fig. 8.5) mais il évolue d'une façon moins rapide puisque la cinétique est ralenti par la redistribution de l'eau derrière la frange d'eau.

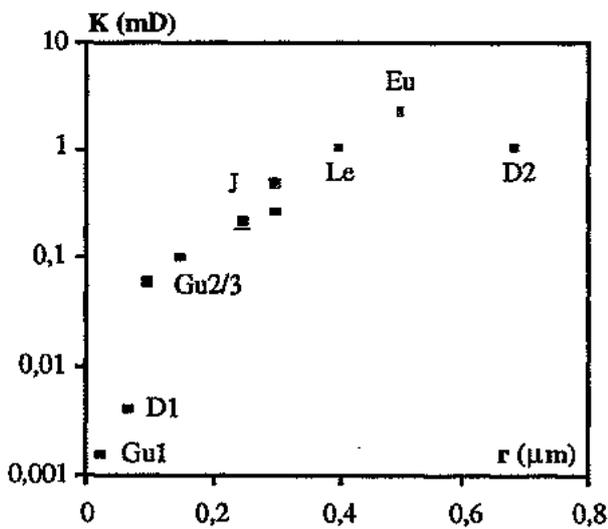


Fig. 8.4. Perméabilité  $k$  et rayon d'accès à la microporosité  $r$ .

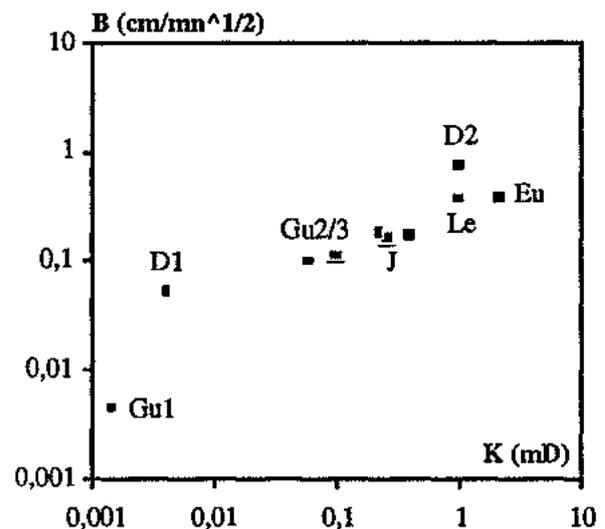


Fig. 8.5. Coefficient d'absorption capillaire  $B$  et perméabilité  $k$ .

Le réseau connecté influence logiquement les propriétés de transport (Bérnabé, 1991) tant d'un point de vue forme (capillaires, fissures) que d'un point de vue dimensionnel. Ces différentes caractéristiques entrent dans des formulations théoriques qui donnent des résultats plus ou moins satisfaisantes de la perméabilité.

### 3. CALCUL DE LA PERMEABILITE A PARTIR DES CARACTERISTIQUES DU MILIEU POREUX

Il nous paraissait intéressant de calculer la perméabilité par quelques uns des modèles existants dans la littérature. Ces modèles reposent sur des hypothèses forcément simplificatrices des caractéristiques géométriques, dimensionnelles et hydrauliques des réseaux poreux. De plus, chacun des modèles favorise un paramètre du réseau (géométrique, dimensionnel ou hydraulique) dans le calcul de la perméabilité.

La confrontation de ces résultats avec les perméabilités mesurées, prises comme valeurs de référence, permet donc de valider un modèle plutôt qu'un autre et de faire ressortir les paramètres les plus influents sur les propriétés de transport (paramètres intervenant dans le modèle fournissant les meilleurs résultats par rapport aux perméabilités mesurées).

#### 3.1. LES DIFFÉRENTS MODÈLES DE CALCUL DE LA PERMEABILITÉ

Un certain nombre d'auteurs ont proposé des relations entre porosité et propriété de transport afin de déterminer la perméabilité à l'aide des caractéristiques des milieux poreux. La première de ces relations, établie par Archie et connue sous le nom de loi d'Archie, relie empiriquement conductivité et porosité :

$$\sigma_r = a \sigma_w \phi^m \quad , \quad (8.6)$$

où  $\phi$  est le taux de porosité ( $0 < \phi < 1$ ),

$\sigma_w$  est la conductivité de l'eau,

$a$  et  $m$  sont des paramètres empiriques fonctions de la lithologie de la roche.

D'après Wong *et al.* (1984), le coefficient  $m$  est relié à l'étalement de la distribution des tailles de pores.

Une expression simple de la perméabilité en fonction de la porosité est donnée par la combinaison des lois de Darcy et de Poiseuille. Cette expression (formule de Poiseuille) n'est applicable que dans le cas d'un écoulement permanent dans un tube circulaire ; elle introduit cependant la notion de tortuosité du milieu :

$$k = \frac{N_t R^2}{8} \frac{1}{\tau} \quad (8.7)$$

où  $N_t$  est la porosité totale,

$\tau = \left(\frac{L_e}{L}\right)^2$ , est la tortuosité du milieu poreux,

$L_e$  est le chemin effectif suivi par le fluide,

$L$  est la longueur sur laquelle est appliquée la différence de charge.

La tortuosité est une grandeur non accessible directement et constitue un paramètre ajustable dans cette relation.

Le modèle qui est peut être le plus connu, reliant la perméabilité aux propriétés géométriques du milieu poreux, est la théorie du milieu équivalent ou théorie de Kozeny - Carman. La base de ce modèle est l'existence d'une dimension caractéristique, assimilable à un rayon, qui contrôle les propriétés hydrauliques d'une roche (Scheidegger, 1974). Cette longueur caractéristique est appelée "rayon hydraulique". Selon ce modèle, la perméabilité s'exprime d'une façon générale sous la forme suivante :

$$k = c r_h^2 F(N_t), \quad (8.8)$$

où  $c$  est une constante géométrique du milieu,  
 $r_h$  est le rayon hydraulique,  
 $F(N_t)$  est une fonction de la porosité totale.

Le milieu poreux est assimilé à un milieu équivalent constitué d'un seul canal d'écoulement rectiligne, la perméabilité est donnée par l'une des relations suivantes :

$$k = c N_t \frac{r_h^2}{\tau^2} = c N_t^3 (\tau S_{tot})^{-2} = c \frac{N_t^3}{(1 - N_t)^2 \tau^2 S_o^2} \quad (8.9)$$

$S_{tot}$  et  $S_o$  représentent les surfaces totales de pores rapportées respectivement au volume total de roche et au volume de la phase solide. La constante géométrique  $c$  est fonction de la structure des pores mais prend des valeurs données pour les géométries courantes ( $c = 1/2$  pour des pores à section circulaire et  $1/3$  pour des fissures planes). Une valeur arbitraire de  $0,2$  pour le facteur  $c/\tau^2$  est utilisée couramment (David, 1991).

Un certain nombre d'hypothèses doivent être considérées pour améliorer le résultat du calcul (Scheidegger, 1974) :

- seule la porosité connectée est prise en compte dans ce modèle,
- la distribution des pores doit être aléatoire et les tailles de pores doivent être uniformes,
- la porosité ne doit pas être trop élevée,
- le réseau poreux doit être en accord avec l'analogie à un écoulement dans un tube capillaire cylindrique.

D'autres modèles partent de la théorie du milieu équivalent et tentent de déterminer d'une manière directe les paramètres de cette théorie. Berryman et Blair (1987) proposent une intégration des surfaces, rayons, et longueurs de pores à partir d'analyses automatiques d'images pour calculer le rayon hydraulique, la tortuosité et les surfaces de pores.

Doyen (1988) propose un modèle fondé sur l'approximation d'un réseau à un milieu effectif où les conductivités hydrauliques et électriques sont exprimées en terme de rapport de longueurs microscopiques, ces longueurs correspondant aux dimensions des accès et pores caractéristiques du réseau. Ce modèle rejoint la théorie de Kozeny-Carman dans le cas d'espaces poreux homogènes.

Au lieu de réduire le réseau poreux à une seule caractéristique ou à un milieu équivalent, un certain nombre de modèles donnent une estimation de la perméabilité à partir d'une approche statistique de la distribution des pores sur le réseau (Dienes, 1982, David, 1991).

Katz et Thompson (1986, 1987) utilisent directement la distribution des tailles de pores donnée par la porosimétrie au mercure pour calculer la perméabilité en interprétant l'injection de mercure en terme de percolation.

Seul ce dernier modèle est développé dans ce chapitre ; il nous paraissait intéressant de confronter nos résultats porosimétriques à ce modèle utilisant l'injection de mercure.

### 3.2. LE MODÈLE DE KATZ ET THOMPSON

Katz et Thompson (1986, 1987) utilisent la porosimétrie au mercure et la théorie de la percolation pour déterminer les conductivités électrique et hydraulique des roches. Les paramètres entrant dans les calculs sont issus des courbes porosimétriques interprétées en terme de percolation.

Dans l'approche de Katz et Thompson, le transport dans un milieu poreux hétérogène est commandé par les conductances du réseau supérieures à une valeur caractéristique  $g_c$ . Cette valeur est définie comme étant la conductance à partir de laquelle le faisceau de conductances  $g > g_c$  conduit toujours à un amas de fluide infini dans les canaux connectés. La détermination des propriétés de transport est alors rapportée à un problème de type percolation ; la conductance moyenne est donnée par :

$$g = a \cdot g_c \cdot (p(g_c) - p_c)^t \quad (8.10)$$

avec  $p(g_c)$ , la probabilité pour une conductance donnée d'être supérieure ou égale à  $g_c$ ,  
 $a$ , une constante appropriée,  
 $p_c$ , le seuil de percolation.

Cette équation est similaire aux formules universelles de la percolation ; l'exposant universel  $t$  est de l'ordre de 2 pour un réseau à 3 dimensions.

Dans un milieu poreux, les conductances sont reliées aux dimensions  $l$  des pores ; la conductance caractéristique  $g_c$  est associée à une dimension caractéristique  $l_c$ . L'équation (8.10) peut donc s'écrire en fonction du paramètre longueur  $l$  :

$$g(l) = \phi \cdot g_c(l) \cdot (p(l) - p_c)^t \quad (8.11)$$

La porosité  $\phi$  assure une normalisation de la densité de fluide sur l'ensemble du réseau.

La conductance  $g(l)$  prend une valeur maximale pour une dimension  $l_{max} \leq l_c$ . Ces deux longueurs caractéristiques  $l_c$  et  $l_{max}$  sont tirées de la porosimétrie au mercure. Les auteurs font l'hypothèse d'un chemin de conduction dans l'échantillon identique au chemin de percolation mis en évidence par l'injection de mercure en milieu poreux. La longueur  $l_c$  est donc déterminée à partir de la pression d'injection pour laquelle apparaît le premier chemin continu de mercure dans le réseau. En pratique, cette pression seuil ( $p_s$ ) est définie par le point d'inflexion sur la courbe pression / volume

de mercure injecté (Fig. 8.6a) et  $l_c$  est associé au diamètre calculé pour cette pression critique par la loi de Laplace ( $l_c = 4\sigma\cos\theta/p_c$ ).

La courbe d'injection est ensuite modifiée en soustrayant le volume de mercure qui pénètre dans l'échantillon avant la pression seuil. Ce volume est attribué à l'intrusion de mercure dans les infractuosités de surface ou dans les pores de surface non connectés au réseau principal. La longueur  $l_{max}$  correspond au maximum de la fonction  $l^3 \cdot V(l)$  déterminée à partir de la courbe d'injection modifiée où  $V(l)$  représente le volume de pores ayant un diamètre d'accès supérieur à  $l$  (fig. 8.6b). A la longueur  $l_{max}$  est associée un volume poreux  $V(l_{max})$ .

A partir de cette approche, Katz et Thompson établissent une expression analytique pour la détermination des propriétés de transport. La perméabilité d'un échantillon est donnée par :

$$k = \frac{1}{89} \cdot (l_{max})^2 \cdot \left( \frac{l_{max}}{l_c} \right) \cdot \phi \cdot V(l_{max}) \quad (8.12)$$

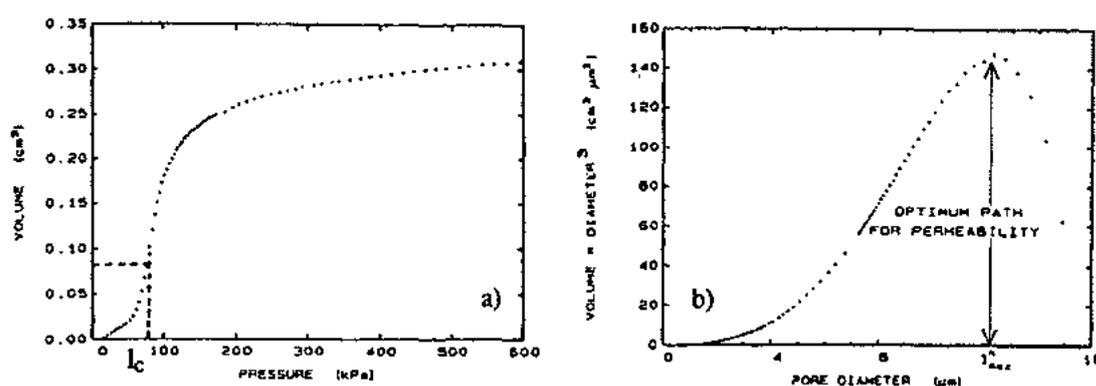


Fig. 8.6. Détermination des longueurs caractéristiques (Katz et Thompson, 1987).

- a.  $l_c$  est associé à la pression seuil déduite de la courbe d'injection de mercure.
- b.  $l_{max}$  correspond au maximum de la fonction  $l = l^3 V(l)$ .

### 3.3. RÉSULTATS - INTERPRÉTATIONS

Nous avons utilisé l'approche de Katz et Thompson pour calculer une perméabilité théorique ( $k_{KT}$ ). Les courbes porosimétriques permettent de déterminer aisément  $l_c$ ,  $l_{max}$  et  $V_{max}$  (Fig. 8.7) dans le cas des spectres unimodaux (une seule valeur possible pour  $l_c$ ). Par contre, les spectres bimodaux fournissent deux valeurs de  $l_c$  (deux points d'inflexion) ; nous avons déterminé  $k$  à partir de ces deux valeurs :

- $k_{KT}(t)$  pour  $l_c$  correspondant à la famille d'accès le plus grand. Dans ce cas, la porosité entrant dans le calcul est la porosité totale ;
- $k_{KT}(l)$  pour  $l_c$  associé à la famille d'accès le plus petit, correspondant généralement à l'accès à la porosité libre. Dans ce cas, c'est la porosité libre ( $N_l$ ) qui est utilisée pour le calcul.

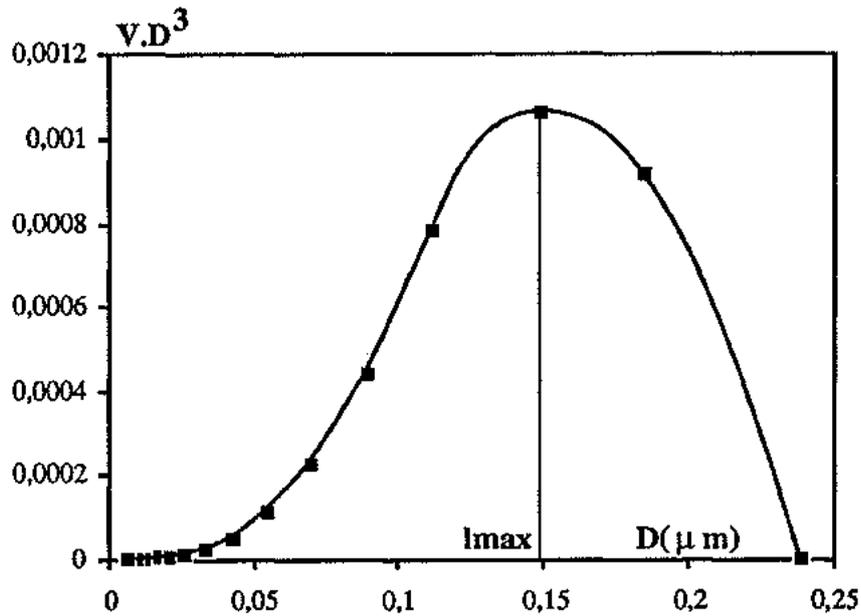


Fig. 8.7. Détermination de  $l_{max}$ , maximum de la courbe  $V.D^3 = f(D)$  ;  $V(D)$  (cm<sup>3</sup>) est la fraction du volume poreux d'accès supérieur à  $D$  (μm),  $V.D^3$  est exprimé en cm<sup>3</sup>μm<sup>3</sup>. Cet exemple concerne le calcaire de Dugny 1.

Nous avons également calculé une perméabilité théorique en partant du modèle du milieu équivalent de Kozeny-Carman ( $k_{KOZ}(t)$ ). Cette valeur a été déterminée à partir de la porosité totale. Le rayon hydraulique utilisé provient de l'analyse porosimétrique. Le rapport  $c/\tau^2$  a été pris égal à 0,2, approximation généralement rencontrée dans la littérature (David, 1991). Les limitations de Scheidegger (1974) à ce modèle stipulent que seule la porosité connectée doit être prise en compte ; une seconde valeur de perméabilité ( $k_{KOZ}(l)$ ) a donc été déterminée en utilisant la porosité libre au mercure ( $N_l$ ) représentant le réseau connecté.

L'ensemble de ces résultats est reporté dans le tableau 8.II. La perméabilité au gaz mesurée a également été portée sur ce tableau pour comparaison. Les relations entre les valeurs issues des calculs et les valeurs mesurées sont représentées sur la figure 8.8.

Les perméabilités calculées à partir du modèle de Kozeny-Carman ont un ordre de grandeur globalement comparable à celui des valeurs issues de la mesure. Dans le détail, des variations apparaissent ; celles-ci peuvent être dues à l'adoption d'un rapport  $c/\tau^2$  constant pour tous les matériaux et égal à 0,2, la tortuosité effective et l'arrangement des pores sur le réseau pouvant varier d'un faciès à l'autre. De plus, la signification physique du rayon hydraulique est discutable et la validité de sa valeur issue de l'analyse porosimétrique est difficile à évaluer.

La perméabilité calculée à partir de la porosité libre est bien sûr inférieure au précédent calcul ; la relation avec la perméabilité mesurée est globalement améliorée.

La perméabilité calculée en partant de l'approche de Katz et Thompson donne une valeur satisfaisante pour les calcaire à réseaux poreux unimodaux ; elle est par contre trop élevée dans le cas

des calcaires à réseaux poreux multimodaux (Jaumont, Euville, Lérrouville). Pour ces derniers, le deuxième calcul, en ne considérant que la famille d'accès le plus faible (prise en compte de la fraction libre de la porosité totale), donne une valeur très comparable à la perméabilité mesurée. Ceci semble logique puisque cette famille représente généralement le réseau connecté constituant la part de porosité influant le plus sur les propriétés de transport.

Faciès	J1	J2	J5	Gu1	Gu2	Gu3	D1	D2	Eu	Le
$k_{mes}$ (mD)	0,27	0,22	0,4	$0,15 \cdot 10^{-2}$	0,1	0,06	$0,4 \cdot 10^{-2}$	1	2,2	1
$k_{koz(t)}$ (mD)	0,9	2,6	0,6	$0,47 \cdot 10^{-2}$	0,08	0,026	$0,07 \cdot 10^{-2}$	4	1,75	0,54
$k_{koz(l)}$ (mD)	0,32	0,8	0,26	$0,05 \cdot 10^{-2}$	0,04	0,01	$0,02 \cdot 10^{-2}$	2,9	0,54	0,21
$k_{KT(t)}$ (mD)	3	3,3	5,2	$0,09 \cdot 10^{-2}$	0,092	0,038	$0,7 \cdot 10^{-2}$	0,6	85	70
$k_{KT(l)}$ (mD)	0,16	0,18	0,3	-	-	-	-	-	1,8	0,85

Tab. 8.II. Perméabilités calculées à partir des modèles de Kozeny-Carman ( $k_{koz(t)}$  : prise en compte de la porosité totale,  $k_{koz(l)}$  : prise en compte de la porosité libre) et de Katz et Thompson ( $k_{KT(t)}$  :  $l_c$  déterminé par le point d'inflexion de la famille de plus grand rayon d'accès,  $k_{KT(l)}$  :  $l_c$  associé à la famille de plus petit rayon d'accès) et perméabilités mesurées ( $k_{mes}$ ).

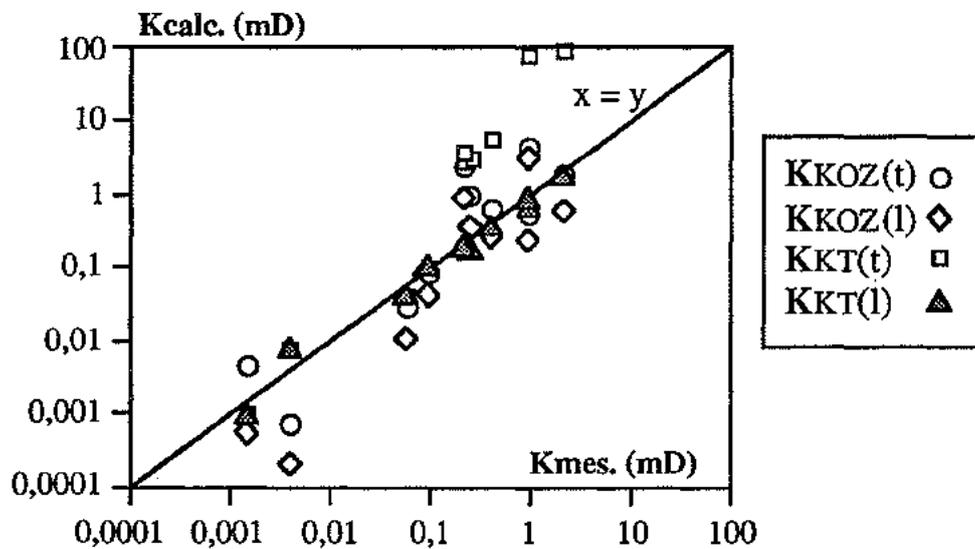


Fig. 8.8. Relations entre les perméabilités calculées par les différents modèles et les perméabilités mesurées.

## 4. CONCLUSION

L'analyse expérimentale de la perméabilité des roches calcaires étudiées a montré que les paramètres du réseau poreux qui influencent le plus les propriétés de transport de fluides dans ces matériaux sont les suivants :

- degré de connectivité du réseau élevé (forte porosité libre au mercure),
- présence d'un réseau fissural important : celui-ci augmente le nombre de connexions et favorise la perméabilité,
- connexions de grandes dimensions, facilitant le transport et induisant une forte perméabilité.

Ces relations entre propriétés géométriques et dimensionnelles des réseaux poreux et propriétés de transport sont la base d'un grand nombre de modèles de calcul de la perméabilité.

Des deux modèles testés, celui de Katz et Thompson (1986) semble le plus satisfaisant si l'on tient compte exclusivement de la porosité connectée (porosité libre au mercure). De plus, ce modèle prend implicitement en compte la notion de percolation dans le milieu poreux ; il semble en effet logique que la perméabilité globale d'un réseau découle de la perméabilité intrinsèque du chemin de percolation le plus rapidement établi dans ce réseau.

Le second modèle testé, modèle du milieu équivalent (Kozeny-Carman), fournit des valeurs dont l'ordre de grandeur est globalement bon. Cependant, les imprécisions sur les valeurs du paramètre  $c$  (quantifiant la structure des pores) et sur la tortuosité du réseau, ainsi que le manque de données relatives à la signification réelle du rayon hydraulique, conduisent à des distorsions entre valeurs calculées et valeurs mesurées.

## **CONCLUSION DE LA DEUXIEME PARTIE**

Les différents types de porosités et de réseaux poreux définis dans la première partie, et principalement issus de l'analyse porosimétrique par injection de mercure, permettent de mieux cerner les divers comportements de l'eau dans les matériaux calcaires étudiés.

Une porosité libre importante, associée à une distribution d'accès aux pores resserrée autour d'une valeur médiane (réseau unimodal) préfigurent des degrés de saturation élevés quelque soit le type d'imbibition (immersion totale ou capillarité). Dans le cas d'un apport d'eau continu et si le volume poreux libre est suffisant, le degré de saturation optimal est atteint rapidement par envahissement de la fraction connectée du réseau poreux total, que celui-ci soit unimodal ou bimodal. Si le réseau connecté est subdivisé en un réseau principal et des réseaux annexes, l'eau envahit dans un premier temps le réseau principal puis est redistribuée, à partir de ce dernier, dans les réseaux connectés secondaires. Cette redistribution ralentit la cinétique de saturation.

La quantité d'air piégée minimale, associée au degré de saturation maximal (saturation Hirschwald) est répartie dans les pores nodaux (pores subsphériques) présentant des étranglements fins (macroporosité piégée au mercure). La saturation minimale en eau (saturation irréductible en fluide mouillant) se limite à une répartition d'eau adsorbée sur la surface des pores. Pour des saturations intermédiaires croissantes, l'eau occupe tout d'abord les pores les plus fins puis les pores les plus larges du fait de la redistribution de l'eau après imbibition.

Les dimensions et la distribution du réseau connecté apparaissent ainsi comme les paramètres les plus influents sur la cinétique de saturation et sur la répartition des différentes phases (eau, air) dans le matériau.

De la même façon, ces paramètres sont prépondérants quant aux propriétés de transport de fluides dans les matériaux poreux. Un degré de connexité élevé et des connexions de grandes dimensions favorisent la perméabilité sur le réseau. Ceci est confirmé par la bonne concordance entre perméabilités mesurées et perméabilités calculées par le modèle de Katz et Thompson, modèle prenant en compte la porosité libre au mercure (réseau connecté) et la géométrie des réseaux (courbes porosimétriques de distribution des accès aux pores).

En milieu naturel, la circulation du fluide au travers du matériau peut induire une compensation de l'apport d'eau par un drainage. Dans ce cas, les états d'équilibres correspondant aux différents états de saturations peuvent être bouleversés par l'établissement de chemins de percolation dans le matériau où le fluide sera circonscrit.



*3ème partie :*  
**MECANISMES DE GEL DE L'EAU  
DANS UN MILIEU POREUX  
CARBONATE**



## *INTRODUCTION*

Les mécanismes de changements de phases de l'eau dans un milieu poreux sont directement liés aux conditions de température et de pression présentes au sein de ce milieu. La compréhension de ces mécanismes implique une bonne connaissance de la géométrie du milieu poreux et de la localisation de l'eau dans le réseau. En effet, une géométrie particulière du milieu poreux, couplée à une répartition spécifique de l'eau, peut modifier localement les conditions habituelles de changements de phases de l'eau et entraîner des équilibres particuliers en privilégiant soit la phase liquide, soit la phase solide, soit la phase gazeuse. Par exemple, comme nous le verrons par la suite, la transformation eau-glace dans un capillaire de rayon micrométrique, débutera à une température inférieure à 0°C, température de changement de phase de l'eau libre.

La gélifraction d'une roche calcaire implique deux conditions nécessaires : la présence d'eau dans le matériau et une température inférieure ou égale à 0°C, permettant l'extraction d'une quantité de chaleur suffisante pour initialiser le changement de phase eau-glace. Les mécanismes microscopiques du gel de l'eau dans un milieu poreux carbonaté vont entraîner des gélifractions différentes du matériau calcaire selon la géométrie de son milieu poreux, son degré de saturation et les conditions extérieures auquel il est soumis. Le type et l'intensité de l'altération macroscopique d'une roche calcaire par gélifraction définissent la durabilité vis à vis du gel de ce matériau calcaire. Cette durabilité au gel va donc être fonction du milieu poreux carbonaté considéré, de sa géométrie et de sa faculté à se saturer en eau. Pour un même matériau, la durabilité varie en fonction des conditions climatiques, humidité et température, auquel il est soumis.

Après une analyse théorique des mécanismes élémentaires et microscopiques du gel de l'eau dans un milieu poreux, nous étudierons l'aspect macroscopique de l'action du froid sur une roche calcaire, résultant de la globalisation des phénomènes microscopiques et des diverses caractéristiques du milieu poreux carbonaté. Une prédiction de la durabilité au gel des roches calcaires sera ensuite proposée. Une étude expérimentale, fondée sur la réalisation de cycles gel-dégel accélérés en enceinte climatique, permettra de confirmer l'évolution des faciès calcaires étudiés à partir de mesures acoustiques, et de généraliser une échelle de durabilité des roches calcaires en fonction de leurs faciès.



---

**ASPECTS THEORIQUES DES  
MECANISMES DE GEL**

L'étude de la congélation des milieux poreux doit tenir compte des quatre phases en présence (la matrice solide, l'eau, la glace et l'air), de leurs compositions et des équilibres entre elles. Les mécanismes élémentaires siègent aux interfaces entre ces phases. Ces interfaces sont au nombre de six : les interfaces eau-glace, eau-air et glace-air à l'intérieur des pores et les interfaces entre l'eau, l'air, la glace et la paroi solide.

**1. LES DIFFERENTES PHASES EN PRESENCE**

**1.1. LA MATRICE SOLIDE**

La matrice solide est constituée par le milieu poreux carbonaté comme il a été étudié précédemment et caractérisé par des paramètres géométriques et texturaux. La matrice solide intervient d'une part comme paroi du pore réceptacle de l'eau et de la glace. D'autre part, c'est elle qui va enregistrer les désordres créés par le gel. Les paramètres importants, à cette échelle, sont les dimensions des pores, la rugosité de la paroi solide, et les propriétés mécaniques de cette matrice solide. Les dimensions des pores (rayon, surface) peuvent modifier les conditions de transformation de l'eau en glace. La rugosité de la surface solide engendre une microporosité de surface dans laquelle l'eau peut être en phase liquide alors qu'elle est déjà sous forme de glace dans le pore proprement dit. Les contraintes issues du gel pourront créer des désordres si celles-ci dépassent localement la résistance mécanique de la paroi solide.

## 1.2. LA GLACE

### 1.2.1. La cristallisation de l'eau

Si l'on refroidit une nappe d'eau libre, sa congélation ne débute que pour une température nettement inférieure à 0°C : c'est le phénomène de surfusion. La surfusion cesse à partir du moment où commence la congélation de l'eau. Lliboutry (1964) rappelle, dans son traité de glaciologie, le rôle joué par les germes de solidification dans l'initialisation de la cristallisation de l'eau. Les particules en suspension dans l'eau, ou arrachées à la paroi solide, constituent des germes autour desquels les molécules d'eau se groupent en agrégats. Si ces agrégats dépassent une certaine taille et acquièrent la configuration d'un cristal de glace, la transformation eau-glace peut débiter (Chahal et Miller, 1965). Les germes sont "actifs" vis à vis du changement de phase à partir d'une température critique. Cette température est fonction de la composition du germe, de sa forme, de sa surface spécifique. La congélation de l'eau dégage une chaleur latente ( $\Delta h = 79,76 \text{ cal/g}$ , Lliboutry, 1964) qui permet l'élévation de la température de l'eau en surfusion jusqu'à 0°C. Une fois la congélation initialisée, celle-ci se poursuit donc à 0°C. La disparition de la surfusion est irréversible.

### 1.2.2. Propriétés de la glace

La glace cristallise sous différentes formes selon les conditions de pressions et de températures comme le montre le diagramme des phases de la glace (Fig. 9.1). A pression atmosphérique et à une température inférieure ou égale à 0°C, l'eau pure, en gelant, se trouve tout d'abord, au début de la germination, sous forme de disques circulaires du fait de la tension interfaciale liquide-solide. Ces disques prennent ensuite une forme hexagonale, typique de la glace de phase Ih. Les cristaux, d'une densité de 0,911, sont constitués d'un empilement de feuillets hexagonaux minces, parallèle au flux de chaleur. L'épaisseur moyenne d'un feuillet est de 60µm (Mellor, 1983, Jumikis, 1979). Pour des conditions particulières de pressions et de températures, la glace cristallise sous d'autres phases de densités différentes (1,03 pour le type II et III, fig. 9.1).

Dans un matériau gelé, la glace se trouve sous différents aspects suivant les propriétés hydrauliques du matériau et le gradient thermique appliqué. Jumikis (1979) retient trois formes principales. On peut avoir des cristaux discoïdaux et hexagonaux, qui se groupent par empilement, lorsque la surfusion est négligeable ou des aiguilles de glace dans le cas d'une surfusion importante et d'une cristallisation rapide. Enfin la glace peut se trouver sous forme de lentilles ou couches (pipkrakes) représentant la glace de ségrégation qui prend naissance dans un sol humide, lors d'alternances gel-dégel, par aspiration de l'eau du sol vers la zone froide (suction cryogénique).

La glace a une certaine tendance à rejeter les corps étrangers lors de sa formation. Lliboutry (1964) parle d'un système "d'autopurification". L'air dissous dans l'eau qui subit le gel se trouve emprisonné sous forme de bulles d'air dans la glace. De la même façon, les corps solides présents dans l'eau se retrouveront sous forme d'inclusions dans la glace. Ces impuretés peuvent modifier les propriétés mécaniques et acoustiques de la glace.

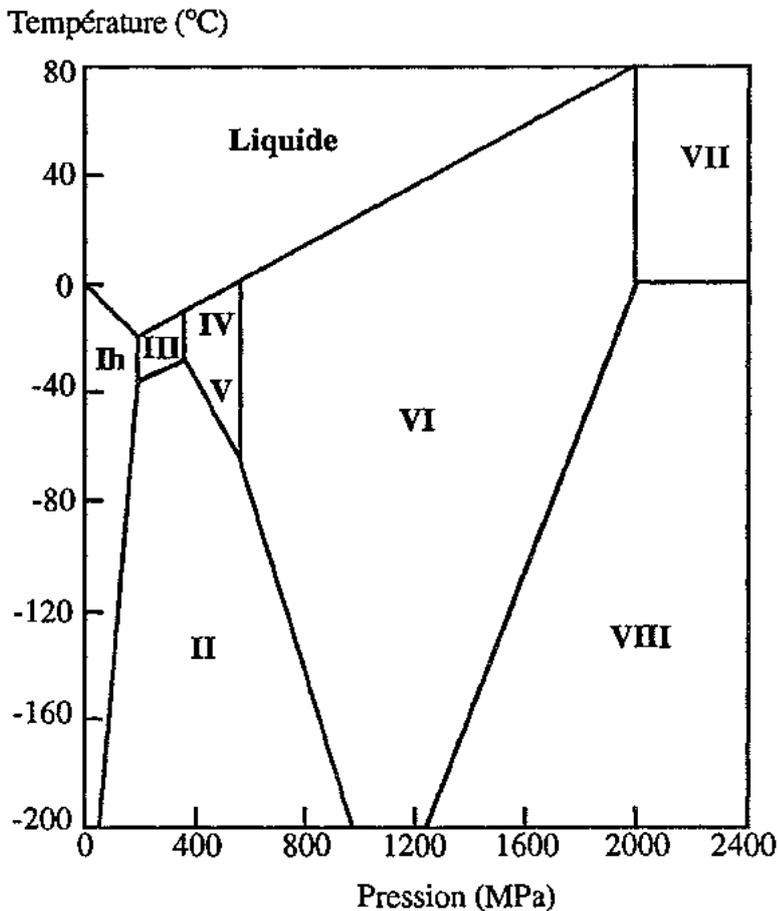


Fig. 9.1. Diagramme des phases de la glace (d'après Mellor, 1983).

### 1.2.3. Dilatation volumique due au changement de phase

Le coefficient de dilatation volumique de l'eau lors de sa transformation en glace de type Ih d'une densité de 0,911 est de 0,097. La congélation va donc entraîner une augmentation de volume de l'ordre de 9%. Les contraintes maximales, provoquées par cette augmentation de volume, ont été déterminées par Lliboutry (1964) et Bertouille (1979) dans le cas d'une cavité hermétique et circulaire, incluse dans une roche. L'hypothèse de départ est le modèle à deux sphères concentriques, développé par Lamé, comprenant une sphère matérielle de rayon  $b$  avec en son centre une cavité sphérique, concentrique, de rayon  $a$ . Le calcul de la contrainte maximale, en fonction des caractéristiques mécaniques de la glace et de la roche, est tirée de la loi de Hooke sur l'élasticité. Son expression, à l'équilibre entre les propriétés élastiques de la roche et la compressibilité de la glace, est la suivante :

$$\sigma_{eq} = \frac{(\theta_g - \theta_{eq}) \cdot E_g}{3(1 - 2\nu_g)} = \frac{\theta_{eq} \cdot E_r}{3(1 - 2\nu_r)} \quad (9.1)$$

avec  $E$ ,  $\nu$ , et  $\theta$ , module d'Young, coefficient de Poisson et coefficient de dilatation volumique; les indices  $r$ ,  $g$  et  $eq$  se rapportent respectivement à la roche, la glace et la position d'équilibre.

Dans le cas d'une roche calcaire, Bertouille (1979) calcule des contraintes maximales de l'ordre de 700 MPa avec des caractéristiques mécaniques moyennes pour le calcaire et la glace ( $E_r = 25000$  MPa,  $\nu_r = 0,3$ ,  $E_g = 9000$  MPa,  $\nu_g = 0,36$ ). Cette valeur n'est jamais atteinte en conditions naturelles pour deux raisons principales :

- Un pore est rarement étanche et les connexions permettent l'écoulement de l'eau en phase liquide. L'eau, dans un pore, ne gèle pas d'une manière instantanée, mais à partir d'un germe qui croît progressivement. Les contraintes développées par la dilatation de volume sont dissipées par l'écoulement de l'eau non encore gelée.

- Les propriétés intrinsèques de la glace ne permettent pas de telles contraintes. D'après Mellor (1983), sous une pression de 225 MPa, on obtient de la glace de type III (diagramme de phase de la glace, fig. 9.1), variété de glace de densité 1,03. Ce type de cristallisation entraîne une contraction de volume est bloque la montée en contrainte.

La plupart des modèles explicatifs du mécanisme de gel, que nous verrons plus en détail par la suite (Everett, 1961, Aguirre-puente, 1979, Fagerlund, 1979), ne tiennent pas compte de la dilatation volumique pour expliquer la rupture au gel. C'est principalement des phénomènes capillaires et hydrauliques qui vont engendrer les contraintes de rupture.

### 1.3. L'EAU NON GELÉE

Lors de la congélation d'un milieu poreux, de l'eau subsiste sous forme liquide soit parce que la totalité du volume d'eau n'est pas atteinte par le front de glace (gradient de température de la surface externe du milieu poreux vers les zones internes), soit parce que des conditions particulières bloquent le changement de phase lors du passage du front de glace.

La quantité d'eau non gelée, incluse dans un matériau, à un palier de gel donné, est un paramètre intéressant qui va intervenir sur la durabilité du matériau et sa détermination peut être réalisée par des méthodes calorimétriques, diélectriques ou acoustiques (Deschâtres, 1990).

Le volume d'eau non gelée à l'intérieur du milieu poreux se présente soit sous forme d'eau adsorbée, soit sous forme d'eau libre capillaire.

#### 1.3.1. *Forme adsorbée*

L'eau adsorbée est constituée de molécules d'eau en contact avec la paroi solide et ordonnées par rapport à celle-ci. On parle d'eau liée pour cette forme d'agencement moléculaire, par opposition à l'eau libre présente dans les pores et commandée par les équilibres capillaires. En chaque point de la couche d'eau adsorbée, ses propriétés (masse volumique, viscosité, température de solidification) sont différentes de celles de l'eau libre et varient de manière continue jusqu'au substrat solide. Le point de congélation de l'eau adsorbée se situe à une température inférieure à celle de l'eau libre du fait de sa teneur en ions orientés.

Aguirre-Puente et Bernard (1978) ont bien montré l'importance de cette couche d'eau liée dans les mécanismes de gel à partir d'un modèle bidimensionnel d'approche d'un substrat solide par un front de glace. Ils considèrent un système comportant un substrat plan en contact avec de l'eau et un front de glace parallèle (Fig. 9.2). Le flux de chaleur unidimensionnel  $\phi$  est normal à la paroi et les forces de pesanteur sont négligées.

Tant que le front est à une certaine distance de la paroi solide, les interfaces sont caractérisées par les énergies interfaciales  $f_{ge}$  (interface glace-eau) et  $f_{es}$  (interface eau-solide) (Fig. 9.2a). La situation limite du système consiste en un contact parfait entre la glace et le substrat caractérisé par l'énergie interfaciale  $f_{gs}$  (Fig. 9.2b). La condition d'adhérence  $f_{gs} \leq f_{ge} + f_{es}$  dépend de la nature du substrat solide. Si les liaisons entre le substrat et l'eau adsorbée sont compatibles avec la structure de la glace, la condition d'adhérence est satisfaite lorsque la paroi atteint la température d'équilibre eau-glace ( $T_0 = 0^\circ\text{C}$ , si l'on considère une eau libre à pression atmosphérique). Par contre, si il y a incompatibilité entre le couple eau liée-substrat et la glace, le front de gel est stoppée par la couche d'eau liée d'épaisseur  $\delta_0$  (Fig. 9.2c). Pour des distances glace-paroi inférieures à  $\delta_0$ , l'interface triphasique glace-eau liée-solide développe une barrière énergétique, dont le siège est la couche d'eau liée.

Pour que le mouvement du front de glace se poursuive, il faut continuer d'extraire de la chaleur en abaissant la température en dessous de  $T_0$ . En effet, la température d'équilibre  $T_e$  glace-eau adsorbée diminue avec la distance  $\delta$  entre la glace et le substrat. Szanto et Aguirre-Puente (1971) ont montré l'évolution de  $T_e$  avec  $\delta$  sur la base d'expériences sur un milieu poreux modèle constitué de poudre de silice (Fig. 9.3). L'épaisseur de la couche d'eau liée chute d'abord fortement avec la diminution de température, puis se stabilise à 10 angströms pour des températures de  $-1^\circ\text{C}$ . La barrière d'énergie développée par la couche d'eau adsorbée bloque le processus de gélivation à partir d'une certaine épaisseur qui va être fonction du matériau solide.

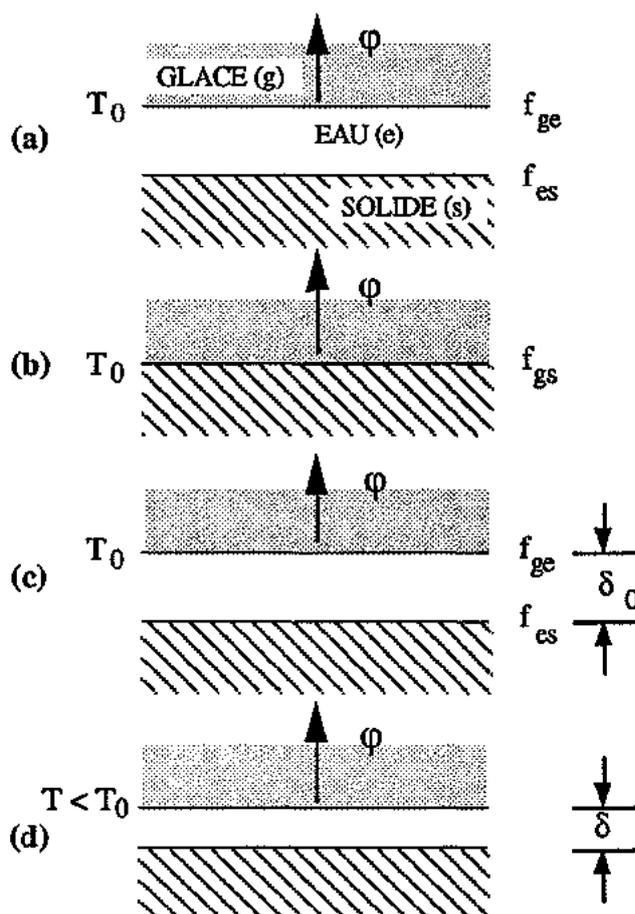


Fig. 9.2. Modèle d'approche d'un substrat solide par un front de gel (d'après Aguirre-Puente et Bernard, 1978).

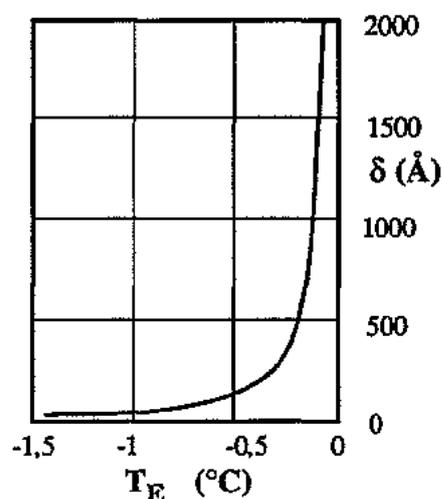


Fig. 9.3. Epaisseur de la couche d'eau liée ( $\delta$ ) en fonction de la température d'équilibre eau-glace ( $T_E$ ) - milieu modèle : poudre de silice (d'après Szanto et Aguirre-Puente, 1971).

### 1.3.2. Forme capillaire

Lors du passage d'un front de gel, une partie de l'eau libre capillaire peut rester sous forme liquide, soit du fait de son contenu ionique, soit du fait des dimensions du pore réceptacle. La température de congélation de l'eau décroît lorsque la concentration en ions augmente. Ce phénomène s'explique par le fort rayon d'hydratation des ions dissous (l'ion sodium, par exemple) qui se lie aux molécules d'eau pour former un ensemble plus ordonné et cohérent, à température de congélation plus basse (Lliboutry, 1964).

Le point de congélation de l'eau chute également si l'eau est contenue dans des capillaires de faibles rayons. Plusieurs hypothèses sont proposées pour expliquer cet abaissement du point de gel.

Pour Chahal et Miller (1965), l'abaissement du point de congélation résulte du mécanisme de surfusion de l'eau. L'initialisation de la cristallisation, dans un volume donné, dépend de la probabilité d'avoir un nombre suffisant de germes de glace dans ce volume pour déclencher la

transformation. Dans un capillaire de faible rayon, donc de faible volume, la surfusion pourra se maintenir pour des températures très basses du fait du petit nombre de germes. Ces auteurs expérimentent cette théorie sur des capillaires en verre de diamètres millimétriques et micrométriques. Les tubes en verres sont nettoyés à l'acide chromique et à l'alcool afin de limiter les germes potentiels, l'eau utilisée est de l'eau distillée. Ils obtiennent des températures de congélation de  $-20^{\circ}\text{C}$  pour des capillaires de 1mm de diamètre et de  $-38^{\circ}\text{C}$  pour des diamètres de  $8\mu\text{m}$ . Outre l'influence du diamètre du capillaire, ces auteurs estiment que le volume d'eau mis en jeu et sa qualité vont déterminer l'initialisation de la congélation. Dans un milieu poreux naturel, la texture de la phase solide, et sa capacité à fournir des particules autour desquelles vont croître les germes de glace, auront une influence sur la température d'équilibre eau-glace.

Si la surfusion est importante (soit en volume d'eau concerné, soit en degré d'abaissement de sa température de congélation), la cristallisation qui suivra, si la température continue de diminuer, sera rapide (Lliboutry, 1964). Un large volume d'eau, réparti dans le milieu poreux, atteindra en même temps le point de congélation.

Une autre approche de l'abaissement du point de congélation est basée sur des considérations thermodynamiques liées aux propriétés de l'interface eau-glace. Si l'interface, séparant les deux phases, est courbe, il existe une différence de pression entre les deux phases liquide et solide, qui est donnée par la loi de Laplace. D'autre part, le déplacement de l'équilibre entre deux phases, liquide et solide, dû à l'application des pressions  $P_1$  et  $P_s$  sur chacune des phases est obtenue par la relation classique de la thermodynamique :

$$\bar{V}_s(P_1 - P_s) + \Delta\bar{V}_f(P_1 - P_{ref}) = \Delta\bar{S}_f(T_f - T_0) \quad (9.2)$$

où  $\bar{V}_s$  est le volume molaire de la phase solide,

$\Delta\bar{V}_f$  est le changement de volume molaire pendant la congélation,

$\Delta\bar{S}_f$  est la variation d'entropie molaire pendant la congélation,

$(T_f - T_0)$  est la variation du point de congélation.

Cette équation a été employée par Everett (1961) dans sa discussion sur le gel de l'eau dans les milieux poreux. Everett et Haynes (1965), puis Blachère et Young (1972), l'ont modifiée à l'aide des équations de Kelvin et de Laplace pour obtenir l'abaissement du point de fusion ( $\Delta T$ ) d'une phase solide capillaire en équilibre avec ses phases liquide et vapeur :

$$\Delta T = -\frac{2 \cdot \sigma_{sl} \cdot \bar{V}_s}{r_m \cdot \Delta\bar{S}_f} + \frac{RT}{\Delta\bar{S}_f} \cdot \left(1 - \frac{\rho_l}{\rho_s}\right) \cdot \ln \frac{P}{P_0} \quad (9.3)$$

où  $\sigma_{sl}$  est la tension interfaciale solide-liquide,

$r_m$  est le rayon moyen du capillaire,

$R$  est la constante universelle des gaz parfaits,

$\rho_l$  et  $\rho_s$  sont les masses volumiques respectives des phases liquide et solide,

$P/P_0$ , est l'humidité relative.

La première partie du membre de droite de cette équation tient compte de l'application des pressions capillaires dues à l'interface courbe eau-glace. La deuxième partie intègre l'effet de la phase vapeur.

L'évolution de l'abaissement du point de fusion en fonction du rayon moyen du capillaire à partir de l'équation (9.3) a été représentée par Blachère (1979) (Fig. 9.4). L'auteur a validé ces calculs par des mesures expérimentales par analyse thermique différentielle de poudres de verres poreux ayant des pores de rayons variables. On note une forte chute du point de fusion dans les capillaires de rayons inférieurs à 500 angströms.

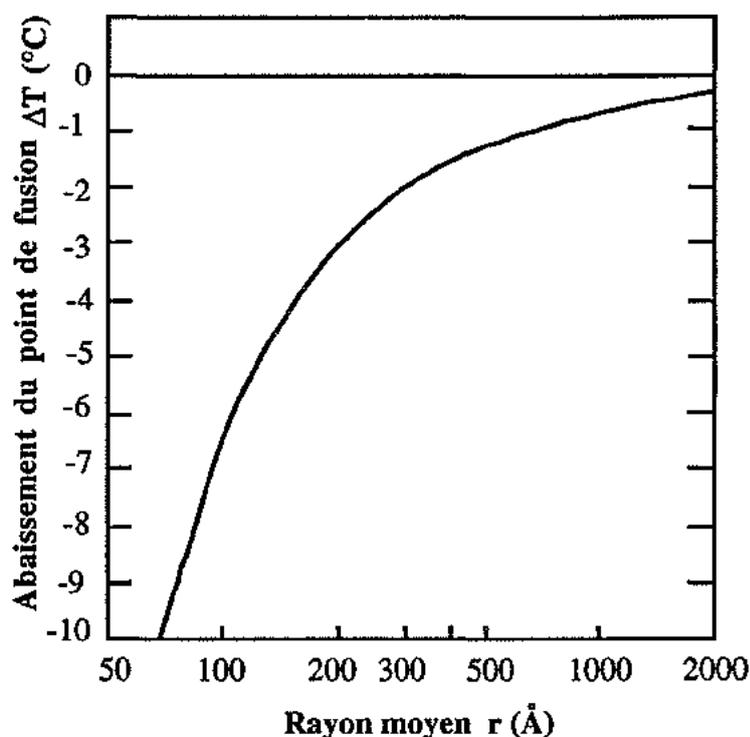


Fig. 9.4. Abaissement du point de fusion en fonction du rayon moyen du capillaire calculé par l'équation (9.3) (d'après Blachère, 1979).

Aguirre-Puente *et al.* (1977), à partir des mêmes bases thermodynamiques, rendent compte de l'abaissement cryoscopique par la relation suivante :

$$\Delta T = - \frac{2\sigma}{r} \cdot \frac{T_0 \cdot \bar{V}_s}{\Delta_{ch}} \quad (9.4)$$

connue sous le nom d'équation de Thompson (Defay et Prigogine, 1966) où  $\Delta_{ch}$  est la chaleur latente de fusion de la glace par unité de masse. Cette équation ne tient compte que du jeu des pressions capillaires dues à l'interface courbe eau-glace.

Les deux hypothèses avancées pour expliquer l'abaissement du point de congélation dans un capillaire, hypothèse liée à la surfusion ou hypothèse basée sur la thermodynamique, apparaissent contradictoires quant aux valeurs de l'abaissement ( $-38^\circ\text{C}$  pour des capillaires de  $8\mu\text{m}$  de diamètre d'après Chahal et Miller (1965),  $-10^\circ\text{C}$  pour des capillaires de  $7 \cdot 10^{-3}\mu\text{m}$  de rayon d'après Blachère et Young, 1972).

On peut tout d'abord noter que les fortes valeurs d'abaissements cryoscopiques, déterminées par Chahal et Miller (1965), ont été mesurées sur des capillaires en verres où une attention particulière a été portée à la propreté de la surface interne afin de limiter les germes d'initialisation de la cristallisation. Ces valeurs représentent donc des cas extrêmes pour lesquels la surfusion existe jusqu'à des températures très basses.

En fait, ces deux théories, qui tentent d'expliquer le mécanisme de l'abaissement du point de gel, sont complémentaires mais ne s'appliquent pas au même moment dans la chronologie du mécanisme de gel. Chahal et Miller (1965) s'attachent à l'initialisation de la cristallisation. Everett et Haynes (1966), puis Blachère et Young (1972), tiennent compte de l'interface courbe eau-glace dans un capillaire. Dans ce cas, la cristallisation a déjà débuté dans un pore adjacent plus large où l'interface est plane (à rayon de courbure infini) et c'est le passage du front de glace dans un capillaire plus fin qui ne sera possible qu'à une température inférieure à la température de congélation de l'eau dans le pore initial. Ce mécanisme de passage d'un front de gel dans un capillaire sera expliqué plus en détail par la suite car il nous permettra de cerner d'un point de vue local, à l'échelle d'un système pore-capillaire adjacent, la localisation des contraintes induites par le gel.

Une approche globale de la notion d'eau non gelée dans un milieu poreux et des mécanismes d'abaissement du point de gel doit prendre en compte un ensemble de phénomènes couplés :

- la surfusion de l'eau qui intervient au début de la cristallisation et qui dépend, d'une part, de la qualité de l'eau et de la texture solide (germes potentiels), et d'autre part, du gradient de température,
- l'abaissement cryoscopique dû à la courbure de l'interface qui dépend des dimensions et de la géométrie du milieu poreux,
- l'abaissement de la température d'équilibre eau-glace par un phénomène d'adsorption de l'eau sur le substrat solide qui dépend également de la géométrie du réseau poreux et de la composition de la surface solide. A partir d'une certaine dimension de pore, proche de l'épaisseur de la couche d'eau liée, l'abaissement du point de gel et la quantité d'eau non gelée peuvent découler uniquement de ce phénomène d'adsorption.

Nous essaierons, par la suite (Chap. expérimental), de déterminer les teneurs en eau non gelée dans les faciès calcaires étudiés à l'aide de mesures acoustiques (vitesses et atténuations des ondes ultrasoniques) au cours de cycles gel-dégel. Les températures effectives de gel de l'eau dans les différents milieux poreux seront étudiées par l'intermédiaire d'un suivi en continu des paramètres acoustiques au cours de la descente en température.

#### **1.4. LA PHASE GAZEUSE**

La phase gazeuse est généralement constituée d'un mélange air-eau sous forme vapeur. Elle occupe, dans le cas d'un milieu poreux partiellement saturé en eau, la porosité dite piégée définie précédemment. L'air dissous dans l'eau peut se trouver sous forme de bulles d'air incluses dans la glace à la suite de la congélation.

La présence d'interfaces eau-air en aval des interfaces glace-eau modifie les équilibres capillaires et limite les contraintes induites par la congélation, soit en diminuant les pressions au niveau des interfaces glace-eau, soit en dissipant les contraintes par compressibilité de l'air. De plus, selon le rapport entre les pressions dans les phases liquide et gazeuse et la pression de vapeur saturante siégeant dans le milieu, des phénomènes d'évaporation ou de condensation peuvent apparaître au niveau des interfaces eau-air et modifier les teneurs en phases liquide et gazeuse.

## 2. MECANISMES MICROSCOPIQUES DU GEL

L'analyse du mécanisme de gel de l'eau dans un milieu poreux à l'échelle microscopique est une étape obligatoire pour la compréhension de la gélification des matériaux poreux à grande échelle.

La propagation du front de glace dans un milieu poreux est commandée par les conditions de températures et par les interactions entre les différentes phases en présence à l'échelle du pore. Ces interactions sont également responsables des désordres observés sur les matériaux ayant subis des cycles de températures négatives.

Des différentes théories expliquant l'origine des désordres dans un matériau, deux sont le plus souvent admises, l'une tient compte des pressions développées dans l'eau non gelée (pressions hydrauliques, pressions osmotiques) par la glace en formation (Powers, 1949, Powers et Helmuth, 1953, Litvan, 1978, Fagerlund, 1979, Pigeon, 1989), l'autre favorise les pressions capillaires développées par l'interface eau - glace lors de la progression du front de gel (Everett, 1961, Everett et Haynes, 1965, Aguirre-Puente et Bernard, 1978, Blachère, 1979, Jones, 1980). Ces deux théories ne s'appliquent pas aux mêmes domaines. Les travaux concernant le gel des pâtes de ciments et des bétons reposent sur l'hypothèse des pressions hydrauliques alors que la théorie des pressions capillaires aux interfaces eau - glace est plutôt développée dans le domaine des sols, roches et céramiques.

Seule cette dernière s'appuie sur les mécanismes d'avancée du front de glace et repose sur une base thermodynamique solide. Les différents modèles proposés partent d'une base simple thermodynamique et capillaire (Everett, 1961) ou tiennent compte des phénomènes d'adsorption (Aguirre-Puente et Bernard, 1978).

### 2.1. PROPAGATION DU FRONT DE GLACE - MODÈLES CAPILLAIRES

#### 2.1.1. Base thermodynamique

##### 2.1.1.a. Notion de potentiel chimique

L'état thermodynamique d'un corps peut être défini par son potentiel chimique  $\mu$  qui correspond à la variation d'une des grandeurs d'états (enthalpie H, enthalpie libre G, énergie interne U ou libre F) du système par rapport à une variation infiniment petite du nombre de moles du constituant i.

$$\mu_i = \left( \frac{\delta G}{\delta n_i} \right)_{T,p,n_j} = \left( \frac{\delta U}{\delta n_i} \right)_{T,p,n_j} = \left( \frac{\delta H}{\delta n_i} \right)_{T,p,n_j} = \left( \frac{\delta F}{\delta n_i} \right)_{T,p,n_j} \quad (9.5)$$

A l'équilibre, pour une pression et une température données, on a égalité des potentiels chimiques des différentes phases en équilibre d'un constituant :

$$\mu_{i_s} = \mu_{i_l} \quad (9.6)$$

Constituant i : une phase solide et une phase liquide.

Par contre, le potentiel chimique d'un petit cristal en équilibre et immergé dans sa phase fluide à une pression hydrostatique  $p_l$  est égal au potentiel chimique du solide massique à la pression  $p_l$  augmenté de l'énergie apportée par l'interface solide-liquide :

$$\mu = \mu(p_l) + \bar{V}_s \cdot \frac{d(\sigma A)}{dV} \quad (9.7)$$

avec  $\mu(p_l)$ , potentiel chimique du solide massique à la pression  $p_l$ ,

$\bar{V}_s$ , volume molaire du solide,

$\sigma$ , tension interfaciale solide-liquide,

A, surface de l'interface et V, volume total du solide.

$\sigma$  étant indépendante de V, l'équation (9.7) s'écrit :

$$\mu = \mu(p_l) + \bar{V}_s \cdot \sigma \cdot \frac{dA}{dV} \quad (9.8)$$

### 2.1.1.b. Cas d'un cristal de glace

Le potentiel chimique d'un cristal de glace en équilibre avec de l'eau à la même pression ( $p_s=p_l$ ) est :

$$\mu_g = \mu_e \quad (9.9)$$

Si la pression dans le cristal de glace augmente ( $p_s > p_l$ ), on a :

$$\mu_g(p_s) = \mu_g(p_l) + \bar{V}_s \cdot \sigma \cdot \frac{dA}{dV} \quad (9.10)$$

L'augmentation de pression dans la glace, à volume constant, induit une variation d'énergie qui s'exprime sous la forme d'un travail :

$$\Delta E = v\Delta P \text{ (premier principe)} \quad (9.11)$$

Cette variation d'énergie est égale à la variation de potentiel chimique dans la glace entre l'état initial ( $p_l$ ) et l'état final ( $p_s$ ) :

$$\bar{V}_s \cdot (p_s - p_l) = \mu_g(p_s) - \mu_g(p_l) \quad (9.12)$$

En égalant les deux expressions (9.10) et (9.12), on obtient la formule de Laplace généralisée :

$$p_s - p_l = \frac{\sigma(dA)}{dV} \quad (9.13)$$

Dans le cas d'une interface glace-eau sphérique de rayon r, on a :

$$p_s - p_l = \frac{2\sigma}{r} \quad \left( \frac{dA}{dV} = \frac{2\sigma}{r} \right) \quad (9.14)$$

En résumé, si la pression augmente dans une phase solide par rapport à celle de la phase liquide, le système aura une interface solide-liquide qui adoptera la forme pour laquelle  $dA/dV$  satisfait la loi de Laplace.

### 2.1.2. Modèle d'Everett

Ce modèle (Everett, 1961) consiste en deux réservoirs simulant des macropores reliés entre eux par un tube capillaire fin (Fig.9.5). Un flux de chaleur unidimensionnel est extrait du système par le réservoir B, provoquant le déplacement d'un front de glace vers le bas. La glace se forme dans le réservoir B, les pressions  $p_g$  et  $p_e$ , dans la glace et dans l'eau, sont régularisées par l'intermédiaire de pistons mobiles.

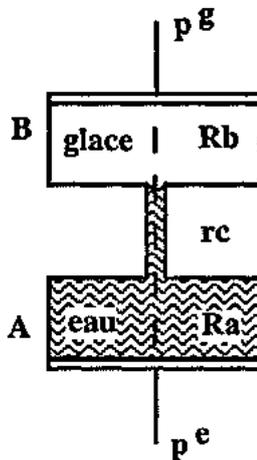


Fig. 9.5. Modèle capillaire d'Everett.

Pendant la transformation d'eau en glace dans B, le mouvement des pistons (variation de volume) permet de maintenir l'égalité des pressions dans A et B avec la pression extérieure. Si le piston du réservoir B est fixé (volume constant), la pression  $p_g$  augmente dans la glace et il y a expulsion d'eau de B vers A où la pression  $p_e$  reste constante. Si la prise en glace dans B est très rapide, la dissipation des contraintes par expulsion d'eau de B vers A est limitée et des désordres peuvent apparaître sur les parois de B si la résistance de ces parois est dépassée. Une fois que la glace a envahi complètement le réservoir B, le jeu des pistons induit soit l'égalité des pressions (pistons libres), soit une variation de pression (pistons fixes).

Dans le cas d'une égalité des pressions ( $p_g = p_e = p_o$ , avec  $p_o$ , pression extérieure), d'après la loi de Laplace, l'interface eau - glace est plane (rayon infini). La glace repose sur le fond du réservoir B mais ne pénètre pas dans le capillaire. En fait, une très légère différence de pression existe à la jonction pore - capillaire et un ménisque à grand rayon de courbure apparaît. Si l'extraction d'énergie continue (refroidissement constant dans le réservoir B), la croissance de la glace dans ce réservoir se poursuit par succion cryogénique de l'eau du réservoir A au travers du capillaire vers le réservoir B due à la légère différence de charge entre l'eau au niveau du ménisque et l'eau du réservoir A. Ce phénomène correspond globalement au gonflement cryogénique observé dans des sols, celui-ci faisant intervenir également l'eau adsorbée sur les parois (Aguirre-Puente *et al.*, 1977).

Pour que la glace pénètre dans le capillaire, il faut une variation de pression ( $p_g > p_e$ ,  $p_e = p_o$ ) et un potentiel chimique de la glace dans le capillaire ( $\mu(\text{cap})$ ) augmenté par rapport à sa valeur dans le réservoir ( $\mu(\text{res})$ ):

$$\mu_g(\text{cap}) = \mu_e(\text{res}) + \overline{V}_g \sigma (dA/dV) \quad (9.15)$$

La pénétration de glace dans le capillaire est envisagée si le piston du réservoir B est fixé. Le diagramme de variation du potentiel chimique avec la température (fig.9.6) montre l'évolution du ménisque eau - glace dans le capillaire.

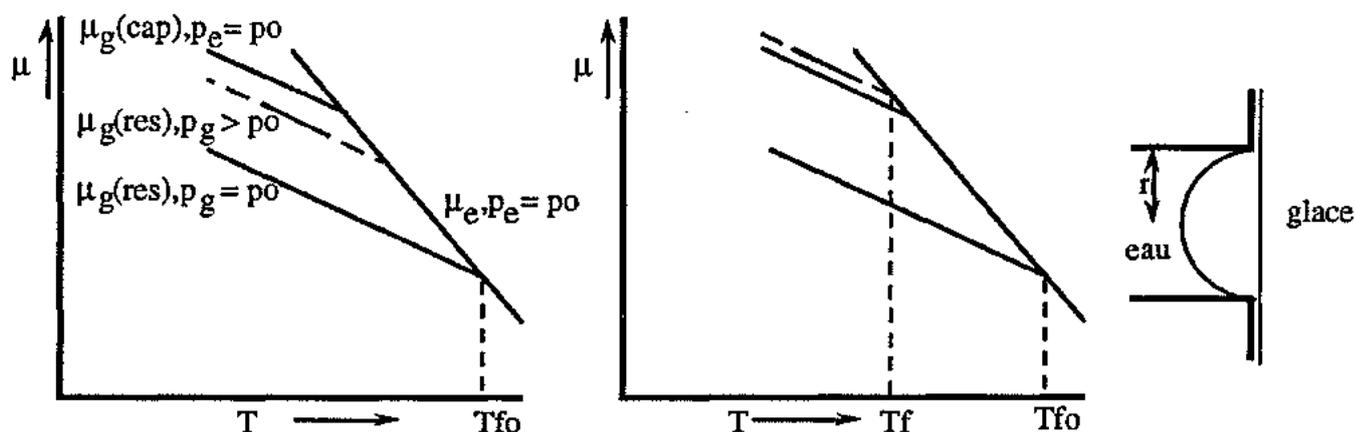


Fig.9.6. Potentiels chimiques de l'eau massique, de la glace massique et de la glace capillaire en fonction de la température (D'après Everett, 1961).

L'augmentation de  $p_g$  induit une augmentation de  $\mu_g$  de  $\bar{V}_g(p_g - p_e)$ , et l'interface présente un bulbe dans le capillaire. La position d'équilibre (interface hémisphérique) est atteinte pour  $p_g - p_e = 2\sigma/r_c$ ,  $r_c$  rayon du capillaire ; dans ce cas,  $\mu_g$  devient égal à  $\mu_g(\text{cap})$ . Si l'extraction d'énergie continue, le front de glace progresse dans le capillaire par transformation de l'eau du capillaire en glace ; le ménisque conserve sa position hémisphérique avec une variation de pression maximale  $\Delta p = 2\sigma/r_c$ .

Des désordres peuvent apparaître au niveau de la jonction pore - capillaire si l'augmentation de pression  $2\sigma/r_c$  dépasse la résistance des parois. Il peut également se produire des désordres pendant l'avancement du ménisque dans le capillaire si la résistance des parois est localement dépassée. L'augmentation de pression sera plus forte pour des capillaires très fins et les désordres seront donc potentiellement plus importants lors du passage du front de glace dans ce type de capillaires.

La figure 9.6 montre une réduction de la température de transformation eau - glace quand celle-ci a lieu dans le capillaire. On retrouve la diminution du point de congélation en fonction du rayon du pore donnée par la formule de Thompson.

Le même cheminement est obtenu si  $p_g = p_0$  et  $p_e$  augmente. La croissance de la glace débutera dans le capillaire pour  $p_0 - p_e = 2\sigma/r_c$ .

### 2.1.3. Cas d'un milieu non saturé

D'après Everett (1961), la pression maximale issue du passage d'un pore large de rayon  $R$  vers un capillaire de rayon  $r$  est proportionnelle à  $(1/r - 1/R)$ . Dans un matériau de résistance mécanique donnée, il existe un rapport  $R/r$  critique pour lequel l'endommagement apparaît dans ce matériau. Ceci est valable si l'ensemble pore - capillaire est saturé. Par contre, l'endommagement est diminué si l'eau disponible est limitée.

Dans le cas d'un milieu poreux partiellement saturé, des interfaces eau - air sont présentes dans le réseau (Fig.9.7). L'équilibre à l'interface eau - air est donné par :  $p_a - p_e = 2\sigma'/r$ , avec  $\sigma'$ , tension superficielle de l'interface eau - air et  $r$ , rayon du capillaire.

Une dépression dans l'eau  $p_e = p_a - 2\sigma'/r$  est créée ( $p_a$  de l'air est considéré égal à la pression atmosphérique).

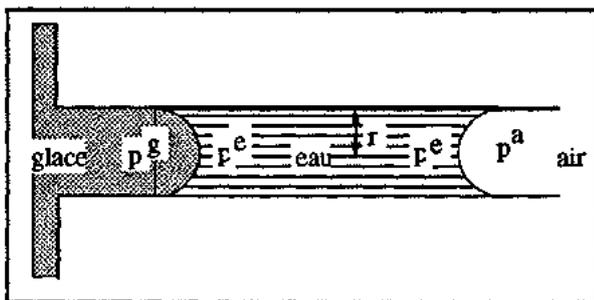


Fig.9.7. Gel d'un milieu poreux partiellement saturé. Position des interfaces glace - eau et eau - air.

La progression du ménisque eau - glace suit le même cheminement que précédemment, avec un état d'équilibre de l'interface donné par :

$$p_g - p_e = 2\sigma/r, \text{ avec } \sigma, \text{ tension interfaciale eau - glace,}$$

En remplaçant  $p_e$  par sa valeur, on obtient :

$$p_g = p_a + 2\sigma/r - 2\sigma'/r, \quad (9.16)$$

La surpression dans la glace nécessaire à la progression du front de gel est moins importante que pour un matériau complètement saturé. Les désordres qui pouvaient apparaître dans le pore, siège de la transformation initiale d'eau en glace, sont diminués. Dans le cas d'un sol non saturé, la dépression dans l'eau (par effet de capillarité avec l'air) provoque une diminution voire une absence de gonflement cryogénique (Frémond et Menot, 1979).

La dissipation des contraintes liées à la glace est possible par expulsion de la colonne d'eau devant le front de glace. Celle-ci est facilitée par la progression capillaire de l'eau au niveau de l'interface eau - air. L'augmentation de pression dans la glace se transmet, au travers de la colonne d'eau, à l'air. La pression totale de l'air humide du capillaire augmente, entraînant l'augmentation de la pression partielle de la vapeur d'eau. Si celle-ci dépasse la valeur de la pression de vapeur saturante à la température considérée, il y aura condensation dans le capillaire et progression du ménisque eau - air par changement d'état.

Dans le cas le plus fréquent d'un matériau partiellement saturé, l'air se trouve piégé dans des pores de grands rayons non reliés à l'extérieur. Si l'interface eau - air, envisagée précédemment,

débouche sur un tel pore, les surpressions dans le capillaire se dissipent par compression de l'air du pore. Au niveau de l'interface, la pression chute par augmentation très importante du rayon de courbure du ménisque. La pression partielle de vapeur d'eau peut devenir inférieure à la pression de vapeur saturante entraînant une vaporisation de l'eau du capillaire.

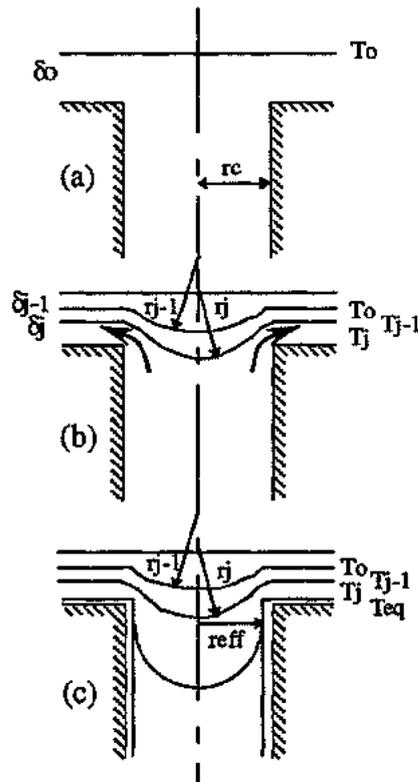
#### *2.1.4. Influence de la couche d'eau liée*

Aguirre-Puente et Bernard (1978) ont modifié le modèle d'Everett en tenant compte de la présence d'une couche d'eau liée (eau adsorbée), située sur la paroi inférieure du réservoir. Selon la taille du capillaire connecté aux deux réservoirs, L'action de cette couche d'eau liée est plus ou moins importante.

##### *2.1.4.a. Cas où les phénomènes capillaires sont prépondérants*

En considérant le modèle réservoirs - capillaire présenté précédemment, l'interface plane eau - glace conserve la température d'équilibre  $T_0$  tant qu'elle est au-delà de l'épaisseur  $\delta_0$  de la couche d'eau liée située sur la paroi inférieure de B (fig.9.8a).  $\delta_0$  est très faible devant  $r_c$ , rayon du capillaire; il existe un cylindre d'eau libre de rayon  $r_{eff}$  à l'intérieur du capillaire, la présence de l'eau liée entraîne un écoulement entre la glace et la paroi. L'ordre moléculaire imposé à l'eau par le substrat évolue perpendiculairement à la paroi ; par contre, le déplacement parallèlement à cette paroi est possible.

Lorsque la couche d'eau liée sur le fond du réservoir est atteinte par le front de gel, le flux de chaleur étant extrait en continu, le changement de phase se poursuit et le front se rapproche du fond du réservoir A en adoptant des positions successives  $\delta_1, \delta_2, \delta_j$  correspondant à des températures d'équilibre  $T_1, T_2, T_j$  inférieures à  $T_0$  (Fig.9.8.b). En face de l'orifice du capillaire, zone où il y a de l'eau libre, une protubérance présentant un rayon de courbure  $r_j$  se développe sur le front de glace. Les températures d'équilibre  $T_j$  pour une interface eau-glace de courbure  $1/r_j$  sont données par l'équation de Thompson ; l'allure des surfaces d'égale température  $T_j$  est représentée sur la figure 9.8.c.



*Fig.9.8. Evolution du front de propagation en présence d'eau liée sur le fond du réservoir (d'après Aguirre-Puente et Bernard, 1978).*

*(a) Le front de glace atteint la limite eau libre/eau liée ; le ménisque est plan.*

*(b) Le front de glace se situe dans la couche d'eau liée (l'épaisseur  $d_j$  diminue avec la température  $T_j$ ) et présente une protubérance de rayon  $r_j$  au niveau du capillaire.*

*(c)  $r_j = r_{eff}$ , la forme du ménisque représente les courbes d'égale température.*

Un gradient de pression dans le capillaire et un écoulement d'eau du réservoir A vers le front de congélation apparaît ; une expression du débit volumique dans le capillaire est donnée par la combinaison des lois de Laplace et de Poiseuille :

$$q = \frac{\pi r_c^4}{8 \eta} \frac{2 \sigma_{eg}}{d \cdot r_j} \quad (9.17)$$

avec  $\eta$ , viscosité de l'eau ;  $d$ , longueur du capillaire ;  $\sigma_{eg}$ , tension interfaciale eau - glace.

La chaleur latente dégagée par unité de temps est :

$$\Phi_L = \frac{q}{\bar{V}} \Delta_e h \quad (9.18)$$

avec  $\bar{V}$ , volume molaire de l'eau.

Soit  $\Phi$  le flux de chaleur extrait du système moins le flux de chaleur nécessaire pour maintenir le gradient thermique dans la glace, on a  $\Phi = \Phi_L$  et pour  $r_j$  la valeur :

$$r_j(\Phi) = \frac{\pi r_c^4}{8 \eta} \frac{2 \sigma_{eg}}{d \cdot \Phi} \frac{\Delta_e h}{\bar{V}}, \quad (9.19)$$

correspondant à une position d'équilibre de l'interface eau-glace.

Si  $r_j(\Phi)$  est supérieur à  $r_c$ , et dans le cas où aucune pression n'est imposée au réservoir B (piston libre), un régime stationnaire s'établit dès que la protubérance atteint la courbure  $1/r_j$ . Ce caractère stationnaire du débit et du changement de phase implique donc une répartition uniforme du débit d'eau venant du réservoir A par le capillaire et, simultanément, une répulsion du bloc de glace existant provoquant un gonflement dans le réservoir B. La répartition du débit doit se faire dans la

couche d'eau liée existant entre la glace et le fond du réservoir B, celle-ci intervenant en tant que zone de transfert de masse.

L'influence sur le gonflement de ce phénomène de répulsion / aspiration, localisé dans la couche d'eau liée, a été montrée expérimentalement (Adler-Vignes et Dijkema, 1979). Ces auteurs ont montré que l'augmentation du taux de gonflement avec une diminution de la température résultait de ce phénomène. En effet, le potentiel chimique de l'eau liée  $\mu_l$  est plus faible que pour l'eau libre :

$$\mu_l = \mu_o - \phi, \quad (9.20)$$

où  $\phi$  est un potentiel d'adsorption. Plus la température est basse, plus la couche d'eau liée est mince et plus les forces d'adsorption jouent un rôle important ceci résultant en une augmentation de l'aspiration d'eau et donc du gonflement.

Dans le cas où  $r_j(\Phi) = r_{eff}$ , l'interface pénètre dans le capillaire. Il n'y a plus de position d'équilibre et le ménisque atteint le réservoir A. Il existe tout de même un gonflement dans le réservoir B durant le passage de  $r_j = \infty$  à  $r_j = r_{eff}$ .

Si la transformation s'effectue sans que le piston du réservoir B puisse se déplacer ; le front de glace avance jusqu'à la jonction avec le capillaire. Dès que la couche d'eau liée est atteinte, l'interface se déforme (rayon  $r_j$ ) et une différence de pression s'installe entre l'eau et la glace :

$$\Delta p = \frac{2 \sigma_{eg}}{r_j}$$

Il n'y a pas de possibilité d'écoulement d'eau vers le réservoir B ; la pression dans l'eau sera donc uniforme et égale, dans le réservoir A et dans le capillaire, à la pression normale  $p_o$  imposée. La différence de pression maximale ( $r_j = r_{eff}$ ) se manifeste donc comme une surpression dans la glace et comme une pression de confinement sur la paroi, transmise par la couche d'eau liée. La pénétration de la glace dans le capillaire a lieu quand  $r_j < r_{eff}$ .

#### 2.1.4.b. Cas où les phénomènes d'adsorption sont prépondérants

Lorsque le rayon  $r_c$  est très faible, l'eau adsorbée occupe la presque totalité du capillaire. Dans ce cas, il faut tenir compte des effets physico-chimiques et plus particulièrement d'une interphase complexe glace/eau liée/substrat et de l'évolution de son potentiel chimique (cf. § 1.3.1). Aguirre-Puente et Bernard (1978) ont mis en évidence une migration d'eau des zones de fort potentiel chimique vers les zones de faible potentiel chimique, c'est-à-dire des zones de forte épaisseur d'eau liée pas atteintes par l'interface eau-glace vers les zones de faible épaisseur renfermant le front de glace.

Le déplacement de l'eau vers le front de glace donne lieu à un gonflement et à une position d'équilibre de l'interface si les conditions mécaniques le permettent (piston libre). Sinon (piston fixe) le flux de chaleur extrait du système fait abaisser la température dans le capillaire et il n'y a pas de position d'équilibre possible pour l'interface. La glace avance dans le capillaire en même temps que l'épaisseur de l'eau liée entre la glace et les parois diminue. Le gradient de potentiel chimique de l'eau liée entre la glace et la paroi doit être compensé par une augmentation de la pression dans la glace.

*Ces différents modèles de propagation du gel à l'échelle microscopique, couplant des mécanismes capillaires et thermodynamiques, mettent en évidence soit des surpressions importantes dans la glace au niveau des ménisques lors du passage du front de gel au travers de vides de dimensions différentes, soit des gonflements par aspiration d'eau non gelée vers les zones de changements d'état selon les contraintes mécaniques imposées au système.*

*Pour des matériaux consolidés (comme les roches calcaires), on se placera le plus souvent dans le premier cas. L'augmentation de pression maximale est de la forme de l'équation de Laplace ; des tensions interfaciales eau-glace de  $23,8 \cdot 10^{-3}$  N/m (Haynes et Wyatt, 1979) ou de  $40 \cdot 10^{-3}$  N/m (Blachère, 1979) conduisent à des pressions de l'ordre de 5 à 10 MPa pour des capillaires de rayon inférieur à  $0,05 \mu\text{m}$ . Cependant, certains matériaux calcaires mal consolidés (craies, par exemple) peuvent présenter des phénomènes type gonflement.*

*La couche d'eau adsorbée intervient dans tous les cas, soit comme moteur de l'aspiration (zone de transfert de masse / gonflement), soit comme zone de transfert de contraintes (surpression dans la glace et pression de confinement sur les parois, cette eau liée étant beaucoup moins compressible que l'eau libre). Par contre, son changement d'état complet ne s'effectue qu'à des températures très basses. La couche d'eau liée est répartie sur la surfaces des vides et grains. La surface de pores spécifique aura donc une grande influence sur ces mécanismes.*

*La saturation partielle du milieu poreux permet une dissipation des contraintes induites par la surpression dans la glace au niveau des ménisques ; la pression diminue (interface eau-air) par compressibilité de l'air, ou par diminution de la quantité d'eau gelable (évaporation).*

## **2.2. MÉCANISMES DE DÉTÉRIORATION PAR LE GEL LIÉS AUX PRESSIONS HYDRAULIQUES**

Ce type de mécanisme de détérioration au gel est principalement utilisé dans le cadre de la description du gel de pâtes de ciments ou de bétons. Pigeon (1989), dans un article faisant le point sur la durabilité au gel des bétons, a très bien décrit les différentes hypothèses proposées.

La théorie des pressions hydrauliques a été introduite, à l'origine par Powers (1949). D'après cet auteur, l'augmentation de volume de 9%, accompagnant la formation de la glace dans les pores où le point de congélation est atteint, cause l'expulsion d'une partie de l'eau non encore gelée des capillaires plus fins vers les bulles d'air qui servent en quelque sorte de soupapes. La pression hydraulique résultant de ce déplacement augmente avec la distance maximale que l'eau doit parcourir pour atteindre une bulle d'air, d'où la notion de facteur d'espacement ou de distance critique (Fagerlund, 1979) utilisée comme paramètre de durabilité des bétons. La fissuration se produit lorsque les pressions dues aux déplacements d'eau sont supérieures à la résistance de la matrice solide. L'utilisation d'entraîneur d'air pour augmenter les performances des bétons découle également de cette notion.

Powers et Helmuth (1953) ont modifié cette théorie après avoir observé des déplacements d'eau, non pas des zones de formation de glace vers les zones non gelées, mais des capillaires non gelés vers le front de glace. Ils ont proposé une autre théorie fondée sur les pressions osmotiques. Dans un pore de grande dimension relié à des capillaires fins, l'abaissement de température provoque la formation de glace au centre du pore et la création d'une zone périphérique d'eau non gelée de concentration saline plus élevée que la concentration initiale ("autopurification"). Cette eau périphérique aura donc une température de congélation plus faible. La différence de concentration entre cette solution résiduelle dans les pores larges et l'eau non gelée des capillaires plus fins entraîne des pressions osmotiques (l'eau des pores les plus fins est attirée vers celle des pores plus larges où la concentration est plus élevée). Les pressions osmotiques générées augmentent avec la concentration de la solution interstitielle, ce qui permet d'expliquer l'effet nocif des sels de déverglaçage. Cet effet peut s'expliquer également à partir des modèles capillaires par l'action de gradients de potentiel chimique qui provoquent des écoulements d'eau entre les zones de concentrations différentes. Le phénomène osmotique peut se produire dans un pore large partiellement saturé, mais sans causer de pressions puisque l'espace est suffisant pour recevoir les apports d'eau.

D'après Fagerlund (1979), ces deux théories (hydrauliques et osmotiques) sont complémentaires et leur importance relative dépend de la concentration du fluide résiduel. A faible concentration, les pressions hydrauliques l'emportent ; à plus forte concentration, les pressions osmotiques sont prépondérantes. Les pressions hydrauliques diminuent du fait d'une quantité d'eau gelable plus faible ; l'augmentation relative du nombre de capillaires disponibles pour l'écoulement (augmentation relative de la perméabilité devant le front de glace) favorise l'expulsion de l'eau sans pression importante.

Litvan (1978) avance une théorie reposant également sur les pressions hydrauliques mais celles-ci ne proviennent pas des mêmes types de déplacements d'eau que précédemment. D'après ses

résultats, l'eau ne gèle pas *in situ* dans les pores. Du fait d'une pression de vapeur au dessus de l'eau non gelée plus élevée qu'au dessus de la glace et de la formation de la glace sur la surface des vides remplis d'air (ou sur la surface du matériau), une partie de l'eau capillaire doit se déplacer vers les bulles d'air (ou vers la surface du matériau) pendant le gel pour rétablir l'équilibre. Si les déplacements d'eau ne peuvent s'effectuer correctement (taux de refroidissement trop élevé, quantité d'eau à déplacer trop importante, distance à parcourir trop grande), une fissuration du matériau apparaît. Si cette hypothèse peut expliquer la formation d'une couche de glace sur la surface externe d'un matériau gelé (au même titre que la cryosuccion), il paraît difficile d'admettre que ce phénomène se produit également sur la surface des vides remplis d'air : si de l'eau est présente sur la surface de ces vides, elle se trouve sous forme adsorbée ; sa congélation n'intervient qu'à des températures très basses et ne peut pas intervenir dans l'initiation des déplacements d'eau.

Quelque soit la validité de ces différentes hypothèses liées aux pressions hydrauliques et osmotiques, celles-ci rejoignent les modèles capillaires quant à la limitation des désordres causés par le gel : la quantité d'air piégé apparaît comme un facteur de protection vis-à-vis des mécanismes de gel.

### 3. ASPECTS MACROSCOPIQUES DU GEL

Le gel peut être abordé à l'échelle macroscopique comme l'intégration des différents phénomènes élémentaires présentés précédemment. Chaque pore constitue un microsystème où les modèles microscopiques peuvent être appliqués, l'ensemble de ces microsystèmes formant le milieu total (Aguirre-Puente et Bernard, 1978). L'élargissement des mécanismes de gel à la globalité d'une roche doit tenir compte de la diversité des milieux poreux rencontrés induisant une forme complexe du front de glace dans le matériau.

L'intégration des transferts de chaleur, de masse et de la résistance de la matrice solide, proposée par Aguirre-Puente et Bernard (1978), est fondée sur un modèle microscopique capillaire mais peut être applicable à la théorie des pressions hydrauliques puisque les variables mises en jeu sont intrinsèques au type de gel et au matériau. Par contre, l'intégration des contraintes développées, présentée par ces auteurs, est bien sûr spécifique au modèle capillaire (phénomènes d'interfaces). L'estimation des pressions hydrauliques et osmotiques est plus délicate (cette hypothèse a un aspect plus intuitif) et devrait tenir compte des vitesses d'avancement du front de gel, des pertes de charges sur le parcours de l'eau, de la rugosité des surfaces de pores, ou encore de la concentration exacte de l'eau avant et après gel.

#### 3.1. COUPLAGE DES PHÉNOMÈNES ÉLÉMENTAIRES

L'importance de l'action du gel est fonction du couplage des phénomènes élémentaires à savoir les phénomènes d'interface, le transfert de chaleur et de masse auxquels se rajoute la résistance de la matrice dans le cas de matériaux consolidés. Aguirre-Puente et Bernard (1978) et Aguirre-Puente (1979) ont proposé des intégrations de ces variables élémentaires afin d'aborder le problème global d'un point de vue qualitatif sur des bases solides et d'injecter ces variables dans des modèles mathématiques à l'échelle macroscopique (Aguirre-Puente *et al.*, 1978). Nous nous limiterons à l'aspect qualitatif.

La force de succion par unité de surface, caractéristique des phénomènes d'interface, fait intervenir l'intégrale des forces élémentaires affectée du facteur porosité. La force élémentaire est déterminée par la loi de Laplace et correspond à la chute de pression  $\Delta p$  dans l'eau interstitielle dans l'élément unitaire (capillaire) de rayon moyen  $\bar{r}$ , représentatif de la distribution porosimétrique. La force de succion globale est donc de la forme :

$$\langle \Delta p \rangle = \Delta p \cdot N_t = \frac{2\sigma_{eg}}{\bar{r}} \cdot N_t \quad (9.21)$$

avec  $\sigma_{eg}$ , tension interfaciale du ménisque eau - glace,  $\bar{r}$ , rayon moyen,  $N_t$ , porosité totale.

La détermination du rayon moyen ne pose pas de problème dans un milieu poreux unimodal ; par contre, dans la cas d'un milieu poreux très hétérogène, la prise en compte d'un seul rayon moyen est délicate. Il est également difficile d'intégrer toute la courbe porosimétrique, la fraction du volume de pores n'intervenant pas en totalité selon la température considérée. On peut par contre estimer le rayon limite concerné par le gel à la température donnée en tenant compte de l'abaissement du point de congélation et de la répartition de l'eau adsorbée dans le milieu et intégrer sur cette portion de tailles de pores.

D'un point de vue thermique, la température de l'eau dans un pore est considérée égale à la température de la matrice solide. Sans cette hypothèse, il faudrait aborder le front de glace comme un ensemble de sites de formation de glace, non reliés entre eux, ce qui n'est pas conforme avec les observations sur des calcaires soumis au gel qui montrent des courbes d'égale température continues disposées plus ou moins parallèlement à la surface externe et réparties de cette surface jusqu'au coeur du matériau (Lautridou *et al.*, 1979). Le transfert de chaleur peut donc être assimilé à un phénomène continu, lent, et caractérisé par la conductivité thermique du milieu. il est décrit par la loi de Fourier :

$$\Phi = \lambda \text{ grad}T \quad (9.22)$$

avec  $\Phi$ , flux de chaleur, T, la température du milieu et  $\lambda$ , la conductivité thermique du milieu.

Le problème le plus délicat est la condition de température aux limites du domaine considéré ainsi que la mobilité de la frontière constitué par le front de gel.

Compte tenu de la taille des pores, des pressions interstitielles et de la lenteur de l'écoulement, le transfert de masse (suction cryogénique) est assimilé à la loi de Darcy.

Le point principal de la macroscopisation des phénomènes de gel est la prise en compte de la résistance mécanique de la matrice solide. La résistance d'un matériau, mesurée à l'aide d'essais de compression ou de traction fournit la résistance globale de la matrice solide à des sollicitations extérieures. Cette valeur englobe l'ensemble des hétérogénéités du matériau.

Les contraintes issues du gel de l'eau dans un milieu poreux sont développées localement, à l'échelle du pore, et peuvent être différentes d'un point à un autre. De la même façon, la résistance locale de la paroi d'un pore peut être très inférieure (microfissures, litages, stratifications, lacunes de cimentation locale dans le cas d'un calcaire) ou très supérieure (zone de forte cimentation, grains de résistance intrinsèque élevée) à la résistance globale de la matrice. Si une forte contrainte locale issue du gel (jonction d'un pore avec un capillaire de très faible rayon, par exemple) est couplée à une faible résistance de la matrice à ce point (litage, par exemple), on peut observer un désordre, une fissuration alors que l'intégrale des contraintes (force de suction globale) est inférieure à la résistance globale de la matrice.

On voit la difficulté d'intégrer cette notion ; néanmoins, une bonne connaissance des caractéristiques de cette matrice peut tout de même donner une idée sur ses points de faiblesse.

## 3.2. MÉCANISMES PHYSIQUES DE LA GÉLIFRACTION

Compte tenu des différents modèles de gel proposés et de la diversité des caractéristiques des roches calcaires, la gélifraction de ces matériaux n'obéit pas à un processus unique. Trois processus principaux de destruction par le gel sont généralement recensés (Letavernier, 1984, Mamillan, 1984).

### 3.2.1. *Eclatement*

L'éclatement des matériaux par le gel provient généralement d'un régime de gel brutal et/ou d'une intensité de gel élevée (température très faible). L'ensemble des pores et capillaires est alors concerné par le gel. Le front de gel se déplace rapidement. Un mécanisme de type Powers (pressions hydrauliques) se superpose aux surpressions locales dans la glace issues du ménisque. L'augmentation de la pression de l'eau interstitielle engendre un éclatement à coeur du matériau. Ce processus de destruction est généralement lié à une saturation importante du matériau.

A température plus élevée et/ou à propagation plus lente, le même phénomène peut apparaître si le réseau de capillaires occupés par de l'eau non gelée possède une faible perméabilité.

L'augmentation de la pression de l'eau interstitielle résulte en une diminution du point de congélation et en un ralentissement du taux de production de glace. On peut ainsi atteindre un état d'équilibre sans rupture avec de la glace et de l'eau liquide au coeur du matériau.

A température intermédiaire, les capillaires peuvent être saturés partiellement par de la glace et de l'eau liée. Cette couche d'eau liée permet l'écoulement de l'eau vers l'extérieur (Aguirre-Puente, 1979) et constitue un facteur de protection contre l'éclatement mais peut créer un écaillage en surface.

### 3.2.2. *Ecaillage*

L'écaillage d'un matériau par le gel résulte du mécanisme de succion cryogénique et peut survenir lors d'un gel "doux" (température intermédiaire entre la température de congélation des pores les plus larges et celles des capillaires les plus fins et/ou taux de refroidissement lent). Le comportement de l'interface eau - glace entraîne des phénomènes de ségrégation par cryosuccion ainsi que des surpressions dans la glace et contre les parois.

Pour un régime de gel doux, la propagation lente du front de glace augmente le phénomène de succion : le passage des ménisques au travers des jonctions pores / capillaires est plus lent et l'aspiration d'eau par l'intermédiaire de la couche d'eau liée vers les zones froides est favorisée. Des lentilles de glace se forment à la périphérie du matériau et occasionnent des contraintes provoquant un écaillage. Ce phénomène est amplifié si la perméabilité du réseau de capillaires est élevée, l'eau atteignant la surface externe plus rapidement.

Ce processus de gélifraction par formation de lentilles de glace est très actif dans le cas de matériaux non consolidés. Il est l'un des principaux responsables de l'érosion des sols en périodes froides : la désagrégation du sol en subsurface causée par la ségrégation de la glace prépare le

matériau à son transport (vent, ruissellement) et initialise ainsi son érosion (Van Vliet-Lanoë *et al.*, 1992).

### **3.2.3. Gélidisjonction**

La gélidisjonction résulte d'une gélifraction qui calque le réseau de faiblesse initial du matériau (fissures, litages). Ce phénomène peut provenir de l'un ou l'autre des deux processus présentés précédemment. Cependant, l'intensité du gel doit être d'autant plus forte que les discontinuités du matériau sont de plus faibles dimensions afin que l'eau contenue dans celles-ci puisse geler (Letavernier, 1984).

### **3.2.4. Phénomène de fatigue**

Lors d'alternances gel / dégel répétées, la destruction tardive du matériau peut provenir d'un endommagement progressif dû à l'élargissement progressif et irréversible des vides par la succion cryogénique ou à des modifications cumulées de la structure solide liées à des dépassements locaux répétés de la résistance de la matrice. Letavernier (1984) parle d'ébranlement du matériau : le type de rupture est dessiné dans les premiers cycles de gel / dégel, la rupture étant effective après un plus grand nombre de cycles.

#### 4. CONCLUSION

Cette analyse des aspects théoriques des mécanismes de gel montre tout d'abord l'importance des caractéristiques du milieu poreux (pores ou capillaires, rayons d'accès, surface spécifique) sur les phénomènes élémentaires que sont l'abaissement du point de congélation, la teneur en eau non gelée, le contact glace - paroi généralement constitué par une couche d'eau liée.

La dilatation volumique due au changement de phase, processus spectaculaire, n'est en fait qu'un mécanisme annexe en ce qui concerne le gel de l'eau dans un milieu poreux. Les deux principaux responsables de la progression du gel et des désordres qui en découlent sont les phénomènes capillaires et les pressions hydrauliques (et osmotiques). Bien que seul le premier modèle soit construit sur une base thermodynamique et capillaire solide (le second semble plus intuitif), ces deux mécanismes apparaissent en fait comme complémentaires. Les deux envisagent la présence d'air comme facteur de protection des matériaux. La surface spécifique, par l'intermédiaire de la couche d'eau liée, a également un rôle important, rôle de protection contre l'éclatement (gel brutal), ou rôle de canal pour l'aspiration de l'eau non gelée (gel "doux") résultant en une succion cryogénique.

La prédominance de l'un ou l'autre des différents paramètres intrinsèques aux matériaux (taille de pore, surface spécifique, saturation, perméabilité) et relatifs au type de gel (intensité, taux de refroidissement) conduit à état d'équilibre sans rupture ou à un comportement de type écaillage ou éclatement.

---

**APPROCHE EXPERIMENTALE DES  
MECANISMES DE GEL**

L'analyse expérimentale du gel des roches calcaires est fondée sur la simulation des conditions naturelles en enceinte climatique par l'intermédiaire d'alternances gel / dégel. Le premier problème qui se pose est le type de cycle à adopter vu la variabilité des cycles gel / dégel présentés dans la littérature. Le mode de mesure de l'endommagement des matériaux est également très variable selon les auteurs et les matériaux étudiés. Nous avons choisi d'utiliser l'évolution des propriétés ultrasoniques (vitesses et atténuations des ondes) au cours des cycles gel / dégel. Cette méthode est relativement rapide et ne demande pas un matériel très lourd. Nous tenterons, à chaque fois que cela sera possible, de relier les observations expérimentales aux aspects théoriques développés précédemment.

# 1. LA REPRODUCTION EXPERIMENTALE DES CONDITIONS NATURELLES

Le but de la gélifraction expérimentale consiste en une estimation de la durabilité au gel d'un matériau en fonction du temps. La difficulté de cette démarche est de prédire le comportement à long terme (quelques années, voir quelques dizaines d'années) à partir d'un nombre de cycles gel / dégel limités (entre 25 et 300, selon les modes opératoires).

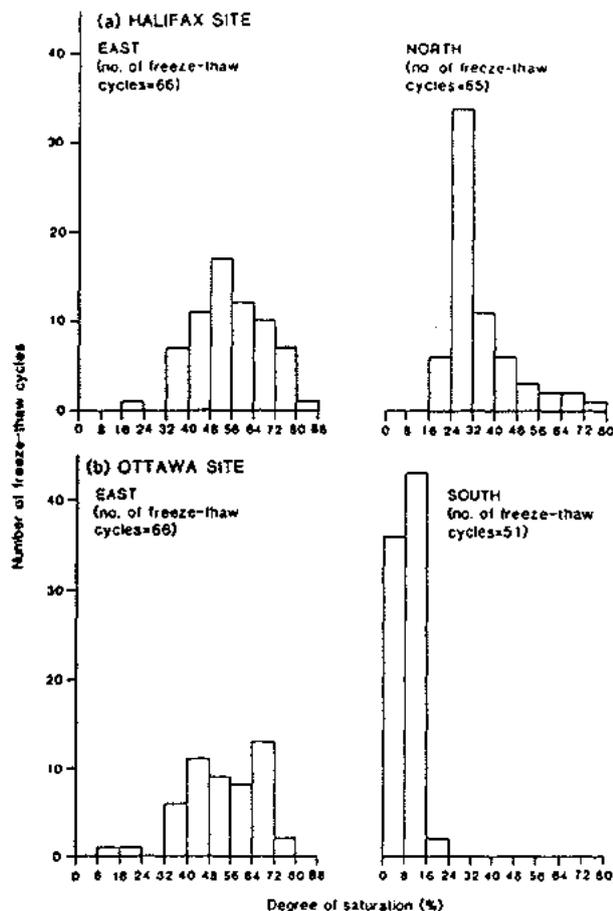
## 1.1. SIGNIFICATION DES CYCLES ARTIFICIELS DE GEL / DÉGEL

Tricart (1956) fut un des précurseurs des méthodes expérimentales de dégradation par le gel. La justification de sa démarche était l'opportunité, en laboratoire, d'éliminer les "temps morts" correspondant aux périodes pendant lesquelles l'altération par le gel est négligeable du fait de l'absence des conditions favorables d'humidité et/ou de températures. Le gel expérimental regroupe généralement ces deux conditions : les échantillons sont d'abord saturés d'eau (partiellement ou totalement) et sont soumis aux alternances de températures.

White (1976) estime que la concordance entre degré de saturation et période de gel est rarement rencontrée en milieu naturel et se demande si l'altération de massifs rocheux en régions montagneuses et en périodes hivernales est réellement due au gel de l'eau ou à un simple phénomène thermique. McGreevy et Whalley (1985) ont montré que le degré de saturation moyen obtenu en conditions d'exposition naturelle dans des céramiques, au cours des alternances gel / dégel *in situ* apparaissant sur une période de deux ans, était au maximum d'environ 50%. La figure 10.1 présente ces résultats, obtenus sur deux sites canadiens (Halifax et Ottawa). On notera que seulement 66 cycles gel / dégel ont été répertoriés.

En Lorraine, la météorologie nationale donne une moyenne de 80 jours par an en température négative dont 23 à une température inférieure à  $-5^{\circ}\text{C}$  (température sous abri). Si l'on considère un cycle gel / dégel journalier (gel nocturne, dégel diurne), on aura au maximum une vingtaine de cycles par an (la température peut rester plusieurs jours en dessous de  $-5^{\circ}\text{C}$ ), ce chiffre variant bien entendu selon l'exposition du site.

D'après McGreevy et Whalley (1985), les conditions de saturation et de température peuvent être néanmoins réunies sur des sites particuliers tels que les environnements littoraux lacustres ou marins.



*Fig.10.1. Degrés de saturation et occurrence des cycles gel/dégel sur des échantillons de briques exposées au conditions naturelles et orientées dans différentes directions, ceci sur deux sites canadiens (Halifax et Ottawa) (McGreevy et Whalley, 1985).*

Si l'on considère maintenant les roches en tant que matériaux du génie civil (matériaux de construction, enrochements, granulats), on ne peut plus raisonner en termes d'échelles de temps centennales à millénales (historiques à géologiques) comme peut le faire, par exemple, une approche géomorphologique de la dégradation des massifs rocheux. Il faut donc tenir compte d'une échelle de temps plus courte ("engineering time", Fookes *et al.*, 1988) et de l'histoire du matériau, de sa production, qui peut provoquer des modifications de sa structure (exploitations à l'explosif, concassages, lavages) à sa mise en service. La situation du matériau dans l'ouvrage peut entraîner des degrés de saturation importants, comme par exemple, la prise d'eau par capillarité le long de murs, ou dans une structure routière ainsi que des expositions particulières aux intempéries. Les enrochements de rivières ou de digues sont particulièrement exposés à des conditions de saturation importantes, du fait de leurs situations, et des essais de contrôle particuliers doivent être menés dans ce cas (Clark et Palmer, 1991). Mamillan (1984) a établi expérimentalement l'existence d'une corrélation entre des résultats d'essais accélérés par cycles gel / dégel sur éprouvettes et la durabilité de pierres de construction en situation réelle. D'après Fookes (1991), les tests de durabilité au gel, réalisés en laboratoire, sont représentatifs de la durabilité réelle pour des matériaux à porosité relativement importante et présentant des absorptions d'eau suffisantes. Les matériaux calcaires étudiés se placent globalement dans cette catégorie.

## 1.2. LES DIFFÉRENTS CYCLES DE GEL / DÉGEL

Un cycle de gel / dégel est la réunion de plusieurs paramètres, maîtrisés par un opérateur ; chaque paramètre a son importance dans le degré d'altération subi par le matériau à la suite des cycles et intervient à un moment différent dans le mécanisme d'altération. Ces points prépondérants sont :

- le taux de refroidissement,
- la durée et la température des paliers,
- le mode de saturation de l'échantillon.

Le type de mesure de l'endommagement ne fait pas réellement partie du cycle gel/dégel proprement dit ; nous traiterons tout de même ce sujet dans ce paragraphe puisqu'il est généralement englobé dans le mode opératoire général de l'essai.

### 1.2.1. Taux de refroidissement et température minimale

Les types de cycles gel / dégel rencontrés dans la littérature sont très nombreux et dépendent des domaines de recherche et des renseignements que l'on veut tirer de cette expérimentation. Une compilation des cycles recensés dans la bibliographie figure sur le tableau 10.I.

La vitesse de refroidissement est un point important et sa valeur plus ou moins élevée conduit à des mécanismes de gel différents. D'après Blachère (1979), la dilatation maximale associée au gel de matériaux céramiques augmente avec le taux de refroidissement. Ce type de cycle, à vitesse rapide, favorise des phénomènes de type Powers : l'eau interstitielle est rapidement mise sous pression par l'avancée du front de gel. Par contre, un taux de refroidissement plus faible accroît l'effet de succion cryogénique et entraîne plutôt un écaillage du matériau (Aguirre-Puente et Bernard, 1978). Un essai ASTM (normes américaines) est spécialement prévu pour mesurer ce type de mécanisme de gel et présente un taux de refroidissement de seulement 3°C/h (ASTM C 672/76, voir Tab. 10.I). Pigeon *et al.* (1985) ont montré que pour un taux de refroidissement plus lent, les matériaux bétons nécessitent des spécifications moins rigoureuses pour avoir une bonne durabilité.

La température minimale du palier de gel facilite le relâchement des contraintes dues au gel si elle n'est pas trop basse (Blachère, 1979). En effet, la plasticité de la glace croît avec l'augmentation de la température et favorise son écoulement dans le réseau poreux. Ces températures de gel intermédiaires (autour de -5°C) sont généralement associées à une vitesse de refroidissement lente ; celle-ci facilite l'écoulement de l'eau et son aspiration par cryosuccion.

La durée du palier à basse température ne doit pas être obligatoirement longue (Blachère, 1979). Les contraintes sont développées pendant l'avancée du front de glace qui nécessite une diminution de température continue (extraction d'énergie nécessaire à la transformation eau - glace). Une fois la descente en température stoppée, la glace ne progresse plus, et les contraintes sont beaucoup plus réduites. Par contre, le palier de haute température doit permettre le dégel complet de l'échantillon et la redistribution de l'eau dans son réseau poreux afin de maintenir un état de saturation représentatif dans le matériau ; il ne doit donc pas être trop court.

	Matériaux	Echantillon	Saturation	Cycle	min/max	Cond. part.	°C/h	Détail cycle	Contrôle
<b>Mamillan (1984) Norme AFNOR B-10.513 (1991)</b>	Calcaire	Prismes 7x7x28cm	Immersion totale : 6h à P atm	12h	-15/+5°C	Dégel dans l'eau	6	5 à -15°C : 3h Gel : 3h Dégel : 6h	Volume appar. Fréquence de résonance
<b>Recommandations RILEM (1980)</b>	Tout matériau	Prismes 7x7x28cm cylindres él.4	Immersion totale : 6h à P atm	12h	-15/+5°C	Dégel dans l'eau	6	5 à -15°C : 3h Gel : 3h Dégel : 6h	Volume appar. Fréquence de résonance
<b>ASTM Standard C 67 / 66</b>	Céramique	Prismes 5x1,2x0,8cm	Immersion totale 4h à P atm.	24h	-14/+24°C	Dégel dans l'eau	9	Gel : 20h Dégel : 4h	Perte de masse
<b>ASTM C 672/76</b>	Béton	Prismes 7x7x28cm	100% HR:14 jrs 50% HR:14 jrs	24h	-18/+23°C	Cche saumure autour éch.	3	Gel : 16h Dégel : 8h	Cotation visuelle tous les 5 cycles
<b>Tourenq (1970)</b>	Calcaire	Cylindres (ø:5cm, él. 2)	Saturation Hirschwald	14h	-30/+30°C	Ech. dans une boite étanche et en atm saturé	30	Desc. : 2h Gel : 5h Mont. : 2h Dégel : 5h	Célérité des ondes Traction
<b>Blachère &amp; Young (1975)</b>	Céramique	Prismes 5x1,2x0,8cm	Immersion totale : 4h à P atm.	6h	-14/+14°C	Dégel dans l'eau	25	Gel : 3h Dégel +6°C : 2h Dégel +14°C : 1h	Dilatométrie
<b>Houliou (1975)</b>	Béton	Cylindres (ø:10cm, él. 2)	Atm. saturé : 2 mois	24h	-20/+5°C	Ech. dans un manchon en caoutchouc	5	Desc. : 5h Gel : 10h Mont. : 3h Dégel : 6h	Fréquence de résonance Dilatométrie
<b>Bousquié (1979)</b>	Calcaire	Cylindres (ø:4cm, L:5cm)	Saturation Hirschwald	24h	-8/+10°C	Tranche d'eau à la base de l'éch.	3	Desc. : 6h Gel : 6h Mont. : 4h Dégel : 8h	Module d'élasticité Célérité des ondes
<b>Labo. Géom. Caen Lautridou &amp; Ozouf (1982)</b>	Calcaire	Cubes (10cm)	100% sous vide ou Hirschwald	24h 48h	-15/+15°C -30/+15°C	Tranche d'eau à la base de l'éch.	5 3	Desc. : 6/12h Gel : 6/12h Mont. : 6/12h Dégel : 6/12h	Caractérisation des gélifracsts
<b>Mc Greevy &amp; Whalley (1985)</b>	Calcaire & grès	Cubes (5cm)	Abs. capillaire, 48h, tranche d'eau à la base	24h	-10/+10°C	Tranche d'eau à la base de l'éch.	2	Gel : 9h Dégel : 15h	Perte de masse

Tab. 10.1. Tableau récapitulatif des principaux types de cycles gel/dégel rencontrés dans la littérature.

### 1.2.2. Etat de saturation

L'état de saturation initial du matériau avant les cycles gel / dégel doit être homogène. Les différents cycles présentés dans le tableau 10.I proposent des immersions totales pendant quelques heures (Mamillan, 1984, Recommandations RILEM, 1980, Standard ASTM, AFNOR B 10.513, 1991) ou pendant 48 heures (saturation Hirschwald, Tourenq, 1970, Bousquié, 1979, Lautridou et Ozouf, 1982). Les conditions d'humidité pendant les cycles gel / dégel doivent permettre de conserver l'état de saturation initial. La condition d'humidité la plus répandue est une réalimentation en eau de l'échantillon au dégel ou en continue au cours des cycles. L'alimentation continue s'effectue généralement par la disposition des échantillons dans une cuve avec une tranche d'eau centimétrique à leurs bases. Cette méthode a été adoptée pour éviter la perte de saturation des échantillons durant le gel (Williams et Smith, 1989) par un phénomène "d'auto-dessiccation" (Litvan, 1980). Le réajustement de la saturation des échantillons est également, dans certains modes opératoires, réalisé seulement au dégel par immersion dans l'eau pendant cette phase (Mamillan, 1884, AFNOR, RILEM, ASTM). Durant ce procédé, et si la vitesse de refroidissement est lente, une évaporation peut exister entre la sortie de l'eau de l'échantillon et le début effectif du gel dans le matériau (Vénuat, 1979). Par contre, pour une vitesse de refroidissement normale, McGreevy et Whalley (1985) ont bien montré que le dégel dans l'eau provoque une forte augmentation de la saturation dans le matériau par un phénomène d'aspiration vers les zones froides (Fig. 10.2).

Cette figure présente des augmentations importantes de degré de saturation observées lors de la réalimentation en eau des échantillons au dégel. Plus la saturation initiale est importante, plus l'augmentation du degré de saturation est rapide.

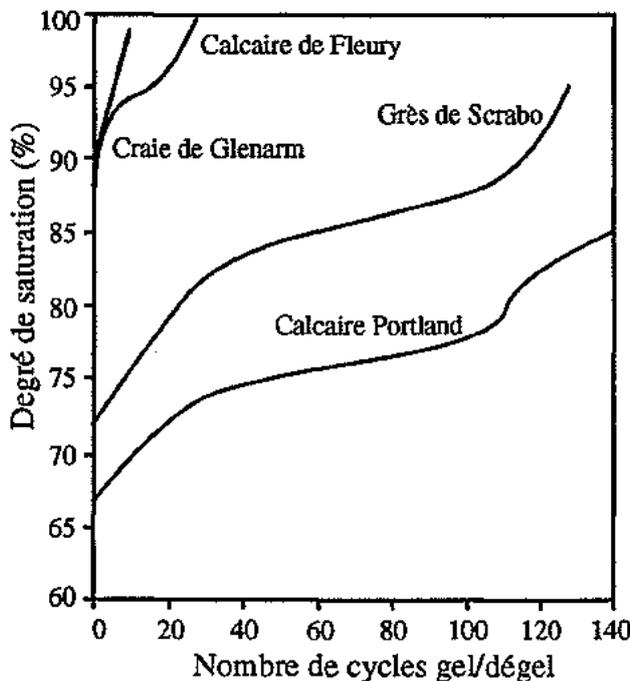


Fig. 10.2. Augmentation du degré de saturation dans différents matériaux au cours de cycles gel/dégel avec réalimentation en eau au cours du dégel (d'après McGreevy et Whalley, 1985).

La quantité d'eau présent dans le matériau intervient plus fortement dans le mécanisme de dégradation si ce matériau est soumis au gel sur toutes ses faces ou seulement sur une face. Dans le cas d'un gel sur toutes les faces, le front de gel forme une frange plus ou moins sphérique qui débute à la périphérie du matériau et bloque, en fin de gel, une quantité d'eau interstitielle sous pression au coeur de l'échantillon. Les dommages sont plus importants dans ce cas que pour un gel sur une seule face où des gradients de circulation d'eau peuvent se mettre en place entre les faces gelées et non gelées (Mamillan, 1984).

### *1.2.3. Méthodes de mesure de l'endommagement*

La mesure de l'endommagement peut être soit directe, soit indirecte. Les méthodes directes consistent en une mesure des modifications de l'échantillon après un certain nombre de cycles gel/dégel. elles consistent soit en une approche qualitative des endommagements, par description visuelle (ASTM, C 672/76), soit en une quantification de l'endommagement, principalement par des mesures de variations de volume (RILEM, 1980, Mamillan, 1984, AFNOR B 10.513, 1991) et de longueur (dilatométrie, Blachère et Young, 1975, Houiou, 1975, Mamillan, 1984). La perte de masse de l'échantillon (ASTM 67/66, McGreevy et Whalley, 1985) ou la caractérisation des gélifracsts (Lautridou et Ozouf, 1982, Letavernier, 1984) sont d'autres moyens directs de mesure de la dégradation.

Les méthodes indirectes consistent en une mesure de l'évolution, généralement décroissante, d'un paramètre externe aux échantillons au cours des cycles. On détermine une valeur seuil de ce paramètre en dessous de laquelle il y a endommagement. La chute de la fréquence de résonance (RILEM, 1980, Mamillan, 1984, AFNOR B10.513, 1991) ou de la vitesse des ondes ultrasoniques (Tourenq, 1970, Bousquié, 1979, Masson, 1979) sont les méthodes indirectes les plus couramment employées. L'évolution des caractéristiques mécaniques des matériaux peut être également utilisée pour mesurer l'endommagement ; Tourenq (1970) préconise la réalisation d'essais de tractions après un nombre donné de cycles ; Bousquié (1979) propose la mesure du module d'élasticité, ou son calcul à partir des vitesses des ondes ultrasoniques. Ces méthodes indirectes sont intéressantes puisqu'elles ne nécessitent pas la rupture complète du matériau, les premiers signes d'endommagements étant enregistrés bien avant la destruction de l'échantillon. De ce fait, les modes opératoires utilisant ces techniques ont un nombre de cycles plus réduits (25 à 50) que dans le cas des méthodes directes (200 cycles pour Lautridou et Ozouf, 1982, 150/200 cycles pour McGreevy et Whalley, 1985).

La notion d'endommagement est liée à la saturation en eau du matériau : celui ci augmente avec le degré de saturation de la roche. Ainsi, Fagerlund (1971) définit un degré de saturation critique au dessus duquel le matériau présente une altération par le gel. La comparaison de ce degré de saturation critique avec la saturation maximale que peut prendre un matériau en conditions naturelles fournit un critère de durabilité des matériaux calcaires (Mamillan, 1984, NF B 10.512, 1975, pierres calcaires : mesure de la teneur en eau critique).

## 2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Les cycles gel/dégel sont réalisés à l'intérieur d'une enceinte climatique (capacité : 1000 litres) avec programmation des températures, de leurs variations, et du degré d'humidité relative (de 0 à 98%). La température est donnée avec une précision d'un demi degré.

### 2.1. CYCLES GEL / DÉGEL CHOISIS

#### 2.1.1. Températures minimales, maximales et vitesse de refroidissement

Nous souhaitons reproduire un cycle journalier, simulant un gel nocturne et un dégel diurne ; nous avons donc adopté un cycle d'une durée de 24 heures avec 11 heures de gel (descente et palier) et 13 heures de dégel (remontée et palier). Un cycle principal, représentant un gel brutal (-20/+20°C avec une vitesse de refroidissement de 8°C/h), a été utilisé sur tous les matériaux à plusieurs degrés de saturation. Un second cycle, simulant un gel plus doux (-5/+20°C, avec une vitesse de refroidissement de 5°C/h) a été mené sur certains matériaux à des degrés de saturation donnés.

Les paliers de gel sont réduits à 6 heures, alors que les paliers de dégel ont une durée de 8 heures, suivant les préconisations de Blachère (1979). Dans le détail, ces cycles se présentent comme suit (Fig. 10.3) :

Gel brutal :

- descente de 20 à -20°C : 5h,
- palier de gel à -20°C : 6h,
- remontée de -20 à 20°C : 5h,
- palier de dégel à 20°C : 8h.

Gel doux :

- descente de 20 à -5°C : 5h,
- palier de gel à -20°C : 6h,
- remontée de -5 à 20°C : 5h,
- palier de dégel à 20°C : 8h.

Ces cycles correspondent aux variations de températures dans l'enceinte. Les cycles réels au niveau des échantillons sont déterminés par une mesure de la température sur la surface des échantillons. Un décalage d'environ 2 heures apparaît entre les températures de l'enceinte et leurs mesures sur l'échantillon (Fig. 10.3).

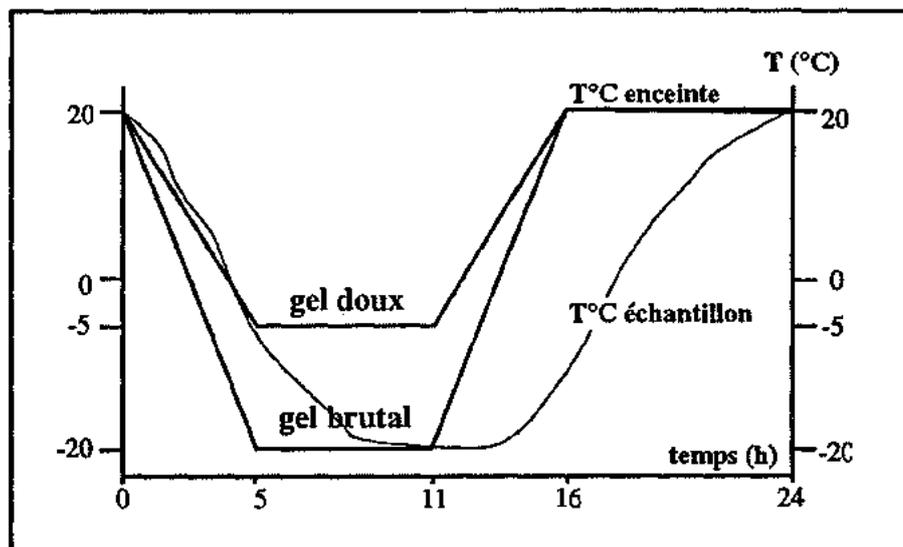


Fig. 10.3. Détails des cycles gel/dégel utilisés. Température dans l'enceinte et température à la surface de l'échantillon.

### 2.1.2. Saturations des échantillons

Les échantillons se présentent sous forme d'éprouvettes cylindriques ( $\varnothing$  : 50mm, L : 100mm), carottées perpendiculairement à la stratification si celle-ci est présente et à faces rectifiées. Ces échantillons sont soumis aux cycles gel / dégel avec des degrés de saturation divers allant de 5% à 100%. La saturation totale est obtenue par immersion totale sous vide. A partir de cette saturation, les saturations intermédiaires sont atteintes par séchage suivant la méthode utilisée pour l'étude des propriétés ultrasoniques en fonction de la saturation (Chap. 6, § 3.4.2). Des éprouvettes à degrés de saturation Hirschwald viennent compléter cette gamme de saturation. Ce degré de saturation est obtenu par immersion totale pendant 48 heures à pression atmosphérique selon le protocole présenté précédemment (Chap. 7, § 2.1.1). Une fois le degré de saturation voulu atteint, les éprouvettes sont enveloppées dans un manchon en caoutchouc étanche et ne sont soumis aux cycles qu'après une période de quelques heures afin d'obtenir un état d'équilibre dans le matériau. Une attention particulière est donnée à l'emballage des matériaux ; aucune bulle d'air ne doit être piégée entre l'enveloppe et l'échantillon, ceci surtout au niveau des faces sommitales sur lesquelles vont reposer les transducteurs ultrasoniques ; la vitesse des ondes et le signal ultrasonique risqueraient d'être très diminués par la présence d'air sur ces surfaces. Pour éviter ce problème, l'intérieur de l'enveloppe en caoutchouc est préalablement humidifié et un léger vide est réalisé entre l'échantillon et l'enveloppe, celle-ci venant "se coller" sur la surface de l'échantillon. Pendant les périodes de dégel, le degré d'humidité dans l'enceinte est maintenu à 95%.

A la fin des cycles gel / dégel, une pesée est réalisée pour vérifier la conservation du degré de saturation initial.

### 2.1.3. Mesure de l'endommagement

Nous ne souhaitons pas systématiquement arriver jusqu'à la destruction totale du matériau, obtenue après un grand nombre de cycles (environ 150 cycles pour détruire une roche calcaire, ce nombre dépendant bien sûr de la qualité du matériau, (Letavernier, 1984)). Nous avons donc utilisé une méthode indirecte reposant sur l'évolution des propriétés ultrasoniques au cours des cycles gel / dégel. Ceci nous a permis de réduire le nombre de cycles à un maximum de 50, ces propriétés marquant généralement les premiers signes d'endommagement sans que le matériau soit apparemment altéré (Tourenq, 1970).

Ces propriétés sont mesurées soit en continu pendant les cycles, soit en phases initiale et finale. Le matériau étant la plupart du temps partiellement ou totalement saturé, seules les vitesses longitudinales ( $V_p$ ) ont été mesurées au cours des cycles. Les vitesses des ondes transversales ( $V_s$ ) ont été déterminées à la fin des cycles sur échantillons secs.

La prise des ultrasons durant les cycles demande un montage particulier. Les échantillons étant saturés, nous avons utilisé le montage en immersion présenté précédemment (Chap.6, ultrasons, § 2.2.1), constitué d'une cuve en plexiglas équipée d'emplacements pour recevoir les transducteurs. Un mélange antigel eau/méthanol à 50% remplace l'eau et sert de couplant entre les transducteurs et l'échantillon. L'ensemble cuve/transducteurs/échantillon est placé dans l'enceinte et est relié au dispositif d'acquisition des données par une sortie de câble.

La figure 10.4 présente un exemple de l'évolution des vitesses longitudinales au cours d'un cycle. Ce paramètre augmente lorsque la température est négative du fait d'une vitesse plus élevée dans la glace que dans l'eau (environ 3800m/s pour la glace et 1800m/s pour l'eau (Lliboutry, 1964)). La vitesse atteint son maximum à la fin du palier de gel. En fait, ce décalage est dû au retard de température entre l'enceinte et l'échantillon. Si on reprend la figure 10.3, on s'aperçoit que la vitesse maximale correspond bien à la température minimum au niveau de l'échantillon. Au dégel, la vitesse décroît rapidement jusqu'à une valeur inférieure à la valeur initiale, du fait d'un endommagement du matériau.

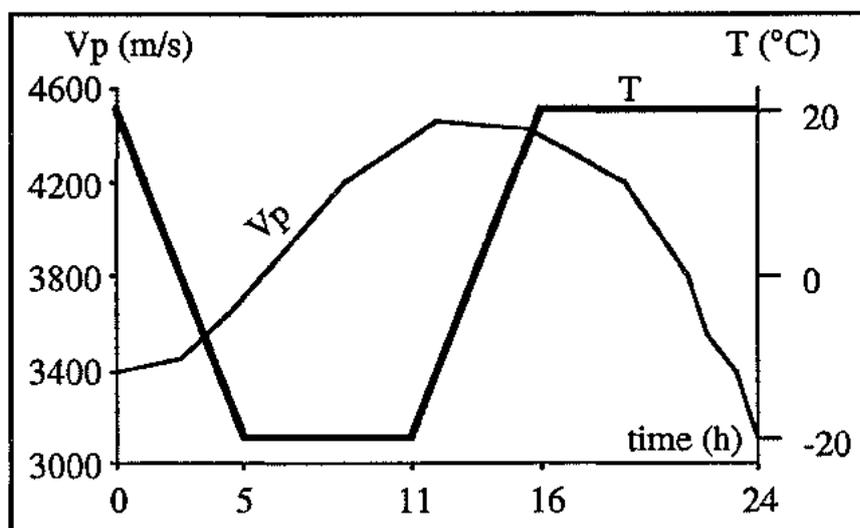


Fig. 10.4. Evolution de la vitesse de l'onde P au cours d'un cycle gel/dégel.

#### *2.1.4. Modes opératoires*

##### *2.1.4.a. Cycles gel/dégel classiques*

Les éprouvettes de chaque faciès sont amenées à des degrés de saturation s'étalant de 5 à 100%, cette gamme comprenant le degré de saturation Hirschwald. Ces éprouvettes, saturées et enveloppées dans un manchon en caoutchouc, sont soumises à 50 cycles de gel / dégel "brutal" (-20 / +20°C). Les propriétés ultrasoniques sont mesurées à la fin du palier de gel (température de l'enceinte qui correspond au maximum de vitesse comme nous l'avons vu précédemment) et à la fin du palier de dégel afin d'obtenir la température minimale atteinte. La prise de vitesse au dégel nous intéresse plus particulièrement puisque c'est pendant cette phase que se marquera l'endommagement du matériau.

Les propriétés ultrasoniques ( $V_p$  et  $V_s$ ) sont également mesurées à la fin des 50 cycles, une fois le matériau revenu à un état sec après séchage à l'air puis à l'étuve à 60°C pendant 10 heures (afin d'éviter les chocs thermiques trop importants).

Ces cycles sont réalisés sur environ trente éprouvettes par faciès. Le premier type de mesure (mesure en continu) ne concerne que quelques saturations (100%, Hirschwald et une saturation intermédiaire).

Les cycles de gel "doux" sont effectués dans les mêmes conditions mais seulement sur quelques faciès et à deux degrés de saturation (100%, Hirschwald).

##### *2.1.4.b. Cycles gel/dégel avec mesure de l'atténuation*

La mesure de l'atténuation et la détermination du facteur de qualité demande un soin particulier. Ce paramètre est très sensible aux modifications du matériau et l'éprouvette ne doit pas être déplacée si l'on veut avoir des valeurs comparables et ne prendre en compte que les variations liées à l'endommagement du matériau. Un seul échantillon peut être traité pendant une série de cycles. Cet échantillon est installé dans la cuve et subit 25 cycles de type brutal sans déplacement. L'évolution du signal ultrasonique est suivi en continu et est enregistré à la fin de chaque palier, de gel et de dégel. Ces mesures ont été réalisées sur tous les faciès à saturation totale ou Hirschwald.

##### *2.1.4.c. Descente en température*

Une simple descente en température a été réalisée afin d'estimer l'évolution des teneurs en eau non gelée avec la température. Dans ce cas, le même mode opératoire que précédemment (mesure de l'atténuation) a été utilisé. La descente s'effectue par palier de température. A chaque palier, le signal est enregistré un fois qu'il a atteint une forme constante ; les vitesses et atténuations sont ensuite calculées.

### 3. RESULTATS - INTERPRETATIONS

#### 3.1. ETALONNAGE DE LA CUVE À ULTRASONS

Le signal ultrasonique transmis se propage dans le bain d'antigel avant de traverser l'échantillon et d'être récupéré par le transducteur récepteur. Le temps de retard, correspondant à la traversée du fluide, doit être soustrait au temps total de passage de l'onde lu sur l'oscilloscope. La connaissance de la distance exacte entre le transducteur et l'échantillon est nécessaire pour déterminer ce temps de retard.

Les variations de température subies par la cuve en plexiglas et par le bain d'antigel engendrent des modifications dans la distance et dans la réponse du fluide aux ultrasons.

Nous avons donc procédé à un étalonnage de la cuve avec une éprouvette d'aluminium ; la variation de longueur est déterminée par :

$$\Delta L/L = \alpha \Delta T \quad (10.1)$$

où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique,

$\alpha = -1,96 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  pour le plexiglas,

$\alpha = -0,65 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  pour l'aluminium.

La figure 10.5a présente la variation de longueur de la cuve avec la température. Par contre, l'étalonnage du bain a été effectué empiriquement en mesurant le temps de passage de l'ultrasons en continu dans le bain au cours d'une descente en température (Fig. 10.5b).

L'ensemble des valeurs de vitesses et d'atténuations qui seront présentées par la suite tiendront compte de cette correction.

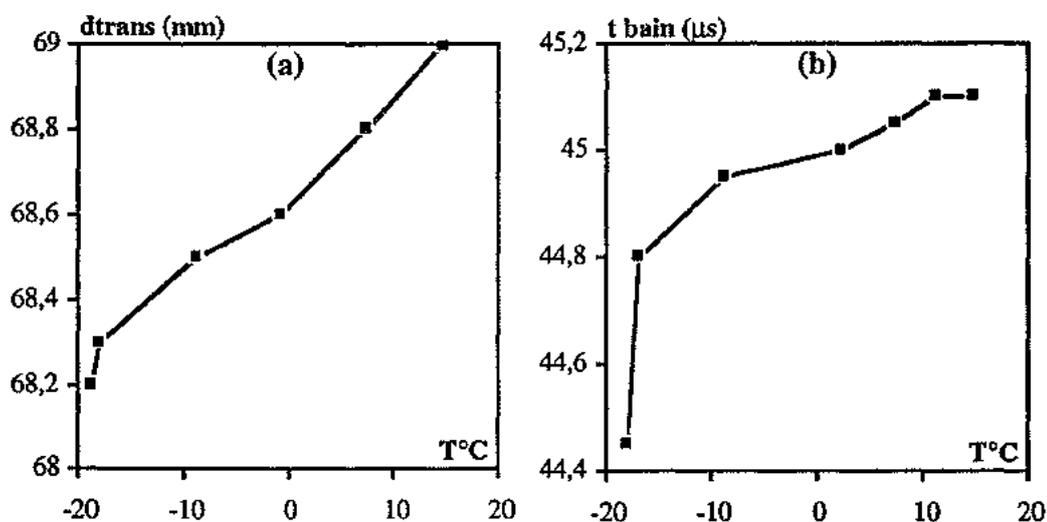


Fig. 10.5. Etalonnage de la cuve à ultrasons. (a) : évolution de la distance entre les transducteurs avec la température, (b) : évolution du temps de passage des ultrasons dans le bain avec la température.

## 3.2. VITESSES DES ONDES AU COURS DES CYCLES GEL/DÉGEL

### 3.2.1. Evolution des vitesses durant les cycles

Les échantillons sont soumis aux cycles gel/dégel suivant le mode opératoire relatif aux cycles classiques (§ 2.1.4.a). L'évolution des vitesses, mesurées au palier de dégel, pendant 50 cycles  $-20/+20^{\circ}\text{C}$  est portée sur la figure 10.6. Les degrés de saturation sont de 100% ou équivalents à la saturation Hirschwald (un degré de saturation intermédiaire de 60% a été rajouté pour le calcaire de Dugny 2 à faciès crayeux). Dugny 1 et Léroville, évoluant respectivement comme Gudmont 1 et Euville, n'ont pas été portés sur la figure 10.6. Le calcaire de Jaumont est représenté par le faciès J5.

Les deux principales familles de réseaux poreux, définies par la porosimétrie au mercure, se comportent différemment pendant ces cycles. Les calcaires à réseaux poreux complexes (Jaumont, Euville, Gudmont 1), à un degré de saturation de 100%, ont une vitesse qui décroît rapidement puis qui tend à se stabiliser aux environs du trentième cycle (Fig. 10.6.a). La vitesse à 50 cycles est réduite de 40% pour le calcaire de Jaumont, et d'environ 30% pour le calcaire d'Euville et de Gudmont 1. Ces mêmes matériaux à saturation Hirschwald, ne montrent pratiquement pas de variation de vitesses. Dans ce cas, la saturation Hirschwald est inférieure à 80%.

Par contre, la vitesse dans les calcaires à réseaux poreux unimodaux décroît régulièrement au cours des cycles que ces matériaux soient saturés à 100% ou à saturation Hirschwald (Fig. 10.6.b). Dans ce cas, la saturation Hirschwald est élevée (environ 95%). La vitesse est diminuée de 50% après 50 cycles. Le calcaire de Dugny 2 (texture crayeuse) montre une vitesse qui se stabilise à partir d'un degré de saturation de 60%.

La figure 10.7 compare l'évolution des vitesses sur les calcaires de Jaumont et de Dugny 2, saturés à 100%, au cours de 25 cycles à  $-20^{\circ}\text{C}$  et à  $-5^{\circ}\text{C}$ . La variation de vitesse n'est modifiée que pour le calcaire de Jaumont ; celle-ci diminue plus progressivement durant les cycles de gel doux.

L'évolution des vitesses, mesurées au palier de gel à  $-25^{\circ}\text{C}$  et à  $-5^{\circ}\text{C}$ , apparaît sur la figure 10.8. Seuls les calcaires de Jaumont et de Dugny 2 sont portés sur cette figure. Dans les deux cas, la vitesse augmente fortement au cours du premier cycle (transformation eau - glace), puis diminue jusqu'au cinquième cycle. Ensuite, les évolutions diffèrent : la vitesse se stabilise (avec une tendance à l'affaiblissement) pour le calcaire de Jaumont au cours des cycles à  $-20^{\circ}\text{C}$  ; durant ces mêmes cycles, le calcaire de Dugny 2 montre une vitesse qui se stabilise également mais avec tout de même une tendance à l'accroissement ; par contre, au cours des cycles à  $-5^{\circ}\text{C}$ , et pour les deux calcaires, la vitesse augmente plus nettement après le cinquième cycle.

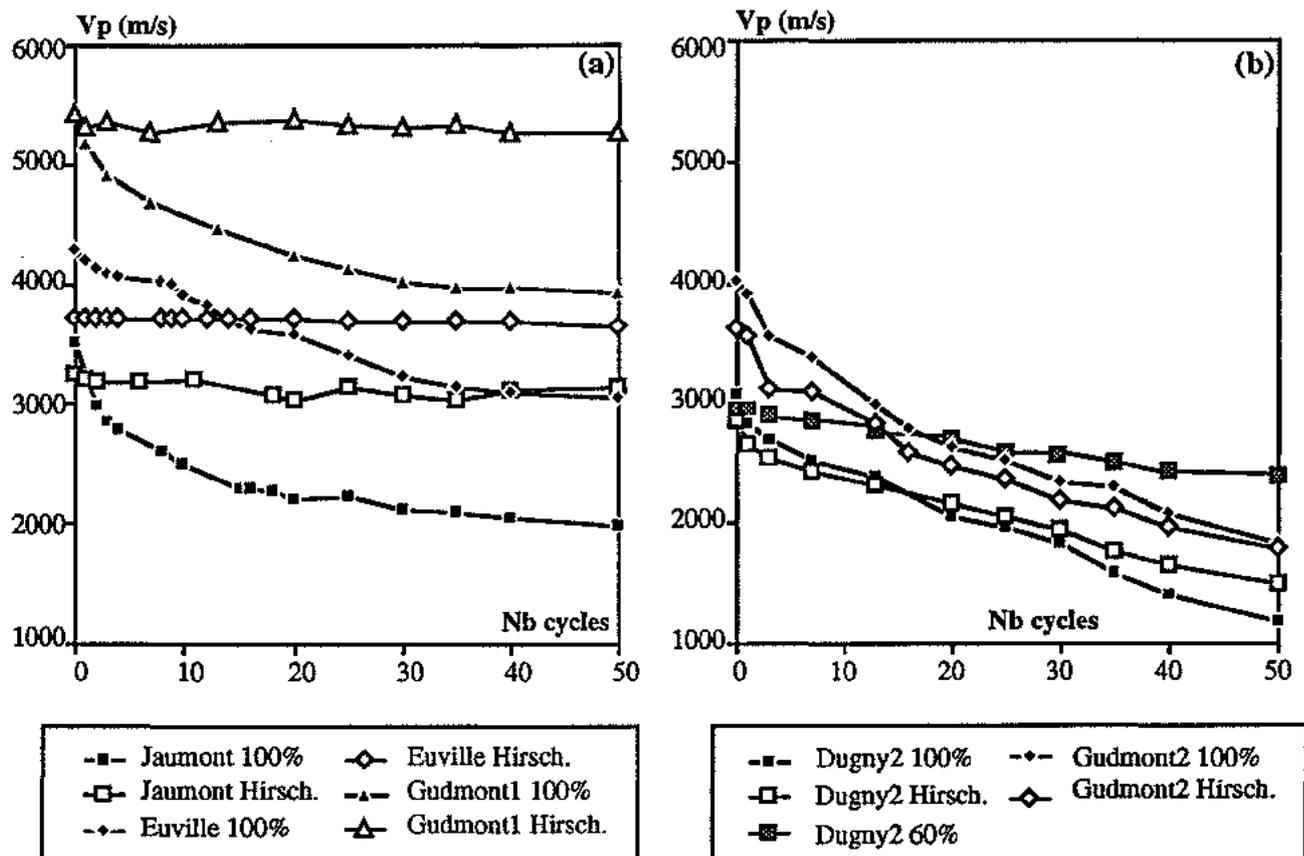


Fig. 10.6. Evolution de la vitesse des ondes longitudinales mesurées au palier de dégel au cours de 50 cycles  $-20/+20^{\circ}\text{C}$ .

(a) Calcaires à réseaux poreux bimodaux à multimodaux,

(b) Calcaires à réseaux poreux unimodaux.

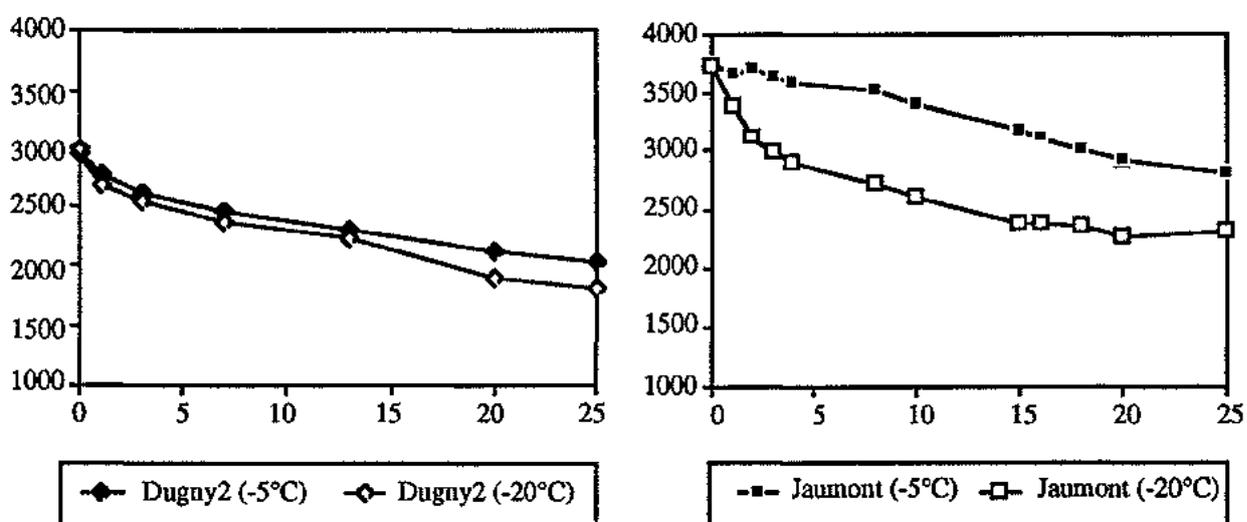


Fig. 10.7. Evolution des vitesses des ondes longitudinales mesurées au palier de dégel au cours de 25 cycles  $-20/+20^{\circ}\text{C}$  et  $-5/+20^{\circ}\text{C}$  pour les calcaires de Jaumont et Dugny 2, saturés à 100%.

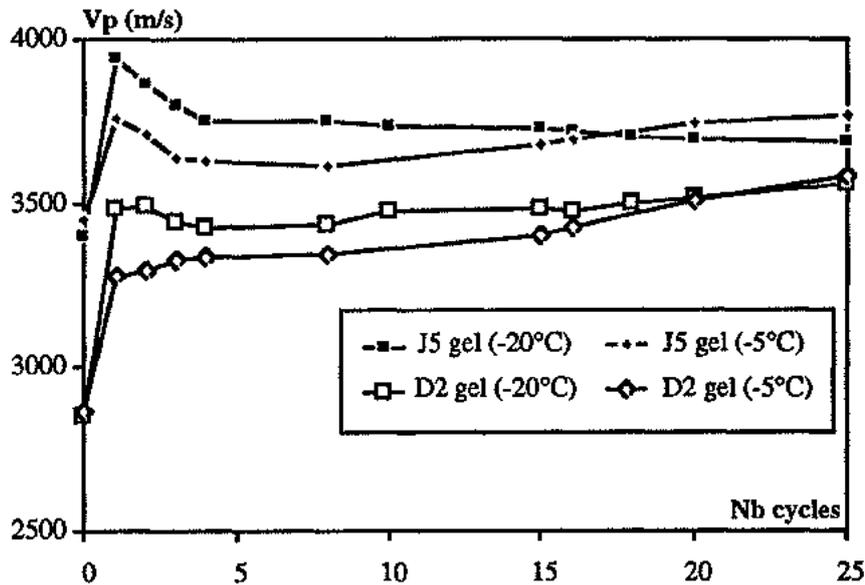


Fig. 10.8. Evolution des vitesses des ondes longitudinales mesurées au palier de gel au cours de 25 cycles  $-20/+20^{\circ}\text{C}$  et  $-5/+20^{\circ}\text{C}$  pour les calcaires de Jaumont et de Dugny 2 saturés à 100%.

Ces résultats permettent de tirer quelques conclusions intéressantes. La notion de degré de saturation critique (Fagerlund, 1971, Mamillan, 1984) apparaît sur la figure 10.6. Cette saturation critique est liée au type de réseau poreux. Les calcaires à réseaux poreux bimodaux à multimodaux ont un coefficient d'Hirschwald inférieur ou égal à 80% et ces matériaux, à ce degré de saturation, ne présentent pas de modifications au cours des cycles. Par contre, les calcaires à réseaux poreux unimodaux ont des degrés de saturation supérieurs à 90% et montrent, à ces saturations, les mêmes modifications que pour une saturation totale. La saturation Hirschwald est inférieure au degré de saturation critique dans le premier cas, mais lui est supérieure dans le cas des réseaux poreux unimodaux.

L'allure différente des évolutions de vitesses entre ces deux familles de réseaux poreux peut être expliquée en tenant compte des renseignements fournis par la figure 10.7. Le calcaire de Jaumont, saturé à 100%, soumis aux cycles de gel doux ( $-5^{\circ}\text{C}$ ), montre une évolution proche de celle du calcaire de Dugny 2 (diminution plus progressive de la vitesse). Ceci peut résulter de l'intervention d'un mécanisme de gel différent pour ces deux types de cycles. Le gel doux correspondrait plutôt à des contraintes issues d'un mécanisme type succion cryogénique où l'écoulement de l'eau vers les zones froides est favorisée (Aguirre-Puente et Bernard, 1978). Les contraintes résultant du gel brutal ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) peuvent s'interpréter par l'action des surpressions dans la glace lors du passage des ménisques des pores larges vers les capillaires fins, le gel débutant d'abord dans les vides de plus grandes dimensions (abaissement du point de congélation dans les pores fins). Ces géométries correspondent bien à la structure des réseaux poreux bimodaux. A saturation Hirschwald, ces pores larges piègent de l'air ; le nombre des systèmes pores larges/capillaires disponibles pour le transfert du front de glace est plus faible, les contraintes sont réduites et dissipées par la compression de l'air piégé.

Dans le cas du calcaire de Dugny 2, à réseau poreux unimodal, les contraintes principales sont issues d'un phénomène de succion cryogénique avec élargissement des capillaires renfermant le front de glace (correspondant au gonflement d'un sol). Les contraintes par surpression dans la glace sont faibles du fait de rapport rayon de pores / rayon d'accès proche de 1. Quelque soit sa saturation, les modifications de ce matériau sont donc issues d'une aspiration de l'eau vers les parois froides, induisant des contraintes moins élevées que celle provenant des surpressions de glace, mais continues au cours des cycles (diminution progressive de la vitesse).

L'aspiration de l'eau lors du phénomène de succion cryogénique est facilitée par la présence d'eau liée qui sert en quelque sorte de canal d'écoulement. L'aspiration s'effectue des capillaires plus fins (correspondant au réseau connecté) vers les capillaires plus larges, sites de la transformation eau - glace. Les calcaires à réseau poreux unimodaux ont une surface spécifique de pores associée au réseau connectée plus grande que pour les autres réseaux (cf. Chap.4, porosimétrie au mercure, § 4.5.2.) et une quantité d'eau liée, distribuée sur cette surface, plus importante. Il semble donc logique que l'aspiration d'eau vers les zones froides, et le phénomène de succion cryogénique en résultant, soit plus marqués pour les matériaux à réseaux poreux unimodaux.

La prédominance des mécanismes de succion cryogénique lors de cycles de gel doux se remarque également sur la fig. 10.8. L'augmentation de la vitesse mesurée au palier de gel, pour les calcaires de Dugny 2 (à -20°C et -5°C) et de Jaumont (à -5°C) peut provenir de la formation d'une couche de glace sur la surface externe des échantillons formant ainsi un chemin préférentiel pour l'onde ultrasonique. La formation de cette couche externe est la signature d'un phénomène de type succion cryogénique. Cette augmentation de vitesse lors du gel peut également provenir d'une augmentation de la quantité de glace au cours des cycles successifs et donc d'une diminution de la teneur en eau non gelée dans le matériau.

### 3.2.2. Estimation d'un degré de saturation critique

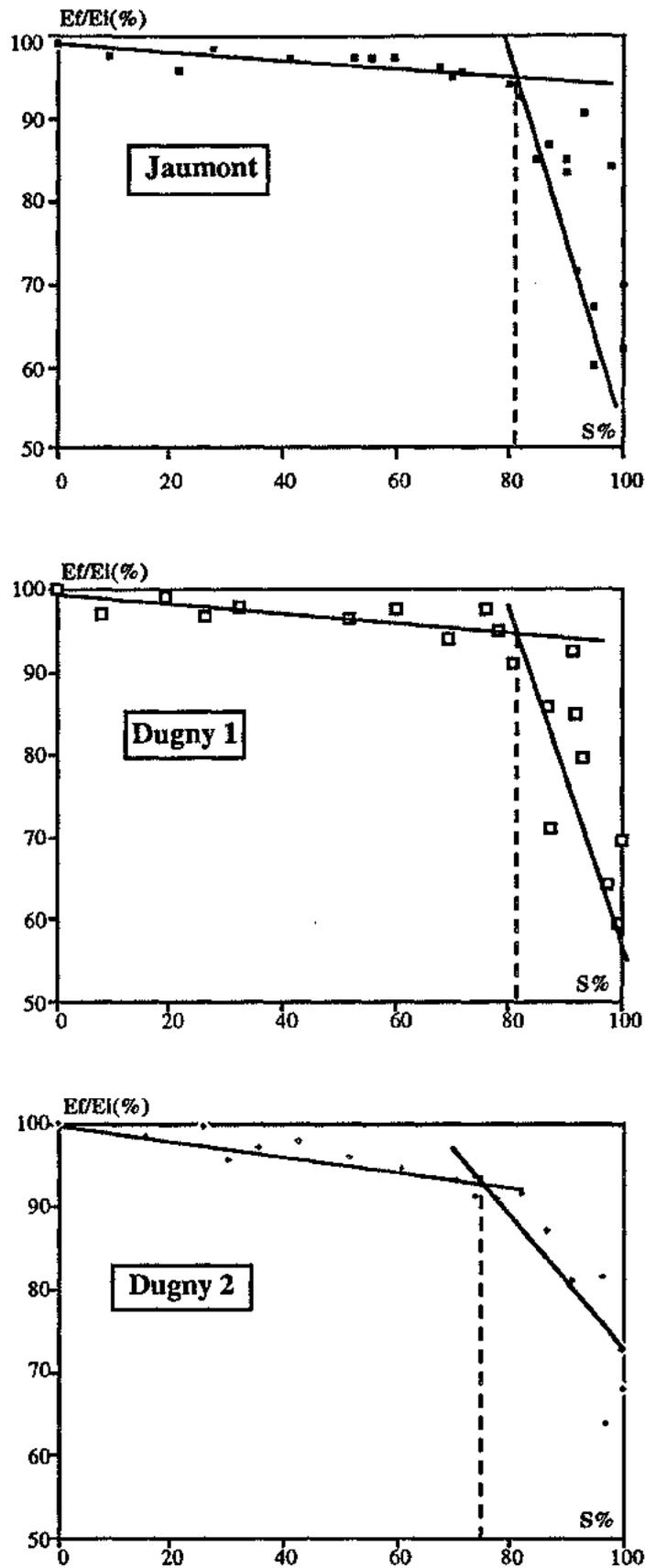
Un matériau poreux n'est endommagé par le gel que si la quantité d'eau disponible est supérieure à une valeur critique qui définit un degré de saturation critique,  $S_{cr}$  (Fagerlund, 1979). La valeur de  $S_{cr}$  est une caractéristique pour un matériau donné et conduit à une teneur en air critique,  $a_{cr}$  (complément à la porosité), au dessus de laquelle le matériau est protégé. Ces deux paramètres sont reliés par :

$$S_{cr} = \frac{w_g}{w_g + a_{cr}} \quad (10.2)$$

où  $w_g$  est la teneur en eau du matériau disponible au gel,  $w_g = w_e - w_{ng}$ ,

$w_e$  est la teneur en eau du matériau,

$w_{ng}$  est la teneur en eau non disponible au gel (eau non gelée).



*Fig. 10.9. Evolution du module d'Young, mesuré à partir des vitesses, en fonction de la saturation des échantillons au cours de 25 cycles de gel/dégel (-20/+20°C).*

*$E_f/E_i$  : rapport du module après les cycles sur le module initial.*

Ce degré de saturation critique est déterminé en suivant l'évolution d'un paramètre d'un matériau au cours d'un nombre donné de cycles, le matériau étant représenté par des échantillons à différentes saturations. Le degré de saturation pour lequel on observe une variation brutale du paramètre utilisé correspond à  $S_{cr}$ . Mamillan (1984) utilise l'évolution de l'allongement des échantillons, mesuré par dilatométrie, pour déterminer  $S_{cr}$ . Fagerlund (1971, 1979) préconise le suivi du module d'Young ( $E$ , module d'élasticité). L'évolution de ce paramètre a l'avantage de présenter généralement un point de cassure très net à une saturation donnée. De plus il peut être déterminé d'une manière non destructive par une combinaison des vitesses ultrasoniques longitudinales et transversales (cf. Chap. 6., § 3.3, éq. 6.6 et 6.7).

Nous avons utilisé cette dernière méthode pour estimer le degré de saturation critique. Les vitesses longitudinales et transversales sont mesurées avant et après les cycles sur une vingtaine d'échantillons par faciès, à degrés de saturation compris entre 5 et 100%, obtenus par séchage (méthode décrite précédemment). L'évolution du module d'Young, calculé à partir des vitesses, en fonction de la saturation de l'échantillon ayant subi 25 cycles est présentée sur la figure 10.9. Nous n'avons porté sur cette figure que les cas des calcaires de Jaumont et de Dugny 1 et 2, représentant les grands types de réseaux poreux définis pour les matériaux étudiés.

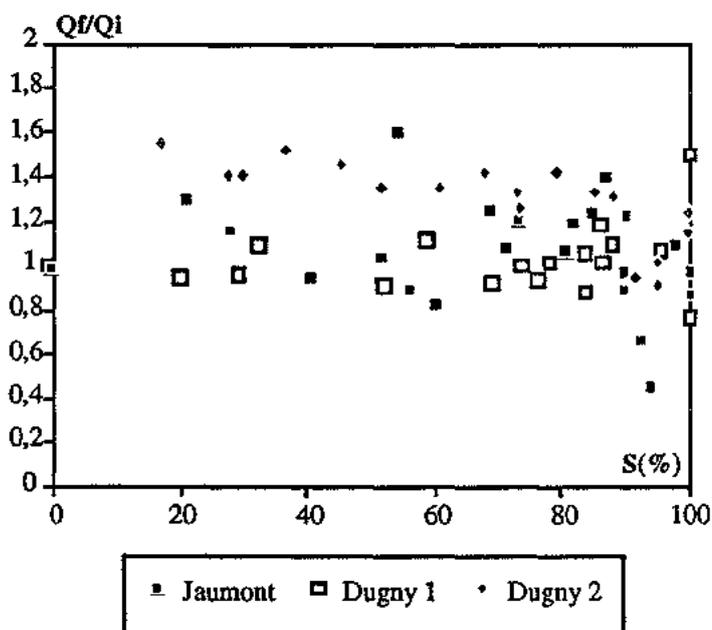
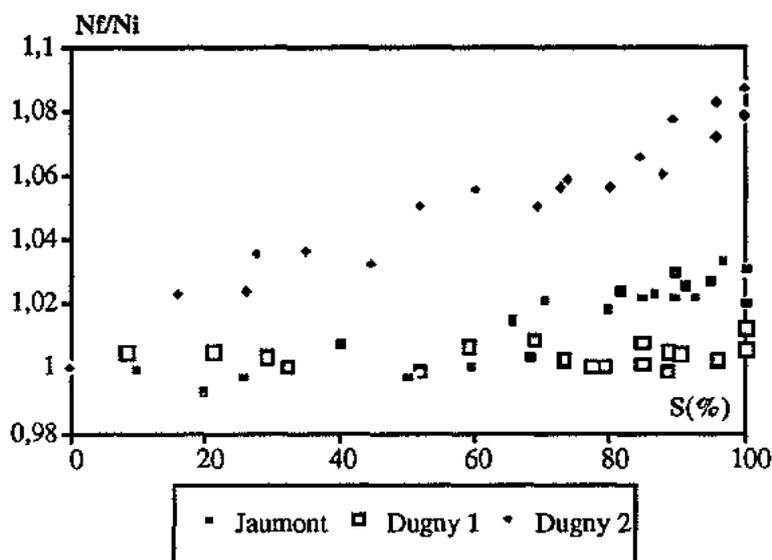
Le rapport  $E_{final}/E_{initial}$  montre, dans tous les cas, une chute brutale pour une saturation située autour de 80% (82% pour Jaumont et Dugny 1, 75% pour Dugny 2). Le degré de saturation Hirschwald du calcaire de Jaumont est nettement inférieur à  $S_{cr}$  (60%), celui du calcaire de Dugny 1 est du même ordre (80%). Dans ce cas, le degré de saturation critique correspond à la saturation des pores nodaux. Le gel de l'eau dans ce type de structure entraîne des surpressions importantes dans la glace (passage des ménisques de ces structures vers les étranglements fins). Par contre, le calcaire de Dugny 2 à un degré de saturation Hirschwald nettement supérieur à  $S_{cr}$  (95%). Ceci confirme l'évolution des vitesses sur les matériaux à saturation Hirschwald observées précédemment.  $S_{cr}$  ne semble pas varier énormément d'un faciès à l'autre, mais c'est surtout son rapport avec la saturation Hirschwald, qui détermine l'endommagement du matériau en conditions naturelles.

Une mesure de la porosité totale accessible à l'eau sous vide a été réalisée sur ces échantillons après les 25 cycles de gel/dégel. L'évolution de ce paramètre en fonction de la saturation lors du gel varie selon les faciès (Fig. 10.10). La porosité augmente nettement pour le calcaire de Dugny 2 (environ 8%), cette augmentation est plus réduite pour le calcaire de Jaumont (2%), voir nulle pour Dugny 1.

La différence de mécanisme de gel envisagé précédemment peut être la cause de ces variations. La succion cryogénique prépondérante au sein du calcaire de Dugny provoque un élargissement du milieu poreux d'où une nette augmentation de la porosité totale. Par contre, les surpressions dans la glace, génératrices des contraintes, pour les deux autres calcaires, provoquent une fissuration ponctuelle, de faible volume par rapport au volume poreux total, et qui n'engendre pas de grande variation de la porosité.

L'évolution du facteur de qualité (atténuation de l'onde ultrasonique) en fonction de la saturation pendant le gel, calculé sur ces mêmes échantillons, est plus diffuse (Fig. 10.11). Comme nous l'avons vu au cours de l'étude des propriétés ultrasoniques de ces matériaux, le facteur de qualité marque des variations très fines du signal ultrasonique mais ces variations sont masquées par la variabilité des échantillons et les conditions expérimentales : l'éprouvette cylindrique n'est pas forcément repositionner de la même façon lors des enregistrements des signaux avant et après gel (rotation de l'éprouvette), ceci pouvant entraîner des variations supplémentaires.

*Fig. 10.10. Evolution de la porosité totale en fonction de la saturation des échantillons pendant 25 cycles de gel/dégel (-20/+20°C).  $N_f/N_i$  : rapport de la porosité mesurée après les cycles sur la porosité initiale.*



*Fig. 10.11. Evolution du facteur de qualité en atténuation en fonction de la saturation lors du gel.*

### 3.3. ATTÉNUATION DES ONDES AU COURS DES CYCLES

L'utilisation de l'atténuation des ondes ultrasoniques pour suivre l'évolution des matériaux au cours du gel est fondée sur le même principe que pour les vitesses. L'atténuation de l'onde est plus faible dans un matériau gelé que dans le même matériau à l'état initial du fait de la bonne transmission du signal dans la glace ; elle est par contre plus élevée dans le matériau dégelé du fait de l'endommagement causé par le gel (Fig. 10.12). Le spectre du matériau initial peut être utilisé comme spectre témoin pour la méthode du rapport des spectres présentée précédemment (Chap. 6., § 2.4), du fait de sa faible atténuation initiale par rapport à l'atténuation liée aux cycles gel/dégel successifs (Toksöz *et al.*, 1979).

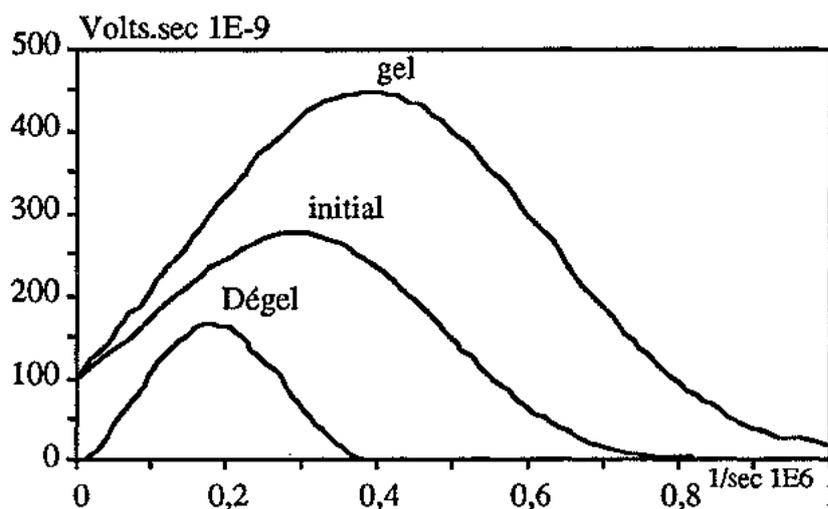


Fig. 10.12. Spectres des signaux ultrasoniques à l'état initial, gelé et dégelé.

#### 3.3.1. Evolution du facteur de qualité au cours de cycles gel/dégel

L'étude de l'atténuation des ondes ultrasoniques au cours du gel n'est réellement performante que si l'échantillon n'est pas déplacé pendant l'ensemble des cycles pour éviter de prendre en compte des variations liées aux conditions expérimentales. Nous avons donc procédé à des cycles gel/dégel sur un échantillon saturé totalement ou partiellement (saturation Hirschwald), enveloppé dans un manchon en caoutchouc et disposé dans la cuve à ultrasons pendant la totalité des cycles.

L'évolution des facteurs de qualité au cours de 25 cycles gel/dégel à  $-20^{\circ}\text{C}$  est résumée sur la figure 10.13. La distinction observée au cours de la mesure des vitesses ultrasoniques apparaît également sur cette figure.

Le facteur de qualité évolue par chute brutale et palier pour les calcaires à réseaux poreux complexes, saturés à 100% (Jaumont, Euville, Gudmont 1), marquant un endommagement important mais ponctuel du matériau. Le facteur de qualité ne montre pas de variation notable si ces matériaux sont à saturation Hirschwald, le degré de saturation critique n'étant pas atteint. Ces roches calcaires

présentent des diminutions brutales de  $Q$  au cours des premiers cycles ; des chutes secondaires du facteur de qualité apparaissent là où les vitesses étaient stabilisées (décrochements autour du huitième cycle pour Jaumont et Euville).

La diminution de  $Q$  est plus progressive pour les matériaux à réseaux poreux unimodaux saturés à 100% ou à Hirschwald (Dugny 2, Gudmont 2). Cependant, cette évolution est plus marquée que dans le cas des vitesses.

Du point de vue des mécanismes de gel, les mêmes conclusions peuvent être tirées :

- prépondérance d'un phénomène de succion cryogénique pour les calcaires à réseaux poreux unimodaux résultant en un endommagement continu,
- surpression dans la glace occasionnant des endommagements plus ponctuels et successifs, liés à la progression du front de glace, dans un calcaire à réseau poreux hétérogène, bimodal à multimodal.

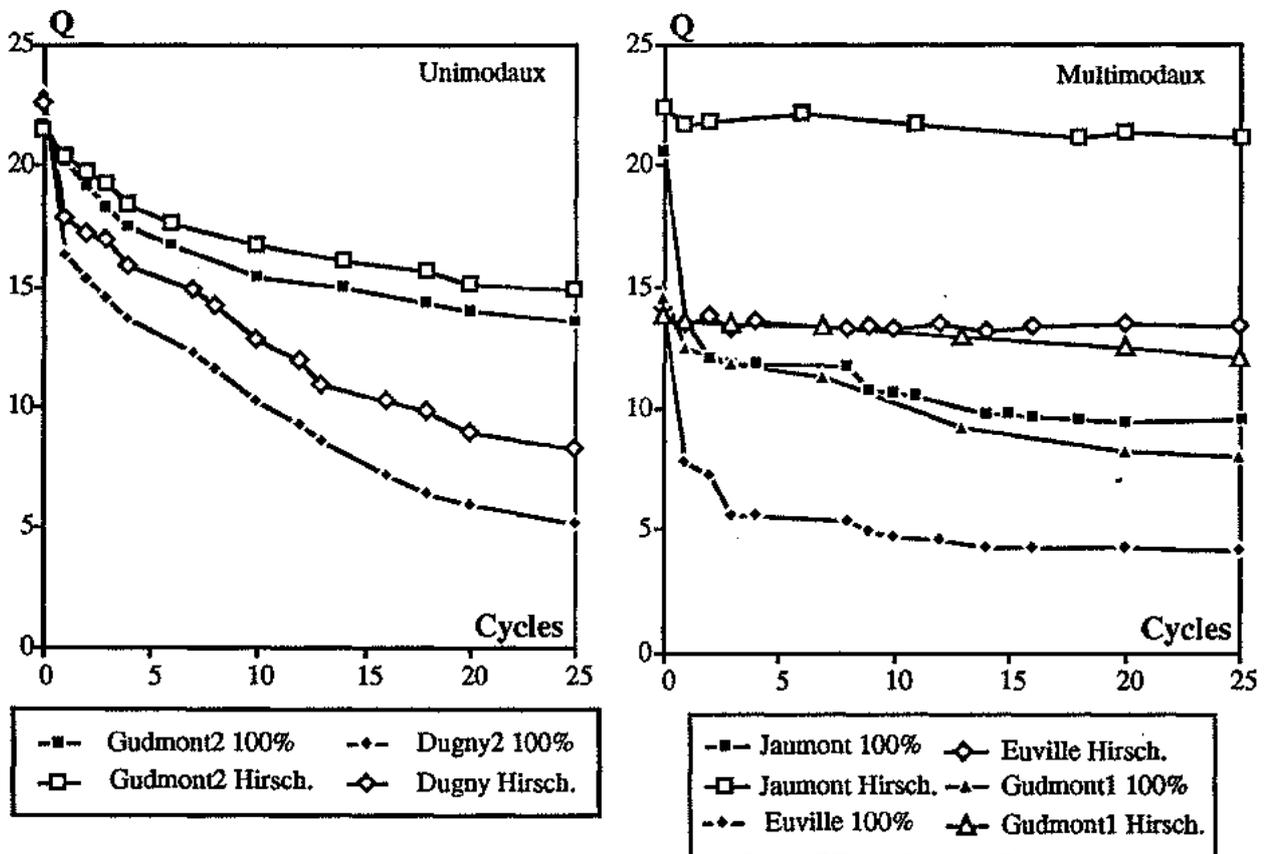


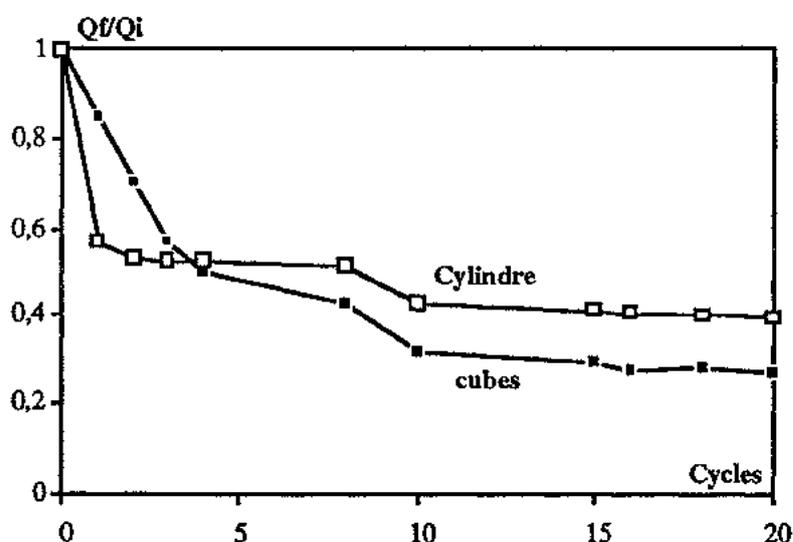
Fig. 10.13. Evolution du facteur de qualité  $Q$  dans les matériaux à réseaux poreux unimodaux (figure de gauche) et multimodaux (figure de droite) au cours de 25 cycles de gel/dégel ( $-20^{\circ}\text{C}/+20^{\circ}\text{C}$ ).

### 3.3.2. Contrôle de l'endommagement

Nous allons nous attaché plus particulièrement à deux faciès, les calcaires de Jaumont et de Gudmont 2, afin de confirmer les conclusions précédentes concernant les types de mécanismes mis en jeu lors du gel et les endommagements résultants. Ce contrôle de l'altération est principalement fondé sur des essais de compression isotrope et des analyses porosimétriques (Remy *et al.*, 1994).

Pour réaliser ces essais, des échantillons cubiques de 5cm d'arête ont été placés dans l'enceinte climatique simultanément à la mesure de l'atténuation sur une éprouvette cylindrique. Les cubes proviennent du même bloc de matériau que l'éprouvette cylindrique et sont taillés de façon à ce qu'un plan soit parallèle à la stratification (plan 1). L'orientation des faces par rapport à ce plan 1 est le même que pour l'essai de compression isotrope (Chap.5., § 2.1., Fig. 5.2). Les cubes sont dans des conditions de saturations identiques à celles de l'éprouvette. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés au comportement à saturation totale puisque nous souhaitons étudié l'endommagement du matériau. La porosité totale et les propriétés ultrasoniques sont mesurées au préalable sur chaque cube ; la fissuration initiale déterminée par un essai de compression isotrope ainsi que le spectre porosimétrique du matériau sain sont issus d'un cube témoin. Après un nombre de cycles donnés, un cube est sorti de l'enceinte, séché (air et étuve) et les paramètres précédant sont mesurés. Ces propriétés représentent un instantané de l'état de l'éprouvette au cycle donné.

L'évolution au cours des cycles gel/dégel des facteurs de qualité déterminés sur les cubes confirme les tendances observées précédemment. Sur l'exemple de la figure 10.14, concernant le calcaire de Jaumont, les évolutions sur cubes et sur éprouvettes sont similaires ; la chute secondaire de la valeur de  $Q$  au huitième cycle apparaît également sur les cubes.



*Fig. 10.14. Evolution des facteurs de qualité au cours des cycles gel/dégel sur cubes et sur éprouvettes cylindriques.  $Q_t/Q_i$  : rapport du facteur de qualité à un cycle donné sur le facteur de qualité initial.*

L'évolution de la fissuration et du spectre porosimétrique au cours des cycles successifs permet de différencier les deux matériaux considérés.

Le spectre porosimétrique du calcaire de Jaumont ne présente pas de modification notable en fonction des cycles ; sa porosité totale évolue peu (Fig. 10.15). Par contre, l'allure des courbes d'injection de mercure du calcaire de Gudmont 2 est largement modifiée (Fig. 10.16). L'ensemble du réseau poreux est décalé vers les plus grands rayons ; l'augmentation de la porosité totale (13 à 15%, fig. 10.15) découle principalement d'une porosité libre plus importante (7,5 à 9,5%). L'élargissement des vides libère des pores qui étaient comptabilisés dans la porosité piégée ; il en résulte une augmentation du réseau connecté.

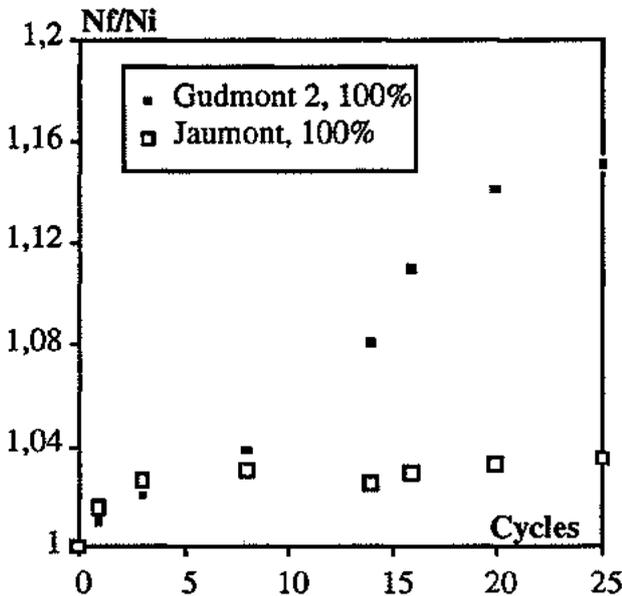


Fig. 10.15. Evolution de la porosité accessible à l'eau sous vide en fonction du nombre de cycles.  $N_f/N_i$  : rapport de la porosité à un cycle donné sur la porosité initiale.

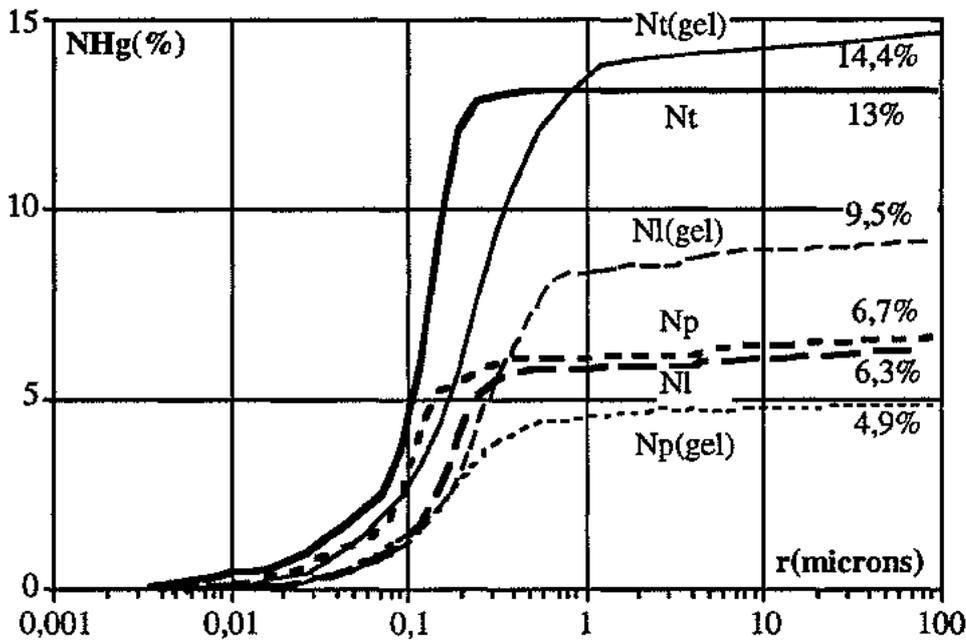


Fig. 10.16. Courbes porosimétriques du calcaire de Gudmont 2 avant et après 25 cycles de gel/dégel (-20/+20°C) à l'état saturé. Les courbes en gras correspondent à l'état initial.

Le comportement de ces matériaux durant l'essai de compression isotrope est inversé. Le calcaire de Gudmont 2 ne montre pas d'évolution de fissuration. Par contre, la porosité de fissure augmente nettement au cours des cycles dans le cas du calcaire de Jaumont. Les courbes pression - déformation volumique de ce matériau, correspondant à un nombre de cycles gel/dégel croissant, sont présentées sur la figure 10.17. La valeur de la porosité de fissure  $\eta_0$  augmente nettement au premier et au huitième cycle. Le module de compressibilité (bulk modulus, K), déterminé par la pente de la partie linéaire de la courbe, évolue peu ; le matériau se fissure mais les caractéristiques mécaniques de la matrice solide ne changent pas. Les spectres de fissuration, issus de la double dérivation de la courbe  $\eta(P)$  (voir Chap.5., § 1, Fig. 5.1), montrent surtout une augmentation de la densité de fissure et non du coefficient de forme (Fig. 10.18). Nous avons vu précédemment que la densité de fissure a une influence plus importante sur le facteur de qualité que le coefficient de forme.

L'analyse des déformations dans chaque plan du cube fait ressortir une première fissuration dans le plan 1 (plan de stratification) au cours des premiers cycles et l'ouverture d'une deuxième famille à partir du huitième cycle (Fig. 10.19). Un coefficient d'anisotropie  $A\varepsilon$  peut être calculé à partir de la valeur des déformations  $\varepsilon_i$  :

$$A\varepsilon = \frac{\varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\text{moy}}} \quad (10.3)$$

Ce coefficient, calculé pour chaque cube, issu de cycles successifs, augmente dans un premier temps ; l'ouverture d'une seule famille de fissures accroît l'anisotropie du matériau ; l'ouverture d'autres familles à partir du huitième cycle à tendance à rétablir une isotropie dans le matériau. Le même type de coefficient, calculé à partir des vitesses des ondes ( $A_v$ ), évolue de la même façon (Fig. 10.19).

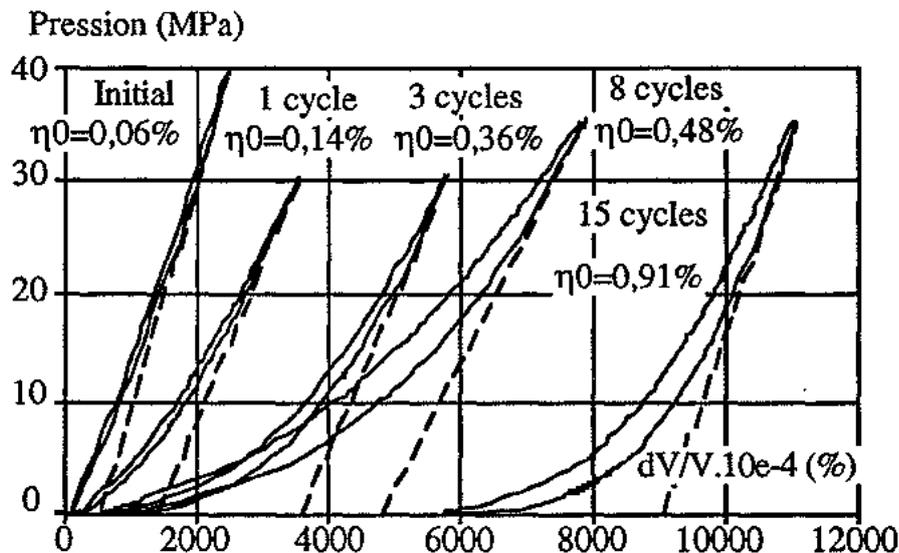


Fig. 10.17. Calcaire de Jaumont. Courbes pression - déformation volumique issues de l'essai de compression isotrope sur un cube ayant subi un nombre de cycle gel/dégel donné, à saturation totale. La porosité de fissure  $\eta_0$  est déterminée par l'intersection entre la partie linéaire de la courbe et l'axe des abscisses. L'essai comporte 4 cycles chargement - déchargement ; seul le dernier est représenté.

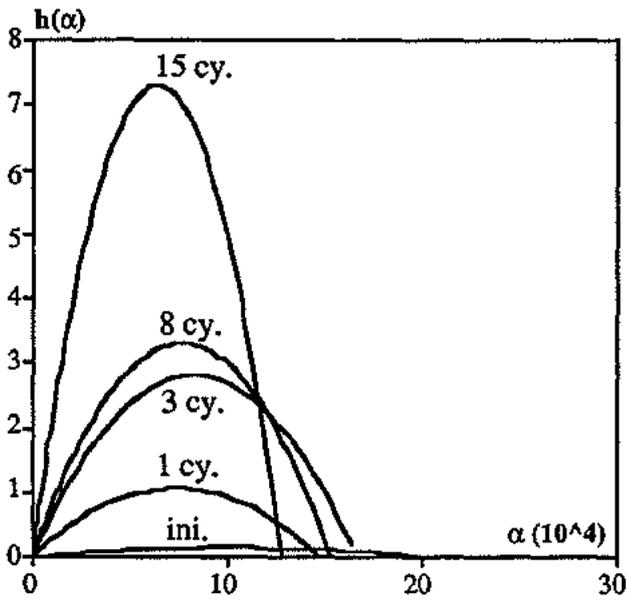


Fig. 10.18. Spectres de fissuration issus des courbes de la figure précédente. Densité de fissuration  $h(\alpha)$  en fonction du coefficient de forme  $\alpha$  au cours de cycles successifs.

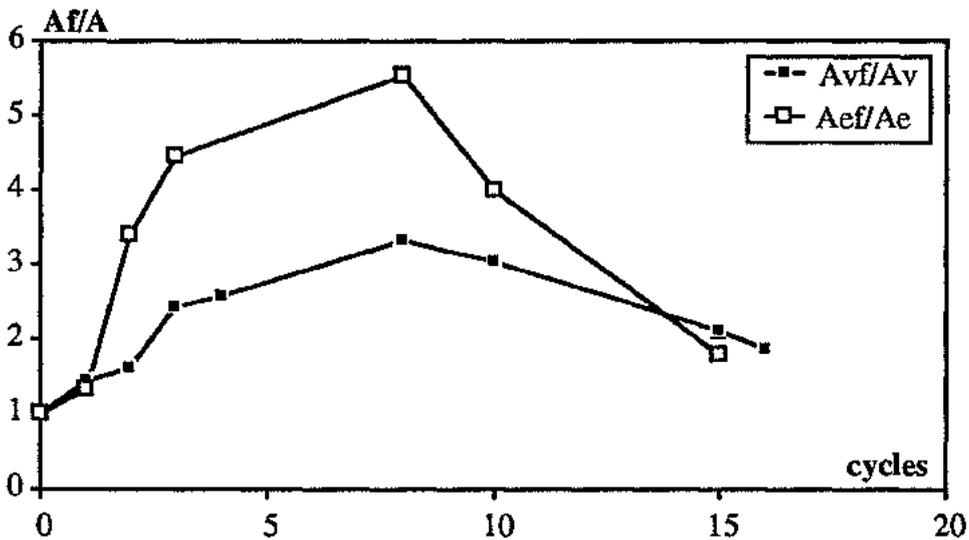


Fig. 10.19. Coefficients d'anisotropie déterminés à partir de l'essai de compressibilité ( $A_e$ ) et des vitesses des ondes ( $A_v$ ). indice f : coefficient d'anisotropie après les cycles.

### 3.3.3. Conclusion

L'évolution du facteur de qualité en fonction du nombre de cycles gel/dégel conduit à la distinction entre réseaux poreux unimodaux et réseaux poreux multimodaux. Cette évolution est plus marquée que pour les vitesses.

Les calcaires à réseaux poreux unimodaux montrent une diminution progressive de leur facteur de qualité. Cette évolution est la manifestation d'une modification du réseau poreux : on note un élargissement général du réseau et une augmentation du réseau connecté (porosité libre). L'élargissement des vides n'a qu'une influence secondaire sur le facteur de qualité ; celui-ci diminue progressivement. Ce type d'endommagement correspond bien à un phénomène de type succion cryogénique ; l'accumulation de l'eau par aspiration vers les zones froides provoque un élargissement progressif mais continu des capillaires. Ce mécanisme est favorisé par la surface spécifique élevée du réseau connecté de ces matériaux ; celle-ci induit une teneur en eau adsorbée importante, jouant le rôle de canaux de circulation. Par contre, ce phénomène d'aspiration protège le matériau d'une fissuration à coeur (la porosité de fissure n'évolue pas). Ce mécanisme d'élargissement du réseau poreux peut être dangereux pour le matériau à long terme : l'augmentation du volume connecté conduit à une aspiration d'eau plus importante et à un accroissement de la succion cryogénique ; le phénomène devient "auto-entretenu" et peu conduire à terme à une destruction complète des matériaux.

Les calcaires à réseaux poreux multimodaux, saturés à 100%, présentent des chutes brutales du facteur de qualité suivies de palier, qui résultent d'une fissuration ponctuelle du matériau, confirmé par l'essai de compression isotrope. L'endommagement semble être, dans ce cas, commandé par les surpressions dans la glace et contre les parois, développées aux jonctions entre les pores larges et les capillaires (dans l'exemple précédent, le matériau est saturé à 100%, et ces deux types de pores sont saturés). Dans le cas précis du calcaire de Jaumont, la fissuration intervient d'abord dans le plan de stratification. Nous avons vu précédemment que cette structure renferme des pores nodaux, larges, dans les zones sparitiques, reliés par des accès fins, localisés dans les zones microsparitiques, et devient ainsi un site privilégié pour une fissuration locale par surpression transmise par la glace.

Des images M.E.B. sur des échantillons de calcaire de Jaumont ayant subi des cycles gel/dégel (annexe 2, photos 21, 22) confirment cette fissuration et permettent d'observer à la fois une microfissuration intracrystalline et une fissuration plus large traversant l'ensemble de la structure.

Ces matériaux, totalement saturés et soumis au gel, se fissurent localement mais restent sains entre ces discontinuités ; ces fissures ne représentent pas un volume important et aucune modification du réseau poreux n'a été observée.

### 3.4. APPROCHE EXPÉRIMENTALE DE LA TENEUR EN EAU NON GELÉE

#### 3.4.1. Généralités

La teneur en eau non gelée est une composante importante du comportement au gel d'un matériau et de l'ampleur de sa dégradation. Une forte teneur en eau non gelée diminuera d'autant la quantité d'eau disponible pour le gel. Cependant, la cohabitation d'eau sous forme liquide et de glace, associée à une perméabilité élevée du réseau, peut faciliter le phénomène de succion cryogénique, l'eau liquide permettant l'écoulement vers le front de glace (Hallet, 1983, McGreevy, 1981).

Nous avons vu précédemment (aspects théoriques, Chap.9) que l'eau non gelée peut avoir plusieurs origines (Aguirre-Puente *et al.*, 1977). Elle peut être le résultat de l'abaissement cryoscopique, dû à la courbure de l'interface eau-glace ou à un phénomène de surfusion. Les mécanismes d'adsorption sur le substrat solide abaissent la température d'équilibre eau-glace et fournissent également une quantité d'eau non gelée (sous forme d'eau adsorbée) à une température donnée. Dans ce cas, la teneur en eau non gelée est liée à la surface spécifique du milieu.

La dépendance de la teneur en eau non gelée avec la température qui apparaît dans ces deux hypothèses peut être transformée en une dépendance en pression par l'intermédiaire de l'équation de Clapeyron (Black, 1991).

Les méthodes de détermination de la teneur en eau non gelée sont délicates et reposent soit sur des estimations à partir de la connaissance de paramètres caractéristiques du matériau (comme la surface spécifique, par exemple), soit sur des méthodes de mesures expérimentales. La teneur en eau non gelée peut être déterminée par calorimétrie (Williams, 1964). Cette méthode est fondée sur la mesure de la quantité de chaleur extraite de l'échantillon pour abaisser sa température de  $\Delta T$ . La résonance magnétique nucléaire est une méthode non destructive qui permet l'évaluation de la quantité d'eau non gelée en fonction de la température (Smith et Tice, 1988, Guillot, 1990). Elle repose sur la mesure du temps de relaxation des atomes soumis à un champ magnétique ; les temps de relaxation sont différents si l'eau est sous forme adsorbée, capillaire ou de glace.

Des méthodes acoustiques, fondées sur l'évolution des propriétés ultrasoniques d'un matériau au cours de variations de température, sont également utilisées pour estimer la teneur en eau non gelée d'un matériau. Ces méthodes reposent soit sur la généralisation à trois composants (matrice - eau - glace) des formules de Wyllie *et al.* (1956) (Chap.6., § 1.2.2., éq. 6.24 et 6.25) concernant les relations vitesses ultrasoniques/saturation (Timur, 1968, Deschâtres *et al.*, 1989, Thimus *et al.*, 1991), soit sur la prise en compte des caractéristiques élastiques des ondes ultrasoniques (Chap.6., § 1.2.2., éq. 6.21, 6.22 et 6.23) (King *et al.*, 1988, Thimus, 1989, Leclaire, 1992).

### 3.4.2. Mesure de la teneur en eau non gelée

Etant donné que nous possédions l'outil ultrason, nous avons tenté de déterminer expérimentalement l'évolution de la teneur en eau non gelée des matériaux calcaires étudiés, lors d'une simple descente en température (15°C à -40°C - mode opératoire décrit au § 2.1.4.c), à partir des paramètres ultrasoniques.

Les vitesses mesurées lors de l'abaissement de température sont les vitesses effectives du milieu composite matrice solide/eau/glace. La généralisation des formulations de Wyllie *et al.* (1956) à trois composants fournit des expressions de la vitesse effective qui résultent de combinaisons des vitesses et des proportions de chacune des phases (solide/eau/glace). Il est aisé de déduire de ces expressions la teneur en eau non gelée, seul paramètre inconnu (la porosité et les masses volumiques de la fraction solide sont tirées de l'étude expérimentale, 1<sup>ère</sup> partie ; les vitesses et masses volumiques de l'eau et de la glace sont des valeurs standards tirées de la bibliographie).

Deux types d'expressions ont été retenues :

- la généralisation de la 1<sup>ère</sup> équation de Wyllie par Timur (1968) (Chap.6., éq. 6.24) :

$$\frac{1}{V^*} = \frac{1 - \phi}{V_s} + \frac{\phi(1 - \beta)}{V_e} + \frac{\phi\beta}{V_g},$$

avec  $V^*, V_s, V_e, V_g$ , vitesses respectives dans le milieu composite, la matrice solide, l'eau non gelée et la glace,

$\beta$ , la proportion du volume de pores occupée par la glace,

$(1 - \beta)$ , la proportion du volume de pores occupée par l'eau non gelée.

- la généralisation de la seconde équation de Wyllie par Deschâtres (1990) (Chap.6., éq. 6.25) :

$$\frac{1}{\rho^* V^{*2}} = \frac{1 - \phi}{\rho_s V_s^2} + \frac{\phi_e}{\rho_e V_e^2} + \frac{\phi_g}{\rho_g V_g^2},$$

avec  $\phi_e$  et  $\phi_g$ , taux de porosité remplie respectivement par l'eau non gelée et par la glace ( $\phi_e + \phi_g = \phi$ ),

$\rho^*$ , masse volumique du milieu composite,  $\rho^* = \rho_s(1 - \phi) + \rho_e\phi_e + \rho_g\phi_g$ ,

$\rho_s, \rho_e$  et  $\rho_g$ , masses volumiques respectives de la matrice solide, de l'eau et de la glace.

La détermination de la teneur en eau non gelée par les modèles de Gassmann (1951) (Chap.6., éq. 6.8, 6.9 et 6.20) et de Toksöz *et al.* (1976) (Chap.6., éq. 6.21, 6.22 et 6.23) nécessite la connaissance des vitesses des ondes longitudinales ( $V_p$ ) et transversales ( $V_s$ ) du milieu composite solide/eau/glace. Dans notre montage expérimental, l'onde est transmise dans le matériau par l'intermédiaire d'un fluide (bain anti-gel) ; la vitesse de l'onde transversale, onde de cisaillement, ne peut être mesurée dans ces conditions. Les modèles de Gassmann et de Toksöz *et al.* n'ont donc pas pu être utilisés dans notre cas d'étude.

Cette analyse expérimentale de la teneur en eau non gelée est réalisée sur deux des faciès étudiés : Jaumont 5 et Dugny 2. Ces deux matériaux ont été choisis parce qu'ils renferment des volumes poreux totaux similaires mais distribués différemment, l'influence de cette distribution pouvant être ainsi étudiée.

Les deux calcaires sont totalement saturés et enveloppés dans un manchon en caoutchouc. Les propriétés ultrasoniques (vitesses et atténuations) des matériaux sont déterminées à intervalles de 1°C entre 0 et -15°C, puis tous les 5°C jusqu'à -40°C. A chaque palier de température, le signal n'est interprété qu'une fois la stabilisation atteinte.

### 3.4.3. Résultats - Interprétations

L'évolution des vitesses des ondes longitudinales mesurées en fonction de la température est portée sur la figure 10.20.

Pour des températures positives (de 15°C à 0°C), la vitesse est constante dans les deux cas.

Pour des températures négatives, l'évolution de la vitesse dans les deux matériaux se subdivise en trois phases :

	Jaumont	Dugny 2	
1)	0°C à -5°C	0°C à -7°C	La vitesse ne présente pas d'évolution notable mais montre quelques irrégularités dans le détail.
2)	-5°C à -25°C	-7°C à -20°C	La vitesse croît nettement.
3)	-25°C à -40°C	-20°C à -40°C	La vitesse se stabilise et tend vers un palier.

La quasi-stabilité des vitesses des ondes pendant la première phase reflète la conservation du volume d'eau sous forme liquide. Ce retard au changement de phase eau/glace peut être lié au processus de surfusion ou au mécanisme d'abaissement du point de congélation dans des capillaires de faibles dimensions.

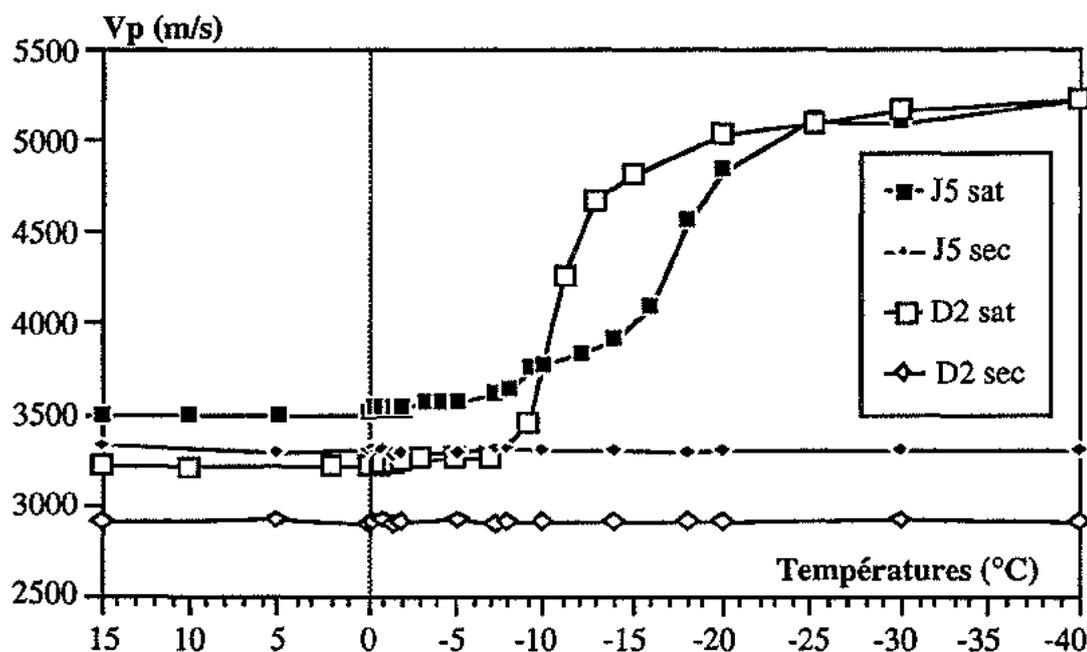
Thimus (1993) favorise le processus de surfusion pour expliquer ce décalage dans des matériaux argileux. Cet auteur a observé en parallèle, dans ces gammes de température (0°C à -5°C), une remontée de la température des échantillons bien que l'environnement extérieur présente une température qui décroît en continu : la formation des germes de glace, marquant la fin du processus de surfusion et initiateur de la cristallisation, provoque une réaction exothermique. Les irrégularités, visibles dans cette zone dans notre cas, peuvent être causées par ce phénomène de dégagement de chaleur. D'après Thimus (1993), cette gamme de température confère aux matériaux des caractéristiques particulières et notamment une fragilité mécanique plus importante.

L'abaissement cryoscopique lié aux dimensions des pores peut également être avancé pour expliquer cette relative stabilité des vitesses des ondes ; cette première phase n'a pas la même amplitude pour les deux matériaux : elle est limitée à -5°C pour le calcaire de Jaumont (rayon d'accès de 1,5µm pour la "macroporosité") et à -7°C pour le calcaire de Dugny 2 dont le rayon d'accès principal au réseau poreux est de 0,3µm.

La deuxième phase, phase d'augmentation nette de la vitesse des ondes n'a pas la même allure pour les deux matériaux. Une représentation en terme d'évolution du taux d'augmentation de la vitesse (m/s/°C) avec la température (Fig. 10.21), résultant d'une dérivation de la courbe de la figure 10.20 et inspirée des travaux de Thimus (1993), fait nettement ressortir cette distinction.

L'allure de l'évolution croissante de la vitesse, marquant le changement de phase de la quantité d'eau liquide disponible au gel, semble être influencée par le type de réseau poreux. Le calcaire de Dugny à réseau poreux unimodal strict présente une phase unique d'augmentation de vitesse (de -7°C à -16°C). Par contre, l'accroissement de la vitesse est subdivisée en plusieurs phases (-5°C à -8°C, -8°C à -10°C, -14°C à -22°C) pour le calcaire de Jaumont à spectre de porosité multimodal. Ces différentes allures d'évolution de la vitesse confirment la relation entre dimension des pores et température du changement de phase dans ces pores.

La troisième phase, phase de stabilisation de la vitesse, marquant la transformation en glace de la majeure partie de l'eau disponible au gel, débute dès -16°C pour le calcaire de Dugny 2 à spectre porosimétrique unimodal strict (Fig. 10.20 et 10.21) ; par contre, le palier de vitesse n'est réellement atteint qu'à partir de -30°C pour le calcaire de Jaumont à spectre porosimétrique multimodal étalé.



*Fig. 10.20. Evolution de la vitesse des ondes longitudinales dans les calcaires de Jaumont et Dugny 2 saturés en fonction de la diminution de température. L'évolution de la vitesse pour ces mêmes matériaux à l'état sec est également reportée sur cette figure.*

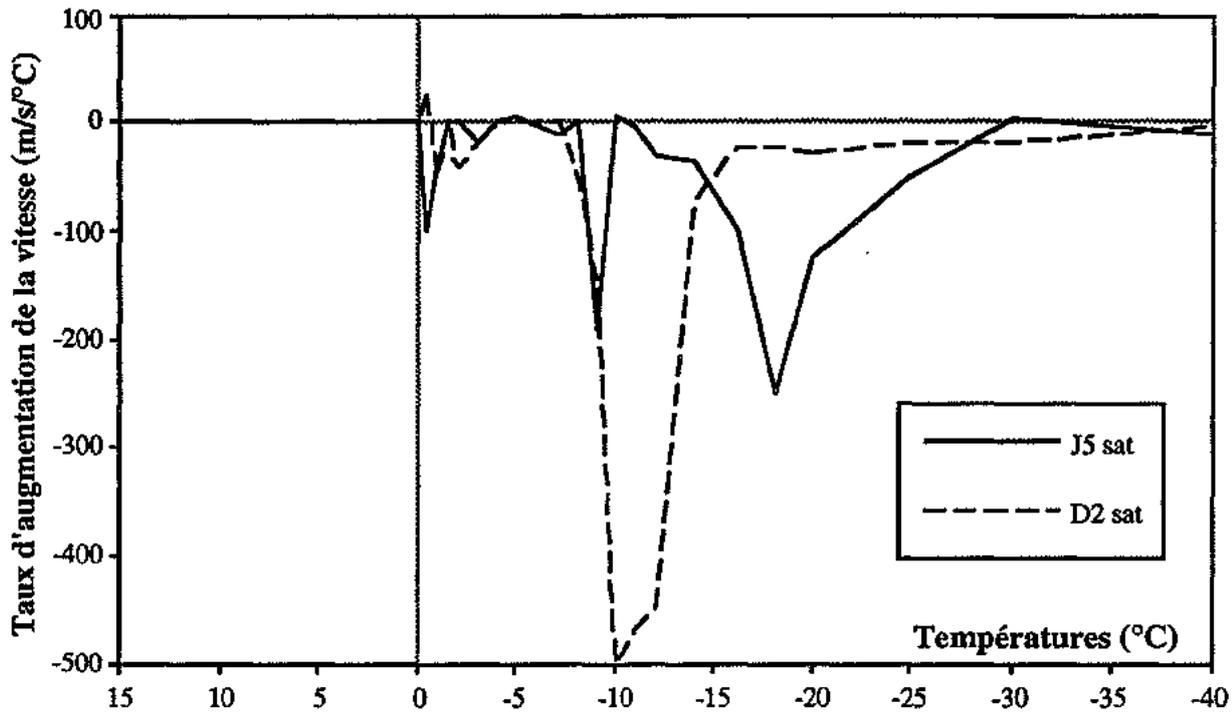


Fig. 10.21. Evolution du taux d'augmentation de la vitesse (en m/s/°C) avec la température pour les calcaires de Jaumont et Dugny 2 totalement saturés.

Les teneurs en eau non gelée aux différents paliers de température sont déterminées à partir des vitesses mesurées en utilisant les expressions en  $1/V$  et en  $1/\rho V^2$ . Les caractéristiques des matériaux utilisés sont les suivantes :

$$\rho_s \text{ Jaumont} : 2,69.10^3 \text{ kg/m}^3 \quad \rho_s \text{ Dugny} : 2,71.10^3 \text{ kg/m}^3,$$

Ces masses volumiques de la fraction solide sont issues de l'analyse au picnomètre (Chap. 3).

$$\begin{array}{ll} \text{eau} : \rho_e : 10^3 \text{ kg/m}^3 & \text{glace} : \rho_g : 0,95.10^3 \text{ kg/m}^3, \\ V_e : 1450 \text{ m/s} & V_g : 3800 \text{ m/s}. \end{array}$$

Les valeurs de vitesses dans la glace et dans l'eau sont tirées des travaux de Lliboutry (1964). Les masses volumiques sont exprimées en  $\text{kg/m}^3$  afin de conserver une homogénéité avec les vitesses exprimées en m/s.

Le choix de la valeur de la vitesse dans la matrice solide est plus délicat. La connaissance de la composition minéralogique d'un matériau permet d'avoir une estimation de la vitesse de sa matrice solide :

$$V_s = \sum V_i \beta_i,$$

où  $V_i$  est la vitesse du minéral  $i$  de teneur  $\beta_i$ .

Le calcul fournit les valeurs suivantes :

$$\text{Jaumont} : V_s = 6630 \text{ m/s} \quad \text{Dugny 2} : V_s = 6658 \text{ m/s}.$$

Le modèle de Wyllie *et al.* (modèle en  $1/V$ , Chap.6., éq. 6.14) permet également de calculer la vitesse dans la matrice solide en considérant l'état initial non gelé (modèle à deux composants, matrice et eau). Les matériaux étant totalement saturés, la teneur en eau est égale à  $\phi$ , porosité ; la teneur en solide équivaut à  $(1 - \phi)$ . Cette méthode fournit les valeurs suivantes :

$$\text{Jaumont : } V_s = 6058 \text{ m/s} \qquad \text{Dugny 2 : } V_s = 5568 \text{ m/s.}$$

Ces valeurs, plus faibles que celles issues de la composition minéralogique, semblent plus réalistes ; elles tiendraient compte de la plus ou moins grande consolidation du matériau (la vitesse de la matrice solide du calcaire de Dugny 2, à texture friable, mal consolidée, doit être inférieure à la valeur fournie par la composition minéralogique). Par contre, l'utilisation de ces vitesses pour la détermination des courbes de teneurs en eau non gelée conduit à des valeurs négatives de teneurs en eau. Nous avons donc utilisé les vitesses issues de la composition minéralogique, tout en ayant à l'esprit que les vitesses réelles doivent être inférieures.

Thimus *et al.* (1991) utilisent les modèles en  $1/V$  et  $1/\rho V^2$  pour déterminer la teneur en eau non gelée dans l'argile de Boom ; ces auteurs tiennent compte d'une vitesse de la matrice argileuse non constante avec la température, traduisant une dépendance thermique des caractéristiques mécaniques du matériau. Dans notre cas, la stabilité de la vitesse dans le matériau sec avec la température (Fig. 10.20) montre que les modifications intrinsèques à la matrice sont négligeables.

Le modèle en  $1/\rho V^2$  ne semble pas approprié dans notre cas ; il fournit des valeurs de teneurs en eau négatives pour les deux faciès et n'a pas été figuré.

L'évolution de la teneur en eau non gelée, issue du modèle en  $1/V$ , avec la température est présentée sur la figure 10.22. La teneur en eau, exprimée en fraction de la porosité totale, commence à diminuer nettement à partir de  $-5^\circ\text{C}$  pour Jaumont et de  $-7^\circ\text{C}$  pour Dugny 2. Elle chute jusqu'à une valeur de 0,3 entre  $-10$  et  $-20^\circ\text{C}$  puis tend à se stabiliser entre  $-20^\circ\text{C}$  et  $-40^\circ\text{C}$ . La teneur en eau, à  $-40^\circ\text{C}$ , est de 0,1 pour le calcaire de Dugny et de 0,18 pour le calcaire de Jaumont. Le gel de l'eau est plus complet dans le calcaire de Dugny 2 du fait d'un réseau poreux unimodal strict. L'étalement du spectre porosimétrique du calcaire de Jaumont entraîne l'isolement d'une plus grande quantité d'eau liquide vis-à-vis du gel.

En assimilant l'eau non gelée à une couche d'eau adsorbée disposée sur l'ensemble de la surface de pores, il est possible de déterminer l'épaisseur de cette couche par le calcul suivant :

$$h = \frac{100 \cdot \phi_e \cdot V_t}{S_{po}} \qquad (10.4)$$

avec  $\phi_e$ , porosité occupée par l'eau non gelée,  $\phi_e = (1 - \beta)\phi$ ,  
 $\phi$ , porosité et  $\beta$ , teneur en glace,  
 $V_t$ , volume total de l'échantillon,  
 $100 \cdot \phi_e \cdot V_t$ , volume d'eau non gelée,  
 $S_{po}$ , surface de pores spécifique.

Il vient les valeurs suivantes :

- $h = 160 \text{ \AA}$ , pour le calcaire de Jaumont,
- $h = 90 \text{ \AA}$ , pour le calcaire de Dugny 2.

Ces valeurs sont nettement supérieures aux épaisseurs d'eau adsorbée classiquement rencontrées dans ces gammes de température (environ  $30 \text{ \AA}$ , d'après Aguirre-Puente *et al.*, 1977).

Les surfaces spécifiques utilisées sont de  $1,2 \text{ m}^2/\text{g}$  pour le calcaire de Jaumont et de  $1,13 \text{ m}^2/\text{g}$  pour le calcaire de Dugny 2 ; elles proviennent de la mesure au porosimètre à mercure. Cette mesure, limitée par une borne inférieure de rayon d'accès aux pores atteint par le mercure, fournit donc une valeur de surface spécifique par défaut. Les valeurs d'épaisseur de couche d'eau adsorbée issues de l'expression 10.4 seraient donc des valeurs par excès. Cependant, la différence entre les épaisseurs relatives au calcaire de Jaumont et au calcaire de Dugny (sous le seuil porosimétrique, on atteint la microstructure calcitique qui est, à priori, la même pour les deux calcaires) nous laisse penser que l'eau non gelée présente dans ces matériaux à  $-40^\circ\text{C}$  englobe à la fois une couche d'eau adsorbée et de l'eau libre saturant des capillaires non atteints par le changement de phase (rayons trop faibles).

Les valeurs de teneurs en eau proviennent de la mesure des vitesses ultrasoniques avec comme hypothèse implicite le fait que seule la variation des quantités relatives d'eau et de glace engendre une variation de vitesse. Nous avons vu, au cours de l'analyse des propriétés ultrasoniques, que l'augmentation de la rigidité de l'ensemble matrice - pores, due par exemple à un accroissement de la saturation en eau, conduit à une vitesse plus importante (la formulation générale d'une vitesse est  $V = (M/\rho)^{1/2}$ ,  $M$  est le module élastique). Dans le cas de la glace, l'augmentation de la vitesse, liée à la rigidification de la structure matrice - glace, peut s'ajouter à l'augmentation due à une volume relatif de glace plus important, ce qui conduirait à une sous estimation de la teneur en eau non gelée.

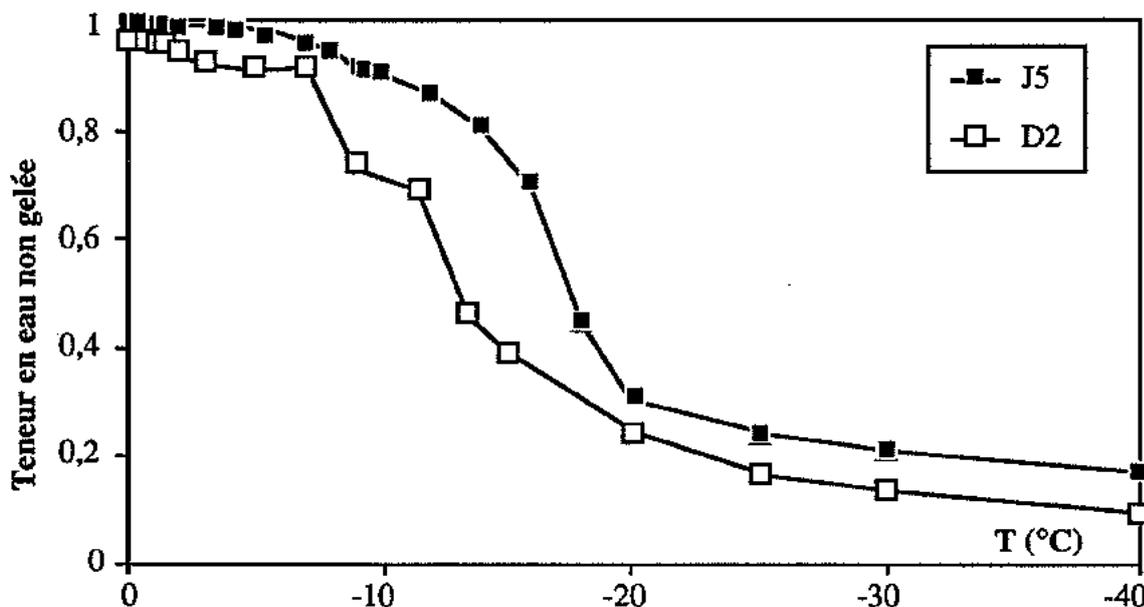
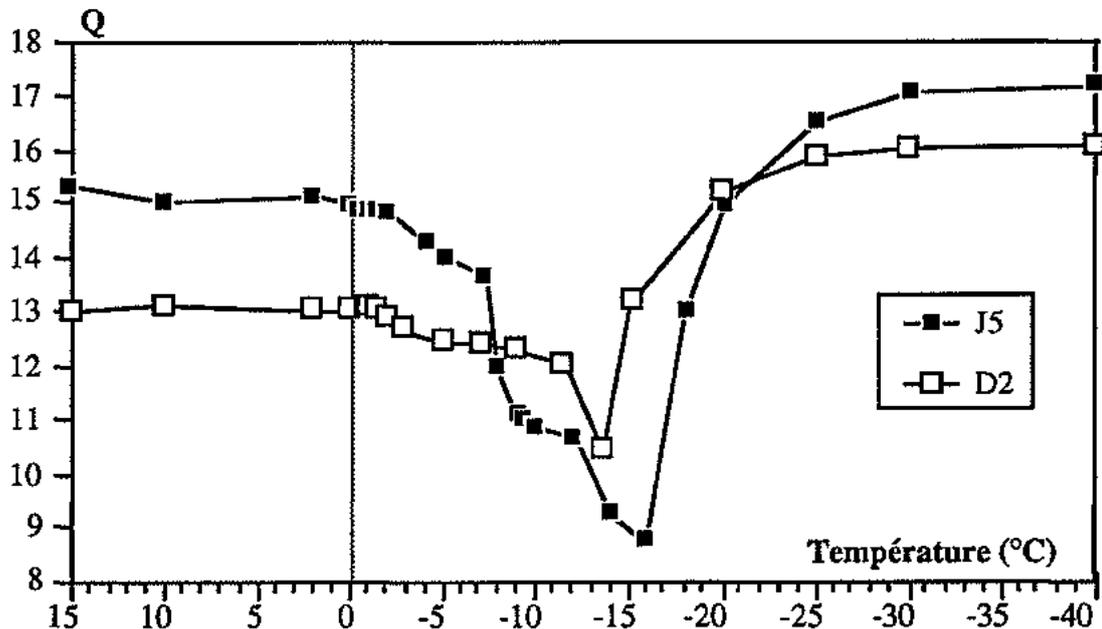


Fig. 10.22. Evolution de la teneur en eau non gelée, calculée à partir des vitesses des ondes, sur la base du modèle en  $1/V$  de Wyllie *et al.* (1956) modifié par Timur (1968), en fonction de la température. La teneur en eau non gelée est exprimée en fraction de la porosité totale.

L'enregistrement et le traitement des signaux ultrasoniques permet de déterminer l'atténuation de ces signaux et de calculer les facteurs de qualité relatifs à chaque palier de température. L'évolution des facteurs de qualité avec la température présente une allure particulière (Fig. 10.23) avec une chute brutale, une augmentation rapide puis un palier.



*Fig. 10.23. Evolution du facteur de qualité en fonction de la température pour les calcaires de Jaumont et de Dugny 2.*

La chute du facteur de qualité (croissance de l'atténuation) correspond paradoxalement à la gamme de température pendant laquelle la vitesse augmente nettement, indiquant le changement de phase eau-glace. Cette évolution rejoint les observations de Spetzler et Anderson (1968) qui ont enregistré des atténuations importantes aux points critiques de changement de phase dans des systèmes multi-composants. Cette atténuation serait due à des phénomènes de relaxation et de dissipation d'énergie à ces points critiques (Jackson et Anderson, 1970, Kjartansson, 1979).

Thimus (1989) a également observé des pics d'atténuations des signaux ultrasoniques dans des matériaux argileux au cours d'une phase de gel. Cet auteur explique ces anomalies, situées autour de -10°C et de -40°C, par un mécanisme de type surfusion et des phénomènes exothermiques durant le gel.

Un modèle théorique de la propagation acoustique dans les milieux poreux soumis au gel, fondé sur la théorie de Biot (1956), proposé par Leclaire (1992), met en évidence des phases d'atténuations maximales au cours du gel. Cet auteur fournit une interprétation de ces pics d'atténuations liée aux perméabilités relatives de l'eau non gelée par rapport à la matrice solide et à la glace. Les états extrêmes, dégelé et totalement gelé, conduisent respectivement à des perméabilités

"quasi-infinie" et "quasi-nulle" et n'engendrent aucune atténuation des signaux ultrasoniques. Par contre, les états intermédiaires sont associés à des perméabilités importantes et conduisent à des dissipations des signaux ultrasoniques.

Le mécanisme propre du gel peut fournir une autre interprétation complémentaire à celle de Leclaire (1992). L'avancée du front de glace dans un pore préserve une couche d'eau sur la périphérie qui aura un rôle de canal d'écoulement (circulation dans l'eau liée). Cette nouvelle configuration crée des "pseudo-fissures" entre la glace et la paroi où la circulation d'eau se comporte comme un phénomène d'écoulement local relatif ("local flow" ou "squirt flow") dans une microfissure, phénomène très influent sur l'atténuation des ondes (O'Connell et Budiansky, 1977).

La réaugmentation du facteur de qualité à partir d'une température de -13 à -15°C peut s'interpréter par la présence d'un volume de glace assez important pour que son rôle de conducteur de l'onde contrebalance les effets dus au changement de phase. Le palier marque la prise en glace de la majeure partie du volume d'eau disponible.

De la même façon que pour les vitesses, l'étalement de la diminution du facteur de qualité, indiquant le changement de phase, est plus grand pour le calcaire de Jaumont à réseau poreux multimodal. Par contre, la surface spécifique de ce matériau associée au volume poreux total (l'échantillon est saturé) est plus élevée que celle de Dugny 2 ; ceci pourrait expliquer la forte diminution relative de la valeur de Q pour ce matériau, si l'on prend en compte le phénomène d'écoulement local, favorisé par une plus grande surface spécifique.

*Le suivi de la vitesse des ondes dans les matériaux au cours d'une descente en température donne des renseignements intéressants sur la teneur en eau non gelée de ces matériaux à des températures négatives.*

*L'évolution de la vitesse des ondes fait ressortir l'importance des phénomènes de surfusion et l'influence du type de réseau poreux considéré sur les teneurs en eau non gelée.*

*La détermination de la vitesse dans la matrice solide et l'influence de la rigidité du système matrice/pores/glace sont des points délicats qui peuvent engendrer des variations dans les résultats.*

*Par contre, l'estimation de la teneur en eau non gelée par le suivi de l'atténuation est difficile du fait du manque de formulation mathématique de la relation entre facteur de qualité global et atténuation intrinsèque de chacune des phases. Néanmoins, cette analyse des signaux donne des renseignements qualitatifs sur le changement de phase. Celui-ci est marqué par une chute importante du facteur de qualité liée à la création de "pseudo-fissures" entre la glace et la paroi solide, sièges d'écoulements locaux dans la couche d'eau liée.*

### 3.5. ECHELLE DE DURABILITÉ AU GEL DES ROCHES CALCAIRES

La mise au point d'une échelle de durabilité au gel des roches calcaires d'une forme simple et aisément applicable est très délicate vu le nombre important de paramètres intervenant, soit directement comme facteurs de protection des matériaux, soit comme responsables de leur altération.

Après une revue des échelles existantes, nous proposons une échelle de durabilité fondée sur les géométries de réseaux poreux rencontrées dans les roches calcaires et issue de l'approche expérimentale présentée dans ce travail.

#### 3.5.1. Echelles existantes

Une des premières échelles de gélivité fondée sur des caractéristiques intrinsèques aux matériaux est celle proposée par Gérard en 1964. Cet auteur a conclu, à partir d'une étude expérimentale sur une cinquantaine de matériaux, qu'il existait une différence de "texture poreuse" entre les matériaux gélifs et non gélifs. L'échelle proposée reposait sur deux critères relatifs aux dimensions des pores (Tab. 10.II) :

- la concentration des pores entre 2,5 et 0,1 $\mu$ m de diamètre,
- le diamètre du seuil de 10% de la porosité totale (porosimétrie au mercure).

L'équipe de recherche du Centre de Géomorphologie de Caen (Lautridou et Ozouf, 1982, Lautridou, 1988) a mis au point une échelle de susceptibilité au gel (Fig. 10.24), principalement fondée sur l'analyse porosimétrique, les courbes d'ascension capillaire et l'étude des gélifracfs (pourcentage et granulométrie). D'après cette échelle, le paramètre intrinsèque au matériau le plus influent semble être la perméabilité du milieu qui joue le rôle de facteur limitant.

Mamillan (1979) propose une classification sur deux paramètres du matériau, la porosité totale et le coefficient d'Hirschwald (Fig. 10.25), qui est directement appliquée aux matériaux de construction. Cette classification définit des zones d'utilisation des matériaux dans les ouvrages ; la zone 1 correspond à une gamme très large d'utilisation et donc à des matériaux non gélifs ; l'utilisation est plus limitée et le caractère gélif plus prononcé pour les matériaux se situant dans la zone 4. La zone B regroupe les matériaux très gélifs (coefficient d'Hirschwald élevé), les zones A et C sont des plages d'incertitudes.

Nous avons placé sur cette représentation les roches calcaires étudiées. Les calcaires d'Euville, Lérrouville et de Jaumont se situent parmi les matériaux non gélifs ; Gudmont 2/3 et Dugny 2 présentent un caractère gélif d'après cette classification ; les calcaires de Gudmont 1 et de Dugny 1 se situent dans les zones d'incertitudes. Cette classification rend bien compte du comportement globale de nos matériaux au cours du gel, mais elle n'apporte aucune réponse sur l'explication de la position d'un matériau dans ce diagramme.

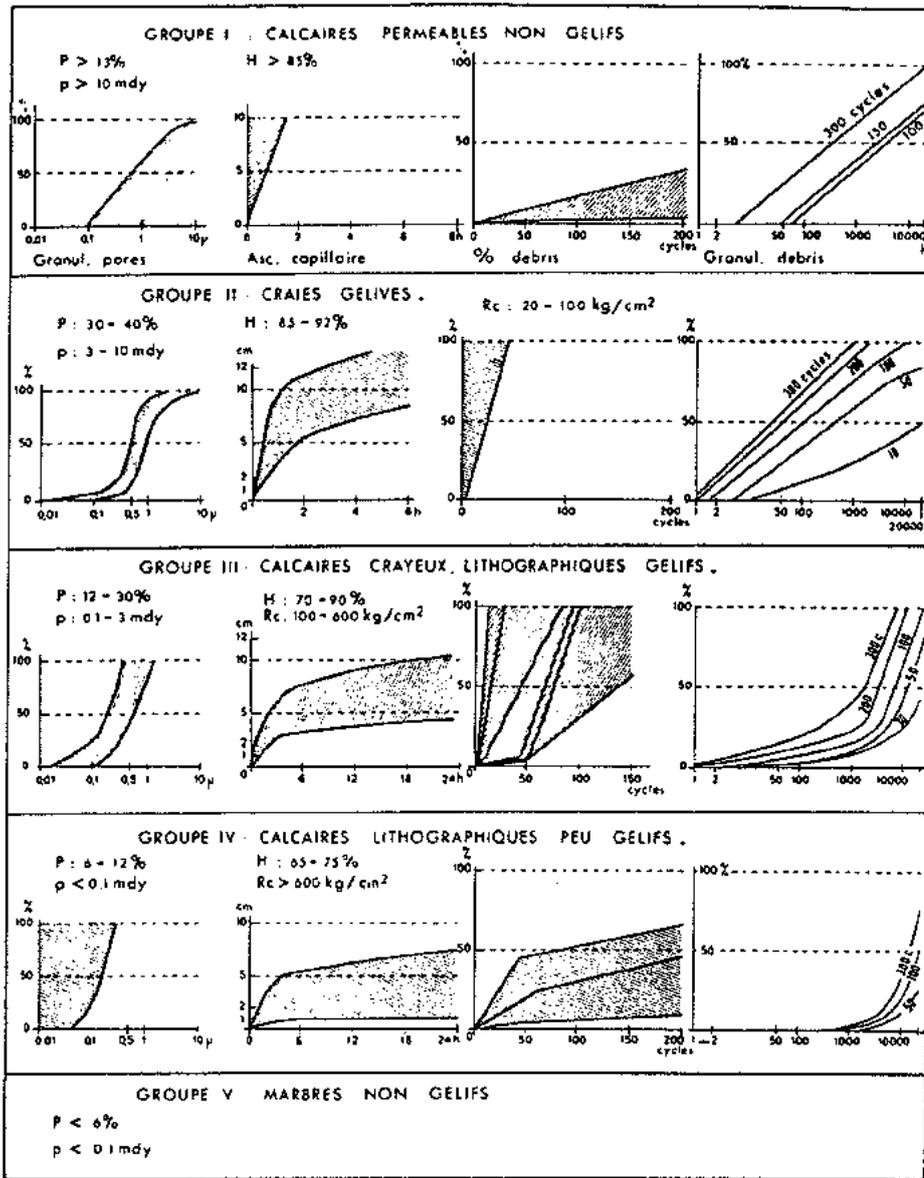
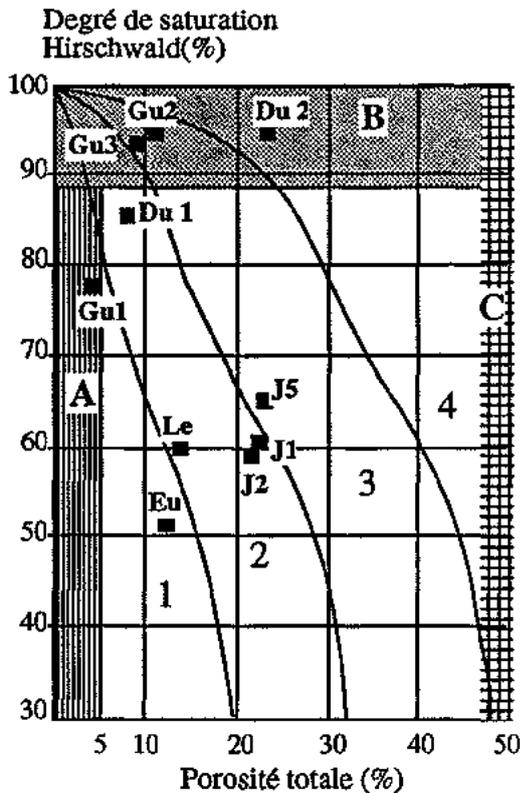


Fig. 10.24. Echelle de gélivité des roches calcaires, d'après Lautridou et Ozouf (1982).  
*P* : Porosité ; *p* : Perméabilité à l'eau ; *H* : Coefficient d'Hirschwald.

Diamètre du seuil de 10% de la porosité totale atteinte	Valeur de la concentration des pores entre 2,5 et 0,1µm de diamètre (% de la porosité totale)	Règle proposée
< 2µm	> 80%	matériau gélif
> 5µm	< 65%	matériau résistant au gel
2µm < D < 5µm	65% < C < 80%	cas douteux

Tab. 10.II. Critères de gélivité proposés par Gérard (1964).



*Fig. 10.25. Emploi des matériaux en fonction de leur comportement au gel - Classification de Mamillan (1979). Degré de saturation Hirschwald en fonction de la porosité totale. Les zones 1, 2, 3 et 4 correspondent à des zones d'emploi en bâtiment de plus en plus réduites. Les zones A et C correspondent aux limites d'utilisation de cette classification. La zone B englobe les matériaux très gélifs.*

### 3.5.2. Influence du type de réseau poreux sur la durabilité au gel

Les paramètres généralement reconnus comme influents sur le degré d'altération d'un matériau calcaire par le gel sont liés au milieu poreux soit directement (surface spécifique de pores), soit indirectement (teneur en eau critique).

Mamillan (1984) avance, comme paramètre prépondérant dans la protection des matériaux, la teneur en eau critique et par complément une quantité d'air critique dans le matériau au dessus de laquelle le matériau est protégé. Nous avons vu dans les précédentes parties que ce volume d'air piégé était fortement lié à la géométrie du milieu et augmentait avec l'étalement du réseau poreux.

Hudec (1979), à partir d'une analyse statistique, fait ressortir deux paramètres principaux relatifs à la structuration du réseau poreux, la surface spécifique et la dimension des pores. D'après Hudec, plus les pores sont larges, plus l'eau sous forme capillaire (absorbée) a un volume important et plus l'action du gel sera forte. Une surface spécifique importante augmente l'altération d'un matériau par installation de pressions ioniques, exercées sur les parois, dans la couche d'eau adsorbée distribuée sur cette surface spécifique.

Aguirre-Puente (1979) tient compte également de la surface spécifique mais comme moteur des phénomènes de cryosuccion. Il ajoute également la résistance mécanique de la matrice qui joue un rôle limitant dans le degré d'altération et réduit l'action de la succion cryogénique.

La perméabilité peut également devenir un facteur limitant si elle est élevée ; une forte perméabilité provoquera un drainage du milieu et une désaturation du matériau (Lautridou et Ozouf, 1982).

### 3.5.3. Echelle de durabilité proposée

A partir des résultats de nos expérimentations et des remarques précédentes, une relation peut être établie entre les familles de réseaux poreux définies par la porosimétrie au mercure, le type de mécanisme de gel et son action sur une roche calcaire (Bellanger *et al.*, 1993). Cette relation reprend en partie les conclusions du paragraphe 3.3.3.

#### *Réseaux poreux unimodaux*

La porosité est principalement de type capillaire, constituant un réseau bien connecté sans grand évasement ni étranglement (porosité libre au mercure). Le degré de saturation Hirschwald est nettement supérieur au degré de saturation critique.

A l'état totalement ou partiellement saturé, l'eau est distribuée dans le réseau connecté. Celui-ci possède une surface spécifique importante. Le mécanisme de succion cryogénique est prépondérant dans les matériaux renfermant ce type de réseau. De plus, l'endommagement résultant de ce mécanisme devient un phénomène entretenu dans le temps : la succion cryogénique conduit à un élargissement généralisé des capillaires et donc à une augmentation de la connexité du réseau ; le volume disponible à la saturation en eau devient plus important et l'endommagement sera de plus en plus marqué.

Un endommagement par écaillage apparaît dans ces matériaux, quelque soit le type de gel et pour des saturations allant de la saturation totale à des saturations rencontrées en milieu naturel ( $S_{cr} \ll S_{48h}$ ). Par contre, le phénomène de succion cryogénique limite l'éclatement à coeur du matériau.

#### *Réseaux poreux multimodaux (bimodaux/unimodaux étalés)*

La porosité est de type nodale et présente une configuration en pores larges reliés par des étranglements fins ( $R/r$  élevé). Le degré de saturation critique est supérieur ou égal au degré de saturation à 48 heures (qui est généralement faible dans ces matériaux).

A saturation Hirschwald, aucun endommagement n'apparaît. La quantité d'air piégée est importante et localisée dans les pores larges ; ces sites, qui sont favorables au développement de pressions élevées (passage du ménisque eau-glace dans un étranglement), ne sont pas actifs. L'eau n'est distribuée que dans le réseau connecté ; les pressions engendrées par la succion cryogénique sont dissipées par compression de l'air dans les pores larges.

Si le matériau est soumis à des conditions particulières de saturation, un éclatement à coeur du matériau peut apparaître : la glace gèle d'abord dans les pores larges, qui sont saturés dans ce cas, puis la progression du front de glace dans les étranglements du réseau provoque des surpressions importantes sur les parois ; si la résistance de la matrice solide est localement dépassée, des fissures apparaissent. Cet endommagement reste local et encadre des zones de matériau sain.

En milieu naturel, les degrés de saturation maximum correspondent à la saturation Hirschwald (immersion pendant 48 heures). De plus, le système n'est pas "bloqué" comme dans l'expérimentation en laboratoire ; la perméabilité pourra favoriser un drainage du milieu, si elle a une valeur assez grande et si les conditions permettent un écoulement.

La résistance de la matrice bloque l'ensemble matrice /pore aux limites du système. Une résistance élevée de la matrice solide limite donc la cryosuccion (pas d'expansion) ; mais, par contre, l'accumulation des pressions à l'intérieur du milieu poreux peut entraîner, à terme, un éclatement (phénomène de fatigue).

La conjugaison des relations géométries des réseaux poreux/mécanismes de gel et des conditions généralement rencontrées en milieu naturel conduit à une échelle de durabilité (Fig. 10.26) où le pôle gélif est constitué par les calcaires à réseaux poreux unimodaux stricts et le pôle non gélif est représenté par les calcaires à réseaux poreux multimodaux, le comportement de l'eau dans les matériaux (degré de saturation, distribution de l'eau, perméabilité) étant fonction de la géométrie du réseau poreux considéré.

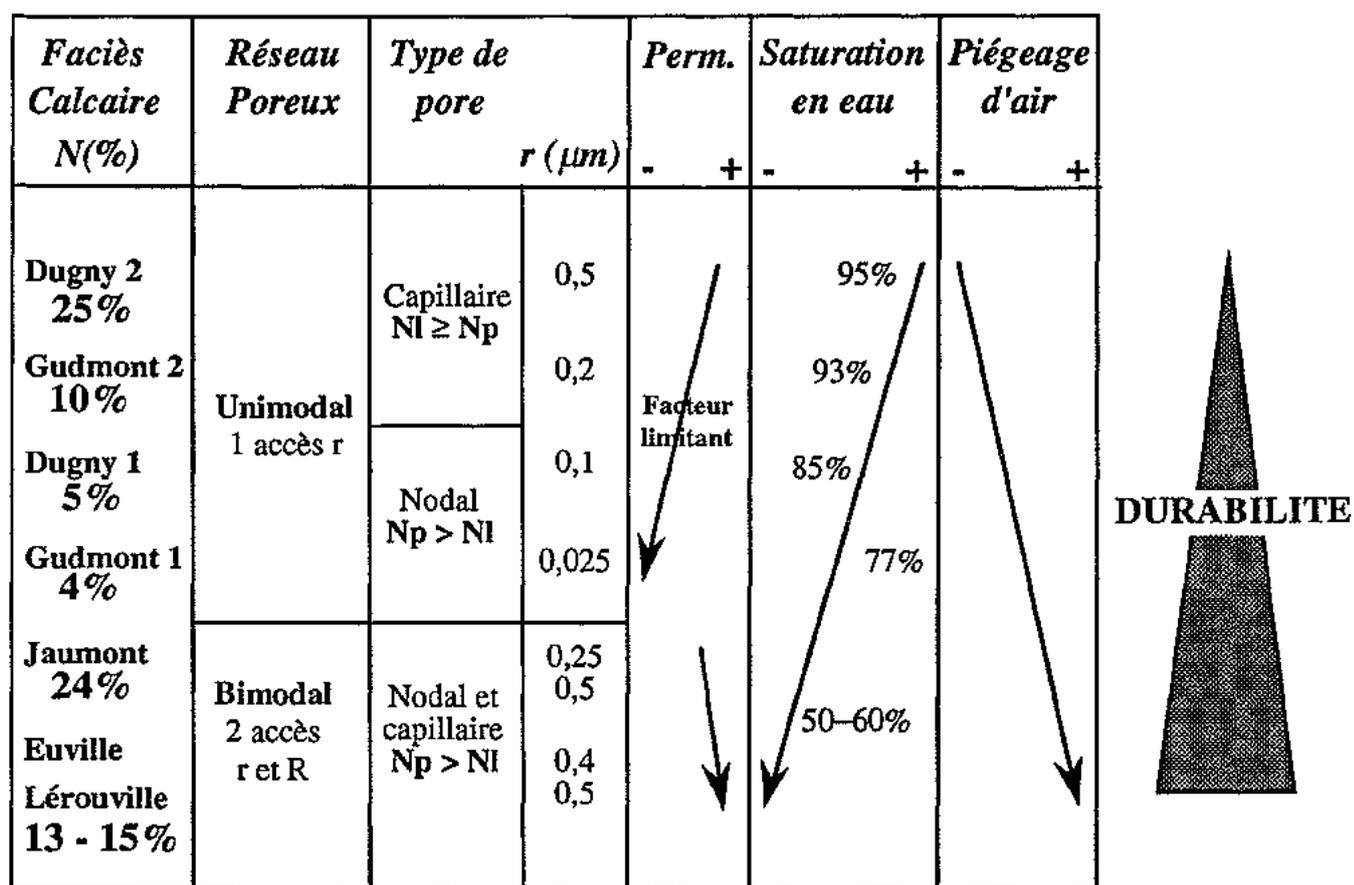


Fig. 10.26. Echelle de durabilité au gel des roches calcaires fondée sur la géométrie des réseaux poreux et le comportement de l'eau dans ces réseaux.

### 3.6. CONCLUSION

L'étude expérimentale, fondée sur le suivi des propriétés ultrasoniques au cours des cycles gel/dégel a permis de mettre en évidence les différents mécanismes de gel exposés théoriquement. Les deux mécanismes, issus de la théorie capillaire et thermodynamique, surpressions dans la glace et succion cryogénique, sont les plus probables et fournissent une réponse à tous les comportements expérimentaux rencontrés. Chacun de ces phénomènes est préférentiellement associé à un type de réseau poreux : cryosuccion et réseau unimodal, surpression dans la glace et réseau multimodal.

L'analyse de l'atténuation des ondes au cours des cycles et le contrôle de l'endommagement par mesure de la fissuration nous semble être une approche originale et donne des renseignements supplémentaires au simple suivi des vitesses (plusieurs phases de fissuration, anisotropie de cette fissuration).

Des mesures à différents états de saturation permettent de définir la teneur en eau critique des matériaux. Ce paramètre n'est interprétable en terme de protection des matériaux que si il est couplé à une saturation obtenue en milieu naturel (saturation Hirschwald, par exemple).

L'évolution des vitesses et des atténuations des ondes au cours d'une simple descente en température donne une approche de la teneur en eau non gelée. Aux températures considérées, l'eau non gelée ne semble pas être uniquement constituée d'eau adsorbée ; de l'eau capillaire subsiste sous forme liquide. Le facteur de qualité présente un pic "négatif" au niveau du changement de phase. Cette diminution spectaculaire s'explique par la création de "pseudo-fissures" entre la glace et la paroi dans lesquelles s'installe un phénomène type "squirt flow" lié à l'écoulement dans l'eau liée.



**APPLICATION A LA DURABILITE  
AU GEL DES MATERIAUX DU  
GENIE CIVIL**

L'utilisation des matériaux calcaires a tendance à se généraliser dans les domaines les plus variés du Génie Civil (pierres de construction, granulats routiers et bétons, enrochements de protection ou de stabilisation d'ouvrages,...). Le même matériau peut trouver une utilisation dans un ou plusieurs de ces domaines et sera mis en oeuvre avec une grande variation de taille de ces éléments (granulat millimétrique, enrochement métrique). La durabilité au gel intrinsèque des matériaux calcaires comme elle a été définie précédemment peut varier en fonction de son utilisation. Un enrochement, par exemple, englobera un réseau de discontinuité (stratifications métriques, microfissures) d'un ordre supérieur à celui des pierres de construction ou des granulats.

L'étude de la variabilité potentielle de la sensibilité au gel d'un matériau en fonction de sa durabilité intrinsèque et de son domaine d'utilisation fait l'objet de ce chapitre. Cette analyse est complétée par une réflexion sur les normes relatives à la détermination de la durabilité au gel des différentes catégories de matériaux.

Les première et deuxième parties de ce travail ont permis d'avoir une image précise de la structure du milieu poreux des matériaux calcaires et de la distribution de l'eau dans leurs réseaux poreux. A la lumière de ces résultats, nous analyserons également, dans ce chapitre, la signification des essais normalisés relatifs aux espaces poreux et aux propriétés liées à la saturation en eau.



## 1. GRANULATS CALCAIRES

L'épuisement des gisements alluvionnaires, les exigences d'environnement, l'éloignement des chantiers par rapport aux gisements classiques et l'incidence sur les coûts sont autant de facteurs qui incitent à une utilisation plus large des matériaux locaux, et notamment des matériaux calcaires dans le cas de la Lorraine. La caractérisation de ces matériaux d'un point de vue porosité, saturation et sensibilité au gel est rendue plus délicate du fait de l'importance et de la complexité de leurs milieux poreux. La mesure de ces propriétés par les essais normalisés est plus ou moins satisfaisante selon que l'on souhaite déterminer les caractéristiques intrinsèques aux matériaux ou leurs propriétés dans les conditions d'utilisation en granulats routiers ou bétons.

### 1.1. DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS DES GRANULATS CALCAIRES RELATIVES AUX ESPACES POREUX PAR LES ESSAIS NORMALISÉS

Les mesures des masses volumiques, de la porosité, des coefficients d'absorption et de la teneur en eau de granulats  $d/D$  sont regroupées dans la norme NF P 18.554.

#### 1.1.1. Porosité

La mesure de la porosité d'un échantillon de granulats selon la norme est réalisée par la méthode de la pesée hydrostatique. La saturation de l'échantillon est obtenue par une immersion dans l'eau pendant 2 heures sous un vide de 20mm de mercure (trompe à eau), suivie d'une immersion pendant 24 heures à pression atmosphérique. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, ce type de vide conduit à une saturation partielle du matériau et donc à une porosité mesurée par défaut, par rapport à une détermination à partir d'un vide de 20 $\mu$ m de mercure.

Un exemple de mesure de porosité sur un échantillon de granulats 10/14 mm issus du calcaire de Gudmont, suivant la norme ou par pesée hydrostatique à partir d'un vide de 20 $\mu$ m de mercure, montre bien cette différence entre les valeurs obtenues :

$$N_{\text{norme}} = 5,8\% \qquad N_{20\mu\text{m}} = 7\%.$$

Le granulats de Gudmont est composé des deux faciès principaux présents sur le front de taille de la carrière (Gu1, Gu2) dans des proportions approximatives de 2/3 pour Gu1 ( $N_t = 4\%$ ) et 1/3 pour Gu2 ( $N_t = 11\%$ ). La valeur de 7% pour la porosité obtenue après un vide poussé correspond bien à une moyenne des porosités intrinsèques de chacun des deux faciès pondérées par leurs proportions respectives. Par contre, la porosité mesurée par l'essai normalisé ne tient compte que d'une partie du volume poreux total. Une fraction du volume poreux non connecté (capillaires de très faibles rayons, porosité piégée) n'est pas comptabilisée par cette méthode.

### 1.1.2. Coefficient d'absorption

Le coefficient d'absorption d'eau ( $A_b$ ) est défini par la norme comme le rapport de l'augmentation de masse de l'échantillon à la suite d'une imbibition partielle en eau, à la masse sèche de l'échantillon. L'imbibition partielle est obtenue par immersion de l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures à 20°C à pression atmosphérique. Une remarque importante concernant la masse imbibée est précisée par la norme : l'échantillon, saturé partiellement, est pesé après essuyage avec un chiffon absorbant. Cette opération a pour but d'éviter de prendre en compte l'eau adsorbée sur la surface externe des granulats.

Les résultats des mesures de coefficients d'absorption réalisées selon ce procédé sur des échantillons de granulats issus des calcaires de Jaumont (3/6mm et 6/15mm) et de Gudmont (4/6,3mm) sont portés dans le tableau 11.I. Le coefficient d'absorption a également été déterminé à partir d'une pesée des échantillons imbibés après un simple égouttage. En connaissant la porosité totale du matériau, le procédé de mesure permet le calcul des coefficients de saturation ( $S$ ) après 24 heures d'immersion. Ce paramètre, défini comme le rapport du volume d'eau absorbé par le matériau au volume total des vides, est comparable au coefficient de saturation Hirschwald mesuré sur éprouvettes (voir Chap. 7).

	$A_{bég}$ (%)	$S_{ég}$ (%)	$A_{bess}$ (%)	$S_{ess}$ (%)
Gu 4/6,3	2,3	82	2,25	80,8
J 3/6	8	77	7,8	75
J 6/15	7,4	71	7,3	70,5

Tab. 11.I. Coefficients d'absorption ( $A_b$ ) et de saturation ( $S$ ) mesurés sur des échantillons de granulats calcaires de Gudmont (4/6,3mm) et de Jaumont (3/6mm et 6/15mm) selon la norme (l'échantillon imbibé est essuyé avec un tissu absorbant avant pesée, indice *ess*) ou après un simple égouttage de l'échantillon imbibé (indice *ég*).

Les coefficients d'absorption et de saturation mesurés par la norme ou après un simple égouttage de l'échantillon imbibé ont des valeurs peu différentes. Par contre, les degrés de saturation obtenus sur granulats sont nettement supérieurs aux coefficients d'Hirschwald mesurés sur éprouvettes (Tab. 11.II), ceci plus particulièrement pour le calcaire de Jaumont. Dans le cas du calcaire de Gudmont, cette différence est moins évidente du fait de l'hétérogénéité de la composition des granulats.

Ces observations conduisent aux remarques suivantes :

- l'élimination de la couche d'eau adsorbée sur la surface des granulats par un essuyage de l'échantillon imbibé est incomplète ; cette technique n'apporte pas de variation significative des coefficients d'absorption et de saturation par rapport à un égouttage de l'échantillon.

- l'absorption d'eau plus importante sur granulats que sur éprouvettes ( $S_{48h}$ ) peut avoir deux origines : soit un effet d'échelle sur le paramètre saturation, soit un effet de surface (couche d'eau sur la surface externe des échantillons).

Le tableau 11.II regroupe les valeurs des coefficients de saturation Hirschwald mesurés sur des éprouvettes cylindriques de calcaires de Gudmont et Jaumont de dimensions différentes. Aucun effet d'échelle n'est visible : une diminution du volume de matériau considéré n'engendre pas de variation significative du degré de saturation.

La figure 11.1 présente la relation entre le rapport surface externe/volume ( $S/V$ ) et le degré de saturation pour les éprouvettes cylindriques et les échantillons de granulats de calcaire de Jaumont. La surface externe des échantillons de granulats est calculée en schématisant l'échantillon  $d/D$  par un ensemble de sphères de diamètre  $(d+D)/2$ . Cette valeur est approximative mais donne néanmoins un ordre de grandeur satisfaisant ( $10 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$  pour J6/15 à  $15 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$  pour J3/6). Cet exemple montre l'influence de l'importance relative de la surface développée par le volume d'échantillon considéré ( $S/V$ ) sur le degré de saturation obtenu par imbibition : une augmentation de la surface externe implique un volume d'eau adsorbé plus important qui vient s'ajouter au volume d'eau absorbé dans le réseau poreux du matériau. Cette influence est particulièrement marquée pour le calcaire de Jaumont du fait d'une rugosité de surface importante (macropores et vacuoles sur la surface externe).

Faciès	Gudmont 1			Gudmont 2			Jaumont		
$\varnothing/L(\text{mm})$	50/100	38/76	25/25	50/100	38/76	25/25	50/100	38/76	25/25
$S/V(\text{cm}^{-1})$	1,2	1,6	3,2	1,2	1,6	3,2	1,2	1,6	3,2
$S_{48h} (\%)$	80	78	81	97	96	97	60	59	62

Tab. 11.II. Degrés de saturation Hirschwald ( $S_{48h}$ ) mesurés sur éprouvettes cylindriques de dimensions différentes (diamètre  $\varnothing$  et longueur  $L$ ).  $S/V$  définit le rapport de la surface externe développée au volume total de l'échantillon.

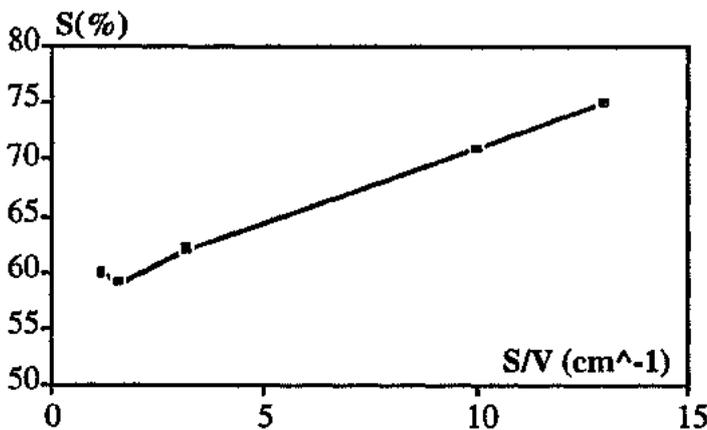


Fig. 11.1. Degré de saturation ( $S\%$ ) sur éprouvettes cylindriques et granulats de calcaire de Jaumont en fonction du rapport surface externe développée / volume de l'échantillon ( $S/V$  en  $\text{cm}^{-1}$ ).

Le coefficient d'absorption mesuré par la norme sur des granulats calcaires correspond donc à un volume d'eau dont une partie seulement est réellement absorbée et sature partiellement le réseau poreux par imbibition (porosité connectée). Ce volume absorbé est d'autant plus faible que le réseau possède une porosité piégée au mercure importante. Une couche d'eau adsorbée subsiste sur la surface externe des granulats. Le résultat de cette mesure n'aura pas la même signification si le granulat est destiné à une utilisation en structure routière ou à une composition de béton.

Dans le cas d'une structure routière, l'eau de surface des granulats constitue une zone de saturation partielle intergranulaire qui participe activement aux transferts d'eau dans la structure. De plus cette couche d'eau limite les échanges d'eau entre le réseau poreux des granulats et la zone intergranulaire ; elle contribue à une humidité relative importante entre les grains et réduit le départ d'eau des granulats par évaporation (Archimbaud et Tourenq, 1971).

L'utilisation de granulats calcaires poreux en béton hydraulique nécessite un excédent d'eau de gâchage correspondant à l'envahissement du réseau poreux connecté des granulats (coefficient d'absorption). Ce volume d'eau peut être ajouté à la quantité d'eau efficace nécessaire à l'hydratation de la pâte de ciment et intervenant dans le rapport eau/ciment ( $e/c$ ). Dans ce cas, les granulats, enrobés par le ciment et les adjuvants lors du gâchage, n'absorbent qu'une partie du volume d'eau quantifié par le coefficient d'absorption et l'eau excédentaire risque de diminuer la résistance final du béton. Ceci peut être évité en saturant au préalable les granulats (Tourenq, 1984). Par contre, l'eau adsorbée sur la surface externe des granulats, lors de la saturation de l'ensemble du milieu granulaire, interviendra d'une manière efficace dans les processus d'hydratation. Ce volume d'eau adsorbée peut être estimé par différence entre le coefficient d'absorption de type Hirschwald déterminé sur roche massive et le coefficient d'absorption mesuré sur granulats par la norme. Il conviendrait donc pour optimiser les performances d'un béton de calcaire :

- de saturer les granulats au préalable par immersion à pression atmosphérique,
- de soustraire la quantité d'eau adsorbée à celle définie par le rapport  $e/c$  pour optimiser la quantité d'eau efficace.

### *1.1.3. Masses volumiques*

Deux types de masses volumiques relatives à un échantillon de granulats sont déterminées par la norme NF P 18.554 : une masse volumique réelle et une masse volumique imbibée.

La masse volumique réelle  $\rho_r = M_s/V_t$  ( $M_s$  : masse sèche,  $V_t$  : volume total de l'échantillon) correspond à la masse volumique apparente définie au chapitre 3. La masse volumique imbibée est égale au rapport de la masse imbibée après une imbibition de 24 heures à pression atmosphérique au volume total.

Le volume total de de l'échantillon de granulats est déterminé par pesée hydrostatique à la suite d'une saturation en eau par imbibition pendant 24 heures à pression atmosphérique. Cette méthode conduit à une saturation partielle de l'échantillon (voir § 1.1.2), seule la porosité connectée est

saturée. Ainsi, les masses volumiques sont surévaluées et ne tiennent pas compte de la fraction piégée de la porosité, non saturée lors de l'imbibition préconisée par la norme.

## **1.2. DÉTERMINATION DE LA SENSIBILITÉ AU GEL DES GRANULATS CALCAIRES PAR LA NORME NF P 18.593**

### **1.2.1. L'essai normalisé**

L'essai de durabilité au gel sur granulats d/D fait l'objet de la norme NF P 18.593 (1990). Cette norme n'est pas spécifique aux granulats calcaires et concerne l'ensemble des granulats naturels. Elle repose sur l'évolution du coefficient Los Angeles d'un matériau avant et après avoir subi des cycles gel/dégel répétés.

Nous rappelons que le coefficient Los Angeles ( $L_A$ ) définit la résistance à la fragmentation d'un échantillon de granulats ; il est déterminé de la façon suivante :

$$L_A = \frac{m}{M} \cdot 100$$

avec  $M$ , la masse de matériau soumis à l'essai (fixée à 5 kg),  
 $m$ , la masse des éléments inférieurs à 1,6 mm produits en soumettant le matériau aux chocs de boulets normalisés dans une machine Los Angeles (cylindre creux rotatif d'environ 70 cm de diamètre intérieur).

L'échantillon de granulats soumis à l'essai de gel doit appartenir à des classes granulaires données, 4-6,3mm, 6,3-10mm, 10-14mm étant les principales.

L'état de saturation du matériau repose sur une immersion totale pendant 2 heures sous un vide de  $4 \cdot 10^{-2}$  bar (20 mm de mercure, trompe à eau), puis 24 heures à pression atmosphérique.

L'échantillon, placé dans un bac au fond duquel quelques millimètres d'eau sont conservés, est soumis à 25 cycles gel/dégel (+25/-25°C), d'une durée de 12 heures, avec un taux de refroidissement de 13°C/h. Les dégradations sont mesurées par la différence des coefficients  $L_A$  de deux parties d'un même échantillon, dont l'un a subi l'essai de gélimité. La sensibilité au gel des granulats, traduisant l'augmentation relative du coefficient  $L_A$  après gel ( $L_{Ag}$ ) est exprimée par :

$$G = \frac{L_{Ag} - L_A}{L_A} \cdot 100$$

### **1.2.2. Résultats de l'essai normalisé**

L'essai normalisé a été mené sur des granulats, issus des calcaires de Jaumont et de Gudmont. Le calcaire de Jaumont est représenté par deux classes granulaires 3-6mm et 6-15mm ; ce matériau est homogène à l'échelle de l'échantillon. Par contre, le granulat de Gudmont, représenté par les classes granulaires 4-6,3mm, 6,3-10mm et 10-14mm, est constitué des deux faciès présents sur le front de

taille de la carrière (Gu1 sublithographique et Gu2/3 oolithique) dans une proportion moyenne de 2/3 pour Gu1 et 1/3 pour Gu2/3. Les résultats sont portés dans le tableau 11.III.

	Gud 4-6,3	Gud 6,3-10	Gud 10-14	Jau 3-6	Jau 6-15
L <sub>A</sub>	27	28	34	44	39
L <sub>Ag</sub>	41	43	52	82	68
G	52	54	51	86	75

*Tab. 11.III. Résultats de l'essai normalisé de sensibilité au gel sur des granulats de Gudmont et Jaumont pour différentes classes granulaires.*

D'une manière générale, le calcaire de Jaumont apparaît plus gélif que le calcaire de Gudmont ce qui est en contradiction avec l'échelle de durabilité au gel présentée précédemment. Ce comportement paradoxal provient de l'état de saturation des matériaux.

#### *1.2.2.a. Influence de l'état de saturation*

L'immersion sous vide partiel de  $4.10^{-2}$  bar, préconisée par la norme, fournit des degrés de saturation de 87% pour le calcaire de Gudmont et de 94-95% pour le calcaire de Jaumont. Ces valeurs peuvent être entachées d'erreurs ; elles ont été déterminées par différence entre masse sèche et masse saturée, une quantité d'eau non négligeable peut être piégée entre les granulats lors de la seconde pesée. Néanmoins, ces valeurs sont confirmées par le calcul du degré de saturation sur éprouvettes de roches massives dans les mêmes conditions (voir § 1.1.2.) :

Jaumont : 92%,                      Gudmont 2 : 95%,                      Gudmont 1 : 82%.

Les granulats provenant du calcaire de Gudmont se composent des deux faciès Gu1 et Gu2. Le degré de saturation de l'échantillon de granulats est intermédiaire entre les valeurs déterminées sur éprouvettes pour Gu1 et Gu2. On notera que le calcaire de Gudmont 1 présente une saturation peu différente de son degré de saturation Hirschwald du fait de la taille très faible de ses pores ; une saturation plus élevée de ce matériau nécessite un vide plus important.

A ces degrés de saturation, il est logique de retrouver un calcaire de Jaumont gélif, cette situation correspondant aux essais sur éprouvettes saturées à 100% présentés précédemment. Le degré de saturation plus faible des échantillons de granulats de Gudmont (du fait d'une prédominance du faciès Gu1) conduisent à des coefficients de sensibilité au gel moins élevés. L'influence de la proportion du faciès Gu1 sublithographique a été montrée par des essais de gélivité menés sur des échantillons de classe granulaire 6,3-10mm enrichis en ce faciès par concassages sélectifs. Ces essais ont donné les valeurs suivantes :

L<sub>A</sub> : 24,                      L<sub>Ag</sub> : 26,                      G : 8.

L'augmentation du pourcentage de Gu1 dans l'échantillon de granulats résulte en une diminution relative de la saturation de cet échantillon et une sensibilité au gel très faible.

Des essais de gel ont été réalisés sur des échantillons de granulats de Gudmont et de Jaumont à différents degrés de saturation obtenus par le procédé stipulé par la norme ( $4.10^{-2}$  bar), par un vide partiel de 0,45 bar, ou par des immersions à pression atmosphérique pendant 24 heures ou 2 heures. Les résultats sont résumés dans le tableau 11.IV.

	Gu 4/6,3				
	2.10 <sup>-5</sup> bar	Norme	0,45 bar	24h imm.	2h imm.
S (%)	100	87	85	82	51
L <sub>A</sub>	26	27	26	-	-
L <sub>Ag</sub>	46	41	34	28	27
G	77	52	31	8	4

	J 3/6			
	Norme	0,45 bar	24h imm.	2h imm.
S (%)	95	86	77	28
L <sub>A</sub>	44	-	-	-
L <sub>Ag</sub>	82	61	46	44
G	86	39	9	≈0

	J 6/15			
	Norme	0,45 bar	24h imm.	2h imm.
S (%)	94	82	71	25
L <sub>A</sub>	39	-	-	-
L <sub>Ag</sub>	68	50	45	39
G	75	28	15	≈0

*Tab. 11.IV. Résultats des essais de sensibilité au gel sur granulats de Gudmont (Gu 4/6,3) et de Jaumont (J 3/6 et J 6/15). Les échantillons présentent différents degrés de saturation obtenus par des vides partiels ou des immersions à pression atmosphérique.*

Les indices de gélivité diminuent nettement avec une réduction du degré de saturation des échantillons de granulats. Ces indices sont inférieurs à la valeur seuil de 30, préconisée par les spécifications d'utilisation en structure routière, pour des degrés de saturation obtenus par immersion pendant 24 heures. Ce seuil de saturation, correspondant à un coefficient Hirschwald, et au dessus duquel l'indice de gélivité augmente fortement, apparaît nettement sur la figure 11.2 présentant l'évolution de G en fonction du degré de saturation.

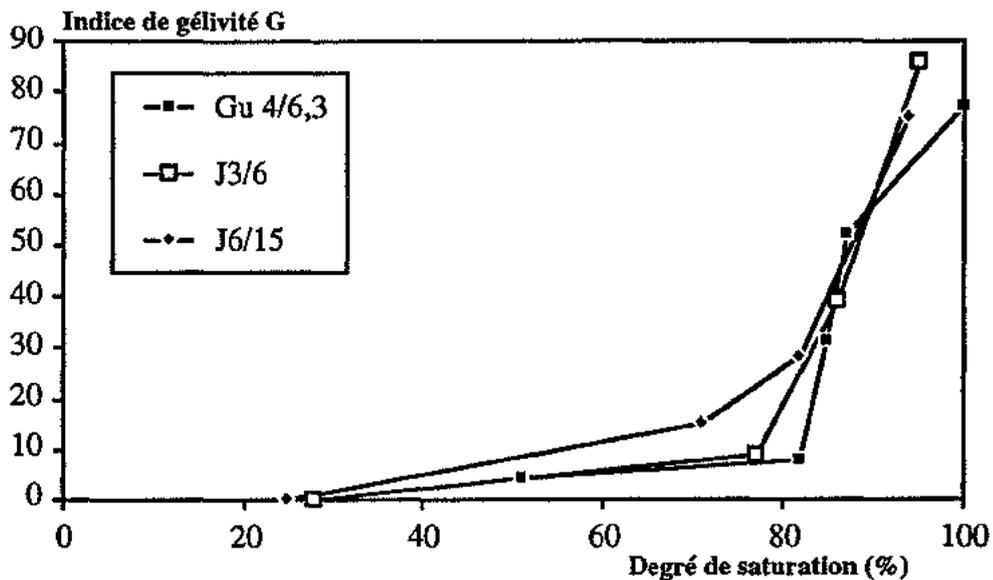


Fig. 11.2. Indice de gélivité en fonction du degré de saturation de l'échantillon de granulat.

En dessous de cette valeur seuil, seule la porosité connectée de ces trois échantillons de granulats est saturée. le piégeage d'air dans le réseau poreux limite la dégradation par le gel des matériaux et ceux-ci sont donc plus résistants à la fragmentation ( $L_A$  plus faible).

Dans le cas d'une structure routière normalement drainée, la saturation maximale des granulats correspond à l'absorption par immersion à pression atmosphérique pendant 24 heures. Si ce degré de saturation est inférieur au degré de saturation critique (cas des calcaires à réseaux poreux complexes, multimodaux ou unimodaux étalés), les granulats ne présenteront pas de dégradation au gel. Par contre, si le degré de saturation par absorption est élevé, les granulats seront considérés gélifs.

Dans le cas d'un béton, la non gélivité d'un granulat n'entraîne pas forcément la bonne tenue au gel du béton. A la suite d'un apport d'eau, les granulats seaturent dans un premier temps. Selon la géométrie du réseau poreux, l'eau sera ensuite expulsée vers la pâte de ciment et la réponse du béton aux sollicitations climatiques sera fonction de la faculté de la pâte de ciment à accommoder cet apport d'eau (Pigeon, 1989). L'essai de gélivité sur granulat est donc insuffisant pour conclure quant à la sensibilité au gel du béton, et des essais de gel sur éprouvettes de béton, du type de ceux présentés dans le chapitre précédent, sont nécessaires.

### 1.2.2.b. Effet d'échelle

Certains auteurs avancent un effet de la dimension de la classe granulaire considérée sur la sensibilité au gel. Pigeon (1989) définit un concept de dimension critique de granulat liée à la notion de distance critique (Fagerlund, 1979) qui résulte d'un mécanisme de gel de type pression hydraulique. D'après Pigeon (1989), un granulat est considéré gélif si, pour un taux de refroidissement normal, la dimension critique, qui permet l'expulsion de l'eau vers des pores piégés d'air ou vers l'extérieur, est inférieure à la dimension maximale du granulat utilisé. La valeur de

distance critique moyenne qu'il donne est de  $600\mu\text{m}$  pour un taux de refroidissement de  $2^\circ\text{C/h}$  et de  $250\mu\text{m}$  pour un taux de refroidissement de  $10^\circ\text{C/h}$ . L'essai normalisé a une vitesse de refroidissement de  $13^\circ\text{C/h}$ , la distance critique associée sera donc inférieure à  $250\mu\text{m}$ , taille nettement inférieure à la taille des granulats utilisés couramment ; ces granulats devraient donc tous être gélifs.

De plus aucun effet d'échelle de ce type n'est observé sur nos résultats. La taille minimum des granulats étudiés est de 3 mm, les tailles de pores sont de l'ordre du micromètre voir de la dizaine de micromètres. Les mécanismes de gel qui se situent à l'échelle du pore auront le même effet sur un granulat de 3 mm ou de 10 mm. Par contre, le type de mécanisme envisagé, succion cryogénique ou surpression dans la glace peut conduire soit à des débris fins (écaillage de la surface des granulats dans le cas d'une cryosuccion), soit à des débris plus grossiers (éclatement à coeur dans le cas de surpressions dans la glace).

### *1.2.2.c. Analyse des courbes granulométriques des granulats après gel*

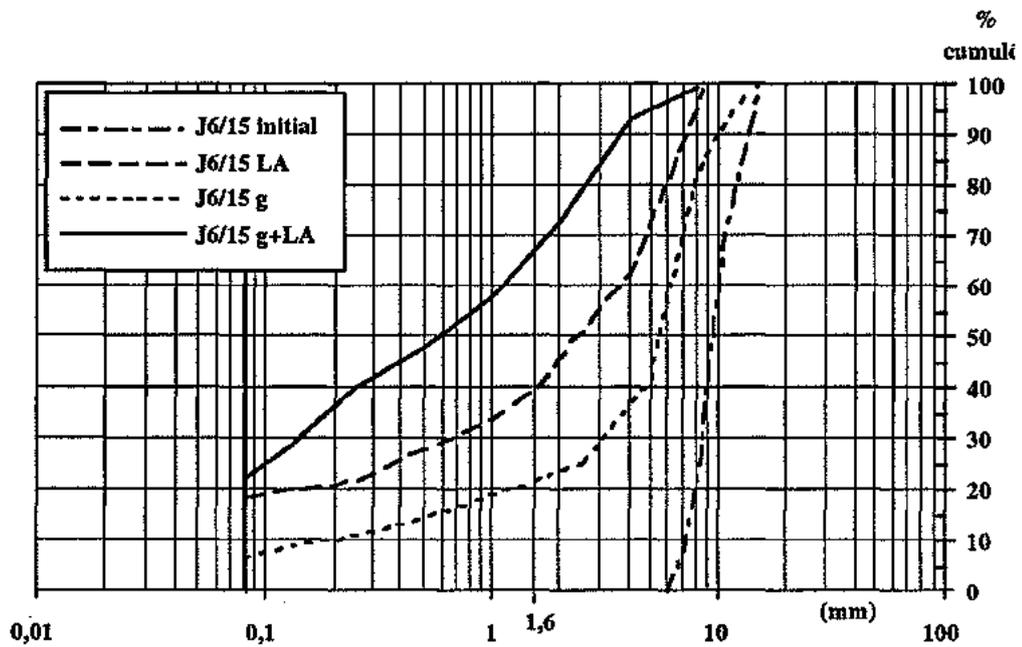
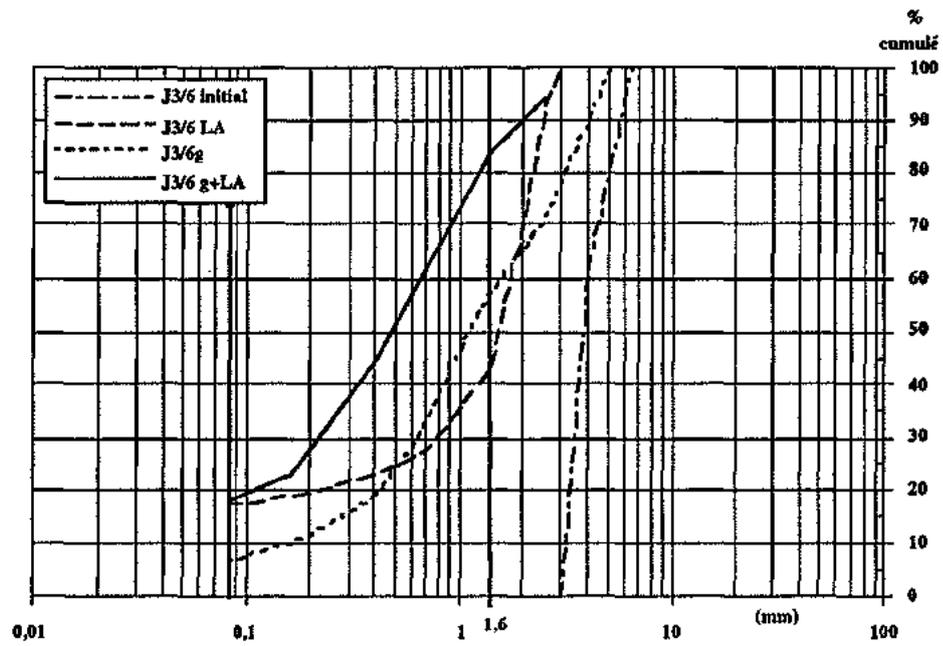
A chaque étape de l'essai, nous avons procédé à des analyses granulométriques des échantillons de granulats. Celles-ci sont reportées sur la figure 11.3 et comportent, pour chaque classe granulaire et chaque faciès, les courbes granulométriques suivantes :

- l'échantillon initial,
- le granulat témoin après Los Angeles,
- l'échantillon après 25 cycles gel/dégel,
- le granulat en fin d'essai après gel et Los Angeles.

La forme des courbes confirme la valeur de  $G$ . On observe peu de fragmentation supplémentaire pour  $L_{Ag}$  dans le cas du calcaire de Gudmont. Par contre, le calcaire de Jaumont montre une fragmentation nettement plus importante après gel et un étalement de sa courbe granulométrique  $L_{Ag}$ .

Les cycles gel/dégel sont réalisés avec un taux de refroidissement très fort ( $13^\circ\text{C/h}$ ), cette valeur favorise un éclatement du matériau. L'eau est bloquée au coeur du granulat et le phénomène de succion cryogénique est limité. Nous avons vu précédemment (sur éprouvettes) que l'éclatement était le mécanisme de gel prépondérant pour les calcaires à réseaux poreux multimodaux, si la saturation est élevée. Dans le cas de l'essai gel/dégel, toutes les conditions sont réunies pour favoriser l'altération de ces matériaux : taux de refroidissement élevé, saturation importante.

Il semble donc logique, au vue de cette remarque, d'avoir une valeur de sensibilité au gel élevée pour le calcaire de Jaumont par rapport au calcaire de Gudmont.



*Fig. 11.3. Granulats issus du calcaire de Jaumont (3/6 et 6/15mm). Courbes granulométriques de l'échantillon initial, après  $L_A$ , après gel ou après gel et  $L_A$  ( $L_{Ag}$ ).*

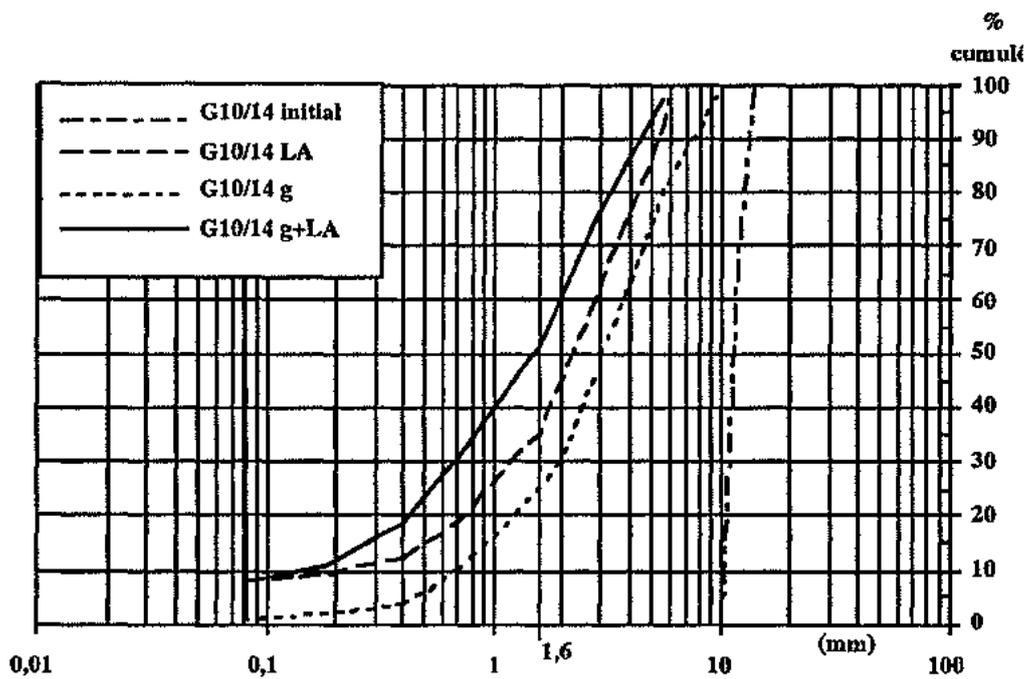
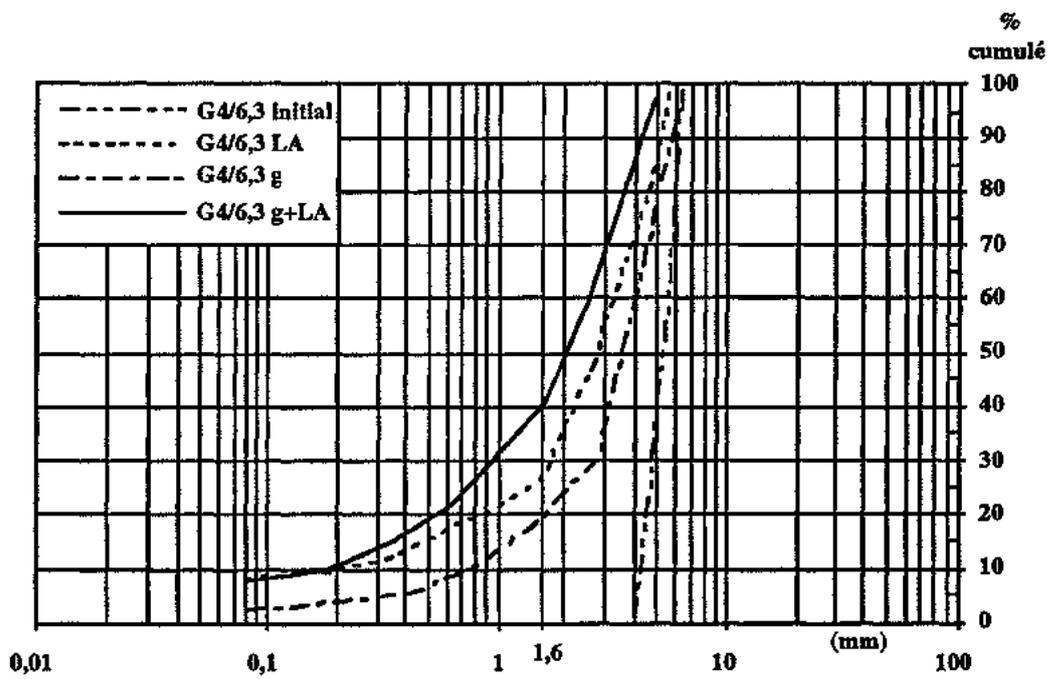
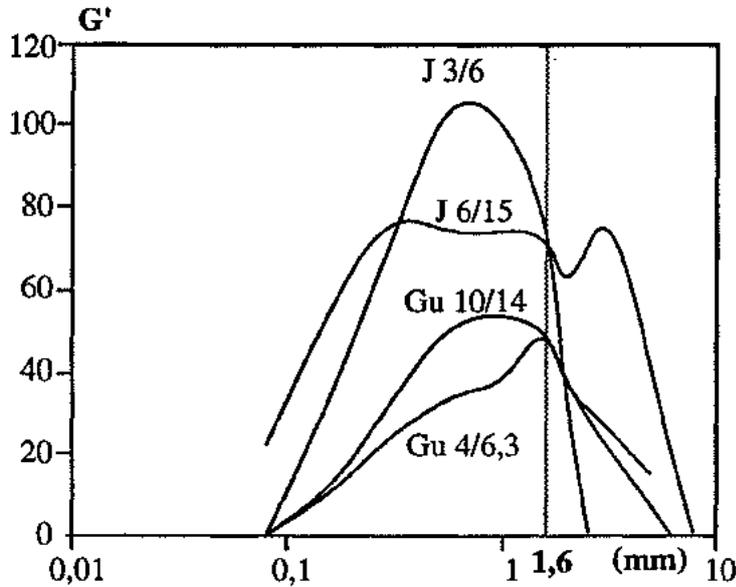


Fig. 11.3. Granulats issus du calcaire de Gudmont (4/6,3 et 10/14mm). Courbes granulométriques de l'échantillon initial, après  $L_A$ , après gel ou après gel et  $L_A$  ( $L_{Ag}$ ).

Les deux courbes correspondant aux essais Los Angeles avant et après gel bouclent autour des valeurs extrêmes sur les quatre exemples. L'écart entre les courbes  $L_{Ag}$  et  $L_A$  n'est pas constant.  $G$  est déterminé par cet écart pour la dimension 1,6mm. Si l'on déplace cette coupure, la valeur de  $G$  varie. Cette évolution est représentée sur la Figure 11.4.



*Fig. 11.4. Indice de Gélivité recalculé à partir d'une coupure granulométrique différente de la coupure normale à 1,6mm.*

On s'aperçoit que l'indice de gel à 1,6mm n'est pas forcément l'indice maximum que l'on peut rencontrer sur la gamme granulométrique considérée et la signification de cette coupure dans le cas d'une détermination d'indice de gélivité ne paraît pas très claire.

*L'essai normalisé de gélivité sur granulats semble trop sévère pour les matériaux calcaires. Les conditions d'humidité avant et pendant les cycles résultent en des degrés de saturation importants, nettement supérieurs à l'Hirschwald, rencontrés seulement dans certaines structures routières mal drainées. La vitesse de refroidissement est également un facteur de sévérité de l'essai : elle conduit à un éclatement systématique des granulats.*

*Des essais sur des échantillons présentant des degrés de saturation plus réalistes (saturation par immersion sous pression atmosphérique) conduisent à des indices de gélivité nettement meilleurs (< 30) pour les granulats testés. Une adaptation de l'essai de sensibilité au gel sur granulats calcaires devrait aller dans le sens d'une meilleure représentativité des conditions naturelles et plus particulièrement des conditions de saturation.*

## 2. PIERRES CALCAIRES

La mesure de la durabilité au gel sur pierre calcaire est comparable, d'un point de vue échelle d'étude, aux essais que nous avons présenté dans le chapitre précédent. La norme relative à cette mesure (NF B 10.513) s'inspire des recommandations de la RILEM (1980). Selon cette norme, des paramètres influents sur le comportement des matériaux, telles que les conditions d'humidité au cours des cycles, varient par rapport aux modes opératoires que nous avons adopté.

### 2.1. L'ESSAI NORMALISÉ NF B 10.513

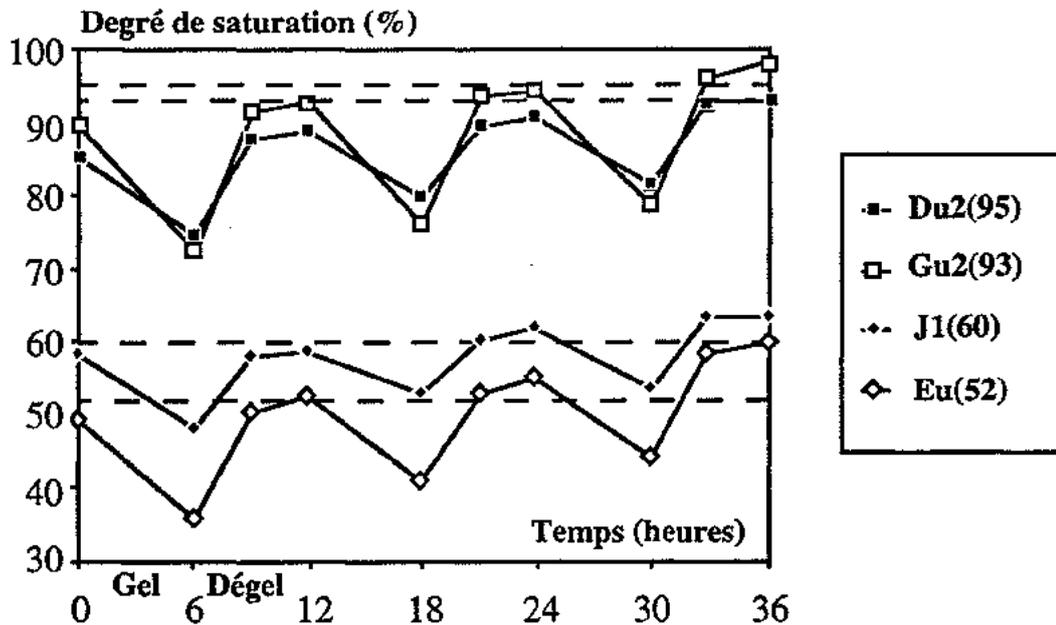
Les principaux points de cet essai sont résumés sur le tableau 10.I (Chap. 10, § 1.2.1). Nous rappèlerons l'état de saturation avant les cycles et les conditions d'humidité pendant les cycles. Le degré de saturation du matériau est obtenu par une immersion à pression atmosphérique pendant 6 heures. L'échantillon n'est pas recouvert pendant l'essai. Le gel entre +5 et -15°C s'effectue dans l'air ; le taux de refroidissement est variable, il est de 15°C/h entre +5 et -10°C et de 1,6°C/h entre -10 et -15°C. Le dégel s'effectue dans l'eau à 5°C.

### 2.2. ETAT DE SATURATION AU COURS DES CYCLES

Nous nous sommes particulièrement attachés à l'évolution de l'état de saturation au cours des cycles. Les essais normalisés ont été menés sur quatre faciès comprenant Dugny 2, Gudmont 2, Jaumont et Euville. Le degré de saturation a été déterminé à chaque palier de gel et à chaque palier de dégel. La figure 11.5 représente ces évolutions. Les quatre faciès montrent la même évolution simplement décalée suivant l'échelle des ordonnées (degrés de saturation).

Le degré de saturation Hirschwald a été porté sur les courbes. L'immersion pendant 6 heures conduit à un degré de saturation inférieur d'environ 15% au degré Hirschwald pour les calcaires à réseaux poreux unimodaux (Hirschwald élevé). Le degré de saturation obtenu est relativement proche de la saturation Hirschwald dans le cas des calcaires à réseaux poreux bimodaux (Hirschwald faible).

Le gel dans l'air de l'échantillon provoque une diminution de la saturation, certainement par un phénomène d'aspiration d'eau vers la surface et évaporation. Le dégel dans l'eau entraîne une reprise de la saturation. Le matériau est placé dans l'eau à l'état gelé, le phénomène de paroi froide engendre une prise d'eau dans des conditions qui ne sont plus les conditions d'une simple immersion à pression atmosphérique ; la saturation associée à cette dernière méthode pourra être dépassée. Ce schéma se reproduit à chaque cycle ; le degré de saturation Hirschwald du matériau est atteint voire dépassé après seulement 3 cycles. Ce genre de situation pourra vite conduire à l'endommagement du matériau, malgré sa faible saturation initiale.



*Fig. 11.5. Evolution du degré de saturation au cours des cycles gel/dégel normalisés. Les nombres entre parenthèses dans la légende correspondent aux coefficients Hirschwald.*

Les conditions d'humidité utilisées au cours du cycle normalisé peuvent effectivement se rencontrer dans le cas d'un mur alimenté en continu par absorption capillaire à la suite de périodes de gel. Mais cette situation reste un cas isolé ; généralement, des phases de séchage et de désaturation de la structure alternent avec ces phases d'absorption, et l'évolution du degré de saturation observée au cours des cycles normalisés ne semble pas réaliste.

### 2.3. MESURE DE L'ENDOMMAGEMENT

La norme préconise une détermination du volume apparent des échantillons au cours des cycles et une mesure de la fréquence de résonance fondamentale longitudinale comme moyens de contrôle de l'endommagement des matériaux.

Le volume apparent est déterminé par différence entre la masse de l'éprouvette pesée dans l'air et la masse de l'éprouvette mesurée par pesée hydrostatique. Ce paramètre permet de cerner les endommagements importants. Les altérations moins visibles, tel qu'un réseau de microfissures, sont décelées par la diminution de la fréquence de résonance.

Il reste à définir un nombre de cycles seuil au delà duquel le matériau est considéré comme non gélif s'il ne présente pas d'endommagement. La norme ne précise pas le nombre de cycles à effectuer et il est évident que tout matériau calcaire, dans les conditions de cet essai, finira toujours par être endommagé après un nombre de cycles plus ou moins important.

*L'essai normalisé sur pierres calcaires semble trop sélectif vis-à-vis des matériaux calcaires de part les conditions de saturation au cours des cycles. Le dégel dans l'eau provoque une réalimentation en eau des matériaux ; cette réalimentation sera d'autant plus importante que le matériau présentera une vitesse d'absorption rapide. Les moyens de contrôle de l'endommagement préconisés par la norme (volume apparent, fréquence de résonance) permettent de bien visualiser l'altération mais le nombre de cycles seuil au dessus duquel l'altération n'est plus synonyme de gélivité du matériau n'est pas précisé par la norme.*



### 3. ENROCHEMENTS CALCAIRES

La finalité des enrochements est la stabilité et la protection d'ouvrages contre les agents d'érosion et d'altération. Les critères de choix des enrochements sont de deux types. Ils doivent satisfaire aux conditions de dimensionnement de l'ouvrage et être sélectionnés sur leur forme, leur granularité, leurs masses volumiques. Ces matériaux sont exposés durant la vie de l'ouvrage et doivent présenter un risque d'évolution limité.

Aucune norme spécifique n'existe pour ces matériaux ; seules des recommandations donnent quelques spécifications pour les enrochements (Evrard, 1989).

Un des points les plus délicats pour ce type de matériaux est le degré de fissuration des blocs. En effet, du fait de leurs tailles métriques à plurimétriques, les enrochements englobent plus de discontinuités qu'un échantillon type cylindre ou prisme. Ce paramètre est difficile à mesurer puisque les essais de contrôle sont effectués sur éprouvettes. Nous verrons qu'en ce qui concerne le gel, ces discontinuités ont leur importance.

L'essai de gélivité pour le contrôle des enrochements préconisé par Evrard est une adaptation de l'essai sur granulats mais en utilisant des éprouvettes, l'endommagement étant mesuré par les variations de vitesses des ondes. Cet essai, s'effectuant avec une tranche d'eau à la base qui permet une resaturation de l'échantillon durant les phases de dégel, semble bien approprié au cas des enrochements. Ces matériaux, de part leur situation dans les ouvrages, peuvent se trouver en contact continu avec une nappe d'eau (enrochements de protection de digues ou de berges). Néanmoins, l'état de saturation initial, défini par l'essai sur granulats, semble trop élevé pour le cas des enrochements : nous avons vu précédemment que des éprouvettes soumises aux mêmes conditions de saturation montraient des degrés de saturation relativement élevés (92% pour Jaumont, 95% pour Gudmont 2, 82% pour Gudmont 1).

Ces matériaux, constitutifs d'enrochements mis en oeuvre, ont été choisis pour vérifier *in situ* les types d'endommagement que nous avons déterminé au laboratoire. Un échantillonnage de blocs pluridécimétriques a été effectué sur les sites d'enrochements suivants :

- le lac du Der (Haute-Marne) où les enrochements sont installés en protection de digues et sont constitués de calcaire de Gudmont indifférencié (Annexe 2, photo 25).
- les bords de Meurthe, aux environs de Nancy, (Annexe 2, photo 23) où les enrochements sont installés en protection de piles de ponts et sont constitués de calcaire de Jaumont.

Des éprouvettes, de 5cm de diamètre et 10cm de longueur, ont été prélevées sur les blocs d'enrochements. Cinq éprouvettes de chacun de ces matériaux ont été soumises à des essais de compression isotrope afin de déterminer leurs degrés de fissuration, et à des essais de porosimétrie au mercure.

D'un point de vue général, les enrochements de calcaire de Jaumont ne présentent pas d'endommagement notable : pas de modification de leurs réseaux poreux, faibles degrés de fissuration. Seuls certains blocs, situés au niveau de déversoirs et donc en position de saturation maximale montrent une macrofissuration très nette (Annexe 2, photo 24) ; celle-ci reprend les discontinuités préexistantes des blocs. Ces matériaux présentent un second niveau de fissuration, à l'échelle microscopique, décelable par des essais de compression isotrope. La figure 11.6 montre l'augmentation de la porosité de fissure sur ces matériaux par rapport au même matériau issu de carrière ; celle-ci passe de 0,05% à 0,9% (la comparaison est possible vu l'homogénéité du matériau).

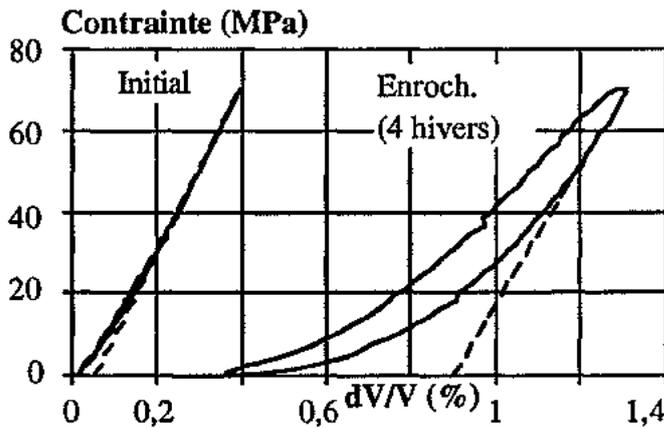
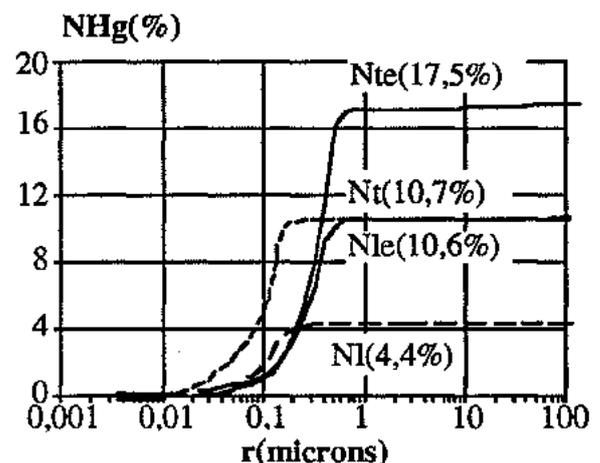


Fig. 11.6. Essai de compression isotrope sur un échantillon issu d'un enrochement constitué de calcaire de Jaumont et situé dans une zone de déversoir. Le même matériau issu de carrière est porté sur la figure pour comparaison. Seules les courbes pression/déformation volumique sont présentées.

Les enrochements de calcaires de Gudmont ne présentent globalement pas d'endommagements notables si ils sont principalement constitué du faciès sublithographique (Gudmont 1). Par contre, si le faciès prépondérant sur le bloc est le faciès oolithique Gudmont 2, une modification du réseau poreux apparaît à l'essai porosimétrique : les porosités libre et totale augmentent fortement par rapport au même faciès issu de carrière (Fig. 11.7). Cet endommagement se traduit par un effritement généralisé du matériau (Annexe 2, Photo 26).

Fig. 11.7. Spectre porosimétrique d'un échantillon provenant d'un enrochement constitué de calcaire de Gudmont 2. Le même matériau issu de carrière est porté sur la figure pour comparaison



La correspondance entre les comportements simulés au laboratoire et *in situ* est frappante. Ceci confirme la dualité des mécanismes de gel et leur dépendance vis-à-vis du type de réseau poreux concerné :

- un processus de type succion cryogénique pour les calcaires unimodaux (Gudmont 2) qui se traduit microscopiquement par un élargissement du réseau poreux et une augmentation de la porosité connectée, et macroscopiquement par un écaillage ; à terme, cet endommagement conduit à un effritement du matériau.

- un mécanisme type surpressions capillaires pour les calcaires multimodaux saturés (Jaumont) qui induit une fissuration locale du matériau, les zones interfissurales restant saines.

Le gel n'est pas le seul facteur d'altération de ces enrochements sur sites naturels. Des altérations chimiques (dissolution, action de l'eau), biologiques (végétale, bactériologique) interviennent également. La somme de ces différents types d'altération fournissant un résultat quasi-similaire à l'altération strictement liée au gel observée en laboratoire, on peut penser que le gel initialise l'endommagement (écaillage ou éclatement) et que les autres types d'altérations reprennent et amplifient ces modifications.

*La bonne concordance entre les comportements observés en laboratoire et in situ argumente d'une manière positive l'échelle de durabilité au gel que nous proposons au chapitre précédent. L'application aux enrochements des modes opératoires présentés précédemment et de l'échelle de durabilité qui en découle doit tout de même être couplée à une prise en compte des conditions particulières de saturation régnant généralement sur un site d'enrochement.*



## ***CONCLUSION GENERALE***



**La durabilité au gel des matériaux calcaires est un problème complexe qui résulte de la combinaison des propriétés intrinsèques à ces matériaux et de facteurs externes tels que l'intensité des périodes de gel, la vitesse de refroidissement et l'apport d'eau. La prise en compte des interactions entre caractéristiques propres aux matériaux et facteurs externes dans le cadre d'une approche explicative de la sensibilité au gel des roches calcaires était l'objectif de ce travail et s'intégrait dans le Programme National de Recherche - Développement en Génie Civil "MATERLOC Calcaires" traitant de la valorisation et de l'utilisation optimale des matériaux calcaires locaux.**

Nous avons abordé ce travail de recherche en procédant à une approche par étape : le milieu poreux carbonaté, l'eau dans le milieu poreux carbonaté, le gel de l'eau dans ce milieu poreux. Une application de cette démarche à différents types de matériaux du Génie Civil (granulats, pierres calcaires, enrochements) conclue cette étude. Ces étapes successives ont permis de dégager des conclusions fondamentales ayant trait à la structure du milieu poreux et des remarques se rapportant aux techniques de mesures des propriétés de ces milieux.

La première étape a consisté en une étude approfondie de la **géométrie des réseaux poreux carbonatés**, reposant sur différentes méthodes de détermination des porosités et masses volumiques, ainsi que sur une caractérisation des milieux poreux par la porosimétrie au mercure. L'analyse de la fissuration initiale par des essais de compression isotrope et l'étude des propriétés ultrasoniques de ces matériaux complètent cette étude.

Des différentes techniques de mesures des masses volumiques apparente ( $\rho_d$ ) et de la fraction solide ( $\rho_s$ ), la méthode du **picnomètre** semble la plus satisfaisante. Les valeurs mesurées par cette méthode, injectées dans les formules de calcul de la porosité totale, rendent bien compte du volume poreux total des matériaux. La mesure de la porosité totale par pesée hydrostatique selon la norme NF B 10-503 / pierres calcaires fournit des valeurs par défaut : le vide limité conduit à une saturation partielle des matériaux et à des volumes de vides mesurés inférieurs aux volumes réels. Par contre, la mesure de la **porosité totale accessible à l'eau sous un vide poussé** donne l'estimation la meilleure.

**La répartition du volume poreux total, en terme de dimension et de forme**, a été principalement étudiée par la **porosimétrie au mercure**. Cette technique est riche de renseignements si un soin particulier est apporté au mode opératoire et si l'on a à l'esprit une image globale du milieu poreux du matériau considéré. En effet, l'interprétation sera différente selon que l'on étudie une roche calcaire dont le volume poreux se répartit classiquement entre pores et capillaires ou un matériau granitique peu poreux et à porosité de type fissural.

Les spectres porosimétriques des différentes composantes de la porosité (totale, libre, piégée), nous renseignent qualitativement sur **l'étalement des distributions d'accès aux pores** et sur **le type d'arrangement du réseau**. L'analyse de l'injection de mercure en terme de percolation

d'après Lane *et al.* (1986) nous a permis de relativiser les données quantitatives se rattachant aux dimensions des pores : les spectres montrent un déplacement (vers les plus faibles rayons d'accès pour l'injection, autour des valeurs médianes pour le retrait) par rapport à la distribution effective. **La porosité piégée de mercure** lors de la phase de retrait est fortement influencée par la présence **d'hétérogénéités dans le réseau** (rayon de pore / rayon d'accès, répartition du volume poreux en domaines de pores larges et de pores plus fins) ; elle est favorisée par un arrangement ordonné du réseau poreux se traduisant par un coefficient de dispersion des spectres supérieur à 1 (étalement de la distribution). La configuration de ce **volume poreux piégé en pores nodaux et capillaires fins (porosité de pores s.s.)** est à opposer au **volume poreux libre, vide de mercure** à la fin du retrait, correspondant à un **réseau de capillaires** et traduisant le **degré d'interconnexion du milieu**. La surface de pores spécifique, déterminée par l'injection de mercure, augmente pour les faibles rayons d'accès et est principalement liée au volume poreux connecté.

Cette analyse nous a conduit à la mise en évidence de "**faciès poreux**" répartis entre un **pôle unimodal strict** où la **distribution aléatoire des pores sur le réseau conduit à un degré d'interconnexion élevé** (forte porosité libre, calcaire micritique à texture lâche) et un **pôle multimodal à forte porosité piégée traduisant l'arrangement du milieu** (calcaire bioclastique à ciment sparitique).

Un accent a été mis sur le lien entre la structure carbonatée et le milieu poreux associé. **L'analyse de photographies M.E.B.** va dans ce sens et confirme les conclusions précédentes. Par exemple, le passage entre micrite à structure lâche et micrite en mosaïque se marque par une diminution simultanée des porosités libre et totale ; les joints de grains sont des structures qui influencent fortement la connexion du réseau et se comportent comme un réseau fissural.

**L'essai de compression isotrope** fournit des renseignements sur l'état de **fissuration initial** des matériaux calcaires. Ces roches sont peu fissurées ( $\eta_0 < 0,2\%$ ) ; la **porosité de fissure** mesurée regroupe en fait les **fissures s.s. de type joints de grains et les capillaires les plus proches d'une forme cylindrique** (les plus aptes à se fermer lors d'une compression isotrope). Par contre, les valeurs quantitatives issues d'une interprétation de cet essai en terme de **spectre de fissuration** (coefficients de forme) sont plus discutables : l'interprétation est fondée sur un modèle de fissure elliptique relativement éloignée des formes rencontrées dans le cas des matériaux calcaires.

**L'étude des propriétés ultrasoniques** (vitesses et atténuations des ondes) nous a permis de montrer une **dépendance de ces paramètres vis-à-vis du type de réseau poreux concerné**. D'un point de vue général, les vitesses et atténuations des ondes ultrasoniques sont plus influencées par le **volume poreux libre** que par la porosité totale.

Les vitesses des ondes fournissent une estimation de la porosité de fissure par l'intermédiaire de la notion d'**indice de continuité**. Celle-ci est systématiquement supérieure à la porosité de fissure issue de l'essai de compression isotrope et englobe en fait l'ensemble des capillaires appartenant à la porosité libre fonctionnant comme des discontinuités sur le chemin de l'onde.

**L'influence de la porosité libre sur l'atténuation des ondes** est directement liée au mécanisme expliquant l'atténuation sur matériaux secs : ce sont les **frictions / relaxations aux**

**limites de grains et de fissures** qui provoquent l'atténuation du signal ultrasonique dans ce type de matériau, ces géométries participant au volume poreux libre.

A l'état saturé, les vitesses des ondes sont plus élevées qu'à l'état sec du fait d'une rigidification du squelette solide. Ces valeurs confirment la relation de Wyllie entre porosité totale et vitesses. Pour des degrés de saturation partiels, les vitesses et facteurs de qualité en atténuation présentent une valeur minimale pour un degré de saturation donné. Dans le cas des vitesses, cette valeur correspond à une situation intermédiaire entre effet de densité et effet de rigidité. Pour l'atténuation, cette valeur minimale est liée à l'effet d'écoulement relatif local ("s squirt flow") dans les vides de types capillaires ou fissuraux.

**Le comportement de l'eau dans les matériaux calcaires** a fait l'objet de la deuxième partie de ce travail et a été étudié à la lumière des conclusions précédentes relatives à la structure des milieux poreux.

L'influence du réseau poreux sur les processus de saturation apparaît nettement. **Les réseaux poreux les plus complexes** (multimodaux) présentent les **degrés de saturation**, obtenus par immersion totale, **les plus faibles** (de l'ordre de 60%). Le volume poreux non saturé et piégé d'air n'est constitué que de la part de porosité piégée au mercure de **grande dimension**. Cette différence entre piégeage d'air et piégeage de mercure repose sur une variation des caractéristiques capillaires entre les couples vapeur de mercure / mercure et eau / air. De plus, le processus de piégeage est initialisé dès le début de l'imbibition par rupture des films fluides dans le cas du mercure alors qu'il n'intervient qu'en fin d'imbibition par court-circuitage des pores larges dans le cas de l'air. Néanmoins, le **volume piégé mesuré par le mercure fournit une bonne estimation du piégeage d'air lors d'une imbibition d'eau**.

Les calcaires à **réseaux poreux unimodaux** ont des **degrés de saturations élevés (>85%)**, confirmant l'influence du volume poreux libre et connecté.

Par contre, cette **distinction est moins nette lors de l'imbibition par capillarité**. En effet, dans tous les cas, la part connectée du réseau poreux se sature d'abord ; ceci se traduit par une courbe de prise d'eau en masse linéaire dans un premier temps. **L'importance relative du degré d'interconnexion et l'étalement plus ou moins important de la distribution des tailles de capillaires** du réseau connecté jouent par contre sur la **rapidité de la cinétique**. On observe une **redistribution de l'eau derrière la frange capillaire** dans le réseau connecté secondaire, qui ne participe pas au chemin d'envahissement principal ; plus l'étalement en taille du volume poreux interconnecté est important, plus ce phénomène de redistribution ralentit la cinétique d'imbibition. **La saturation obtenue en fin d'imbibition par capillarité est proche du degré de saturation Hirschwald**.

Cette technique ne nous semble pas la plus pertinente pour faire ressortir l'influence de la complexité de l'ensemble du réseau poreux sur le stockage d'eau ; elle n'apporte pas plus de renseignements à ce sujet qu'une imbibition par immersion totale. Cette méthode fournit par contre une approche intéressante de l'envahissement par l'eau d'un réseau poreux à partir d'un chemin principal.

La présence d'un chemin d'envahissement et de circulation principal au sein du réseau connecté est le facteur le plus influent sur les propriétés de transport. La présence d'un réseau fissural de type joints de grains augmente le nombre de connexions et la valeur de la perméabilité. celle ci est également influencée par la dimensions des connexions.

Nous avons déterminé les valeurs de perméabilité des matériaux calcaires par le calcul, sur la base des modèles de Katz - Thompson et du milieu équivalent de Kozeny - Carman. Le premier, fondé sur une interprétation de la courbe porosimétrique en terme de percolation, donne des résultats satisfaisants par rapport aux valeurs mesurées, si l'on ne tient compte dans le calcul que de la porosité connectée (porosité libre) : la perméabilité globale d'un matériau résulte en fait de la perméabilité intrinsèque du chemin de percolation principal du réseau de ce matériau. Les valeurs issues du modèle du milieu équivalent ont des ordres de grandeurs comparables aux valeurs mesurées mais les imprécisions sur les paramètres tortuosité et rayon hydraulique rendent difficile l'interprétation des variations de détails.

Ces deux premières parties ont permis d'approfondir les relations entre structure du milieu poreux et distribution de l'eau en son sein. Sur cette base, nous avons traité, dans la troisième partie, du gel de l'eau dans les milieux poreux carbonatés et de l'influence du type de réseau sur ces mécanismes de gel.

Après une analyse des différentes théories expliquant les mécanismes du gel, une étude expérimentale reposant sur l'évolution des propriétés ultrasoniques (vitesses et atténuations des ondes) au cours de cycles gel/dégel doux (-5/+20°C) et brutaux (-20/+20°C) a été réalisée sur l'ensemble des matériaux calcaires étudiés. Les vitesses des ondes et facteurs de qualité en atténuation diminuent progressivement dans le cas des matériaux calcaires à réseaux poreux unimodaux quelque soit le type de cycle utilisé et pour des saturations Hirschwald ou totales. Ces propriétés évoluent par chutes brutales et paliers dans le cas des calcaires à réseaux poreux plus complexes, et ceci seulement pour des saturations élevées ; aucune variation notable n'est observée pour des saturations plus faibles (saturation Hirschwald). Dans les deux cas, l'évolution des facteurs de qualité est plus nette que celle des vitesses.

L'analyse de ces résultats a montré que les mécanismes de gel les plus probables provenaient du modèle capillaire (Everett, 1961, Aguirre-Puente et Bernard, 1978). Les surpressions dans la glace, issues de la progression du ménisque dans le réseau, sont plutôt liées aux réseaux multimodaux présentant pores et étranglements. A forte saturation, les contraintes développées induisent une fissuration du matériau. Cette fissuration a été visualisée par des essais de compression isotrope. Celle-ci intervient dès les premiers cycles de gel/dégel. Les fissures créées par le gel dans ces matériaux apparaissent très localisées et encadrent des zones saines où la structure du matériau n'est pas modifiée. A faible saturation, l'air piégé dans les pores larges permet une dissipation de ces contraintes et protège le matériau de l'action du gel. Le degré de saturation critique de ces matériaux, déterminé par la chute du module dynamique mesuré sur des échantillons ayant subis 25 cycles gel/dégel et présentant une large gamme de saturation, est de l'ordre de 80%. A saturation

**Hirschwald**, on se trouve dans une situation de **protection du matériau**, ce degré de saturation étant nettement inférieur au degré de saturation critique.

Le phénomène de **succion cryogénique** est prépondérant au sein des calcaires à réseaux poreux unimodaux ; il est favorisé par un gel doux. L'écoulement de l'eau vers le front de glace a lieu dans la couche d'eau liée associée à la surface spécifique importante du réseau connecté. Les pressions développées par l'accumulation de l'eau vers le front résulte en un **élargissement généralisé du réseau** et en une **augmentation de la connexité** (augmentation de porosité libre), mesurés par la porosimétrie au mercure. A saturation Hirschwald, l'altération est du même type qu'à l'état totalement saturé, ce degré de saturation étant nettement supérieur au degré de saturation critique de ces matériaux. A terme, ces matériaux présentent une **modification profonde de leurs réseaux poreux et un effritement généralisé**.

Le suivi des propriétés ultrasoniques au cours d'une simple descente en température de la température ambiante jusqu'à  $-40^{\circ}\text{C}$  a permis de mettre en évidence l'évolution de la teneur en eau non gelée avec la température à partir de la correspondance entre vitesse du milieu composite matrice/eau/glace et vitesse dans chacun des composants (formule de Wyllie généralisée par Timur). Les vitesses n'augmentent significativement qu'à partir d'une température nettement inférieure à  $0^{\circ}\text{C}$  (de l'ordre de  $-7$  à  $-10^{\circ}\text{C}$ ). Ce décalage est lié au mécanisme de surfusion et à l'abaissement du point de congélation. L'étalement de la phase de changement d'état est plus important pour les matériaux à distribution porosimétrique multimodale. La teneur en eau non gelée à  $-40^{\circ}\text{C}$  englobe à la fois l'eau adsorbée sur les surfaces de pores et de l'eau libre vraisemblablement située dans les pores les plus fins. Les facteurs de qualité chutent fortement au moment du changement de phase et réaugmentent par la suite jusqu'à un palier : la progression du front de glace dans les capillaires, lors du changement de phase, individualise des espaces entre glace et paroi constituant des canaux d'écoulement ; ce phénomène est à rapprocher d'un écoulement local relatif dans une fissure et influence fortement l'atténuation des ondes ultrasoniques.

L'application de l'ensemble des résultats précédents aux matériaux du Génie Civil a fait l'objet du dernier chapitre de ce travail. La sensibilité au gel de ces matériaux (granulats, pierres calcaires, enrochements) est classiquement déterminée par des essais normalisés qui restituent plus ou moins bien le comportement des matériaux calcaires vis-à-vis du gel.

L'essai de sensibilité au gel sur granulats est très strict par rapport aux roches calcaires. Les matériaux testés présentent tous des indices de gélivité importants quelque soit le comportement de ces matériaux au cours des simulations de gel/dégel réalisées précédemment et quelque soit la classe granulaire considérée. L'essai normalisé semble même montrer une évolution inverse aux prédictions sur la durabilité au gel des matériaux calcaires : les matériaux les plus gélifs sont les calcaires à réseaux poreux multimodaux. Les conditions d'humidités élevées et le taux de refroidissement important préconisés par la norme favorisent le mécanisme d'éclatement par surpressions dans la glace et donc l'altération des calcaires à réseaux multimodaux.

L'essai normalisé sur pierres calcaires semble moins rude à court terme mais la réalimentation en eau continue pendant la phase de dégel peut provoquer des dépassements des degrés de saturation critiques et peut résulter en un endommagement important. De plus, cet essai ne précise pas le nombre de cycles à réaliser et force implicitement à aller jusqu'à la rupture du matériau, quelque soit le nombre de cycles nécessaire.

La mesure de la sensibilité au gel des enrochements calcaires ne fait pas, à l'heure actuelle, l'objet d'une norme spécifique. Des mesures d'endommagement sur des enrochements en place depuis plusieurs hivers ont confirmés le comportement observé au laboratoire. Les calcaires à réseaux poreux multimodaux apparaissent non gélifs si les conditions de saturation sont courantes. Par contre, certains blocs en situation de saturation maximale (au niveau d'un déversoir, par exemple) montrent une fissuration importante mesurée par des essais de compression isotrope. Les calcaires à réseaux poreux unimodaux, à forte porosité libre au mercure, sont gélifs jusqu'à un degré de saturation nettement inférieur aux conditions normales. Les enrochements constitués de ces matériaux présentent un effritement important ; une analyse au porosimètre à mercure a montré un élargissement du réseau et une nette augmentation de la porosité libre. L'échelle de durabilité au gel mise au point dans ce travail semble bien adaptée dans ce dernier cas.

Ces quelques exemples nous ont permis de mettre en évidence l'inadéquation entre les essais normalisés et les caractéristiques intrinsèques aux matériaux calcaires. Le cadre normatif doit évoluer en tenant compte de la spécificité de ces matériaux et principalement de la complexité de leurs milieux poreux. L'application des modes opératoires développés au cours de ce travail et l'utilisation de l'échelle de durabilité qui en découle semble être un bon point de départ à cette évolution. Cependant, certains points restent à préciser. Le choix des protocoles doit conduire à un essai facilement réalisable en laboratoire. Une attention particulière doit être portée au dispositif expérimental de simulation des conditions de gel et notamment au volume de l'enceinte, aux circulations d'air dans cette enceinte, à la régulation thermique et aux décalages entre température de l'enceinte et température effective de l'échantillon. Il conviendrait également de vérifier si un effet d'échelle existe : les tendances évolutives observées sont-elles conservées si l'on modifie la taille des échantillons ? Enfin, des essais à très long terme (300 cycles et plus) doivent être réalisés afin de confirmer les résultats obtenus sur 50 cycles de gel/dégel.

***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***



- ADLER-VIGNES M. et DIJKEMA K.M. (1979). - Modèle destiné à la simulation du gel dans les milieux poreux. Application en cas réel. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 263-269.
- AGUIRRE-PUENTE J. (1979). - Contribution à l'étude du mécanisme physique du gel des roches. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 271-284.
- AGUIRRE-PUENTE J. et BERNARD J.J. (1978). - Comportement du gel des matériaux de construction. in *Le comportement thermique des matériaux dans la construction. Editions du Bâtiment et des Travaux Publics*, Paris, pp. 29-72.
- AGUIRRE-PUENTE J., FREMOND M. et COMINI G. (1978). - Congélation des sols - Etude physique et modèles mathématiques. *Int. J. of Refrigeration*, vol. 1, n°2, pp. 99-107.
- AGUIRRE-PUENTE J., FREMOND M. et MENOT J.M. (1977). - Gel dans les milieux poreux. Perméabilité variable et mouvements d'eau dans la partie à température négative. *Proceed. Intern. Symp. on Frost Action in Soils. Lulea, Sweden*, vol. 1, pp.5-28.
- ARCHIMBAUD C. et TOURENQ C. (1971). - La gélivité des granulats routiers. *Bull. Liaison Labo. P. et Ch.*, 51, pp. 51-60.
- ASTM STANDARD C 67/66. - Method of sampling and testing brick.
- ASTM STANDARD C 672/76. - Standard test method for resistance of concrete surfaces exposed to deicing chemicals.
- BEAUCOUR J.C. (1993). - Relations entre la porosimétrie au mercure et l'analyse d'image dans l'analyse de la géométrie du milieu poreux. Rapp. projet 3e année, *E.N.S.G. Nancy*, 43 p.
- BELLANGER M., HOMAND F. and REMY J.M. (1993). - Water behaviour in limestones as a function of pores structure : application to frost resistance of some Lorraine limestones. *Eng. Geol.*, 36, pp. 99-108.
- BERNABE Y. (1991). - Pore geometry and pressure dependence of the transport properties in sandstones. *Geophysics*, 56, n°4, pp. 436-446.
- BERRYMAN J.G. and BLAIR S.C. (1987). - Kozeny-Carman relations and image processing methods for estimating Darcy's constant. *J. Appl. Phys.*, 62, pp. 2221-2228.
- BERTOUILLE H. (1979). - Gélifraction des roches humides. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 315-328.
- BIOT M.A. (1956). - Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. *J. Acoust. Soc. Am.*, 28, pp. 168-191.
- BLACHERE J.R. (1979a). - Les essais cycliques de gel et dégel et les théories de la gélivité. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 162-166.
- BLACHERE J.R. (1979b). - Le gel de l'eau dans les matériaux poreux. 6e Congr. Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 295-303.
- BLACHERE J.R. and YOUNG J.E. (1972). - Freezing point of water in porous glass. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 55 (6), pp. 306-308.
- BLACHERE J.R. and YOUNG J.E. (1975). - Freezing and thawing tests and theories of frost damage. *J. Test. Eval.* (ASTA).
- BLACK P.B. (1991). - Interpreting unconfined unfrozen water content. *Ground Freezing, Yu et Wang eds.*, Balkema, Rotterdam, pp. 3-6.
- BOURBIE T., COUSSY O. et ZINSZNER B. (1986). - Acoustique des milieux poreux. Pub. I.F.P., *ed Technip*, 339 p.
- BOURBIE T. and ZINSZNER B. (1985). - Hydraulic and acoustic properties as a function of porosity in Fontainebleau Sandstone. *J. Geophys. Res.*, 90, n° B 13, pp. 11524-11532.
- BOUSQUIE P. (1979). - Texture et porosité des roches calcaires. Relations avec perméabilité, ascension capillaire, gélivité, conductivité thermique. Thèse, université P. et M. Curie, *Paris VI*, 191 p.
- CADORET T., MARION D. and ZINSZNER B. (1992). - Sonic wave velocity and X-ray tomography images for partially saturated rocks. Evidence of microscopic fluid distribution effect on acoustic properties. *Proceed. of Third European Core Analysis Symposium, Paris*.
- CHAHAL R.S. and MILLER R.D. (1965). - Supercooling of water in glass capillaries. *Br. J. Appl. Phys.*, 16, pp. 231-239.
- CHATZIS I. and DULLIEN F.A.L. (1985). - The modelling of mercury porosimetry and the relative permeability of mercury in sandstones using percolation theory. *Int. Chem. Eng.*, 25(1), pp. 47-66.
- CHOQUETTE P.W. and PRAY L.C. (1970). - Nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates. *A.A.P.G. Bull.*, 54 (2), pp. 207-250.
- CLARK A.R. and PALMER J.S. (1991). - The problem of quality control and selection of armourstone. *Quart. J. of Eng. Geol.*, London, 24, pp. 119-122.
- CUIEC L. (1986). - Mouillabilité et réservoirs pétroliers. *Revue de l'I.F.P.*, 40, n°4, pp. 487-509.
- CUXAC P. (1991). - Propagation et atténuation des ondes ultrasoniques dans des roches fissurées et anisotropes. Thèse I.N.P.L., E.N.S.G., Nancy, 175 p.
- CUXAC P. et REMY J.M. (1991). - Etude de la fissuration des roches granitiques. Rapport interne. Laboratoire de Géomécanique, E.N.S.G., Nancy.
- DAÏAN J.F. (1986). - Processus de condensation et de transfert d'eau dans un matériau meso et macroporeux. Etude expérimentale du mortier de ciment. Thèse Univ. Scien. Tech. et Méd. - *I.N.P de Grenoble*, 319 p.
- DAVID C. (1991). - La perméabilité et la conductivité électrique des roches dans la croûte : expériences en laboratoire et modèles théoriques. Thèse, *Univ. Louis Pasteur. Strasbourg*, 251 p.

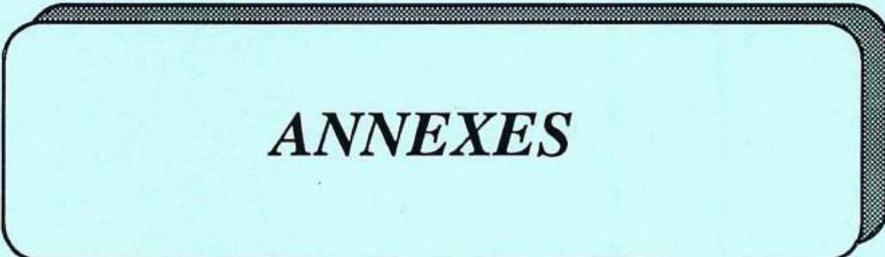
- DEFAYE R. and PRIGOGINE I. (1966). - Surface tension and adsorption. *Longmans Green ed.*, London.
- DE GENNES P.G. (1976). - La percolation : un concept unificateur. *La Recherche*, 7, pp. 919-928.
- DE GENNES P.G. (1985). - Wetting : statics and dynamics. *Rev. Mod. Phys.*, 54, n°3, part.1, pp. 827-861.
- DE GENNES P.G. et GUYON E. (1978). - Lois générales pour l'injection d'un fluide dans un milieu poreux aléatoire. *Journal de Mécanique*, 17, pp. 403-414.
- DE MARSILY G. (1981). - Hydrogéologie quantitative. *Masson ed.*, Paris, 215 p.
- DENIS A., PANET M. et TOURENQ C. (1979). - Identification des roches par l'indice de continuité. Cong. Int. Mécanique des Roches, *Montreux*, pp. 95-98.
- DESCHÂTRES M.-H. (1990). - Propagation des ultrasons dans les milieux dispersés. Application à la métrologie des sols gelés. Thèse Univ. Pierre et Marie Curie, *Paris VI*, 184 p.
- DESCHÂTRES M.-H., COHEN-TENOUDJI F., AGUIRRE-PUENTE J. and THIMUS J.F. (1989). - Ultrasonic propagation through frozen porous media - Liquid phase content determination. Ultrasonic International Conference 89, *Madrid*, 3-4 july, pp. 158-163.
- DIDOT J.M. (1986). - Etude sédimentologique et géotechnique de la séquence oolithe miliaire supérieure. D.E.S.S. *Univ. Nancy I*, 62 p.
- DIENES J.K. (1982). - Permeability, percolation and statistical crack mechanisms, Issues in Rock Mechanics, Am. Inst. of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineer. *R.E. Goodman & F.E. Heuze eds.*, New York.
- DOYEN P.M. (1988). - Permeability, conductivity and pore geometry of sandstone. *J. Geophys. Res.*, 93, pp. 7729-7740.
- DULLIEN F.A.L. (1979). - Porous media : fluid transport and pore structure, *Academic Press*, New York, 396 p.
- DUNHAM R.J. (1962). - Classification of carbonate rocks adding to depositional texture. In *W.E. Ham Ed.*, Classification of carbonate rocks. *A.A.P.G.*, Tulsa, Okla., pp. 108-121.
- DURAND G. (1978). - Contribution à l'étude de la microfissuration des roches. Thèse Université Pierre et Marie Curie, *Paris VI*, 88 p.
- ELF AQUITAINE (1975). - Essai de caractérisation sédimentologique des dépôts carbonatés. 1. Eléments d'analyse. *Elf Aquitaine*, Centres de Recherches de Boussens et de Pau, 172 p.
- EVERETT D.H. (1961). - Thermodynamics of frost damage to porous solid. *Trans. Faraday Soc.*, 57, pp. 1541-1551.
- EVERETT D.H. and HAYNES J.M. (1965). - Capillary properties of some models pore systems. *Bull. RILEM. Matér. Constr.*, 27, n°11, série, juin 1965.
- EVRARD H. (1983). - Les enrochements. *Centre d'Etudes Techniques de l'Équipement*. Normandie Centre, n° 10, 107 p.
- FAGERLUND G. (1971). - Degré critique de saturation - Un outil pour l'estimation de la résistance au gel des matériaux de construction. *Matér. Constr.*, 4(23), pp. 2-30.
- FAGERLUND G. (1979). - Studies of the destruction mechanism at freezing of porous materials. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 168-196.
- FERNOUX F. (1987). - Pétrographie et comportement mécanique de calcaires de Lorraine et du tuffeau de Touraine. D.E.A. Génie Géologique et Minier. *I.N.P.L. Nancy*, 115 p.
- FISHER C. (1993). - Importance des propriétés pétrophysiques et des interactions physico-chimiques dans l'hydrofugation des roches par des silicoles. *Thèse Univ. Louis Pasteur, Strasbourg*.
- FOLK R.L. (1959). - Practical petrographic classification of limestones. *Bull. A.A.P.G.*, 43, pp. 1-38.
- FOOKES P.G. (1991). - Geomaterials An introduction to the influence of natural aggregates on the performance and durability of concrete. *Quart. J. of Eng. Geol., London*, 24, pp. 3-15.
- FOOKES P.G., GOURLEY C.S. and OHIKERE C. (1988). - Rock weathering in engineering time. *Quart. J. of Eng. Geol., London*, 21, pp. 33-57.
- FREMOND M. et MENOT J.M. (1979). - Succion cryogénique dans un sol partiellement saturé. *C.R. Acad. Sc. Paris*, 289, série B 57, pp. 57-59.
- GASSMANN F. (1951). - Über die elastizität poröser medien. *Viertel. natur. gesellschaft in Zurich*, 95, pp. 1-23.
- GERARD R. (1964). - Nouveaux critères de gélimité pour la réception des matériaux de construction. *Note d'Information Technique du Centre Scientifique et Technique de la Construction*, Bruxelles, 50, 14 p.
- GERAUD Y. (1991). - Déformation thermomécanique et porosité des roches granitiques. Evolution des espaces poreux. *Thèse, Univ. Provence*, 327 p.
- GONI I., RAGOT J.P. et SIMA A. (1968). - Méthode d'étude du champ microfissural des minéraux et des roches et possibilités d'application en géologie. *Bull. BRGM (2ème série)*. Section II, n° 4, pp. 51-92.
- GREGORY A.R. (1976). - Fluid saturation effects on dynamic elastic properties of sedimentary rocks. *Geophysics*, 41, pp. 895-921.
- GUILLOT G. (1990). - Application de l'imagerie par RMN à l'étude de l'eau pour divers problèmes de Génie Civil. *Rapp. Rech. Univ. Paris Sud*, L.C.P.C., 68 p.
- HALLET B. (1983). - The breakdown of rock due to freezing : a theoretical model. *Proceed. of the 4th Int. Conf. on Permafrost*, Fairbanks, Alaska. *National Academic press*, Washington D.C, pp. 433-438.
- HAMMECKER C., ALEMANY E., and JEANNETTE D. (1992). - Geometry modifications of porous network in carbonate rocks by ethyl silicate treatment. In *J.D. Rodrigues, F. Henriques, and F.T. Jeremias (eds.)*, 7th Inter. Cong. on Deterioration and Conservation of stone, Lisbon, *proceed.*, pp. 1053-1061.
- HAMMECKER C., MERTZ J.-D., FISHER C. and JEANNETTE D. (1993). - A geometrical model for numerical simulation of capillary imbibition

- in sedimentary rocks. *Transport in Porous Media* (in press).
- HAYNES J.M. (1978). - La structure poreuse et son influence sur les mécanismes de transfert. In *Le comportement thermique des matériaux dans la construction. Ed. du B. T. P. Paris*, pp. 11-28.
- HAYNES J.M. and WYATT D.A. (1979). - Discussion about the freezing point depression in small pores. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 213-224.
- HILLEL D. (1980). - Fundamentals of soils physics. *Academic press*, Washington D.C.
- HOMAND-ETIENNE F. (1985). - Comportement mécanique des roches en fonction de la température. *Thèse I.N.P.L. Nancy*, 261 p.
- HOMAND-ETIENNE F., CUXAC P., REMY J.M. et SABBADINI S. (1992). - Modes opératoires du Laboratoire de Géomécanique (Roches). Rapp. Int. Labo. Géomécanique, *E.N.S.G.*, Nancy, 150 p.
- HOMAND-ETIENNE F. and HOUPERT R. (1989). - Thermally induced microcracking in granites : characterization and analysis. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr.*, 26, n°2, pp. 125-134.
- HOUIOU A. (1979). - Méthodes d'essai pour la gélimité des bétons. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 213-224.
- HUDEC P.P. (1979). - Correlation of rock weathering parameters. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 147-156.
- IOANNIDIS M.A., CHATZIS I. and SUDICKY E.A. (1993). - The effect of spatial correlations on the accessibility characteristics of three-dimensional cubic networks as related to drainage displacements in porous media. *Water Resour. Res.*, 29, n°6, pp. 1777-1785.
- JACKSON D.D. and ANDERSON D.L. (1970). - Physical mechanisms of seismic waves attenuation. *Rev. Geophys. Space Phys.*, 8, pp. 1-63.
- JACQUIN C. (1964). - Relations entre la perméabilité et les caractéristiques géométriques du grès de Fontainebleau. *Rev. I.F.P.*, 19, pp. 921-937.
- JACQUIN C. (1989). - Structure des réseaux poreux et propriétés pétrophysiques des roches. *Rev. Franç. Géotech.*, 49, pp. 25-42.
- JOHNSTON D.H., TOKSÖZ M.N. and TIMUR A. (1979). - Attenuation of seismic waves in dry and saturated rocks, II. Mechanisms. *Geophysics*, 44, pp. 691-712.
- JONES R.H. (1980). - Frost heave of roads. *Quart. J. of Eng. Geol.* London, 13, pp. 77-86.
- JUMIKIS (1979). - Cryogenic texture and strength aspects of artificially frozen soils. *Eng. Geol.*, 13.
- KATZ A.J. and THOMPSON A.H. (1986). - A quantitative prediction of permeability in porous rock. *Phys. Res. B.*, 24, pp. 8179-8181.
- KATZ A.J. and THOMPSON A.H. (1987). - A prediction of rock electrical conductivity from mercury injection measurements. *J. Geophys. Res.*, 92, pp. 599-607.
- KING M.S., ZIMMERMAN R.W. and CORWIN R.F. (1988). - Seismic and electrical properties of unconsolidated permafrost. *Geophys. Prosp.*, 36, pp. 349-364.
- KIRKPATRICK S. (1973). - Percolation and conduction. *Rev. Mod. Phys.*, 45, pp. 574-588.
- KJARTANSSON E. (1979). - Constant Q-wave propagation and attenuation. *J. Geophys. Res.*, 84, pp. 4737-4748.
- KLIMIS N. (1988). - Etude en laboratoire de l'atténuation des ondes longitudinales. Application à la caractérisation géotechnique des roches. Rapp. L.C.P.C., Géotech. - Méc. Sols - Sci. Terre, GT-28, 196 p.
- KONOMI N. (1976). - Propriétés physico-mécaniques des calcaires de l'Oxfordien supérieur de la Lorraine. Thèse Doct. 3<sup>ème</sup> cycle, I.N.P.L., Nancy, 200 p.
- KUSTER G.T. and TOKSÖZ M.N. (1974a). - Velocity and attenuation of seismic waves in two-phase media : Part. 1. Theoretical formulations. *Geophysics*, 39, n°5, pp. 587-606.
- KUSTER G.T. and TOKSÖZ M.N. (1974b). - Velocity and attenuation of seismic waves in two-phase media : Part. 2. Experimental results. *Geophysics*, 39, n°5, pp. 607-618.
- LANE A., SHAH N. and CURTIS CONNER Jr. W. (1986). - Measurement of morphology of high-surface-area solids : porosimetry as a percolation process. *J. Colloid Interface Sci.*, 109, n°1, pp. 235-242.
- LAURENT A. (1988). - Propriétés pétrophysiques de roches carbonatées de Lorraine. D.E.A. I.N.P.L. Nancy.
- LAUTRIDOU J.P. (1988). - Recent advances in cryogenic weathering. In *Advances in periglacial geomorphology. Clark edit.*, pp. 33-47.
- LAUTRIDOU J.P., MAZO L., OZOUF J.C. et BENOIST J.P. (1979). - Etude des mécanismes du gel dans la pierre de Caen. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 343-358.
- LAUTRIDOU J.P. and OZOUF J.C. (1982). - Experimental frost shattering. *Prog. phys. geogr.*, 6, n° 2, pp. 215-232.
- LECLAIRE P. (1992). - Propagation acoustique dans les milieux poreux soumis au gel - Modélisation et expérience. Thèse Doct. Phys., *Univ. Paris VII*, 129 p.
- LENORMAND R. (1981). - Déplacements polyphasiques en milieu poreux sous l'influence des forces capillaires. *Thèse I.N.P. Toulouse*.
- LETAVERNIER G. (1984). - La gélimité des roches calcaires. Relations avec la morphologie du milieu poreux. *Thèse Univ. Caen*, 181 p.
- LITVAN G.G. (1978). - Freeze-thaw durability of porous building materials. In *Durability of building Materials and Components, P.J. Sereda and G.G. Litvan ed.*, Special Technical Publication STP 691 (American Society for Testing and Materials, 1978), pp. 455-463.
- LLIBOUTRY L. (1964). - *Traité des glaciologie. Glaciers. Variations de climat. Sols gelés. Masson ed.*, Paris, 1033 p.
- LOW P.F. (1976). - Viscosity of inter layer water in montmorillonite-water systems. *Soil. Soc. Am. J.*, 43, pp. 500-504.
- MAMILLAN M. (1979). - Méthodes d'essais au gel des pierres. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 225-238.

- MAMILLAN M. (1984). - Durabilité des pierres tendres. *CEBTP*, rapp. n° 102, 69 p.
- MAVKO G.M. (1979). - Frictional attenuation : an inherent amplitude dependence. *J. Geoph. Res.*, **84**, pp. 4769-4776.
- MAVKO G.M. and JIZBA D. (1991). - Estimating grain-scale fluid effects on velocity dispersion in rocks. *Geophysics*, **56**, n°12, pp. 1940-1949.
- MAVKO G.M. and NUR A. (1975). - Melt squirt in the aesthenosphere. *J. Geophys. Res.*, **80**, pp. 1444-1448.
- MASMOUDI W. (1990). - Contribution à l'étude fondamentale du séchage des matériaux capillaro-poreux. Critique de la modélisation macroscopique et du protocole expérimental de validation. *Thèse I.N.P. Toulouse*, 191 p.
- MASSON M. (1979). - Utilisation des ondes ultrasoniques pour le suivi de la propagation du front de gel dans les roches carbonatées. 6e Congrès Int. F.F.E.N., Le Havre, 1975, *Aguirre-Puente edit.*, vol. 2, pp. 359-366.
- McGREEVY J.P. (1981). - Some perspectives on frost shattering. *Progress in Phys. Geog.*, **5**, pp. 56-75.
- McGREEVY J.P. and WHALLEY W.B. (1985). - Rock moisture content and frost weathering under natural and experimental conditions, a comparative discussion. *Artic and Alpine Research*, **17** (3), pp. 337-346.
- MELLOR M. (1983). - Mechanical behaviour of sea ice. Monograph 83-1. Cold Regions Research and Engineering Laboratory (U.S. Army), Hanover, 103 p.
- MERTZ J.D. (1989). - Rôle des structures de porosité dans des propriétés de transport. Application aux grès du Bundsandstein et du Brent (Alwyn, Mer du Nord). Thèse Doct., *Univ. Louis Pasteur, Strasbourg*, 169 p.
- MONICART R. (1965). - Caractéristiques des roches réservoirs, analyse des carottes. Cours de production I.F.P., ed. *Technip*.
- MORLIER P.J. (1969). - Description de l'état de fissuration d'une roche à partir d'essais mécaniques. C. R. Coll. Géotech., *Toulouse*, pp. 157-168.
- MORLIER P.J. (1971). - Description de la fissuration d'une roche à partir d'essais non destructifs simples. *Roch. Mech.*, **3**, pp. 125-138.
- MOSHIER S.O. (1989). - Microporosity in micritic limestones : a review. *Sed. Geol.*, **63**, pp. 191-213.
- NF B 10-502 (1980). - Pierres calcaires : mesure de l'absorption d'eau par capillarité.
- NF B 10-503 (1973). - Mesures de la porosité, de la masse volumique réelle et de la masse volumique apparente.
- NF B 10-504 (1973). - Pierres calcaires : mesure du coefficient d'absorption d'eau.
- NF B 10-505 (1973). - Pierres calcaires : mesure de la propagation du son (ondes longitudinales).
- NF B 10-512 (1975). - Pierres calcaires : mesure de la teneur en eau critique.
- NF B 10 513 (1991). - Pierres calcaires : essai de gélimité.
- NF P 18-418 (1989). - Béton : auscultation sonique, mesure du temps de propagation d'ondes soniques.
- NF P 18-593 (1990). - Granulats : sensibilité au gel.
- O'CONNELL R. and BUDIANSKY B. (1974). - Seismic velocities in dry and saturated cracked solids. *J. Geophys. Res.*, **79**, pp. 5412-5426.
- O'CONNELL R. and BUDIANSKY B. (1977). - Viscoelastic properties of fluid-saturated cracked solids. *J. Geophys. Res.*, **76**, pp. 2022-2034.
- PANET M., FOURMAINTRAUX D., GAUDIN B., RICARD A., ROCHET L. et ROTHEVAL J.P. (1976). - La mécanique des roches appliquée aux ouvrages du Génie Civil. *Ed. Ass. Amivcale Ingénieurs Anciens Elèves ENCP*, Paris, 235 p.
- PAVONE D. (1982). - Pétrographie et pétrophysique d'un calcaire oolithique et d'entroquites. Thèse Ecole Nat. Sup. Mines, *Paris*, 199 p.
- PELLERIN F.M. (1980). - La porosimétrie au mercure appliquée à l'étude géotechnique des sols et des roches. *Bull. Liaison Labo. P. et Ch.*, **106**, pp. 105-116.
- PIGEON M. (1989). - La durabilité au gel des bétons. *Matér. Constr.*, **22**, pp. 3-14.
- PITTMAN E.D. (1971). - Microporosity in carbonate rocks. *A.A.P.G. Bull.*, **55**, n° 10, pp. 1873-1881.
- POWERS T.C. (1949). - The air requirement of frost-resistant concrete. *Proc Highway Rese. Board*, **29**, pp. 184-211.
- POWERS T.C. and HELMUTH R.A. (1953). - Theory of volume changes in hardened Portland cement paste during freezing. *Proc Highway Rese. Board*, **32**, pp. 285-297.
- RAYMER L.L., HUNT E.R. and GARDNER J.S. (1980). - An improved sonic transit time-to-porosity transform. SPWLA, 21st Ann. Logg. Symp.
- REMY J.M. et BELLANGER M. (1990). - Mécanismes des transports, équilibres et changement de phase en milieu carbonaté. *Projet Materloc-Calcaire, Rapport d'avancement*, n°2, *Nancy*, 26 p.
- REMY J.M., HOMAND-ETIENNE F. and BELLANGER M. (1994). - Laboratories velocities and attenuation of P-waves in limestone during freezing. *Geophysics*, **59**, n°2, In press.
- RIFFAULT M. (1969). - Catalogue des caractéristiques géologiques et mécaniques de quelques roches francaises. *Rapp. L.C.P.C.*
- RILEM (1980). *Recommandations d'essais pour mesurer l'altération des pierres. Matér. Constr.*, **13**, n°75, pp. 175-253.
- SAKUBU S. (1988). - Propriétés pétrophysiques et mécaniques de calcaires destinés à la fabrication de granulats. D.E.A. I.N.P.L. *Nancy*, 95 p.
- SCHEIDEGGER A.E. (1974). - The physics of flow through porous media. 3rd ed., *Univ. of Toronto Press*.
- SMITH M.W. and TICE A.R. (1988). - Measurement of the frozen water content soils : a comparison of NMR and TDR methods. *Permafrost Fifth International Conference Proceedings, Trondheim, Norvège*, vol. 1, *Tapir Publishers*, pp. 473-477.
- SPETZLER H. and ANDERSON D.L. (1968). - The effect of temperature and partial melting on velocity and attenuation in a simple binary system. *J. Geophys. Res.*, **73**, pp. 6051-6060.
- SZANTO I. et AGUIRRE-PUENTE J. (1971). - Etude des caractéristiques thermiques des milieux poreux

- humides lors de leur congélation. C.R. XIIIème congrès International du Froid, *Washington, I.I.F./I.I.R.*, vol. 1, pp. 751-757.
- TARIF P. (1986). - Mesure de l'atténuation par propagation d'ultrasons : application à l'étude de l'anisotropie. *Thèse Univ. Paris VII*, 207 p.
- THIMUS J.F. (1989). - Caractéristiques physiques, mécaniques et rhéologiques d'un sol argileux lors de sa congélation - Application à l'argile de Boom. *Thèse Doct. Sci. Appl., Univ. Cath. Louvain*, 33 p.
- THIMUS J.F. (1993). - Contribution of sonic propagation to the study of frost process and thermal degradation of frozen soils. In : PHUKAN A., Ed., *Frost in Geotechnical Engineering*, Proc. 2nd Int. Symp. on Frost in Geotechnical Engineering, Anchorage, *Balkema*, Rotterdam, 51-57.
- THIMUS J.F., AGUIRRE-PUENTE J. and COHEN-TENOUDJI F. (1991). - Determination of unfrozen water content of an overconsolidated clay down to -160°C by sonic approaches - Comparison with classical methods. *Ground Freezing, Yu et Wang eds.*, *Balkema*, Rotterdam, pp. 83-88.
- TIMUR A. (1968). - Velocity of compressional waves in porous media at permafrost temperatures. *Geophysics*, 33, pp. 584-595.
- TITTMANN B.R., CLARK V.A., RICHARDSON J.M. and SPENCER T.W. (1980). - Possible mechanism for seismic attenuation in rocks containing a small amount of volatiles. *J. Geophys. Res.*, 85; pp. 5199-5208.
- TOKSÓZ M.N., CHENG C.H. and TIMUR A. (1976). - Velocities of seismic waves in porous rocks. *Geophysics*, 41, n° 4, pp. 621-645.
- TOKSÓZ M.N., JOHNSTON D.H. and TIMUR A. (1979). - Attenuation of seismic waves in dry and saturated rocks : Laboratory measurements. *Geophysics*, 44, n° 4, pp. 681-690.
- TOURENQ C. (1970). - La gélivité des roches. Application aux granulats. *Rapp. Rech., 6, Lab. Central P. et Ch.*, 60 p.
- TOURENQ C. (1984). - Le problème de l'utilisation des granulats hors spécifications. *Bull. Liaison Labo. P. et Ch.*, n° sp. XIV Granulats, pp. 181-183.
- TOURENQ C., ARCHIMBAUD C. et DENIS A. (1971). - Propagation des ondes et discontinuités des roches. In *Fissuration des roches*, C.R. Symp. Inter. Mec. Roches, Nancy, vol. I, I-1.
- TRICART J. (1956). - Etude expérimentale du problème de la gélivation. *Biuletyn Peryglacjalny*, 4, pp. 285-318.
- VAN BRAKEL J., MODRY S. and SVATA M. (1981). - Mercury porosimetry : state of the art. *Powder Technology*, 29, pp. 1-12.
- VAN VLIET-LANOË B., HELLUIN M., PELLERIN J. and VALADAS B. (1992). - Soil erosion in Western Europe : from the last interglacial to the present. In *Past and present soil erosion*, BELL M. and BOARDMAN J. eds., *Oxbow Monograph*, 22, 245 p.
- WALSH J.B. (1965). - The effect of cracks on the compressibility of rocks. *J. Geophys. Res.*, 70, pp. 381-385.
- WALSH J.B. (1966). - Seismic wave attenuation in rock due to friction. *J. Geophys. Res.*, 71, pp. 2591-2599.
- WARDLAW N.C. (1976). - Pore geometry of carbonate rocks as revealed by pore casts and capillary pressure. *A.A.P.G. Bull.*, 60, pp. 245-257.
- WARDLAW N.C. and MCKELLAR M. (1981). - Mercury porosimetry and the interpretation of pore geometry in sedimentary rocks and artificial models. *Powder Technology*, 29, pp. 127-143.
- WARDLAW N.C., MCKELLAR M. and LI Y. (1988). - Pore and throat size distribution determined by mercury porosimetry and by direct observation. *Carbonates and Evaporites*, 3, pp. 1-15.
- WHITE S.E. (1976). - Is frost action really only hydration shattering ? *Artic and alpine Research*, 8, pp.1-6.
- WILLIAMS P.J. (1964). - Unfrozen water content of frozen soils and soil moisture suction. *Geotechnique*, 14, pp. 231-246.
- WILLIAMS P.J. and SMITH M.W. (1989). - The frozen earth. *Cambridge Univ. Press*, 302 p.
- WONG P.Z., KOPLIK J. and TOMANIC J.P. (1984). - Conductivity and permeability of rocks. *Phys. Rev. B*, 30, pp. 6606-6614.
- WYLLIE M.R., GREGORY A.R. and GARDNER L.W. (1956). - Elastic waves velocities in heterogenous and porous media. *Geophysics*, 21(1), pp. 41-47.
- YU L. and WARDLAW N.C. (1986a). - The influence of wettability and critical pore-throat size ratio on snap-off. *J. of colloid. and interface Sci.*, 109, n°2, pp. 461-472.
- YU L. and WARDLAW N.C. (1986b). - Mechanisms of nonwetting phase trapping during imbibition at slow rates. *J. of colloid. and interface Sci.*, 109, n°2, pp. 473-486.
- ZINSZNER B. et MEYNOT Ch. (1982). - Visualisation des propriétés capillaires des roches réservoirs. *Revue I.F.P.*, 37, pp. 337-361.





***ANNEXES***



---

**ANNEXE 1 :**

**DESCRIPTION DES ROCHES  
CALCAIRES ETUDIEES.  
FICHES SYNTHETIQUES ET  
PLANCHES  
PHOTOGRAPHIQUES**

---



# CALCAIRE DE JAUMONT

## LOCALISATION

Carrière Vaglio, Malancourt la montagne, Meurthe et Moselle (54).

## SITUATION GEOLOGIQUE

- **Stratigraphie** : Jurassique moyen, Bajocien Supérieur (-170 MA).
- **Milieu de sédimentation** :
  - Mégaséquence de l'Oolithe Miliaire Inférieure de Lorraine.
  - Variation latérale de faciès de l'Oolithe Miliaire Inférieure ss. ("Bâlin") de Nancy.
  - Milieu de dépôt de type plaine côtière proximale dominée par les vagues. La sédimentation est biodétritique.

## DESCRIPTION MACROSCOPIQUE

- **Calcaire bioclastique** de type **grainstone** à **packstone** (éléments figurés + ciment sparitique ou microsparitique) à litages obliques.
- **Log carrière** : Deux unités (J1 et J2) à litages obliques en auges décimétriques encadrent une unité (J5) à litages obliques en auges métriques et de granulométrie plus grossière.

## MICROFACIES

- **Eléments figurés** : *bioclastes* (fragments de lamellibranche, crinoïdes, 250 - 400 $\mu$ m), *quelques oolithes souvent recristallisées ou dissoutes* (350 - 400 $\mu$ m), *pellets*. Les grains sont roulés, de type biodétritiques.
- **Cimentation** : *ciment microsparitique* à *sparitique* en cristaux de 10 à 50 $\mu$ m.
- **Diagenèse** : *cimentation précoce autour des grains*. Les cristaux microsparitiques (10 $\mu$ m) forment des franges palissadiques ou des ménisques autour des grains. Cette cimentation confère une charpente solide à la matrice rocheuse et limite les phénomènes de compaction.

- **Porosité** : *Dissolution des bioclastes et oolithes (macroporosité intragranulaire)*. La dissolution est plus importante au centre des grains (remplissage des bioclastes), et généralement, l'enveloppe externe du grain subsiste. On peut avoir un simple décollement de l'intérieur du grain et un vide apparaît entre le grain et son enveloppe externe. La *macroporosité intergranulaire* est constituée par des lacunes de cimentation dans la phase de liaison sparitique. *La microporosité se situe principalement entre les cristaux de sparite (intergranulaire) ou à l'intérieur des bioclastes (intragranulaire)*. Le litage marque généralement des variations de granulométrie et une porosité se développe au niveau de ces discontinuités.

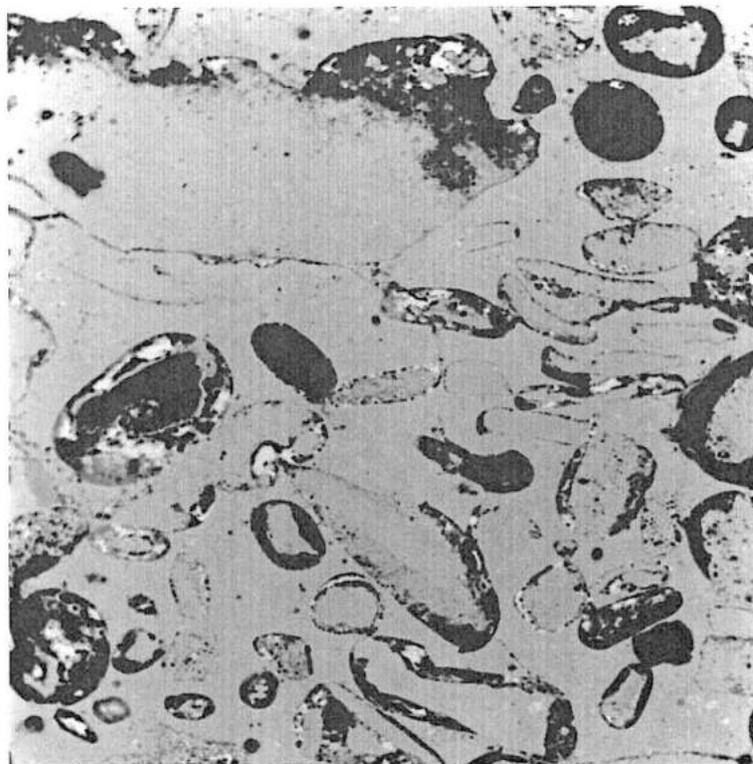
## **NATURE MINÉRALOGIQUE**

- Calcite :	96,5%
- Quartz :	2%
- Kaolinite :	1%
- Mica :	0,3 - 0,5%
- Goethite :	traces

## **EXPLOITATION**

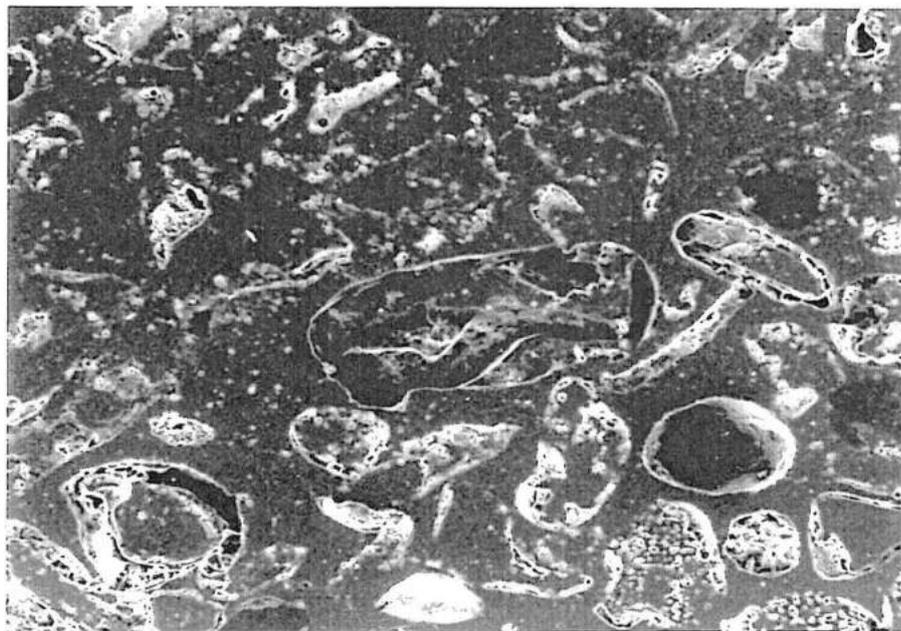
L'unité 5, constituant le corps central de la carrière, est exploitée en gros blocs (pierres de construction, enrochements). Les unités 1 et 2 périphériques, à débit en plaquettes, sont exploitées en dallages ou granulats d/D.

Le calcaire de Jaumont est considéré "historiquement" comme un matériau non gélif et rentre dans la construction de grands édifices régionaux telles que la cathédrale de Metz, les gares de Metz et de Nancy.



750  $\mu\text{m}$

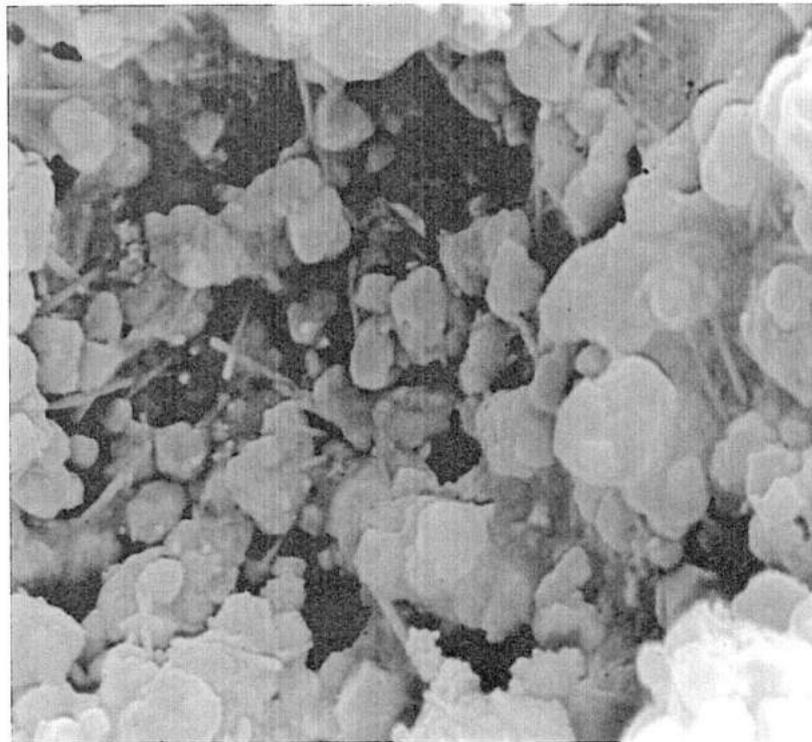
*Photo 1. Calcaire de Jaumont 1. Bioclastes et ciment microsparitique à sparitique. Les bioclastes présentent des dissolutions internes ou sur leur zone périphérique.*



250  $\mu\text{m}$

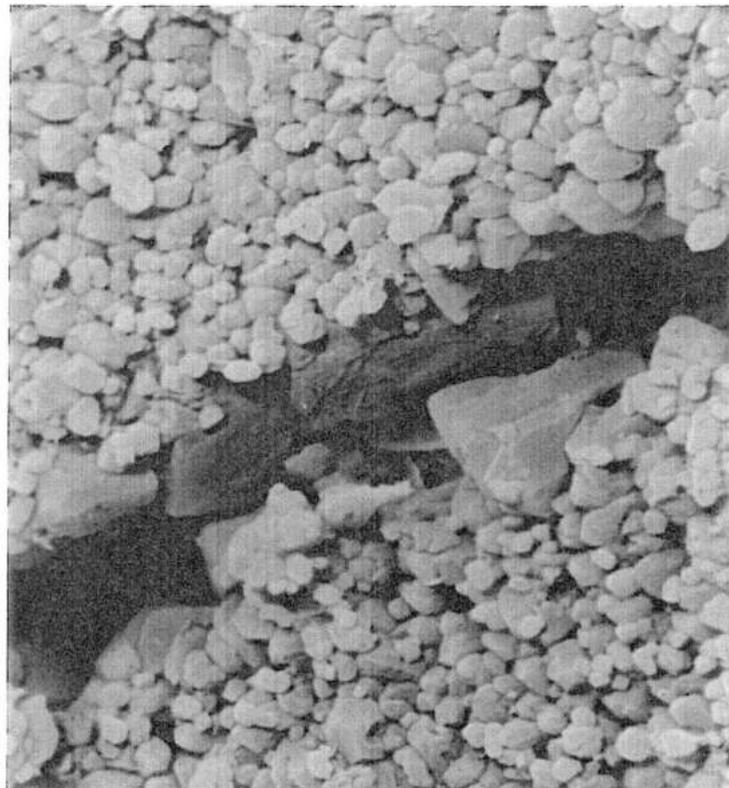
*Photo 2. Calcaire de Jaumont 2. Dissolution des bioclastes.*





2  $\mu\text{m}$

*Photo 3. Calcaire de Jaumont 2. Détail du ciment microsparitique. On note deux phases de cimentation. Ce ciment renferme des baguettes d'argiles et une porosité d'accès de l'ordre de 1 à 0,1  $\mu\text{m}$ .*



750  $\mu\text{m}$

*Photo 4. Calcaire de Jaumont 1. Litage limitant des zones à microporosité et des zones à macroporosité. Les pores de la macroporosité se trouvent reliés par des étranglements fins.*



# CALCAIRE A ENTROQUES D'EUVILLE / LÉROUVILLE

## LOCALISATION

Carrière communale d'Euville, Meuse (55) ; Carrière du Moulin à Vent, Lérrouville, Meuse (55).

## SITUATION GEOLOGIQUE

- **Stratigraphie** : Jurassique Supérieur, Oxfordien Supérieur ("Argovien", -150 MA).
- **Milieu de sédimentation** :
  - Système sédimentaire récifal des Calcaires de la Meuse.
  - Environnement de prairies à crinoïdes sur les flancs du massif récifal de Commercy. Le calcaire d'Euville correspond au flanc sud du récif, le calcaire de Lérrouville au flanc nord. La sédimentation est biodétritique.

## DESCRIPTION MACROSCOPIQUE

- **Calcaire bioclastique à entroques de type grainstone.**
- **Log carrière** : Le calcaire à entroque se présente, dans les deux cas, sous la forme d'une unité massive, d'une puissance de 15 à 20 mètres, à grands litages obliques, encadrée par des faciès récifaux.

## MICROFACIES

- **Eléments figurés** :
    - *Fragments de crinoïdes (entroques) bien triés* (400 à 600 µm) et relativement *roulés*, représentant plus de 90% des grains pour le **calcaire d'Euville**.
    - *Entroques moins bien triées et plus fragmentées*, représentant 70% des grains pour le **calcaire de Lérrouville**. Les autres éléments figurés sont des bioclastes, pellets et oolithes souvent micritisés.
- Cette différence est liée à la situation du dépôt par rapport au massif récifal. Le dépôt fait suite à un transport en milieu à haute énergie dans le cas d'Euville. Le sédiment s'est déposé sous une énergie plus faible et après un transport plus court dans le cas de Lérrouville.

- **Cimentation** : les entroques sont cimentées entre elles par une *phase sparitique à microsparitique*. Ce ciment est fréquemment *syntaxique*. Il est lié à la structure monocristalline des entroques et croît dans la continuité cristalline de ces grains.

- **Diagenèse** :

- **Euville** : légère compaction dans un premier temps, puis sparitisation partielle par de la calcite syntaxique.

- **Lérouville** : sparitisation totale du milieu intergranulaire par de la calcite syntaxique.

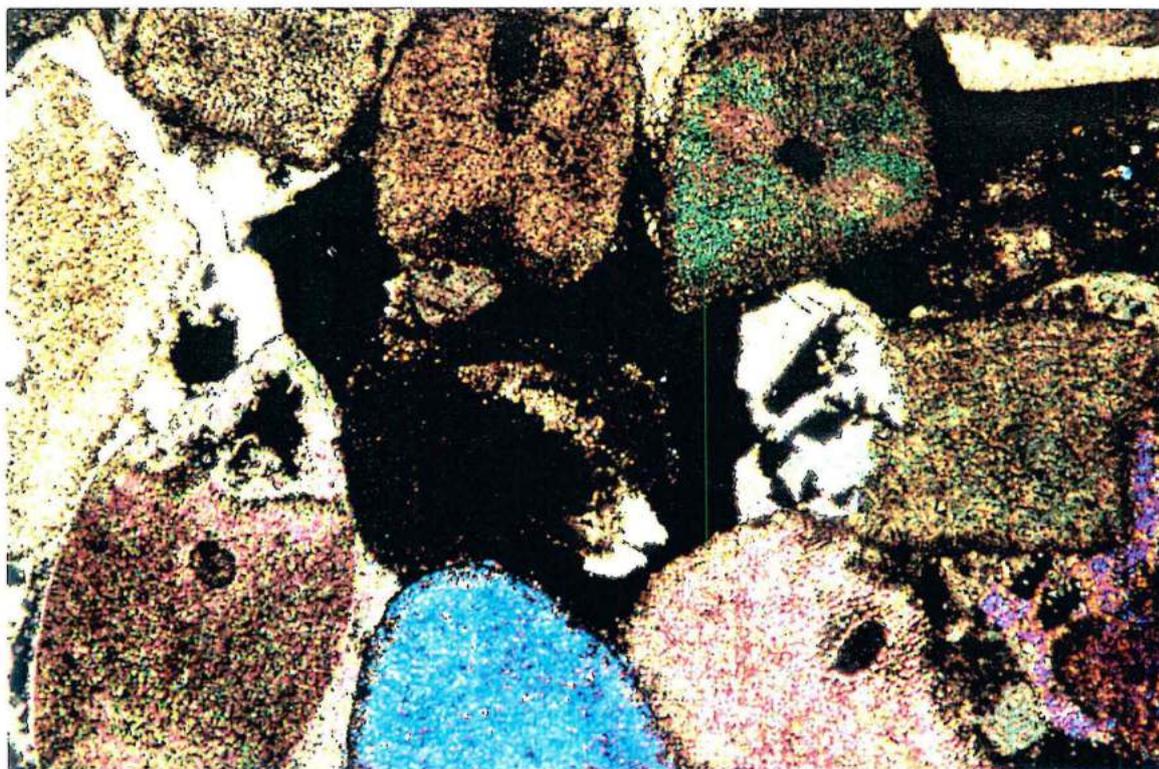
- **Porosité** : la *macroporosité* a une origine primaire (vides issus d'une sparitisation partielle du milieu intergranulaire, surtout dans le cas du calcaire d'Euville) ou secondaire (porosité intragranulaire par dissolution d'éléments micritiques, oolithes ou pellets, surtout dans le cas du calcaire de Lérouville). La structure monocristalline des entroques conduit à une *microporosité relativement faible*. Les joints intergranulaires constituent une microporosité intergranulaire qui se rapproche d'une porosité de fissure.

## **NATURE MINÉRALOGIQUE**

- Calcite :	97,5%
- Dolomite :	1,5%
- Kaolinite :	0,5%
- Quartz :	0,5%

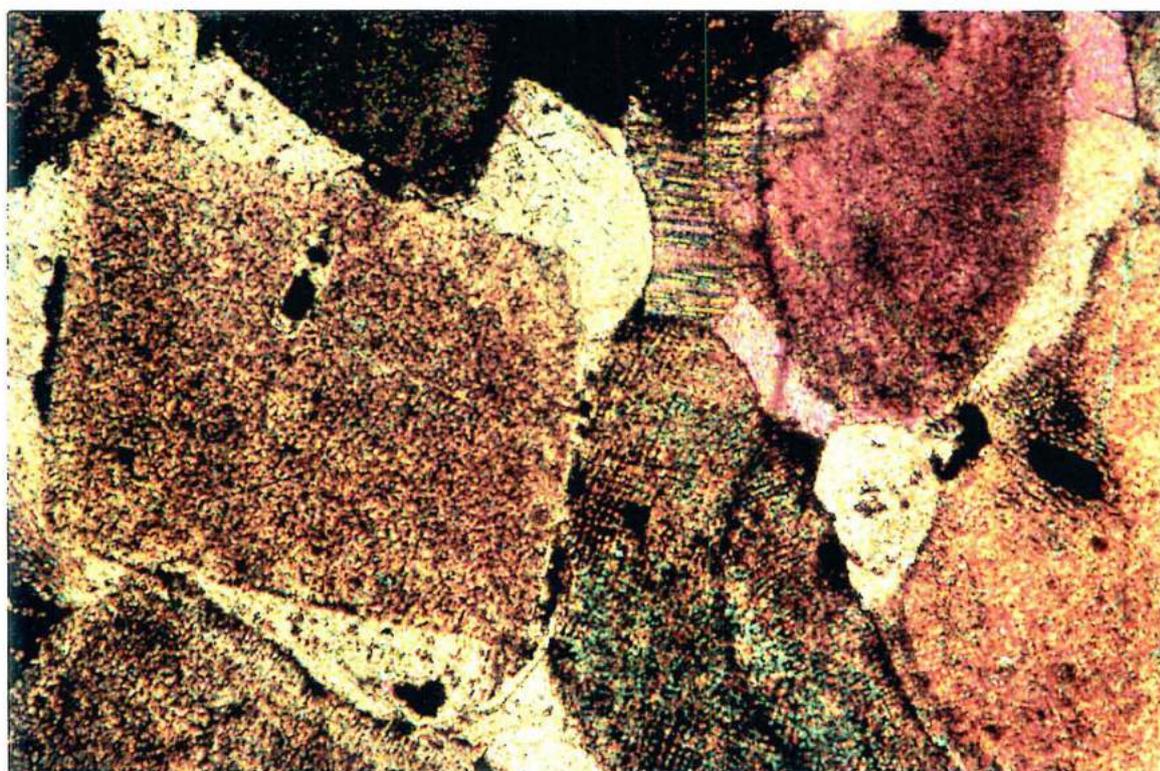
## **EXPLOITATION**

Ce calcaire massif et homogène est exploité principalement en pierres de construction, pierres d'ornement. Le matériau est également débité en plaques et utilisé en dallage. Les calcaires d'Euville et de Lérouville sont reconnus pour leur tenue aux intempéries et principalement leur durabilité au gel.



1 mm

*Photo 5. Calcaire d'Euville. Les entroques sont soudées par un ciment sparitique. On note les limites de grains souvent rectilignes et la macroporosité intragranulaire formée par les canaux centraux.*



1 mm

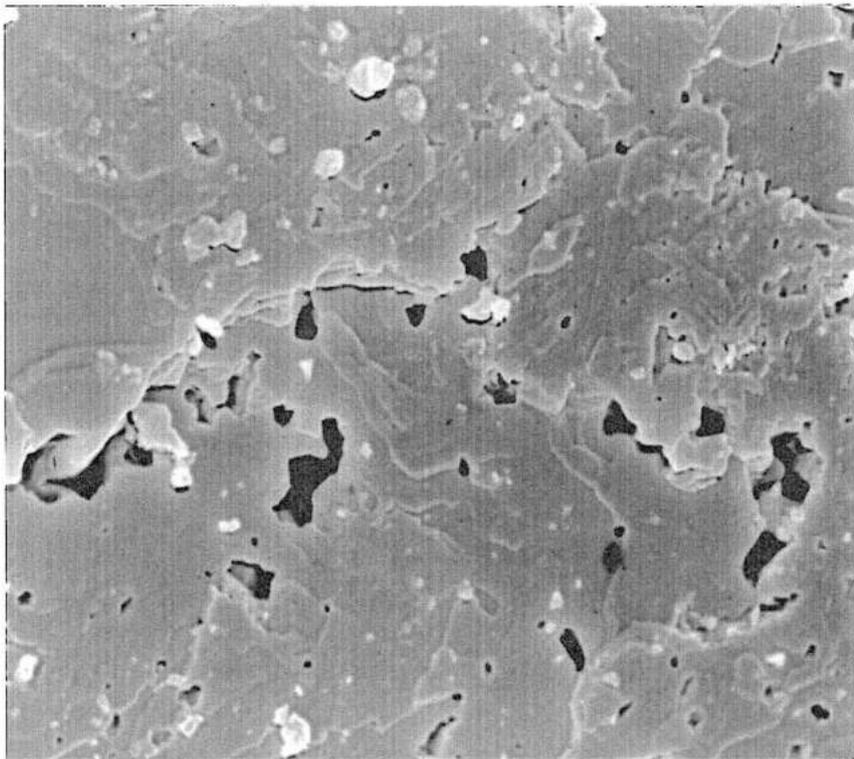
*Photo 6. Calcaire de Lérerville. On note la structure syntaxiale des entroques et du ciment sparitique.*





75  $\mu\text{m}$

*Photo 7. Calcaire de Lérerville. Joint de grains rectiligne et microporosité intragranulaire.*



7,5  $\mu\text{m}$

*Photo 8. Calcaire d'Euville. Porosité intragranulaire dans les entroques.*



# CALCAIRES SUBLITHOGRAPHIQUE ET CRAYEUX DE DUGNY

## LOCALISATION

Carrière des Fours à Chaux, Dugny sur Meuse, Meuse (55).

## SITUATION GEOLOGIQUE

- **Stratigraphie** : Jurassique Supérieur, Oxfordien *s. l.* ("Rauracien", -145 MA).
- **Milieu de sédimentation** :
  - Complexe sédimentaire récifal des Calcaires de la Meuse.
  - Environnement de dépôt restreint de plate-forme carbonatée.
  - Dépôt par décantation avec une vitesse de sédimentation rapide (calcaire crayeux).
  - Sédimentation plus lente avec une fraction biochimique non négligeable (calcaire sublithographique).

## DESCRIPTION MACROSCOPIQUE

- **Calcaire micritique** de type **mudstone**, sans éléments figurés, **sublithographique** (*Dugny 1*) ou à **texture crayeuse** (*Dugny 2*). La texture crayeuse se traduit par une friabilité du matériau.
- **Log carrière** : Les deux faciès se retrouvent en *alternances* sur le front de taille. Les bancs de 4 à 6 mètres ne sont pas constitués exclusivement d'un des deux faciès mais présentent des *tendances sublithographiques ou crayeuses*.

## MICROFACIES

- **Dugny 1 - Calcaire micritique sublithographique** : *matrice micritique sans éléments figurés*. Les cristaux de micrite sont imbriqués en mosaïque et forment une *structure dense*. Quelques signes de bioturbation viennent désorganiser cette matrice micritique. Une recristallisation sparitique se développe localement au niveau de ces bioturbations. *La porosité est faible* et se localise au sein de relâchements locaux de la structure micritique.

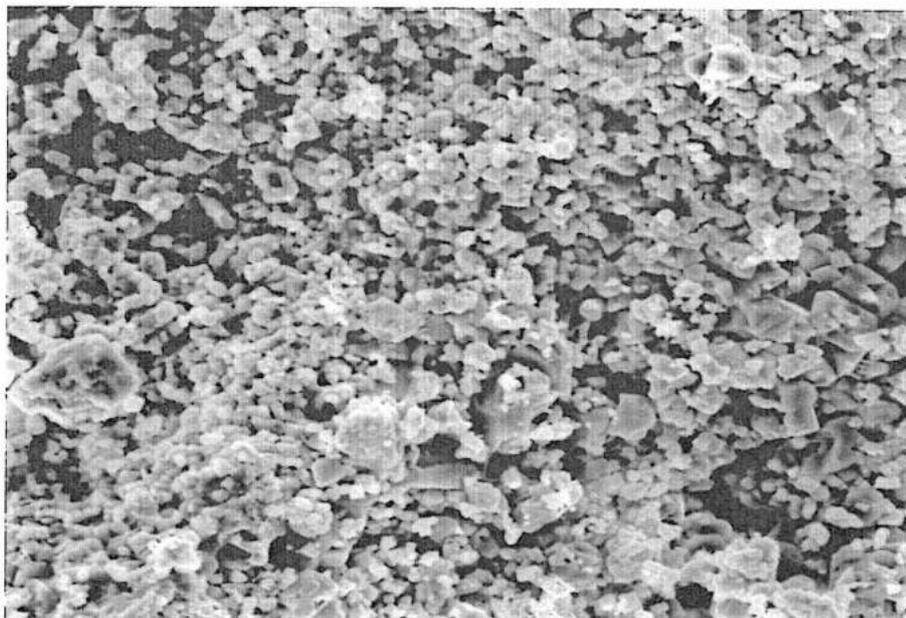
- **Dugny 2 - Calcaire micritique à texture crayeuse** : *matrice micritique sans éléments figurés*. Les cristaux micritiques polyédriques sont très peu jointifs et forment une *structure lâche* (friabilité, texture crayeuse). *La porosité est importante* et constitue un réseau continu dans la matrice micritique.

## **MINERALOGIE**

<b>Calcite :</b>	98 - 99%
<b>Dolomite :</b>	0,5 - 1%
<b>Kaolinite :</b>	0,5%

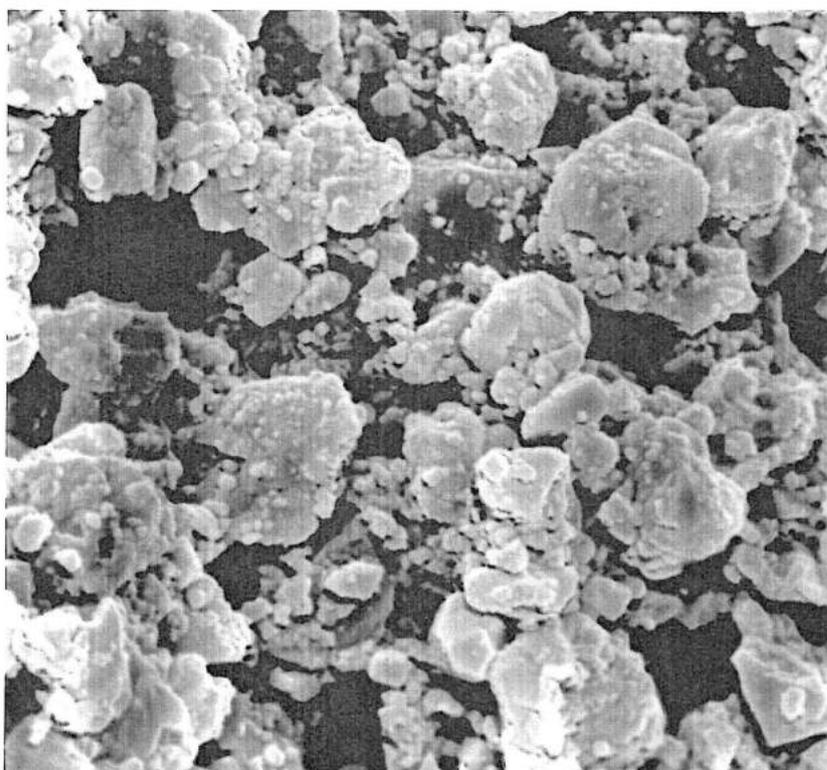
## **EXPLOITATION**

Ces deux faciès représentatifs du calcaire de Dugny sont principalement exploités pour la pierre à chaux et accessoirement pour une utilisation en granulats.



15  $\mu\text{m}$

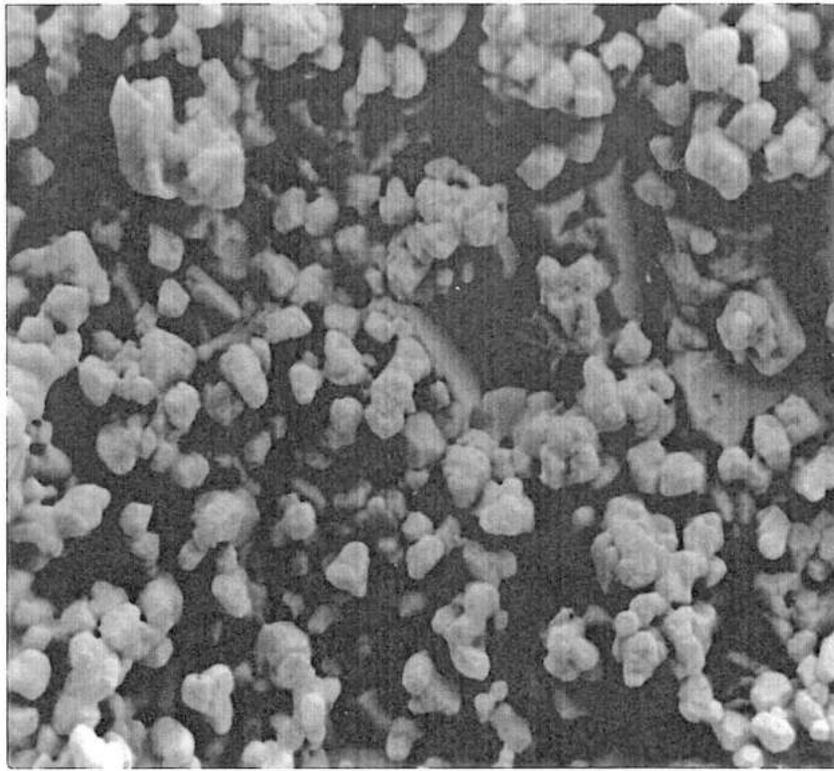
*Photo 9. Calcaire de Dugny 1. Faciès sublithographique.  
Micrite relativement dense.*



3  $\mu\text{m}$

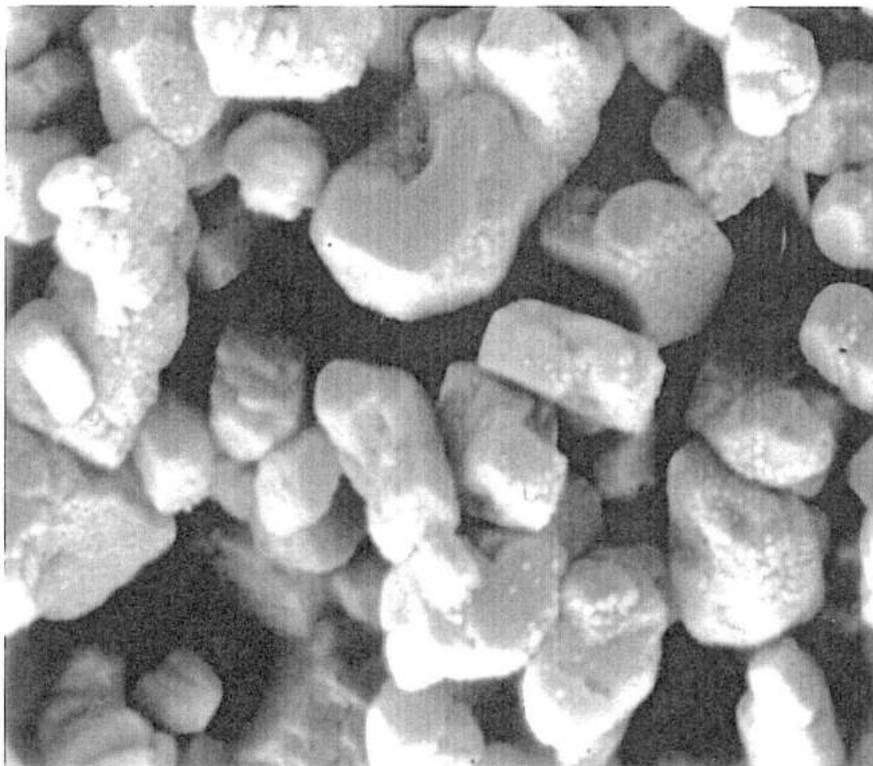
*Photo 10. Calcaire de Dugny 1. Détail de la micrite. Les pores ont des dimensions de l'ordre du micron mais des accès fins.*





6  $\mu\text{m}$

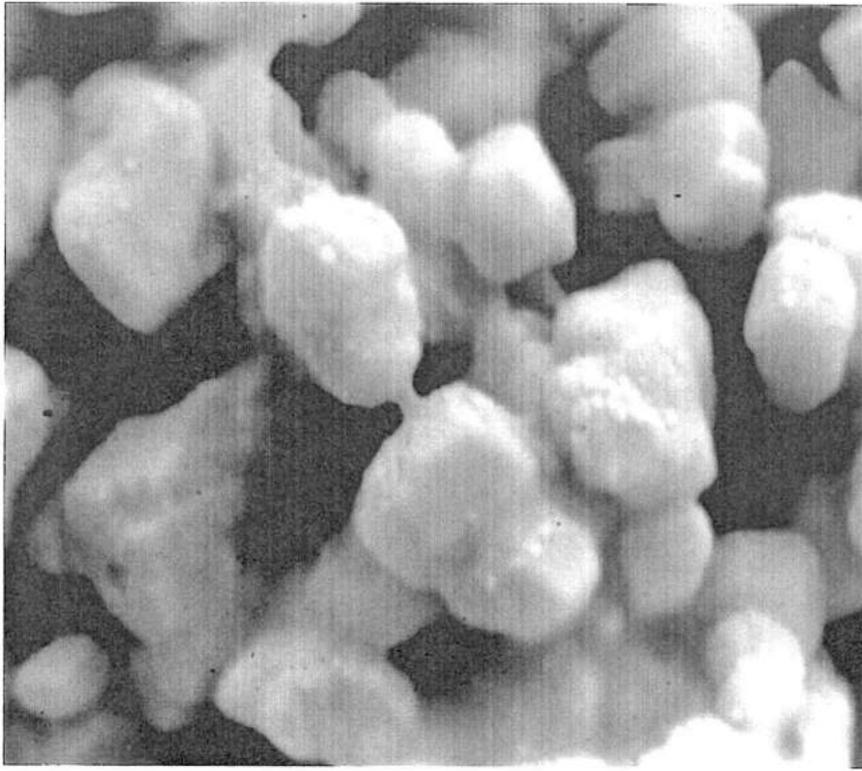
*Photo 11. Calcaire de Dugny 2 à texture crayeuse. Matrice micritique lâche. Les vides sont bien connectés.*



2  $\mu\text{m}$

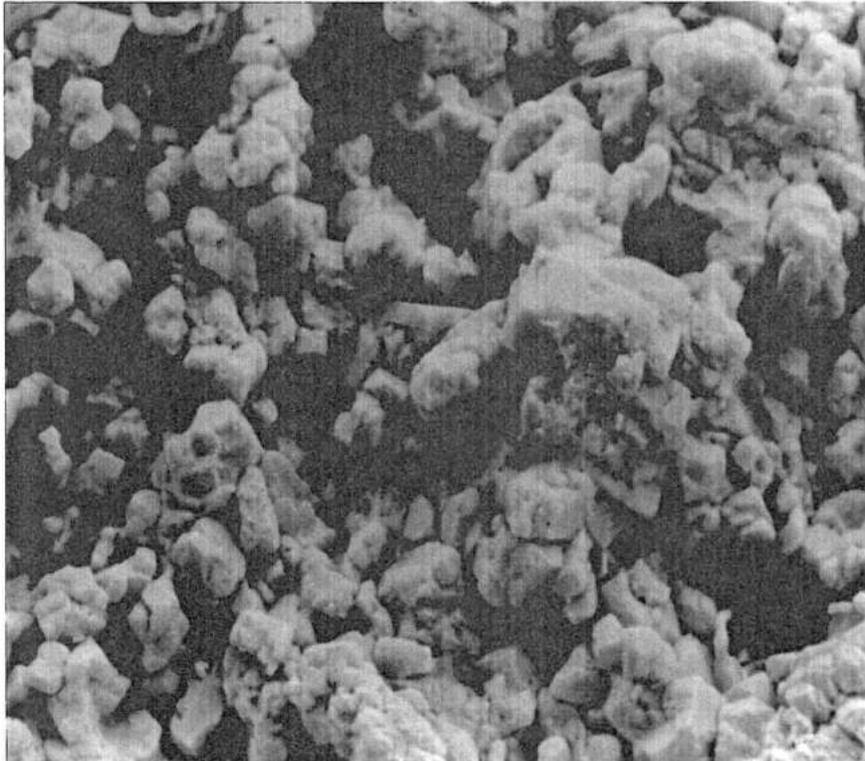
*Photo 12. Calcaire de Dugny 2. Détail de la matrice micritique et des canaux capillaires.*





1,5  $\mu\text{m}$

*Photo 13. Calcaire de Dugny 2. Détail des ponts reliant les grains de micrite.*



6  $\mu\text{m}$

*Photo 14. Faciès intermédiaire entre Dugny 1 et Dugny 2.*



# CALCAIRES SUBLITHOGRAPHIQUE ET OOLITHIQUE DE GUDMONT

## LOCALISATION

Carrière Charroy, Gudmont sur Marne, Haute-Marne (52).

## SITUATION GEOLOGIQUE

- **Stratigraphie** : Jurassique Supérieur, Oxfordien *s. l.* ("Séquanien", -140 MA).
- **Milieu de sédimentation** :
  - *Calcaire sublithographique* : environnement restreint de plate-forme carbonatée à vitesse de sédimentation lente et à précipitation biochimique importante.
  - *Calcaire oolithique* : environnement de barrière côtière à moyenne ou haute énergie.

## DESCRIPTION MACROSCOPIQUE

- **Calcaire sublithographique** de type **mudstone** sans élément figuré (*Gudmont 1*) qui présente des bioturbations et des laminations algaires. Ce faciès est marqué par une stylolithisation importante.
- **Calcaire oolithique et bioclastique** hétérogène (**wackestone, packstone ou grainstone**) à litages obliques à grande échelle (*Gudmont 2 et 3*).
- **Log carrière** : *L'unité inférieure* (15m) présente un faciès à *tendance oolithique* de type *packstone à grainstone*. Les oolithes sont granoclassées et définissent une rythmicité décimétrique. Des niveaux sublithographiques s'intercalent au sein de l'ensemble oolithique. *L'unité supérieure* (10m) comporte des bancs plurimétriques de calcaires durs à *tendance sublithographique* et à corps oolithiques et bioclastiques intercalés.

## MICROFACIES

- **Calcaire sublithographique (Gudmont 1)** : la *matrice micritique très dense* à texture en mosaïque ne renferme que quelques bioclastes le plus souvent micritisés (fragments de coquilles, foraminifères). Cette matrice présente localement une organisation laminée d'origine algair (stromatolithes). La bioturbation est importante au sein de ce faciès. L'imbrication des cristaux de micrite se traduit par *une faible porosité*.



- **Calcaire oolithique (Gudmont 2) :**

- **Éléments figurés :** oolithes concentriques tachetées de matériel ferromagnésien, bioclastes, lithoclastes.

**Gudmont 2 :** les oolithes constituent 90% des éléments figurés comprenant aussi quelques bioclastes et lithoclastes organisés localement en lits. Taille moyenne des grains : 300 à 500µm.

**Gudmont 3 :** ce faciès est plus riche en bioclastes, ceux-ci et les oolithes sont de plus grande taille (≈1mm) que dans le faciès Gu2. L'ensemble est très remanié par une forte bioturbation.

- **Cimentation :**

**Gudmont 2 :** matrice micritique constituée d'une charpente de cristaux polyédriques (1µm). Localement, un ciment sparitique (cristaux de 10µm) se développe dans les zones à plus forte densité d'oolithes.

**Gudmont 3 :** matrice micritique (id. Gu2) ; ciment sparitique plus développé que dans Gu2.

- **Diagenèse :** la plupart des oolithes sont micritisées soit sur leurs périphéries, soit en totalité. La compaction est présente avec quelques contacts indentés entre les grains (interpénétration des oolithes). Les zones à cimentation sparitique montrent des cimentations précoces autour des grains (franges palissadiques)

- **Porosité :** La macroporosité est pratiquement absente. La microporosité se développe soit au sein des oolithes micritisées, soit dans la matrice micritique (packstone).

## **NATURE MINERALOGIQUE**

- **Gudmont 1 sublithographique :**

- Calcite :	98,7%
- Quartz :	0,5%
- Pyrite bien cristallisée :	0,4%
- Mica :	0,2%
- Kaolinite :	0,08%
- Vermiculite, montmorillonite:	0,02%
- Interstratifiés :	traces

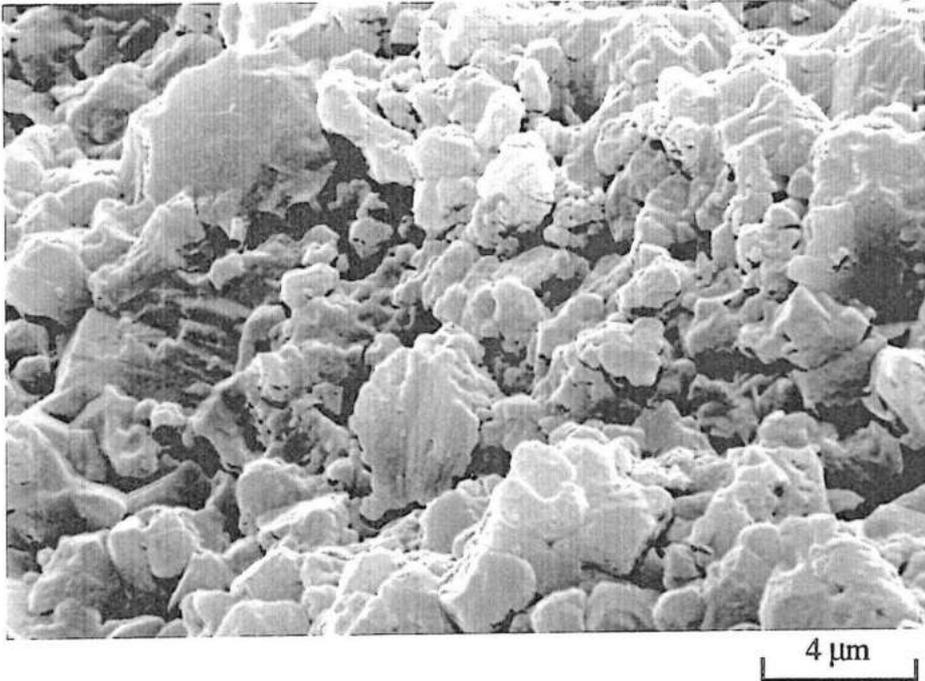
- **Gudmont 2 et 3 oolithiques :**

- Calcite :	97%
- Quartz :	1,4%
- Mica :	0,5%
- Dolomite :	0,4%
- Kaolinite :	0,2%
- Feldspath :	0,2%
- Interstratifiés :	0,1%

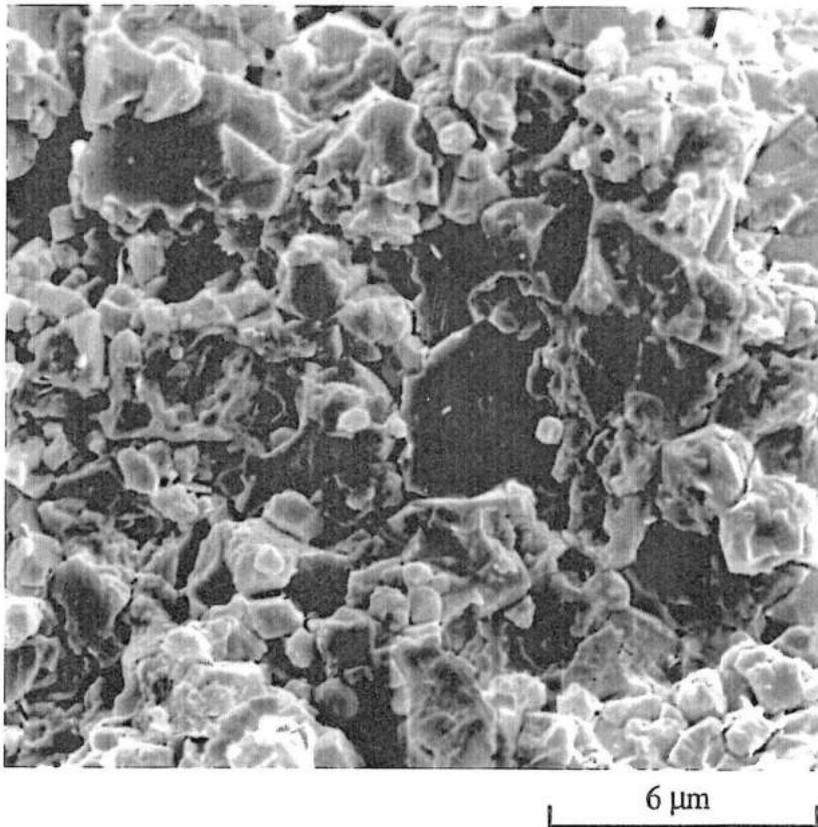
## **EXPLOITATION**

L'exploitation de la carrière est orientée principalement vers la production de granulats calcaires à utilisation routière ou bétons. Ces granulats sont composés des deux faciès présents sur le front de taille. L'utilisation de ce calcaire en enrochement est également développée.



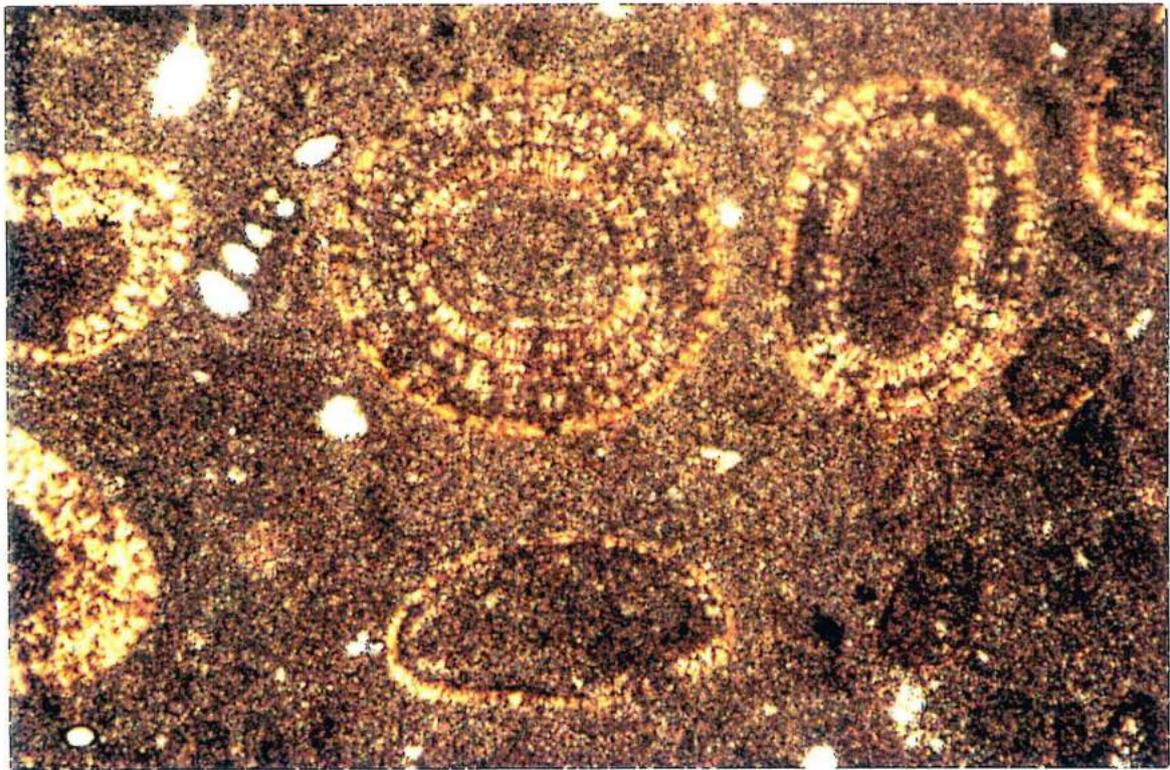


*Photo 15 . Calcaire de Gudmont 1 à faciès sublithographique.  
Matrice micritique dense en mosaïque.*



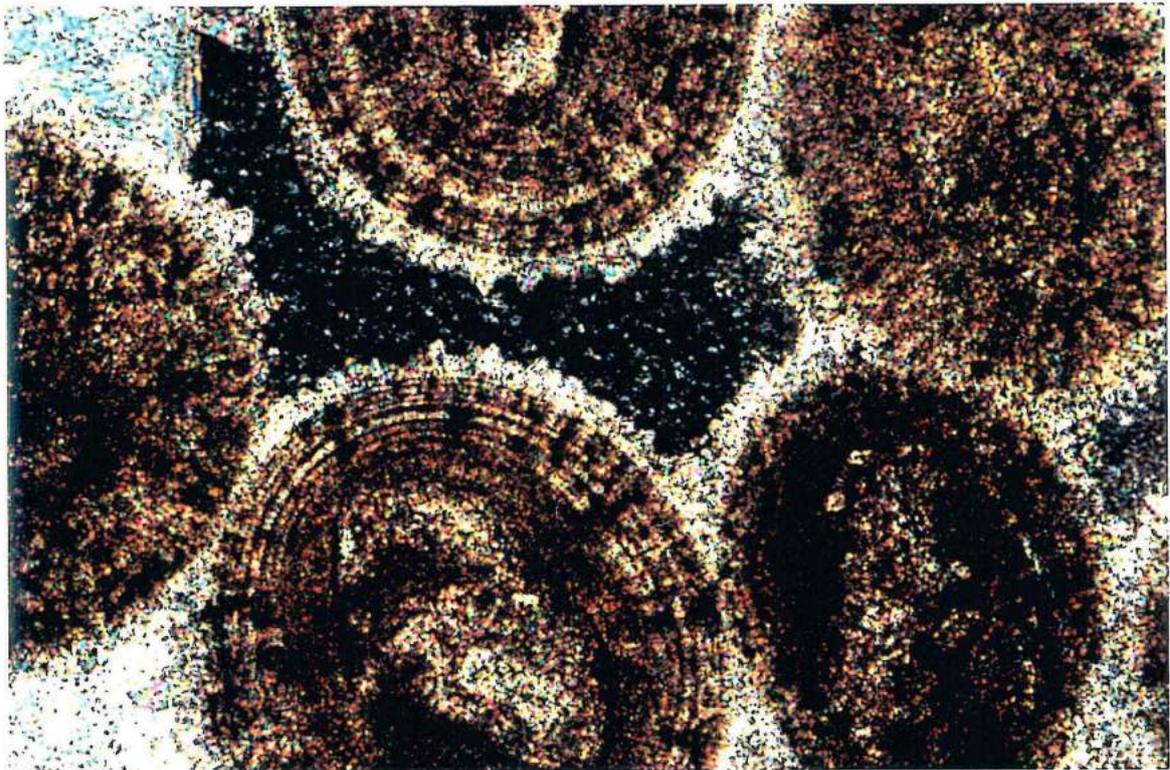
*Photo 16 . Calcaire de Gudmont 1. zone à activité algale  
importante. micrite coalescente très dense.*





1 mm

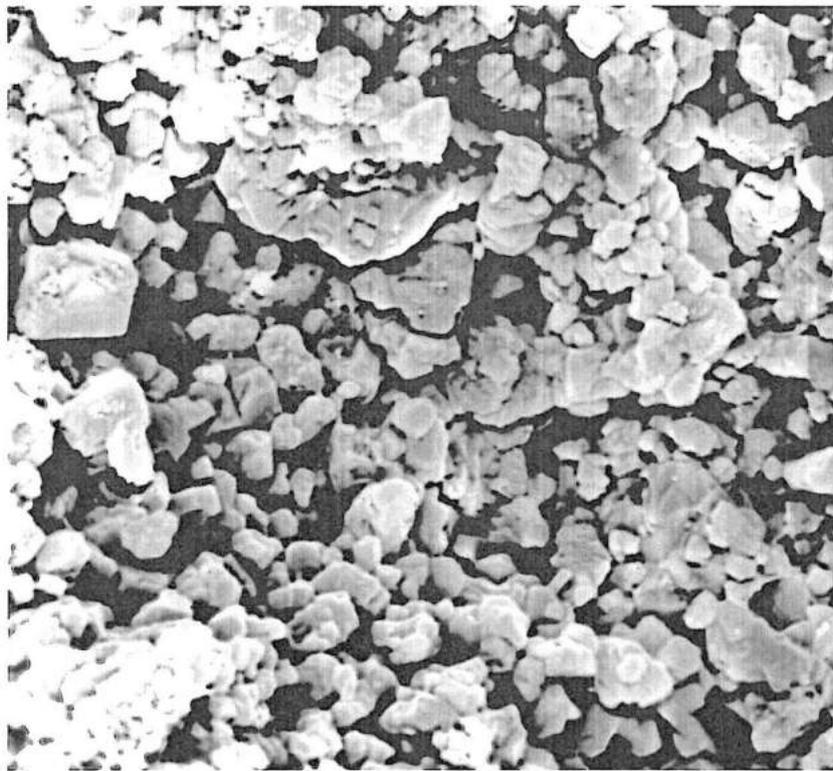
*Photo 17. Calcaire de Gudmont 2 à faciès oolithique. Oolithes dans la matrice micritique. Les oolithes sont micritisées partiellement ou totalement et sont disposées d'une manière aléatoire dans la matrice micritique. On note une macroporosité dans les loges des quelques bioclastes présents dans la matrice.*



1 mm

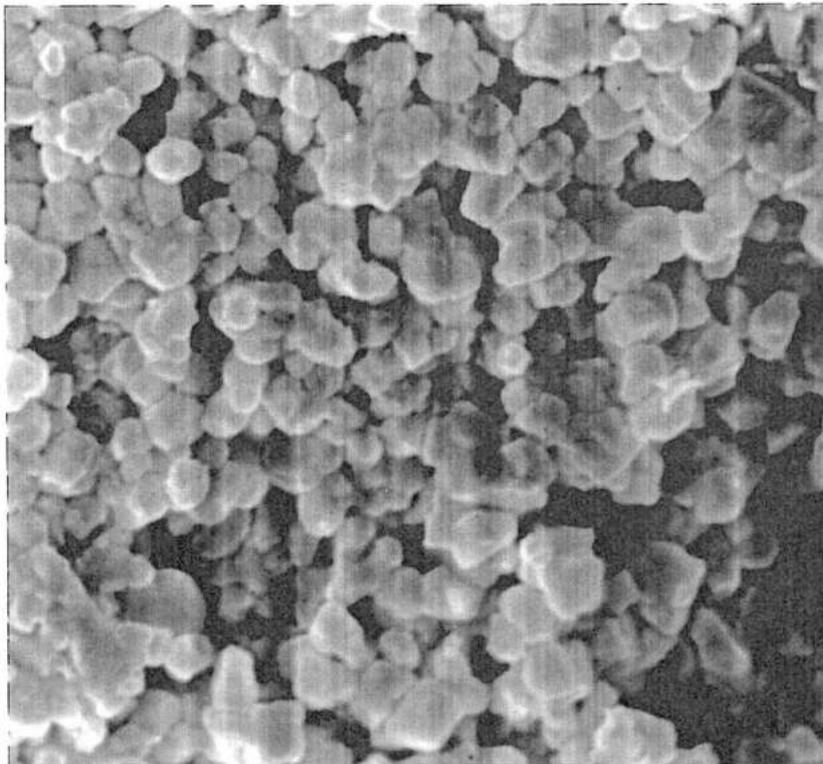
*Photo 18. Calcaire de Gudmont 3. Plage sparitique. Oolithes micritisées et ciment sparitique. Frange de cimentation précoce autour des grains.*





6  $\mu\text{m}$

*Photo 19. Calcaire de Gudmont 2. Matrice micritique interoolithique à structure peu dense et à porosité connectée.*



3  $\mu\text{m}$

*Photo 20. Calcaire de Gudmont 3. Micrite intraoolithique.*



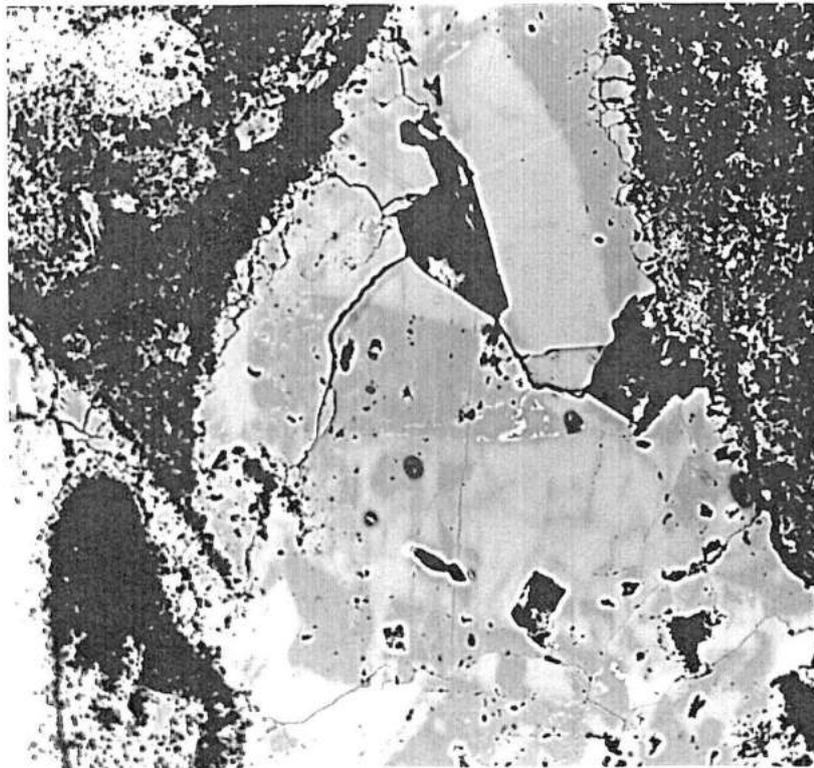
---

**ANNEXE 2 :**

**ENDOMMAGEMENTS DES  
MATERIAUX CALCAIRES  
PAR LE GEL.  
PLANCHES  
PHOTOGRAPHIQUES**

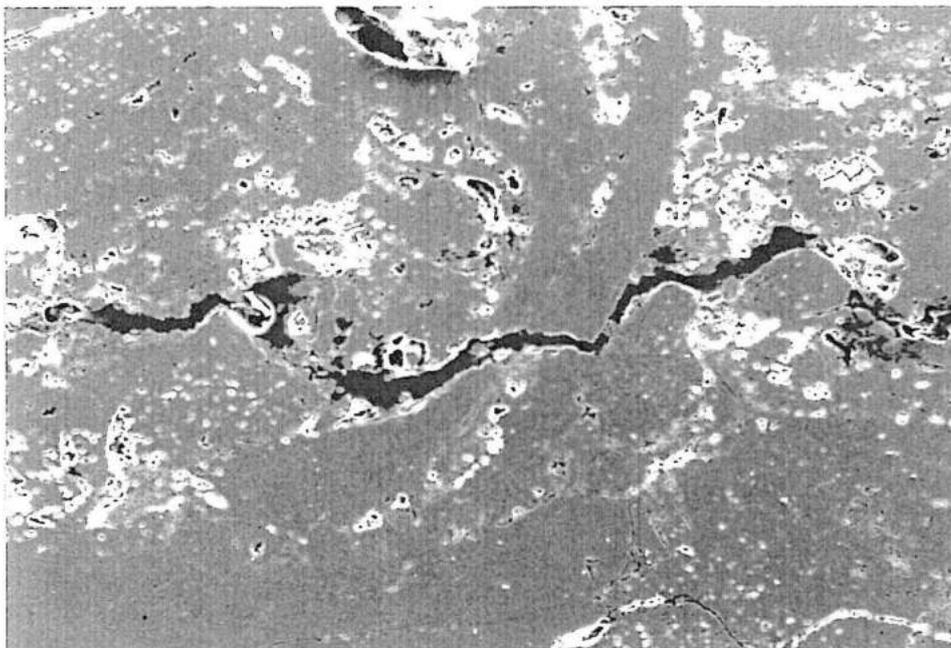
---





3  $\mu\text{m}$

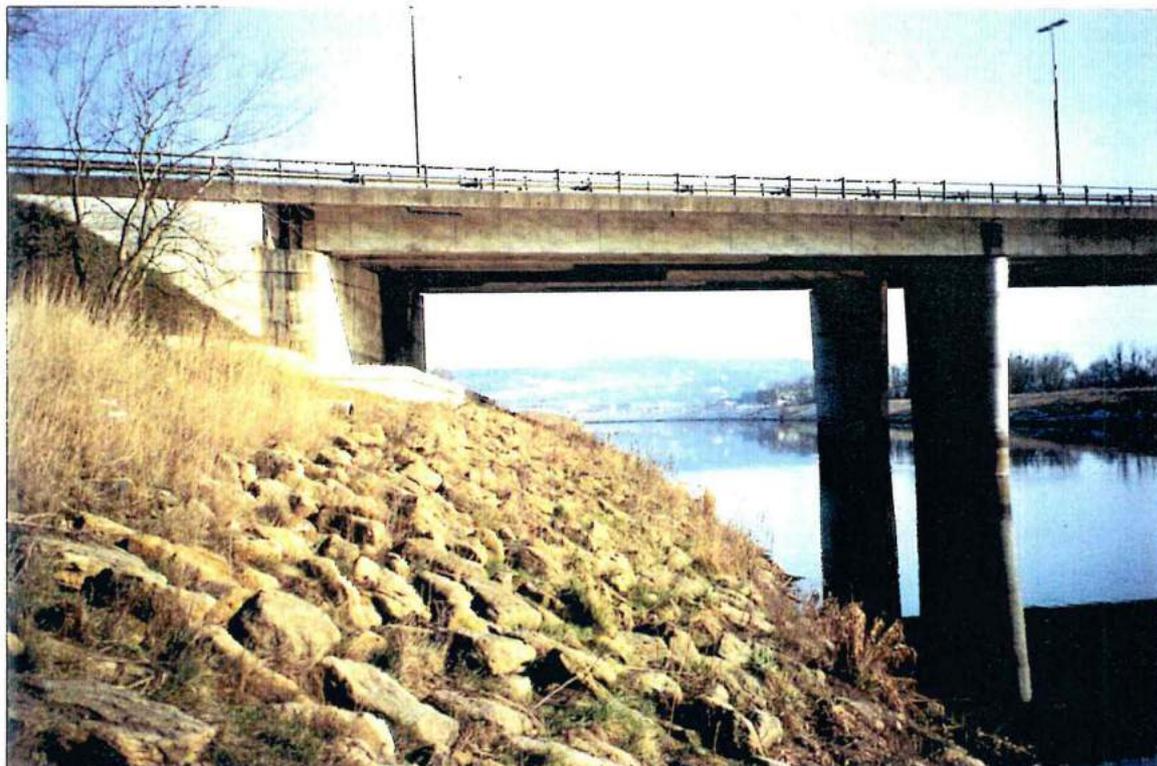
*Photo 21. Calcaire de Jaumont après 4 cycles de gel/dégel à l'état saturé.  
Microfissures intracristallines.*



300  $\mu\text{m}$

*Photo 22. Calcaire de Jaumont après 10 cycles de gel/dégel à l'état saturé.  
Macrofissures traversant les grains et le ciment.*





*Fig. 23. Site d'enrochements constitués de calcaire de Jaumont en bordure de Meurthe aux environs de Nancy.*



*Photo 24. Enrochement provenant du site de la photo 23. Ce bloc se situe à proximité d'un déversoir, favorisant une forte saturation. Eclatement au coeur du bloc.*



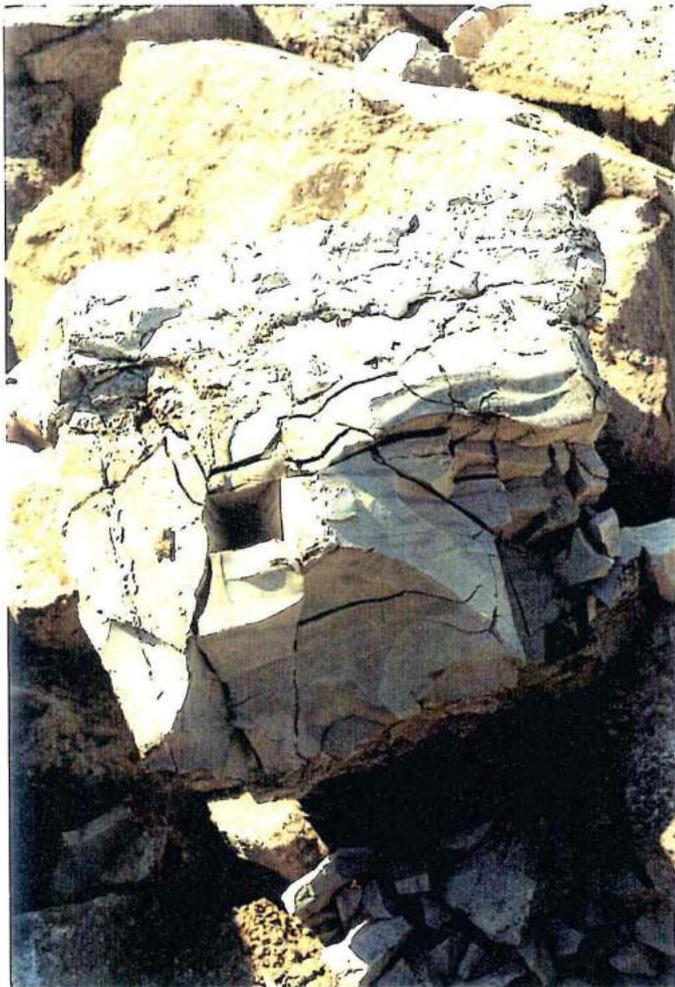


*Fig. 25. Lac du Der (Haute-Marne).  
Protection de digue par des enrochements  
récents constitués de calcaires de Gudmont.*



*Fig. 26. Lac du Der. Site d'enrochements anciens. Les blocs sont totalement fragmentés.*





*Photo 27. Lac du Der. Enrochement en calcaire de Gudmont sublithographique en bord de digue. Zone de saturation maximale. Eclatement à coeur.*



*Fig. 28. Lac du Der. Enrochement en calcaire de Gudmont oolithique présentant à la fois un écaillage et un éclatement à coeur.*



**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE  
DE LORRAINE**

o0o

BIU NANCY  
Service Commun de Documentation  
INPL  
2, avenue de la Forêt de Haye - B.P. 3  
54501 VANDOEUVRE Cédex FRANCE

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

**Monsieur AGUIRE-PUENTE Jaime, Directeur de Recherche, Centre  
de Géomorphologie Caen,  
Monsieur JACQUIN Christian, Ingénieur, Institut Français du Pétrole  
Rueil Malmaison.**



Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur REMY Jean-Michel**

NANCY BRABOIS  
2, AVENUE DE LA  
FORET-DE-HAYE  
BOITE POSTALE 3  
F - 5 4 5 0 1  
VANDŒUVRE CEDEX

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

**"Influence de la structure du milieu poreux carbonaté sur les  
transferts d'eau et les changements de phase eau-glace. Application à  
la durabilité au gel de roches calcaires de Lorraine"**

en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE  
LORRAINE**

Spécialité : **"GENIE CIVIL & MINIER"**

Fait à Vandoeuvre le, **21 Octobre 1993**

Le Président de l'I.N.P.L.,

M. LUC









## RÉSUMÉ

L'altération des roches carbonatées sous l'action du gel pose un problème pour leur utilisation en Génie Civil en tant que granulats, pierres de construction ou enrochements. Les essais normalisés n'ont qu'une approche indicative de la durabilité au gel et rejettent une grande partie de ces matériaux.

La résistance au gel d'un matériau calcaire peut être envisagée comme la faculté du milieu poreux carbonaté à limiter les désordres induits par les mécanismes microscopiques du gel de l'eau dans les pores (suction cryogénique par aspiration de l'eau vers le front de glace, surpressions dans la glace et contre les parois solides au cours du déplacement du front de gel dans les capillaires). Les facteurs qui réduisent les désordres sont liés à l'état de saturation du matériau au moment du gel et plus particulièrement à la répartition de l'eau dans le milieu poreux.

La porosimétrie au mercure permet de classer des roches calcaires de Lorraine en fonction du degré de complexité de leurs réseaux poreux (unimodalité ou multimodalité du spectre de distribution des accès aux pores) et de la répartition du volume poreux total en porosité libre et piégée. Les roches à réseaux poreux multimodaux ont un degré de saturation limité (capillarité ou immersion totale), du fait de la complexité de leurs réseaux (pores nodaux reliés entre eux par des capillaires fins) et d'une forte porosité piégée au mercure. Le piégeage de mercure résulte d'un arrangement du milieu poreux à l'échelle locale (relation pore/accès) et à l'échelle du réseau (répartition en domaines de pores larges et de capillaires fins). Les calcaires à réseaux poreux unimodaux ont une porosité de type capillaire et un degré d'interconnexion élevé induisant de fortes saturations (porosité libre prépondérante).

La sensibilité au gel des roches calcaires est étudiée expérimentalement à l'aide de simulations en enceinte climatique. L'endommagement est mesuré par le suivi des propriétés ultrasoniques (vitesses et atténuations des ondes) au cours des cycles gel/dégel. L'outil ultrasonique fournit également une approche expérimentale de l'abaissement du point de congélation dans les réseaux poreux et de l'évolution de la teneur en eau non gelée en fonction de la température. L'évolution des vitesses fait ressortir l'importance des phénomènes de surfusion précédant la cristallisation de la glace. Les signaux ultrasoniques sont fortement atténués au cours du changement de phase eau/glace : la couche d'eau liée qui subsiste entre la glace et la paroi solide se comporte comme une pseudo-fissure et joue le rôle de canal d'écoulement ; cette configuration provoque une dissipation importante des signaux.

Des mesures au porosimètre à mercure et des essais de compression isotrope permettent de mettre en évidence le type d'endommagement subi par les matériaux : modification profonde du réseau poreux (élargissement du réseau, augmentation de la part de porosité libre et du degré de connexité du réseau) liée au phénomène de suction cryogénique pour les calcaires à réseaux unimodaux, partiellement ou totalement saturés ; fissuration localisée encadrant des zones saines du matériau, induite par le développement de surpressions dans la glace, pour les roches calcaires à réseaux poreux complexes et totalement saturés.

Ces comportements étudiés au laboratoire sont également observés sur des enrochements ayant subi les conditions de gel *in situ*. Ces résultats permettent d'aborder les essais normalisés sur pierres et granulats calcaires d'une manière critique et d'analyser le caractère restrictif de ces essais pour des matériaux calcaires.

## ABSTRACT

The frost weathering of carbonate rocks affects their utility for highways pavement aggregates, monumental and architectural stones, and rip-rap for embankments. Standard tests provide only qualitative estimates on the frost durability of these materials. In fact, the frost resistance of limestones is the ability of carbonate porous media to restrict damages caused by microscopic mechanisms of water freezing in pores. The factors which limit frost action are connected with the saturation state of the material and the water distribution in the porous medium.

The characterization of the porous media structure of some Lorraine limestones is based on petrophysical analysis composed of porosity and density measurements, mercury porosimetry, determination of ultrasonic properties and fissuration measurements. The water behaviour during transfer and partial or total saturation in these limestones is experimentally established.

Carbonate grainstones with bimodal porous networks have high values of air-trapped porosities and permeabilities ; their saturation degree, obtained by capillary absorption or total immersion, is restricted to 60 percent. A high predictive frost resistance is obtained for these materials. Frost action on limestones with unimodal porous networks depends on the rock texture (mudstone to packstone, more or less well-cemented) and on the influence of some parameters such as pore radius, pore shape, permeability, and strains developed during freezing. These predictive behaviours are confirmed by *in situ* observations on rip-rap and by frost simulations in a climatic cabinet. In this last case, the measurement of the frost damages is based on the evolution of ultrasonic P-waves attenuation in the limestones during freeze - thaw cycles.