



## 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 Environnement, Géomécanique & Ouvrages

Ecole doctorale RP2E

[M] 2001 GRGIC, D.

## **THESE**

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

**DOCTEUR DE L'I.N.P.L.**  
en Génie civil - Hydrosystèmes - Géotechnique

par

**Dragan GRGIC**

**Modélisation du comportement à court et à long terme  
des roches de la formation ferrifère lorraine**

-----  
Soutenue publiquement le 26 Octobre 2001 devant la commission d'examen  
-----

### **Membres du Jury :**

M. Pierre	BEREST,	Rapporteur
M. Djimedo	KONDO ,	Rapporteur
Mme Françoise	HOMAND,	Directeur de thèse
M. Dashnor	HOXHA,	Codirecteur de thèse
M. Gérard	VOUILLE,	Examineur
M. Guy	DAGALLIER,	Examineur
M. Jean-Pierre	JOSIEN,	Examineur

# Avant Propos

Durant ces 3 années de thèse passées au Laboratoire Environnement, Géotechnique et Ouvrages, j'ai pu avoir d'excellentes relations avec toutes les personnes y travaillant. J'en profite ici pour leur adresser mes remerciements. Je remercie donc Madame Françoise HOMAND, Professeur à l'ENSG et directeur du LaEGO, de m'avoir accueilli dans son équipe, de m'avoir encadré et conseillé pendant cette longue période, et d'avoir mis à ma disposition son expérience, ses connaissances, tout le matériel et les moyens nécessaires à mes travaux.

Monsieur Dashnor HOXHA, chercheur au LaEGO, a participé à l'encadrement de ma thèse ; il m'a apporté une contribution inestimable : ses conseils, son aide précieuse, ses grandes compétences, son soutien et son amitié. Qu'il reçoive en retour ma gratitude éternelle.

Monsieur Pierre BEREST, Directeur du Laboratoire de Mécanique des Solides à l'Ecole Polytechnique, et Monsieur Djimedo KONDO, Professeur à l'Université Scientifique et Technique de Lille, ont accepté d'être rapporteurs de ce travail de thèse. Ils l'ont jugé et estimé ; j'en suis très fier et très honoré, et les en remercie sincèrement. A ces remerciements, j'associe également Monsieur Gérard VOUILLE, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, et Monsieur Jean-Pierre JOSIEN, Directeur de GEODERIS, qui ont accepté d'être les examinateurs de ma thèse et d'assister à ma soutenance.

Je remercie particulièrement Monsieur Guy DAGALLIER, d'une part pour avoir participé au Jury en tant qu'examineur, et d'autre part pour m'avoir apporté ses connaissances, prodigué ses conseils et avoir répondu à mes nombreuses questions. L'étude sur le vieillissement du minerai de fer a été menée avec sa collaboration et celle de Monsieur Arnaud JOYEUX (étudiant de l'ENSG) ; qu'ils acceptent ma reconnaissance et mes remerciements.

Finalement, je remercie les nombreuses personnes travaillant au laboratoire LaEGO, chercheurs, étudiants et techniciens, pour avoir participé de près où de loin à mes travaux. Parmi celles-ci, je voudrais distinguer particulièrement Messieurs Patrick GAIRE et Laurent SCHOUMAKER, pour leur aide à la réalisation des essais de laboratoire.

*A la gloire de ma mère  
A la mémoire de mon père*

# SOMMAIRE

<b>CHAPITRE 1</b> .....	13
-------------------------	----

## Cadre général

1.1	INTRODUCTION.....	13
1.2	LA LORRAINE MINIERE ET SON BASSIN FERRIFERE .....	14
1.3	DESCRIPTION DES FACIES LITHOLOGIQUES .....	15
1.4	LES METHODES D'EXPLOITATION : CHAMBRES ET PILIERS .....	16
1.5	LES EFFONDREMENTS MINIERS.....	18
1.6	DEMARCHE SCIENTIFIQUE PROPOSEE .....	22

<b>CHAPITRE 2</b> .....	25
-------------------------	----

## Caractérisation physique des roches

2.1	INTRODUCTION.....	25
2.2	MASSES VOLUMIQUES ET POROSITES .....	26
2.2.1	Définition de la porosité.....	26
2.2.2	Programme expérimental.....	26
2.2.3	Résultats .....	29
2.3	PRESSIONS CAPILLAIRES (isothermes d'adsorption d'eau).....	35
2.3.1	Principes théoriques et mode opératoire .....	35
2.3.2	Résultats et interprétations.....	37
2.4	MESURE DES PERMEABILITES EN REGIME PERMANENT .....	39
2.5	CONCLUSIONS.....	41

<b>CHAPITRE 3</b> .....	42
-------------------------	----

## Evolution dans le temps du minerai de fer et des marnes

3.1	INTRODUCTION.....	42
3.2	ETUDE DU VIEILLISSEMENT DU MINERAI DE FER.....	44

3.2.1	Procédure expérimentale .....	44
3.2.2	Observations au MEB .....	44
3.2.3	Identification des minéraux observés.....	52
3.2.4	Modèle phénoménologique de vieillissement.....	57
<b>3.3</b>	<b>ETUDE DES MECANISMES DE GONFLEMENT DES INTERCALAIRES .....</b>	<b>65</b>
3.3.1	Caractéristiques des marnes intercalaires .....	65
3.3.2	Gonflement lié aux transformations minéralogiques.....	67
3.3.3	L'eau minière de site .....	72
3.3.4	Mesure du gonflement en laboratoire .....	73
<b>3.4</b>	<b>CONCLUSIONS.....</b>	<b>81</b>

<b>CHAPITRE 4 .....</b>	<b>83</b>
-------------------------	-----------

## **Caractérisation hydromécanique des roches**

<b>4.1</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>83</b>
<b>4.2</b>	<b>PROCEDURE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>84</b>
4.2.1	Choix et préparation des éprouvettes .....	84
4.2.2	Appareillage et instrumentation.....	85
4.2.3	Conditions expérimentales .....	88
<b>4.3</b>	<b>PRINCIPE DES ESSAIS HYDROMECHANIQUES .....</b>	<b>89</b>
4.3.1	Chemins de contrainte .....	89
4.3.2	Objectifs des essais hydromécaniques.....	90
4.3.3	Définition des paramètres poro-élastiques.....	91
4.3.4	Présentation des différents essais hydromécaniques.....	92
4.3.5	Détermination des paramètres.....	94
<b>4.4</b>	<b>RESULTATS DES ESSAIS HYDROMECHANIQUES.....</b>	<b>96</b>
4.4.1	Quelques remarques sur l'expérimentation .....	96
4.4.2	Résultats des essais hydrostatiques .....	97
4.4.3	Résultats des essais déviatoriques.....	100
<b>4.5</b>	<b>MODELISATION.....</b>	<b>106</b>
4.5.1	Loi de comportement .....	107
4.5.2	Détermination des paramètres de la loi .....	111
4.5.3	Vérification et détermination des paramètres.....	113
<b>4.6</b>	<b>INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU MINERAL.....</b>	<b>115</b>
<b>4.7</b>	<b>CONCLUSIONS.....</b>	<b>118</b>

<b>CHAPITRE 5</b> .....	119
-------------------------	-----

## **Etude du comportement différé du minerai de fer**

<b>5.1 INTRODUCTION</b> .....	119
<b>5.2 PROCEDURE EXPERIMENTALE</b> .....	120
5.2.1 Programme expérimental.....	120
5.2.2 Appareillage et instrumentation.....	120
5.2.3 Conditions d'essai .....	123
<b>5.3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS</b> .....	124
5.3.1 Modules de déformation instantanés et résistances à long terme.....	124
5.3.2 Déformations de fluage.....	126
<b>5.4 MODELE DE FLUAGE</b> .....	128
5.4.1 La plasticité dans le cadre viscoplastique .....	128
5.4.2 La plasticité différée .....	128
5.4.3 Détermination des paramètres et validation de la loi de fluage .....	134
<b>5.5 COUPLAGE ELASTOPLASTICITE-FLUAGE</b> .....	138
<b>5.6 CONCLUSIONS</b> .....	141

<b>CHAPITRE 6</b> .....	142
-------------------------	-----

## **Modélisations**

<b>6.1 INTRODUCTION</b> .....	142
<b>6.2 IMPLANTATION DES LOIS DE COMPORTEMENT</b> .....	143
6.2.1 Loi de comportement élasto-plastique .....	143
6.2.2 Loi de fluage.....	148
6.2.3 Loi couplée fluage-plasticité .....	150
<b>6.3 SIMULATIONS</b> .....	154
6.3.1 Présentation du modèle de base .....	154
6.3.2 1 <sup>ère</sup> configuration : propriétés du laboratoire pour les roches.....	156
6.3.3 2 <sup>ème</sup> configuration : prise en compte de l'effet d'échelle.....	159
6.3.4 3 <sup>ème</sup> configuration : prise en compte du vieillissement des roches .....	161
6.3.5 4 <sup>ème</sup> configuration : superposition de 2 piliers .....	163
6.3.6 5 <sup>ème</sup> configuration : prise en compte du comportement différé du minerai de fer .....	168
<b>6.4 CONCLUSIONS</b> .....	176

<b>CONCLUSIONS GENERALES</b> .....	176
------------------------------------	-----

<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b> .....	178
--	-----

## Liste des Annexes

Chapitre 2.....	183
Chapitre 3.....	190
Chapitre 4.....	208
Chapitre 5.....	233
Chapitre 6.....	267

## Liste des tableaux

### Chapitre 1

Tableau 1 - Historique des effondrements miniers survenus dans le bassin ferrifère lorrain.....	18
Tableau 2 - Synthèse des propriétés mécaniques des principales couches de la formation ferrifère du bassin lorrain (Chavane 2001).....	23

### Chapitre 2

Tableau 1 - Résultats des mesures de porosités à partir des masses volumiques.....	30
Tableau 2 - Résultats de la mesure de la porosité au mercure.....	31
Tableau 3 - Résultats de la mesure de la porosité à l'azote.....	32
Tableau 4 - Résultats des mesures de perméabilité à l'eau et à l'azote.....	40

### Chapitre 3

Tableau 1 - Composition chimique des minéraux observés à partir de spectres d'analyse semi-quantitatifs.....	52
Tableau 2 - Composition chimique du dépôt d'oxydes néoformé à la surface des oolithes.....	53
Tableau 3 - Composition chimique des carbonates du ciment inter-oolithique.....	53
Tableau 4 - Caractéristiques physiologiques des principaux micro-organismes rencontrés en environnement minier (Nunzi 1993).....	62
Tableau 5 - à gauche : Composition de l'eau de débordement du tunnel de Moyeuve (19/01/1999).....	72
- à droite : Composition de l'eau du forage d'Amermont (28/04/1999).....	72
Tableau 6 - Résultats des mesures de pression de gonflement totale (à volume constant).....	79

## Chapitre 4

Tableau 1 - Paramètres poro-élastiques classiques.....	91
Tableau 2 - Valeurs des paramètres poro-élastiques déterminés à partir des essais hydrostatiques. ....	98
Tableau 3 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour le faciès A du minerai de fer sain.....	100
Tableau 4 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour le faciès A du minerai de fer vieilli (1930). ....	101
Tableau 5 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour le faciès B du minerai de fer sain.....	101
Tableau 6 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour les marnes intercalaires. ....	102
Tableau 7 - Paramètres du modèle pour le faciès ferrifère du minerai de fer sain.....	114

## Chapitre 5

Tableau 1 - Principaux résultats des essais de fluage, comparés aux essais monoaxiaux à court terme.....	125
Tableau 2 - Coefficients de la loi de fluage tridimensionnelle généralisée pour les 3 éprouvettes saturées.....	136

## Chapitre 6

Tableau 1 - à gauche : Paramètres du modèle pour le minerai de fer sain et sans effet d'échelle .....	156
- à droite : Paramètres du modèle pour les marnes saines et sans effet d'échelle. ....	156
Tableau 2 - à gauche : Paramètres du modèle pour le minerai de fer sain et avec un effet d'échelle.....	160
- à droite : Paramètres du modèle pour les marnes saines et avec un effet d'échelle. ....	160
Tableau 3 - à gauche : Paramètres du modèle pour le minerai de fer vieilli et avec effet d'échelle.....	162
- à droite : Paramètres du modèle pour les marnes vieilles et avec effet d'échelle. ....	162
Tableau 4 - Paramètres du modèle pour la loi de fluage du minerai de fer sain. ....	168

## Liste des figures

### Chapitre 1

Figure 1 - Coupe géologique du gisement de fer lorrain.....	14
Figure 2 - Etendue du bassin ferrifère lorrain.....	14
Figure 3 - Répartition verticale des faciès de minerai. ....	15
Figure 4 - Vue au MEB du minerai de fer sain.....	15
Figure 5 - Photographie d'un sondage réalisé dans la formation ferrifère. ....	16
Figure 6 - Exemples d'exploitations artisanales.....	17
Figure 7 - Schéma de la méthode d'exploitation par dépilage intégral. ....	17
Figure 8 - Schéma de la méthode d'exploitation partielle. ....	17
Figure 9 - Exemple d'un fontis. ....	20

Figure 10 - Exemple d'une instabilité de surface liée à un affaissement. ....	20
Figure 11 - Exemple de dégâts sur des bâtiments. ....	20
Figure 12 - Schéma d'une exploitation par chambres et piliers. ....	21
Figure 13 - La dynamique des effondrements miniers. ....	21
Figure 14 - Sondages verticaux et horizontaux réalisés dans la formation ferrifère. ....	22
Figure 15 - Logs stratigraphiques des sondages verticaux réalisés à Joeuf (Dagallier 1997). ....	24

## Chapitre 2

Figure 1 - Les différents types de pores dans un milieu poreux granulaire. ....	26
Figure 2 - Essais de compressibilité du squelette sur des cubes secs de minerai (gauche: faciès A, droite: faciès B). .....	30
Figure 3 - Isothermes d'adsorption-désorption à l'azote pour les 2 faciès du minerai de fer sain. ....	34
Figure 4 - Isothermes d'adsorption-désorption à l'azote pour les 2 échantillons de minerai de fer vieilli. ....	34
Figure 5 - Isothermes d'adsorption-désorption à l'azote pour l'intercalaire marneux sain et vieilli. ....	34
Figure 6 - Evolution de la teneur en eau et du degré de saturation en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère pour le minerai de fer sain (isothermes d'adsorption-désorption à l'eau). ....	37
Figure 7 - Evolution de la teneur en eau et du degré de saturation en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère pour les marnes saines (isothermes d'adsorption-désorption à l'eau). ....	38
Figure 8 - Evolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire (suction) pour le minerai sain. ....	38
Figure 9 - Evolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire (suction) pour les marnes. ....	39

## Chapitre 3

Figure 1 - Vue d'ensemble du minerai de fer sain prélevé dans une zone vierge de toute exploitation (Malavillers).44	44
Figure 2 - Phyllosilicates ferrifères cristallisés dans un vide et entourés du phyllosilicate diagénétique. ....	45
Figure 3 - Détail des phyllosilicates ferrifères cristallisés sous forme crêtée ("roses des sables"). ....	45
Figure 4 - Vue d'ensemble du minerai de fer prélevé au centre des piliers. ....	46
Figure 5 - à gauche : Carbonates de fer (sidérite) en bon état dans le ciment inter-oolithique. ....	46
- à droite : Traces d'altération et fissures dans la sidérite inter-oolithique. ....	46
Figure 6 - à gauche : Recristallisation de phyllosilicates ferrifères dans un vide de l'espace inter-oolithique. ....	47
- à droite : Recristallisation importante de phyllosilicates au détriment du phyllosilicate diagénétique. ....	47
Figure 7 - Oolithes écrasées par d'autres oolithes et dont le cortex découvert se dégrade. ....	47
Figure 8 - Néof ormation de paillettes dans le cortex intra-oolithique endommagé. ....	48
Figure 9 - Cristallisation de phyllosilicates dans un vide inter-oolithique du minerai prélevé en bord de pilier. ....	48
Figure 10 - Phyllosilicates néoformés dans un vide du minerai prélevé en bord de pilier. ....	49
Figure 11 - à gauche : Ciment inter-oolithique (1970) essentiellement composé de sidérite (couleur claire). ....	49
- à droite : Ciment inter-oolithique (1910) essentiellement composé de calcite (couleur sombre). ....	49
Figure 12 - Cristallisation d'une croûte d'oxydes à la surface des oolithes (gauche : 1930, droite : 1910). ....	50
Figure 13 - à gauche : Détail de la croûte d'oxydes de fer cristallisée en "nid d'abeille". ....	51
- à droite : Agrandissement de la vue de gauche laissant apparaître des phyllosilicates. ....	51
Figure 14 - Détachement de la croûte d'oxydes et déchaussement d'oolithes (échantillon 1930). ....	51
Figure 15 - Empreintes d'oolithes s'étant décollées d'autres oolithes (échantillon 1930). ....	51

Figure 16 - Diffractogramme aux rayons X réalisé sur un échantillon vieilli du minerai de fer de la couche grise (échantillon 1930).....	54
Figure 17 - Evolution en fonction du temps d'exposition de la teneur en carbonates du minerai de fer.....	56
Figure 18 - Evolution en fonction du temps d'exposition de la teneur relative de sidérite dans le ciment. ....	56
Figure 19 - à gauche : Amas de petits cristaux de pyrite dispersés finement dans le ciment argilo-carbonaté. ....	65
- à droite : Très fort grossissement d'un de ces amas de pyrite. ....	65
Figure 20 - à gauche : Amas de cristaux de pyrite de taille plus imposante et remplissant une cavité. ....	66
- à droite : Grossissement d'un amas de pyrites très saines et cristallisées sous forme cubique. ....	66
Figure 21 - à gauche : Vue d'ensemble du crassin avec des oolithes dispersées dans le ciment. ....	66
- à droite : Détail des argiles mêlées avec les carbonates.....	66
Figure 22 - Amas de pyrites très altérées par oxydation.....	67
Figure 23 - Dispositif expérimental pour l'essai de gonflement de type Huder-Amberg. ....	76
Figure 24 - Principe de l'essai de gonflement de type Huder-Amberg.....	77
Figure 25 - Exemple d'une courbe de gonflement à volume constant.....	79
Figure 26 - Résultat de l'essai de gonflement de type Huder-Amberg (eau du tunnel de Moyeuivre). ....	80

## Chapitre 4

Figure 1 - Photographie des différentes éprouvettes caractérisées mécaniquement. De gauche à droite : Faciès A sain, Faciès B sain, Faciès A vieilli (1930), Faciès B vieilli (1900-1910) et marne intercalaire saine. ....	85
Figure 2 - à gauche : Disposition schématique des jauges sur une éprouvette cylindrique. ....	86
- à droite : Photographie d'une éprouvette de laboratoire équipée pour un essai hydromécanique (à gauche) et pour un essai de traction (à droite).....	86
Figure 3 - Système d'asservissement des pressions (générateurs et logiciel). ....	86
Figure 4 - Cellule triaxiale installée sous une presse.....	87
Figure 5 - à gauche : Essai hydrostatique drainé réalisé sur le faciès ferrifère du minerai de fer sain (les volumes de fluide échangés en cours d'essais représentent la déformation du réseau poreux et sont représentés en couleur verte). ....	99
- à droite : Essai hydrostatique non-drainé réalisé sur le faciès ferrifère du minerai de fer sain (la pression interstitielle mesurée en cours d'essai est représentée avec un facteur multiplicateur et en couleur verte). ....	99
Figure 6 - à gauche : Essai de compressibilité de la matrice sur le faciès ferrifère du minerai de fer.....	99
- à droite : Essai de compressibilité de la matrice sur le faciès carbonaté du minerai de fer. ....	99
Figure 7 - Les différents seuils dans le comportement du minerai de fer (essai triaxial non drainé).....	103
Figure 9 - Déformations axiales du faciès ferrifère du minerai de fer sain (essais triaxiaux non drainés). ....	104
Figure 10 - Déformations axiales du faciès ferrifère du minerai de fer vieilli de 1930 (essais triaxiaux non drainés). ....	104
Figure 11 - Déformations axiales du faciès carbonaté du minerai de fer sain (essais triaxiaux non drainés).....	105
Figure 12 - Eprouvettes du minerai carbonaté sain après essai triaxial. ....	105
Figure 13 - Eprouvettes de marnes après essai triaxial.....	105
Figure 14 - Déformations axiales des marnes intercalaires (essais triaxiaux non drainés).....	106
Figure 15 - Représentation des surfaces de charge caractéristiques pour le minerai de fer sain dans le plan p (contrainte moyenne effective), q (déviateur).....	108
Figure 16 - Représentation de la surface de charge dans le plan $\pi$ pour $R_s = 0.8$ .....	108
Figure 17 - Détermination du paramètre a de la règle d'écrouissage positive.....	112
Figure 18 - Détermination du coefficient de dilatance $\beta$ définissant le potentiel plastique.....	113

Figure 19 - Comparaison entre la simulation du modèle et les courbes expérimentales pour un essai triaxial non drainé à 4 MPa de confinement. ....	114
Figure 20 - à gauche : Validation du modèle par simulation d'une extension latérale non drainée. ....	115
- à droite : Validation du modèle par simulation d'une extension latérale non drainée à contrainte moyenne constante.....	115
Figure 21 - à gauche : Surfaces de charge caractéristiques du faciès carbonaté du minerai de fer sain. ....	115
- à droite : Surfaces de charge caractéristiques des marnes intercalaires saines.....	115
Figure 22 - à gauche : Surfaces de charge caractéristiques du faciès ferrifère du minerai de fer sain.....	116
- à droite : Surfaces de charge caractéristiques du faciès ferrifère du minerai de fer vieilli (1930). ....	116
Figure 23 - à gauche : Surfaces de rupture du faciès ferrifère du minerai de fer sain et vieilli (1930). ....	117
- à droite : Surfaces de rupture pour le faciès carbonaté du minerai de fer vieilli (1910).....	117
Figure 24 - Surfaces de rupture du faciès ferrifère du minerai de fer sain et vieilli (1970). ....	117

## Chapitre 5

Figure 1 - Eprouvette équipée et installée dans une cellule destinée à être immergée.....	121
Figure 2 - Eprouvette équipée et installée dans la cellule étanche à atmosphère saturée avant (à gauche) et après (à droite) équilibre hydrique.....	121
Figure 3 - Dispositif expérimental : cellules de fluage montées en série.....	122
Figure 4 - Courbes d'étalonnage des capteurs LVDT's axiaux.....	122
Figure 5 - Conditions de saturation des éprouvettes de la première série d'essais.....	124
Figure 6 - Courbes de fluage sur des éprouvettes initialement à atmosphère ambiante puis immergées d'eau à 13.2 MPa (à gauche) et à 17.6 MPa (à droite). 100 % Rc = 22 MPa.....	126
Figure 7 - Courbes de fluage obtenues à partir d'une éprouvette saturée (100 % Rc = 22 MPa). ....	127
Figure 8 - Déformations différées obtenues à partir d'un essai de fluage multi-paliers sur une éprouvette saturée. ....	127
Figure 9 - Courbes de fluage radiales (éprouvette à atmosphère ambiante). ....	127
Figure 10 - à gauche : Influence de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique.....	128
- à droite : Surfaces équipotentielles de l'écoulement (d'après Lemaitre et al. 1985).....	128
Figure 11 - à gauche : Evolution dans le temps de la déformation volumique différée et de la distorsion différée. ....	134
- à droite : Détermination du coefficient de dilatance différé. ....	134
Figure 12 - Comparaison de la variable d'écrouissage expérimentale avec la simulation du modèle (les chargements instantanés ne sont pas représentés). ....	135
Figure 13 - Comparaison des déformations de fluage (axiales et radiales) expérimentales avec la simulation du modèle (les chargements instantanés ne sont pas représentés). ....	136
Figure 14 - Simulation d'un essai de fluage avec paramétrage de la loi sur les 4 premiers paliers seulement.....	137
Figure 15 - Simulations d'un essai de fluage en fonction du nombre de paliers paramétrés. ....	137
Figure 16 - Simulation d'un palier de fluage sur une durée plus longue que le palier expérimental. ....	138
Figure 17 - Courbes limites classiques pour le fluage. ....	140

## Chapitre 6

Figure 1 - Représentation des différentes surfaces (charge, composite, transition) dans le plan de Mohr.....	144
Figure 2 - Algorithme d'implantation de la loi élasto-plastique dans le code FLAC. ....	147

Figure 3 - Géométrie de l'éprouvette sur laquelle est réalisée la simulation pour la validation de l'implantation de la loi de plasticité instantanée. ....	147
Figure 4 - Comparaison entre les solutions numérique et analytique d'un essai d'extension latérale. ....	147
Figure 5 - Algorithme d'implantation de la loi de fluage dans le code FLAC. ....	149
Figure 6 - Comparaison entre les solutions numérique et analytique d'un essai de fluage. ....	150
Figure 7 - Réduction des forces de cohésion et de l'enveloppe de rupture pendant le fluage. ....	152
Figure 8 - Courbes d'érouissage à différentes vitesses obtenues par simulation numérique à partir de la superposition de la loi élasto-plastique et de la loi de fluage (essai triaxial à $P_c = 1$ MPa sur le minéral de fer). ....	153
Figure 9 - Phase post-pic des courbes d'érouissage à différentes vitesses. ....	154
Figure 10 - Géométrie du modèle général utilisé pour les simulations. ....	155
Figure 11 - Maillage pour le modèle à 2 couches exploitées. ....	155
Figure 12 - Isovaleurs de la contrainte verticale dans le modèle (recouvrement de 200 m). ....	157
Figure 13 - Profil de la contrainte verticale à mi-hauteur du pilier (du centre au bord). ....	157
Figure 14 - Isovaleurs du déviateur des contraintes $q$ dans le modèle. ....	158
Figure 15 - Isovaleurs de la contrainte moyenne dans le modèle. ....	158
Figure 16 - Vecteurs de déplacement dans le modèle après équilibre. ....	159
Figure 17 - Déformation fortement amplifiée de la grille. ....	160
Figure 18 - Isovaleurs de la contrainte horizontale $x$ dans le pilier, au toit et au mur. ....	161
Figure 19 - Isovaleurs de la contrainte horizontale $z$ dans le pilier, au toit et au mur. ....	161
Figure 20 - Etendue de la zone vieillie dans le modèle (pilier de grise, toit et mur). ....	162
Figure 21 - Isovaleurs de la distorsion plastique dans le modèle. ....	163
Figure 22 - Etendue de la zone vieillie dans le modèle à 2 piliers superposés. ....	164
Figure 23 - Isovaleurs de la contrainte verticale dans le modèle à 2 piliers superposés. ....	164
Figure 24 - Vecteurs de déplacement dans le modèle à 2 piliers superposés après équilibre. ....	165
Figure 25 - à gauche : Profil du déplacement horizontal au bord des piliers (de la base au sommet). ....	165
- à droite : Profil du déplacement vertical au toit des chambres (du bord de pilier à l'axe de symétrie). ....	165
Figure 26 - Isovaleurs de la contrainte verticale dans le modèle à 2 piliers superposés ( $\tau = 66\%$ ). ....	166
Figure 27 - Isovaleurs de la distorsion plastique dans le modèle à 2 piliers superposés ( $\tau = 66\%$ ). ....	167
Figure 28 - Isovaleurs de l'indicateur de plasticité dans le modèle (bleu : élastique; vert : rupture fragile; violet: érouissage positif). ....	167
Figure 29 - Isovaleurs de $f_0$ (en MPa) dans le pilier après 1 jour. ....	169
Figure 30 - Isovaleurs de la distorsion de fluage dans le pilier (prise en compte de l'effet d'échelle et du vieillissement dans la calcul instantané initial). ....	170
Figure 31 - Profil du déplacement horizontal au bord du pilier (de la base au sommet) en fonction du temps de fluage. ....	171
Figure 32 - Déplacement horizontal au bord du pilier en fonction du temps de fluage à 2 hauteurs différentes. ....	171
Figure 33 - Profil du déplacement vertical au toit de la chambre (du bord du pilier au centre de la chambre) en fonction du temps de fluage. ....	172
Figure 34 - Déplacement vertical en fonction du temps de fluage au toit de la chambre (au centre de la galerie). ....	172
Figure 35 - Isovaleurs de l'indicateur de fluage dans le pilier (bleu : fluage; rouge : élastique mais fluage dans le passé; violet : phase de rupture post-pic ). ....	174
Figure 36 - Isovaleurs de $f_0$ (en MPa) dans le pilier à 2 temps de simulation différents. ....	175
Figure 37 - Isovaleurs de la distorsion de fluage dans le pilier à 2 temps de simulation différents. ....	175

## LISTE DES SYMBOLES

Symbole	Signification
$\Omega_d$	Potentiel de dissipation plastique différé
$f_d$	Fonction critère de plasticité déviatorique
$\alpha$	Règle d'écrouissage positif
$C$	Règle d'écrouissage négatif
$g_d$	Potentiel plastique déviatorique
$V_k$	Variable interne
$\varphi$	Potentiel de dissipation
$\varphi^*$	Potentiel dual de dissipation
$A_k$	Variable thermodynamique associée
$\Psi$	Potentiel d'énergie libre spécifique
$\rho$	Masse volumique
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	Tenseur des déformations
$\varepsilon_i$	Composantes principales du tenseur des déformations
$\underline{e}$	Tenseur déviateur des déformations
$\underline{\underline{\varepsilon}}^{el}$	Tenseur des déformations élastiques
$\underline{\underline{\varepsilon}}^p$	Tenseur des déformations plastiques
$\underline{\underline{\varepsilon}}^d$	Tenseur des déformations différées
$\underline{\underline{\varepsilon}}^{in}$	Tenseur des déformations inélastiques
$\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^p$	Distorsion plastique équivalente
$\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^d$	Distorsion plastique différée équivalente
$\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^{in}$	Distorsion plastique inélastique équivalente
$\underline{\underline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes
$\sigma_i$	Composantes principales du tenseur des contraintes
$\underline{s}$	Tenseur déviateur des contraintes
$p$	Premier invariant du déviateur des contraintes
$q$	Deuxième invariant du déviateur des contraintes
$tg \delta$	Coefficient de dilatance de la plasticité différée
$\beta$	Coefficient de dilatance de la plasticité instantanée
$\lambda$	Multiplicateur de plasticité
$t, \tau$	Temps

## LISTE DES OPERATEURS

Opérateur	Signification
$X$	Scalaire
$\dot{X}$	Dérivée temporelle de $X \left( = \frac{dX}{dt} \right)$
$\underline{X}$	Tenseur de second ordre, de composantes $X_{ij}$
$tr \underline{X}$	trace de $\underline{X}$ : $tr \underline{X} = X_{ii}$
$tr \underline{X}^2$	trace de $\underline{X}^2$ : $tr \underline{X}^2 = \underline{X} : \underline{X}$
$\underline{X} : \underline{X}$	Double produit contracté de $\underline{X}$ par $\underline{X}$ : $\underline{X} : \underline{X} = X_{11}^2 + X_{22}^2 + X_{33}^2$
$H(x)$	$H(x) = 1$ si $x \geq 0$ , $H(x) = 0$ si $x < 0$
$\tilde{H}(x)$	$\tilde{H}(x) = 1 - H(x)$
$\langle x \rangle$	$\langle x \rangle = x$ si $x > 0$ , $\langle x \rangle = 0$ si $x < 0$
$\underline{e}$	déviateur de $\underline{\varepsilon}$ : $\underline{e} = \underline{\varepsilon} - \frac{1}{3} tr \underline{\varepsilon}$
$\underline{s}$	déviateur de $\underline{\sigma}$ : $\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3} tr \underline{\sigma}$
$X_I$	premier invariant de $\underline{X}$ : $X_I = tr \underline{X}$
$I_I$	premier invariant du déviateur des contraintes
$X_{II}$	deuxième invariant de $\underline{X}$ : $X_{II} = \frac{1}{2} tr \underline{X}^2$
$J_2$	2 <sup>è</sup> invariant du déviateur des contraintes
$\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^p$	Invariant du déviateur des déformations plastiques
<p>En pratique, on choisit des invariants homogènes qui s'identifient en compression simple avec la première composante du tenseur :</p> <p style="text-align: center;"><math>p</math></p> <p style="text-align: center;"><math>q</math></p> <p style="text-align: center;"><math>\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^p</math></p>	<p>- contrainte moyenne</p> $p = \frac{1}{3} I_I = \frac{1}{3} tr \underline{\sigma} = \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3}$ <p>- contrainte déviatorique</p> $q = \sqrt{3 J_2} = \sqrt{\frac{3}{2} tr \underline{\sigma}^2} = \sqrt{\frac{3}{2} (s_{11}^2 + s_{22}^2 + s_{33}^2)}$ <p style="text-align: center;"><math>q = \sigma_{11} - \sigma_{22}</math> en compression axisymétrique</p> <p>- distorsion plastique équivalente</p> $\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^p = \sqrt{\frac{2}{3} tr \underline{e}^2} = \sqrt{\frac{2}{3} (e_{11}^2 + e_{22}^2 + e_{33}^2)}$ <p style="text-align: center;"><math>\gamma_{\dot{\varepsilon}q}^p = \frac{2}{3} (\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22})</math> en compression axisymétrique</p>

## Résumé

Des effondrements d'anciennes exploitations de minerai de fer, formées de chambres et piliers, se produisent en Lorraine dans des zones occupées par les infrastructures et les habitations. Les stots de protection, censés protéger ces zones sensibles, sont abandonnés depuis près de 100 ans pour certains et les piliers sont ainsi exposés à l'atmosphère minière. L'inondation des galeries, provoquée par l'arrêt des pompes d'exhaure, a pu être invoquée pour expliquer des effondrements localisés. L'objet de ce travail de thèse est d'apporter des éléments de solution susceptibles d'expliquer ces effondrements. Pour cela, on établit un modèle de comportement rhéologique à court et à long terme pour les roches de la formation ferrifère à partir d'études expérimentales. Les roches caractérisées sont le minerai de fer de la couche grise et les intercalaires marneux formant le toit des galeries exploitées de grise.

L'étude des caractéristiques physiques du minerai de fer et des marnes intercalaires a été réalisée. Le vieillissement minéralogique du minerai de fer formant les piliers et exposé à l'atmosphère minière oxydante a été prouvé, de même que l'influence des bactéries sur ce phénomène. Le vieillissement s'inscrit à la suite du processus d'évolution diagénétique et se traduit à l'échelle macroscopique par une diminution des propriétés mécaniques de la roche, notamment sa cohésion, dans des proportions importantes.

Le comportement mécanique des roches a été étudié à partir d'une série d'essais hydromécaniques ayant servi de base à l'élaboration d'une loi de comportement élasto-plastique. Cette loi continue permet de reproduire le comportement du matériau dans les phases pré- et post-pic. L'étude du comportement différé du minerai de fer a nécessité la réalisation d'essais de fluage, conduits par paliers successifs de contrainte et en compression monoaxiale. Une loi de fluage, basée sur une généralisation du modèle de Lemaitre au cas des matériaux plastiquement dilatants comme le minerai de fer, a été proposée. La loi de fluage a été couplée à la loi élasto-plastique afin de prendre en compte leur influence mutuelle.

La bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les simulations numériques et analytiques ont montré la capacité du modèle couplé à prédire le comportement à court et à long terme des roches étudiées. Ces lois ont été implantées dans un code de calcul numérique. Dans un cadre continu et en considérant une géométrie bidimensionnelle, les simulations ont montré que l'augmentation du taux de défrètement, le vieillissement, ainsi que les effets différés sont les paramètres qui déterminent la stabilité à court ou à long terme d'un modèle pilier-chambre.

## Abstract

Mining collapses occur in Lorraine above old room-and-pillar iron mines. However, these partial recovery areas are always filled by houses and surface infrastructures. The safety pillars, which are supposed to protect sensitive zones, are abandoned since many decades (a century for some ones) and exposed to the mining atmosphere. The mine flooding, caused by drainage pumps stop, can explain some mining collapses. The purpose of this work is to put some solutions to these collapses. So, a rheological model to predict the short- and long-term behaviour is proposed from laboratory tests performed on the mine rocks. The studied rocks are iron ore "gray" layer and marlaceous interlayer of the "gray" layer roof.

The study of iron ore and marlaceous interlayer physical properties was carried out. The mineralogical ageing of iron ore pillars exposed to the mining atmosphere and the bacteria action on this phenomenon, were shown. The ageing differs from diagenetic evolution and results on a macroscopic scale in an important decrease of iron ore mechanical properties as the cohesion.

The rocks mechanical behaviour was studied from hydromechanical laboratory tests and a constitutive law was proposed. This continuous law allows predicting the material behaviour in pre- and post-peak regions. A long-term constitutive law was also proposed according to creep tests performed on iron ore. It consists in a generalization of the three-dimensional Lemaitre law for materials with plastic dilatancy as the iron ore. In order to take account of the mutual influence between plasticity and creep, both laws were coupled.

The good agreement between experimental curves and the numerical and analytical simulations showed the capacity of the coupled model to predict the short- and long-term behaviour of the studied rocks. The implantation of these laws in a numerical code was performed. Within a coupled framework and by considering a two-dimensional geometry, simulations showed that extraction proportion increase, ageing and creep are the parameters that determine the short or long-term stability of room and pillar systems.

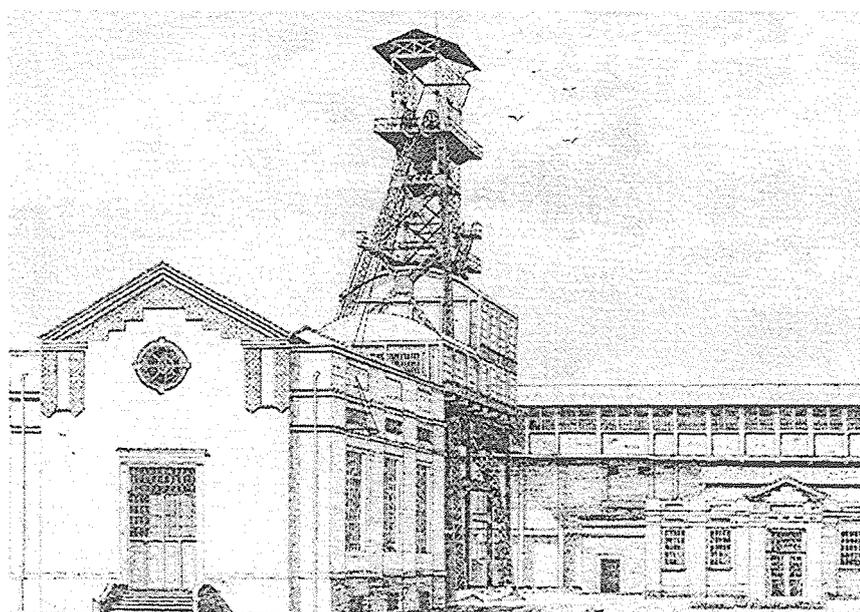
**Mots-clés :** mines de fer, effondrements, vieillissement, eau, comportement hydromécanique, fluage, couplage.

**Key words :** iron mines, collapses, ageing, water, hydromechanical behaviour, creep, coupled laws.

# CHAPITRE 1

## Cadre général

### 1.1 INTRODUCTION



*Mine de la Mourière à Piennes Puits II (1927).*

Pendant près d'un siècle, l'exploitation des mines de fer de Lorraine a généralement été conduite suivant la méthode des chambres et piliers. Dans la plupart des cas, la méthode d'exploitation consistait en un foudroyage des piliers résiduels. Cependant, dans les zones sensibles telles que sous les localités et les infrastructures, une méthode d'exploitation partielle a été employée : les chambres et piliers abandonnés qui constituent ainsi des stots de protection. Ces stots sont abandonnés depuis près de 100 ans pour certains. Dans ces zones d'exploitation partielle, les phénomènes d'effondrement qui se sont produits ont été précédés de la rupture des piliers abandonnés.

Pendant la phase d'exploitation, des effondrements occasionnant des désordres en surface se sont produits (§1.5). L'arrêt des exploitations en 1997 a entraîné la fin des pompages d'exhaure et donc la remontée des eaux karstiques qui s'infiltrèrent le long des fractures induites par les travaux miniers. Des effondrements se sont produits en 1996, 1997 et 1999 et le lien avec l'envoyage a été mis en avant. Un important programme de recherche a alors été mis en place pour résoudre les problèmes qui se posent en regard de la sécurité en surface et donc de l'aménagement du territoire. Ce programme, intitulé GISOS (Groupement de recherche sur l'Impact et la Sécurité des Ouvrages Souterrains), associe le Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM), l'Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques (INERIS), et enfin l'Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL) qui est représenté par le Laboratoire Environnement Géomécanique et Ouvrages (LaEGO) commun à l'Ecole des Mines et à l'Ecole de Géologie de Nancy. Le programme de recherche de ce groupement est organisé autour des 3 axes suivants :

- Axe 1 : Comportement des terrains et impact en surface des ouvrages souterrains.
- Axe 2 : Impact des ouvrages souterrains sur les eaux.
- Axe 3 : Gestion des risques liés aux ouvrages souterrains.

Le travail présenté dans ce mémoire de thèse se situe au niveau du premier axe, et a été réalisé grâce à des subventions des Ministères de la Recherche et de l'Industrie dans le cadre du GISOS, ainsi que sur des crédits du Pôle européen Nancy-Metz.

## 1.2 LA LORRAINE MINIERE ET SON BASSIN FERRIFERE



Mine Carl Lueg (début des années 20).

La Lorraine a été et est encore une des régions minières les plus importantes de France. Des ressources stratégiques importantes y ont été exploitées, certaines le sont toujours (sel et charbon), de manière intensive depuis le début du siècle, modifiant ainsi profondément l'économie, la sociologie et le paysage de la région. La population Lorraine a ainsi connu dans ce siècle une évolution contrastée marquée par 4 grandes périodes : la forte croissance du début du siècle, l'effet négatif des deux guerres mondiales, la forte reprise des années 50 et 60, et enfin la lente érosion démographique qui l'affecte depuis ces trois dernières décennies.

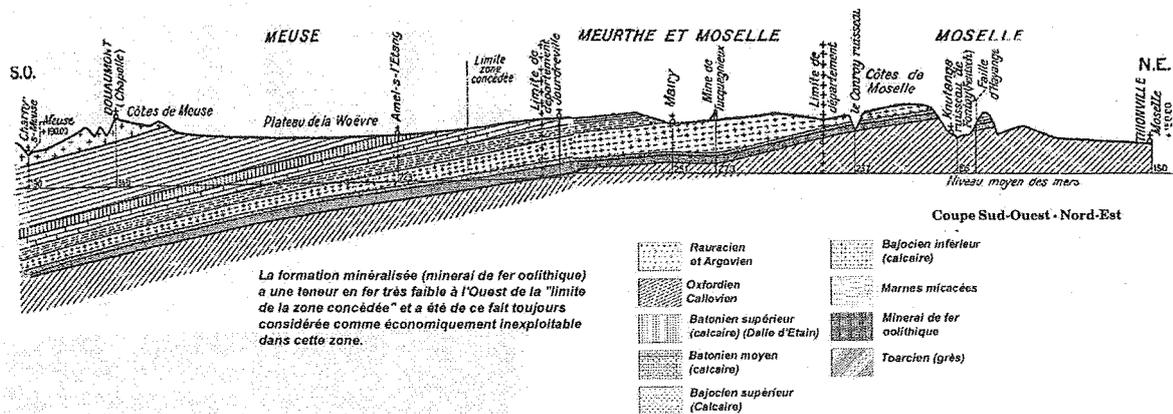
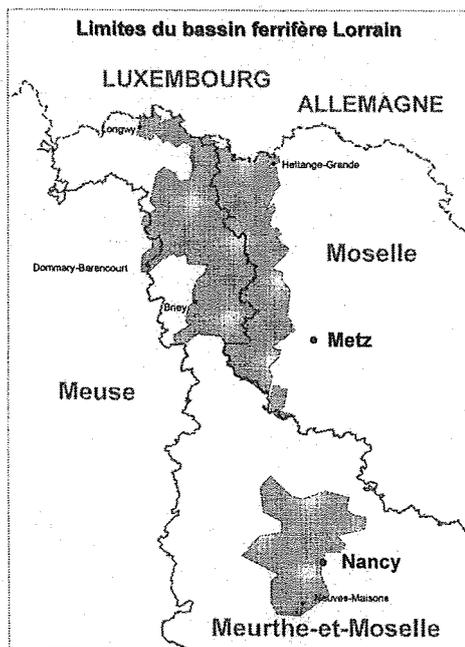


Figure 1 - Coupe géologique du gisement de fer lorrain.



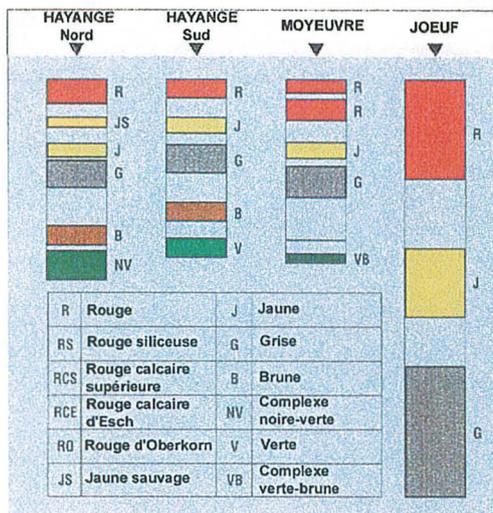
Le minéral de fer lorrain représentait un gisement unique au monde par son étendue. Le bassin ferrifère s'étend sur 120 km de long du Nord au Sud, de la frontière luxembourgeoise, où le minéral affleure, au sud de Nancy, et sur 50 km de large d'Ouest en Est. Il est divisé en 2 parties principales : le bassin de Briey-Longwy-Thionville au nord, d'une superficie de 1300 km<sup>2</sup>, et le bassin de Nancy plus au sud, d'une superficie de 380 km<sup>2</sup> (Fig. 2).

La concentration minérale concerne les terrains du Toarcien et de l'Aalénien d'âge voisin de 180 millions d'années (Fig. 1). Le gisement de fer a une puissance totale maximale de 60 mètres et dans les mines les plus profondes, le minéral de fer est surmonté par une couverture rocheuse de 250 mètres (mine d'Aermont-Dommary). Le gisement de fer a une structure subtabulaire dont les couches s'enfoncent en pente douce vers l'Ouest (pendage d'environ 3 %). Le gisement est presque superficiel au Nord-Est, il s'enfonce régulièrement au Sud-Ouest et forme trois énormes lentilles qui constituent les bassins de Longwy, Briey et Nancy.

Figure 2 - Etendue du bassin ferrifère lorrain.

La formation ferrifère est constituée d'une alternance de couches ferrifères, le minerai exploité, et de couches moins riches en fer appelées communément "marnes intercalaires", formées en fait d'une succession d'argilites, de siltites et de carbonates. Le faciès minéralisé contient une teneur en fer moyenne de 30 à 35 %. Cette teneur relativement faible a valu au minerai de fer lorrain le qualificatif de "minette".

### 1.3 DESCRIPTION DES FACIÈS LITHOLOGIQUES



Le minerai de fer du gisement lorrain se présente donc sous forme de couches sédimentaires. La puissance des couches est variable : de 2.5 m à 10 m à l'Est, et à l'Ouest elles sont trop minces pour être exploitées.

Les différentes couches de minerai, séparées par les intercalaires plus argileux et carbonatés, sont désignées par une couleur (successivement du sommet à la base du gisement : rouge, jaune sauvage, jaune principale, grise, brune, noire et verte), terme de mineurs, et chaque couche a des épaisseurs et des teneurs en fer variables. La répartition verticale des différents faciès est représentée sur la figure 3 (source Géodéris). La formation ferrifère est donc très hétérogène. Ce caractère est très important car l'hétérogénéité de formation va se traduire par des variations du comportement mécanique et par une sensibilité différente aux conditions physico-chimiques environnantes (vieillessement). Il s'agit d'un milieu très poreux et relativement perméable et sa texture est de type oolithique.

Figure 3 - Répartition verticale des faciès de minerai.

Chaque couche de minerai s'inscrit dans une séquence de trois termes lithologiques élaborée en milieu littoral (Bubenicek 1961, Teysse, 1989) comportant de haut en bas :

- Un niveau calcaire coquillier grossier (pied de couche).
- Le minerai constitué d'une ferri-arénite.
- Un intercalaire de siltite argileuse et carbonatée.

La couche la plus exploitée est la couche grise dont la description complète est la suivante, du sommet à la base (Pineau 1978) : le crassin, une arénite à structure entrecroisée non argileuse, une arénite à éléments moyens (à structure entrecroisée avec des lentilles argileuses), une arénite à éléments fins (à structure entrecroisée avec des lentilles argileuses), une argilite ayant des particules détritiques à structure contournée, et une argilite litée grise peu quartzuse. Suivant les endroits, tel faciès sera plus ou moins développé, du sommet à la base. Habituellement la ferri-arénite d'un minerai sain comporte une fraction riche en oolithes jointives d'un hydroxyde de fer, la goethite, identifiée à partir d'analyses effectuées au diffractomètre à rayons X (chapitre 3).



Cet ensemble à grains jointifs (Fig. 4) s'organise de 2 façons différentes, suivant la taille de l'oolithe. A leur taille maximale (millimétrique), les oolithes s'organisent sous la forme d'une structure entrecroisée de dimension variable. Il en résulte une forte hétérogénéité et une anisotropie du minerai de dimensions variables dans l'espace (Pineau 1978). Dans le cas où l'oolithe est très fine, le ciment est alors nettement plus argileux et l'organisation correspond à une structure contournée. En général, les oolithes sont cimentées par un assemblage de calcite, sidérite et de phyllosilicates en proportions variées.

Les oolithes de goethite comportent en moyenne, comme nous le verrons plus tard et plus en détail, environ 11 % d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 9 % de SiO<sub>2</sub> ainsi que 3 à 7 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, d'après les spectres d'analyse réalisés au MEB (Grgic *et al.* 2001).

Figure 4 - Vue au MEB du minerai de fer sain.

Les cortex oolithiques montrent des couches concentriques dont la formation serait liée à des processus biochimiques (Burkhalter 1995, Konhauser 1998); ils renferment parfois quelques phyllithes argileuses. D'autres éléments détritiques, fragments carbonatés de coquilles, quartz, débris phosphatés d'os, s'y associent (Dagallier 1997).

Le ciment de calcite est souvent enrichi en fer et il existe sans doute tous les intermédiaires possibles entre la calcite et la sidérite plus ou moins magnésienne (pôle ankéritique), et ce en toutes proportions. Un phyllosilicate diagénétique, de teinte verte, y est généralement associé; il s'agit d'une espèce très ferrifère, considérée depuis toujours comme étant de la chamosite (Bubenicek 1970). Celle-ci forme souvent un liséré autour des fragments détritiques ou remplit, avec ou sans sidérite associée, la totalité de l'espace inter-oolithique. Elle comporte en général une proportion de  $\text{SiO}_2$  (près de 30%) 1.5 à 2 fois plus élevée que celle d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Le faciès le plus commun du minerai de fer est la **ferri-arénite**, plus riche en fer et en oolithes (Fig. 5). L'autre faciès caractéristique est la **bio-calcirudite**, plus riche en calcaire et renfermant des fragments de coquilles. Le minerai de fer se présente donc sous la forme d'une superposition de faisceaux de ces 2 termes ferrugineux et carbonaté, intimement associés et à litage oblique. La photographie ci-dessous représente un sondage prélevé à Joeuf (54) et où on peut discerner cette alternance de faciès du minerai de fer.

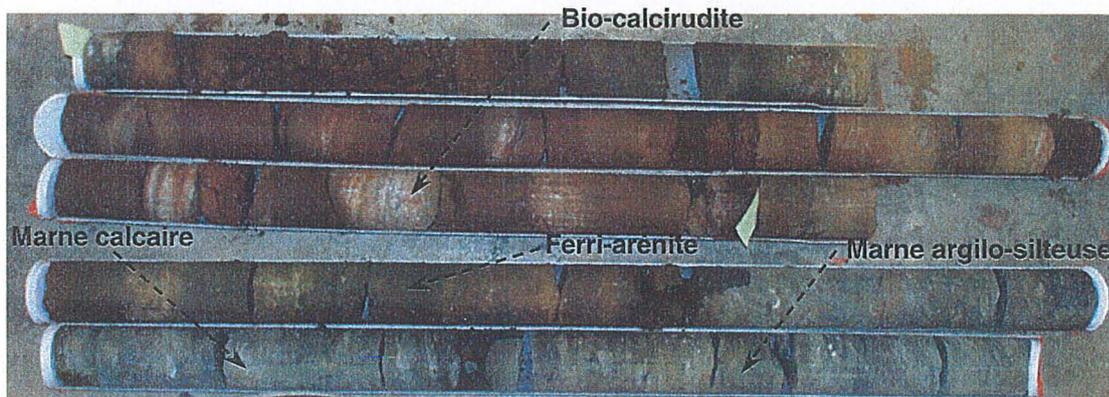


Figure 5 - Photographie d'un sondage réalisé dans la formation ferrifère.

Les marnes intercalaires forment le toit des chambres exploitées. Il s'agit en fait de **siltites argileuses et carbonatées** s'organisant en rythmes décimétriques à pluridécimétriques et dont la composition est alternativement plus **calcaire** (parties claires) et plus **argilo-silteuse** (parties sombres). Bubenicek (1970) a en effet montré que ces intercalaires présentaient toujours de bas en haut une variation de leur composition avec successivement des pôles argileux, silteux puis carbonaté. Dans les termes plus calcaires, on trouve la présence de joints stylolithiques liés à une dissolution diagénétique. Les fragments remaniés riches en chlorite sont fréquents et certains niveaux renferment des oolithes ferrugineuses ainsi que des grains d'oxydes de fer dispersés dans le ciment. On observe également la présence de quartz et de quelques feldspaths détritiques, des fragments de coquilles et de fines paillettes micacées et de chlorite verdâtre. Quelques débris phosphatés et de tourmaline ainsi qu'un grand nombre de petits grains de pyrite se trouvent disséminés dans le ciment (Dagallier 1997).

La bioturbation (action d'organismes fouisseurs) à l'époque du dépôt de ces sédiments a entraîné une très grande hétérogénéité centimétrique de ces roches dont la cohésion est assurée par un ciment argileux et/ou siliceux dans les fractions les plus silteuses, et par un ciment carbonaté bien cristallisé dans les fractions les plus coquillères.

Les marnes sont en général plus argileuses près du toit des galeries, au niveau du crassin; elles y sont donc plus sensibles aux phénomènes de gonflement et de délitement. Un échantillon, prélevé dans le stot de Tressange à partir d'un bloc détaché du toit de la couche grise dans une galerie exploitée en 1995, s'est complètement délité après quelques semaines. Les propriétés mécaniques des marnes peuvent donc être très altérées. Mais en général ces marnes se tiennent bien dans le temps, l'abondance du ciment carbonaté et donc la force des liens diagénétiques le permettant.

## 1.4 LES METHODES D'EXPLOITATION : CHAMBRES ET PILIERS

Le domaine d'application de la méthode des chambres et piliers concerne des pendages de 0 à 15°. Des mineurs creusent dans la couche, entre toit et mur, des séries de galeries parallèles, les chambres, entre lesquelles des bandes non exploitées servent de soutènement (ce sont les piliers). Pour augmenter le taux de récupération du minerai, on pratique régulièrement dans les piliers des ouvertures, les recoupes, creusées perpendiculairement aux chambres. Les piliers peuvent être abandonnés, ou foudroyés (on provoque leur effondrement) en fin d'exploitation. Les techniques d'exploitation ont évidemment évolué depuis le moyen-âge.

### ➤ Exploitations artisanales (17<sup>ème</sup> au 19<sup>ème</sup> siècle)

Les premières exploitations, de type artisanale (Fig. 6), ont été menées à partir de l'affleurement de la couche en s'enfonçant progressivement et en laissant des piliers résiduels de soutien, de formes et de tailles très diverses. Les galeries sont partiellement remblayées avec des blocs de stérile empilés pour soutenir le toit. Après la première guerre mondiale, les méthodes d'exploitations modernes ont été classées en 2 catégories selon qu'elles laissent ou non subsister des vides souterrains.



Figure 6 - Exemples d'exploitations artisanales.

### ➤ Dépilage intégral en terrain vierge : méthode d'exploitation totale

Ce type d'exploitation, mené sous les zones inoccupées, consiste à découper le gisement en panneaux, puis à tracer des chambres (5 mètres de large en moyenne) et à découper des piliers (15 à 20 mètres de long). Ces piliers sont repris dans l'opération de dépilage qui consiste à ne laisser subsister que des piliers résiduels (quilles) qui sont rapidement abattus à l'explosif (torpillage). On provoque ainsi un effondrement contrôlé du toit qui se traduit par un affaissement jusqu'en surface assez rapide où à faible échéance. Dans les cinq ans, les terrains sont naturellement compactés et on n'observe plus de mouvement décelable en surface.

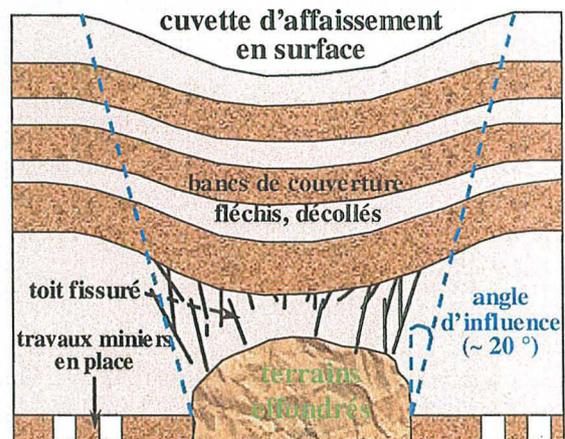


Figure 7 - Schéma de la méthode d'exploitation par dépilage intégral.

### ➤ Stots de protection

Il s'agit d'une méthode d'exploitation partielle. Pour préserver les habitations, le service des mines du bassin lorrain, responsable de l'attribution des concessions aux exploitants, avait imposé une extraction partielle du minerai sous les villes et villages. Cette méthode consistait donc à laisser subsister, après découpage et traçage, des piliers de soutien de taille plus importante (10 à 25 mètres d'épaisseur) sous les zones habitées et les infrastructures. Ces exploitations constituent dans ce cas des stots de protection. Les piliers qui restent en place supportent ainsi l'ensemble du recouvrement jusqu'au jour et protègent la surface. La sollicitation dans les piliers est d'autant plus importante que la profondeur des travaux est grande et que le taux de défructement est élevé. L'exploitation de plusieurs couches induit également de fortes contraintes dans les piliers mal superposés.

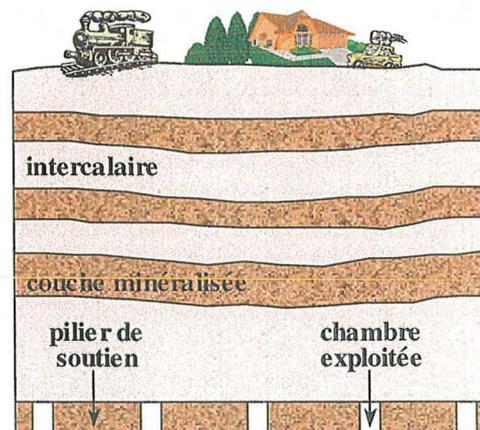


Figure 8 - Schéma de la méthode d'exploitation partielle.

## 1.5 LES EFFONDREMENTS MINIERS

Le tableau 1 répertorie les différents effondrements miniers bien documentés, ainsi que leur caractéristiques (de gauche à droite : taux de défrètement, profondeur de la zone effondrée, épaisseur des couches exploitées, contrainte naturelle maximale sur les piliers à partir de la théorie de l'aire tributaire, surface du pilier, et dynamique de l'effondrement), survenus en Lorraine depuis le début du siècle.

Dans une mine de fer, un paramètre essentiel est le taux de minerai prélevé dans une couche, appelé " taux de défrètement ". C'est le rapport des surfaces de minerai extrait sur celles de minerai laissé en place. Ce taux a souvent atteint 50 %, voire 70 à 75 %, à l'époque des premières exploitations. A la suite d'une série d'effondrements dans les années 1970, les calculs et les prévisions de stabilité de terrains en surface ont été revus; en 1983, le taux de défrètement a ainsi été limité à 30 %. Cependant, même les concessions récentes exploitées dans ces conditions ne sont pas à l'abri d'effondrements lorsqu'elles sont à l'aplomb d'exploitations antérieures. C'est, par exemple, le cas de l'effondrement de novembre 1996 à Auboué.

Tableau 1 - Historique des effondrements miniers survenus dans le bassin ferrifère lorrain.

Localisation	Defrètement (%)	H (m)	W_Cum (m)	Sig_Tot (MPa)	Surface (m <sup>2</sup> )	Type
Audun-le_Tiche 1902	0,7	122	13,5	10,17	220	Brutal
Escherange 1919	0,65	170	6	17,61	420	Brutal
Sainte-Marie 1932	0,65	153	5	15,85	120	Brutal
Moutiers 1940	0,7	121	11	10,08	100	Brutal
Jamy 1949	0,56	200	5	11,36	99	Progressif
Roncourt 1954	0,7	147	7,5	14,70	140	Brutal
Roncourt 1959	0,75	140	5	16,80	144	Brutal
Auboué 1972	0,45	150	6	12,00	720	Progressif
Rochonvillers 1973	0,62	190	4,5	15,00	78	Brutal
Rochonvillers 1974	0,61	190	4,5	14,60	75	Brutal
Crusnes 1977	0,5	180	3,8	10,80	275	Progressif
Ville-au-Montois 1982	0,55	166	4,5	9,22	382	Progressif
Auboué, 1996 Coinville	0,53	170	5	10,85	42	Progressif
Auboué, 1996 rue de Metz	0,45	150	6	10,88	840	Progressif
Moutiers 1997	0,55	120	3	8,00	144	Progressif
Roncourt 1999	0,53	140	2,5	8,94	510	Progressif

### ➤ En phase d'exploitation

Les effondrements qui se sont produits en phase d'exploitation (Tab. 1) ont amené de nombreux géomécaniciens contemporains à ces événements à s'interroger sur les mécanismes de rupture des excavations afin de proposer des solutions relatives au dimensionnement des ouvrages et aux calculs de stabilité. A leur époque, on considérait 4 modes de rupture possibles des excavations minières (Pineau 1978). Celui le plus couramment envisagé est la rupture des piliers qui est à l'origine du calcul traditionnel de l'aire tributaire. Un deuxième mode de rupture possible a son origine dans la dégradation progressive du premier banc du toit, par exemple un banc de marne dont les propriétés mécaniques sont susceptibles de chuter suite à une altération. Le troisième mode de rupture possible est lié aux discontinuités du milieu rocheux. Cependant, un certain nombre d'effondrements brutaux et généralisés qui se sont produits dans des exploitations par petits piliers n'ont pu être expliqués par les modes de rupture précédents (Tincelin *et al.* 1962, Labasse 1973). La présence de bancs résistants et épais constituant le recouvrement et participant à la solidité de l'excavation a alors été mise en avant. Plusieurs hypothèses ont été formulées par les auteurs pour expliquer une rupture brutale et généralisée : la libération d'énergie élastique lors de

la formation de fissures (Labasse 1973), la rupture par cisaillement des surfaces entre les bancs (Tincelin *et al.* 1962), et la mise en charge hydrostatique.

Des caractérisations mécaniques de sites ont alors été menées. Leur objectif était d'acquérir une certaine connaissance sur un massif rocheux de façon à en déduire une stabilité à partir d'une phase de reconnaissance et d'une phase de quantification. La phase de reconnaissance avait pour but de définir les grands traits du site de façon à choisir le ou les modes de rupture les plus probables, et devait comprendre : une étude géologique lithologique et structurale du site, des éléments sur les lois de comportement des matériaux, et des éléments sur les résistances des différents bancs. A partir de ces données, un modèle de comportement était construit afin de permettre le calcul de la répartition des contraintes dans les terrains avoisinants l'excavation et de les comparer aux résistances des roches qui les composent.

La phase de quantification de la caractérisation mécanique avait pour objet de fournir au modèle les valeurs nécessaires aux calculs de la répartition des contraintes et les résistances correspondantes. Les données du modèle étaient (Fine *et al.* 1974, Tincelin *et al.* 1972, Tincelin 1975) : une loi de comportement du matériau, une géométrie de l'excavation, des conditions aux limites, une répartition des contraintes avant exploitation et les critères de rupture du matériau. C'est dans ce cadre qu'une contribution à la caractérisation géomécanique des roches, appliquée au cas du minerai de fer lorrain, a été réalisée par Pineau (1978).

### ➤ La fin des exploitations

L'histoire minière de notre pays explique que ses ingénieurs et ses juristes se soient, jusqu'à une période relativement récente, davantage intéressés aux conditions de l'exploitation des mines qu'aux risques consécutifs à leur abandon. Le déclin de l'activité minière en France métropolitaine a entraîné la fermeture de nombreuses mines. Celle-ci pose des difficultés techniques et environnementales majeures et soulève également des problèmes juridiques d'importance. En effet, les conséquences de l'activité minière ne s'arrêtent pas au jour de la renonciation par l'exploitant à sa concession. Il s'impose alors la nécessité de régler le problème d'éventuelles nuisances postérieures à la fin de l'exploitation, auquel le droit en vigueur n'apporte que des réponses imparfaites (rapport 502 de la commission des affaires économiques du Sénat).

Dans le bassin sud, l'ennoyage a pris fin en octobre 1998. Dans le bassin centre, l'ennoyage a débuté en décembre 1998, et dans le bassin nord, l'ennoyage n'est pas encore commencé. La fin du remplissage du bassin sud a entraîné, en 1998, des inondations de caves dans un quartier de Moyeuvre-Grande. Depuis la situation s'est considérablement dégradée. Ainsi, dans plusieurs communes lorraines, en particulier à Moyeuvre-Grande, l'ennoyage, effectué dans des conditions précipitées et mal préparées, a été et est encore à l'origine de désagréments tels que des inondations, infiltrations, affaissements, difficultés d'alimentation en eau potable, mais également, ce qui est le plus grave, l'évacuation de maisons, sans retour possible pour certains. Au cours d'un débat parlementaire, Mr M. Liebgott a déclaré : "Cette situation est grave, surtout parce que les services de l'Etat, à l'époque, ont commis des erreurs et les résurgences ne se sont pas produites là où elles étaient attendues" (Journal Officiel de la République Française, Compte rendu des séances du Mardi 6 Avril 1999).

L'ARBED, société luxembourgeoise, est le dernier exploitant. Elle a fermé de nombreuses mines mais n'a pas encore renoncé à la totalité de ses concessions. L'arrêté du préfet de région pris le 29 octobre 1998 précise que l'ennoyage est retardé pour une durée maximale de quatre années, bien qu'on puisse s'interroger sur le coût humain et financier d'un éventuel arrêt des pompages d'exhaure. En outre, une loi relative à la prévention des risques miniers après la fin de l'exploitation, loi dite de "l'après-mines", a été adoptée le 30 mars 1999 (loi n° 99-245). Au vu de ces événements, la psychose qui s'est développée dans les bassins centre et sud tend maintenant à gagner le bassin nord. A la suite de l'arrêt de l'exploitation de la mine de l'ARBED, l'ennoyage pourrait, en effet, y provoquer à terme les mêmes problèmes.

### ➤ Les différents types d'instabilité en surface

L'existence des vides souterrains peut se traduire en surface par des instabilités de terrains de 2 types : le fontis et l'affaissement. Le **fontis** (Fig. 9) consiste en l'apparition brutale en surface d'un entonnoir de quelques mètres de rayon et quelques mètres de profondeur. C'est ce genre de phénomène qui a affecté la commune de Moyeuvre-Grande. Le fontis fait suite à une dégradation progressive de la voûte d'une galerie jusqu'au jour. Le fontis ne se produira pas si la galerie est suffisamment profonde car le foisonnement des blocs du toit vient combler le vide avant qu'il n'atteigne la surface. Dans les conditions du bassin ferrifère lorrain, les fontis ne peuvent pas apparaître pour des vides de profondeur supérieure à 50 m.

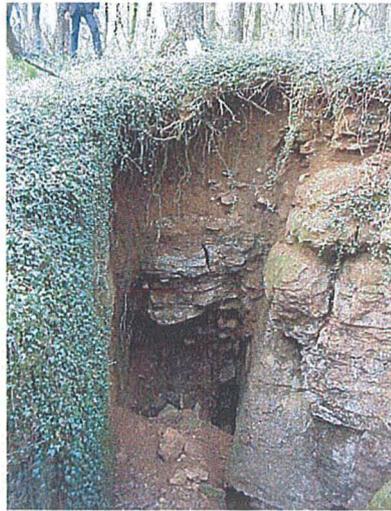


Figure 9 - Exemple d'un fontis.

**L'affaissement** (Fig. 10) est le deuxième type d'instabilité pouvant survenir au-dessus d'une exploitation par chambres et piliers. L'affaissement de surface est analogue à celui qui est volontairement produit par l'opération de dépilage, et il fait suite à la ruine de travaux miniers suffisamment étendus pour que les effets remontent jusqu'en surface.

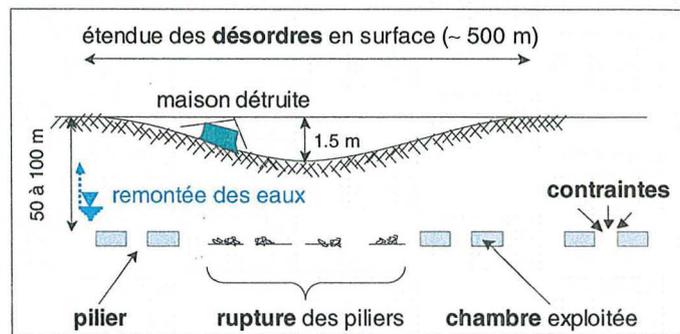


Figure 10 - Exemple d'une instabilité de surface liée à un affaissement.

**Zone d'étirement :**  
Effets d'extension sur les bâtiments

**Zone de raccourcissement :**  
Effets de compression sur les bâtiments

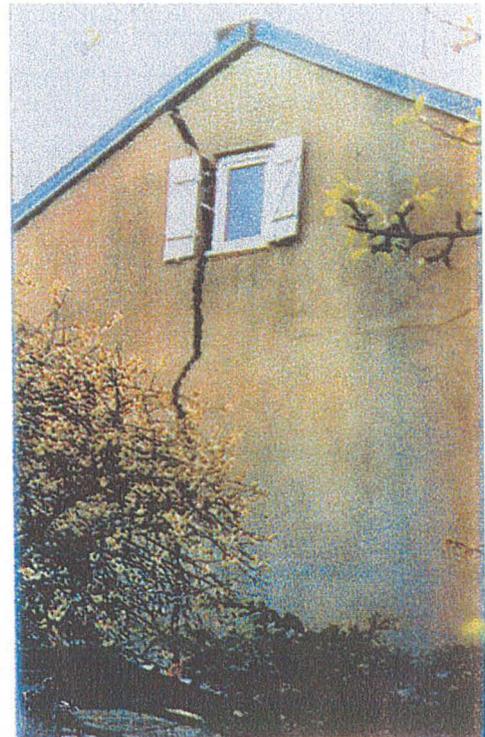


Figure 11 - Exemple de dégâts sur des bâtiments.

Ce phénomène se traduit par la formation en surface d'une cuvette de quelques dizaines à quelques centaines de mètres de diamètre. Plus les travaux sont profonds, plus la cuvette d'affaissement est étalée. Au centre de la cuvette les terrains descendent verticalement. Sur les bords, les terrains se mettent en pente avec un étirement sur les bords extérieurs (ouverture de fractures) et un raccourcissement sur les bords intérieurs (apparition de bourrelets). Ce phénomène a affecté récemment la commune d'Auboué. Les bâtiments en surface sont sensibles à la mise en pente des terrains ainsi qu'aux **effets d'extension** dans la zone d'étirement et aux **effets de compression** dans la zone de raccourcissement (Fig. 11).

### ➤ Les mécanismes d'effondrement

Le creusement d'une galerie souterraine se traduit toujours par une modification des contraintes en son voisinage et donc une perturbation, voire un endommagement, de son milieu environnant. Après quelques années, en raison de leur dimensionnement insuffisant ou sous l'effet du vieillissement, aggravé par la remontée des eaux, infiltrées le long des fractures induites par l'exploitation (Fig. 12), dans les galeries, les piliers peuvent se fragiliser et se disloquer. Le poids des terrains sus-jacents se répartit alors sur les piliers avoisinants, ce qui peut conduire à un phénomène de destruction de piliers en cascade. Comme les exploitations sont assez proches de la surface (100 à 200 mètres), l'affaissement se répercute à la surface à un moment qu'il paraît impossible de préciser, et génère les dégâts de surface bien connus. L'effondrement a une dynamique très variable et peut être soit brutal soit progressif (Fig. 13), ce qui a des implications vis à vis de la sécurité des personnes.

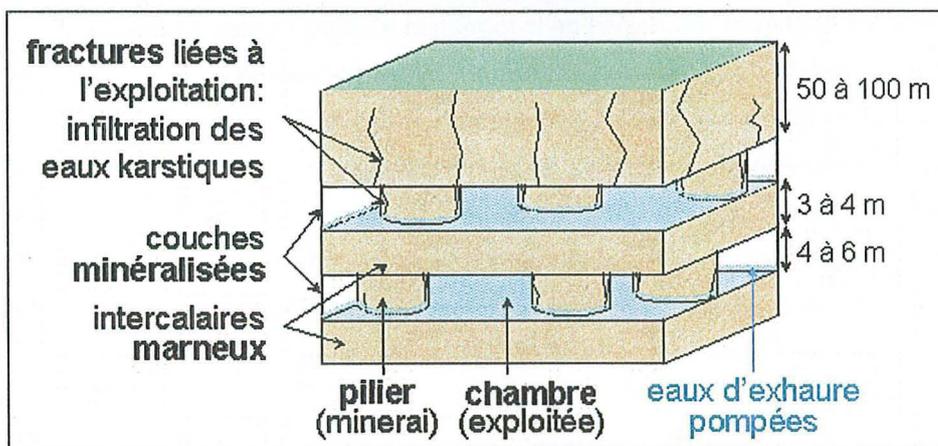


Figure 12 - Schéma d'une exploitation par chambres et piliers.

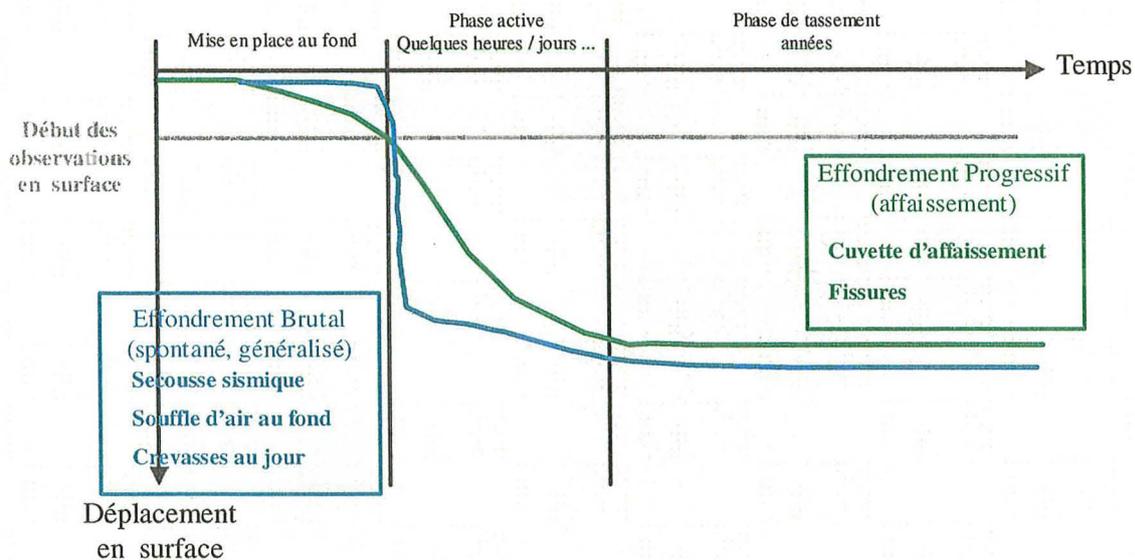


Figure 13 - La dynamique des effondrements miniers.

Dans les calculs de stabilité pour les exploitations par chambres et piliers, l'essai de compression simple a toujours eu une importance primordiale car correspondant au fonctionnement d'un pilier. La valeur de la résistance qui est

habituellement retenue pour les calculs de stabilité à long terme était la résistance ultime, qui est telle que pour toute sollicitation inférieure à cette résistance, les déformations du matériau se stabilisent au cours du temps. Pour la détermination de cette résistance, on s'en tenait habituellement à une détermination indirecte à partir de l'essai de compression simple de courte durée. Pour Pineau (1978), cette résistance à long terme correspondrait à la fin de la phase linéaire de la déformation axiale instantanée.

Ensuite les idées ont un peu évolué et on a considéré plutôt la fin de linéarité des déformations transversales, comme résistance à long terme (Chavane 2001), car cette valeur est plus faible. Cependant, ce seuil ne prend pas en compte le vieillissement du matériau qui, comme nous allons le montrer, est un phénomène très important.

## 1.6 DEMARCHE SCIENTIFIQUE PROPOSEE

Afin d'apporter des éléments de réponse scientifiques sur le problème des effondrements miniers, nous proposons la démarche suivante. A partir d'une étude expérimentale des caractéristiques mécaniques, physiques et minéralogiques des roches de la formation ferrifère, un modèle de comportement rhéologique à court et à long terme sera proposé.

L'étude du comportement à court terme prendra en compte les points suivants :

- **Caractérisation mécanique** des roches de la formation ferrifère par des essais de laboratoire.
- Proposition d'un **modèle de comportement couplé hydromécanique**.
- Réalisation d'**essais de gonflement** sur les marnes intercalaires.

L'étude du comportement à long terme concernera les points suivants :

- Réalisation d'**essais de fluage** sur le minerai de fer.
- Proposition d'un **modèle de fluage** adapté au minerai de fer.
- Etude du **vieillessement des piliers** exposés à l'atmosphère minière.

A cela s'ajoutera une étude des caractéristiques physiques des différentes roches étudiées.

Tous les résultats expérimentaux seront donc traduits par **des lois de comportement** dans un cadre entièrement couplé. Ces lois seront implantées dans **un code de calcul numérique, FLAC 2D** (Itasca<sup>®</sup>). Enfin, des simulations de cas réels devront montrer l'influence des différents paramètres mécaniques et physiques sur la stabilité de ces ouvrages souterrains.

Les échantillons utilisés dans ce travail de thèse ont été prélevés dans différents types de sondages carottés. Des sondages verticaux ont ainsi été réalisés d'une part depuis la surface dans une zone éloignée de toute exploitation (Malavillers) et d'autre part dans une zone exploitée où ils traversent le cœur des piliers sur toute leur hauteur (Fig. 14 à gauche). Ces derniers ont été prélevés dans la localité de Joeuf. Les coupes schématiques de ces sondages sont représentées sur la figure 15 (Dagallier 1997).

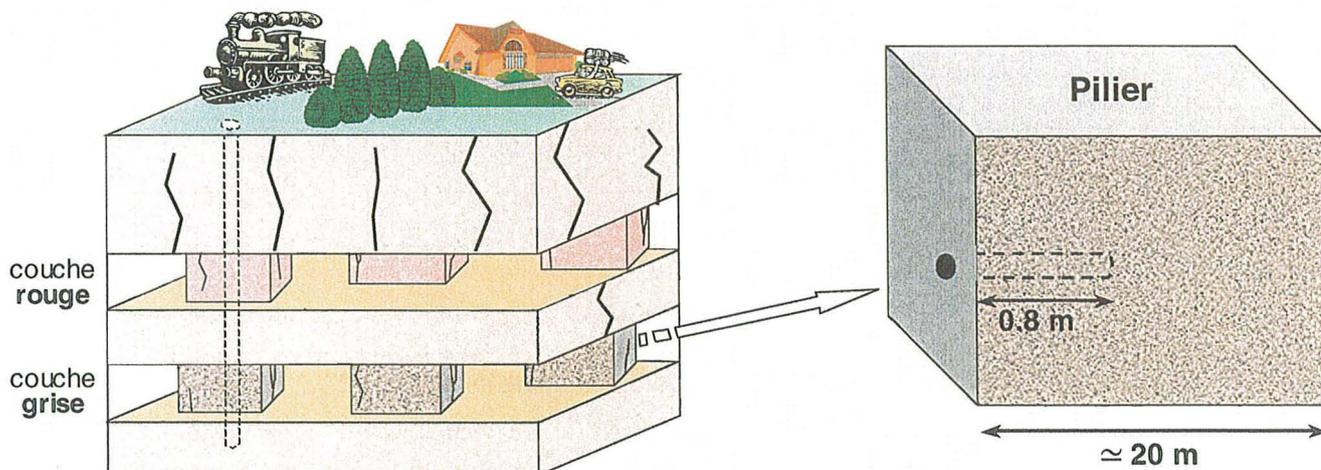


Figure 14 - Sondages verticaux et horizontaux réalisés dans la formation ferrifère.

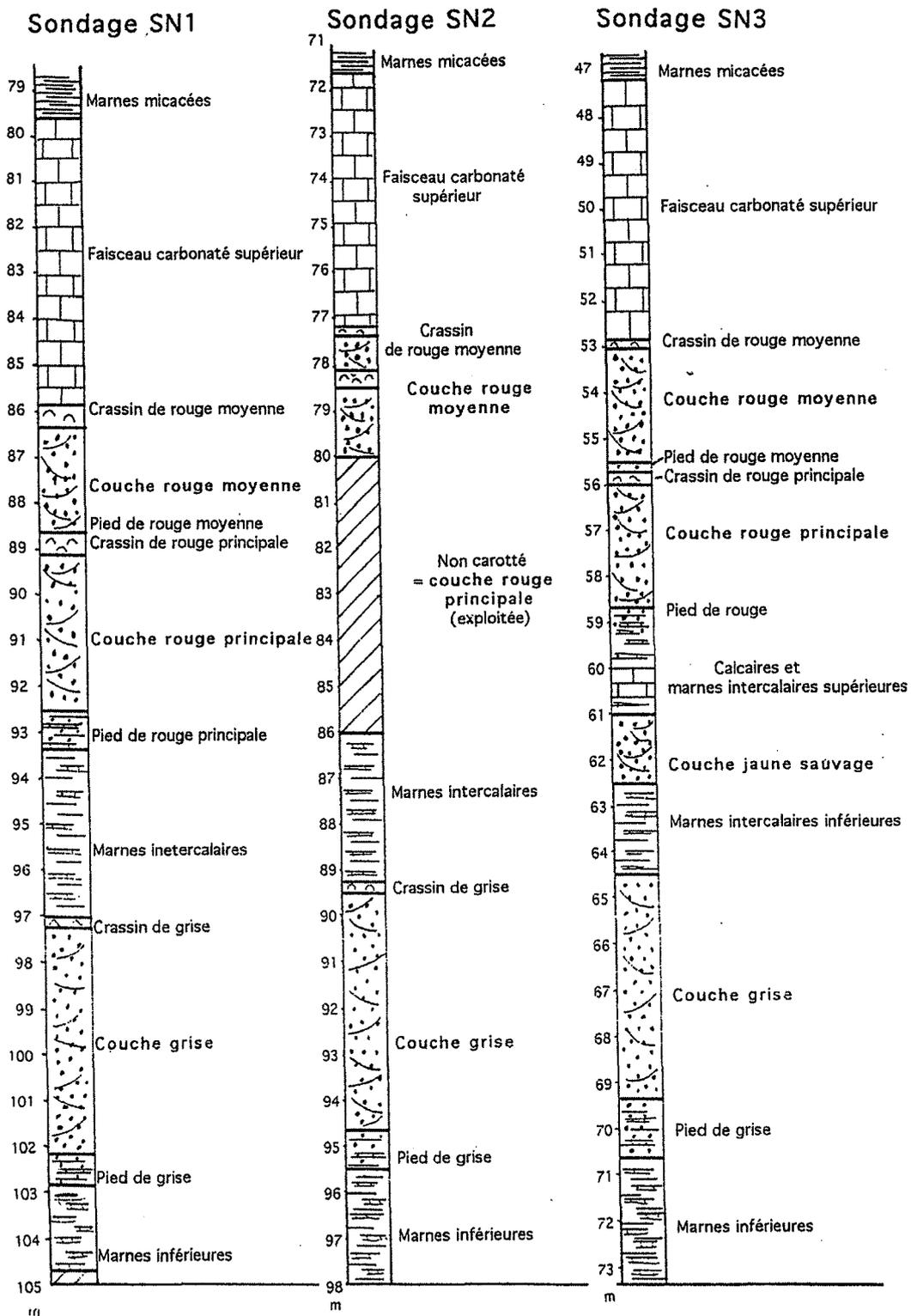
Les échantillons provenant de la zone vierge vont permettre de caractériser le minerai de fer sain et différencier l'évolution diagénétique du minerai de fer de l'évolution d'origine anthropique qui ne se produit que dans les piliers de minerai exposés à l'atmosphère minière. Ainsi, pour étudier cette évolution d'origine anthropique du minerai de fer, d'autres sondages, horizontaux cette fois-ci, ont été réalisés dans plusieurs piliers, jusqu'à 80 cm de profondeur, dont la date correspondant à l'exposition à l'atmosphère minière est précisément connue pour chacun d'entre eux. Ces échantillons ont été prélevés dans le stot de Tressange (Fig. 14 à droite) dans des piliers de grise aux dates d'exploitations suivantes : 1990, 1970, 1930, et entre 1900 et 1910. Les dates d'exploitation les plus anciennes ne sont pas connues précisément car les plans des vieilles concessions dont nous disposons ne sont pas toujours très précis. D'autres sondages horizontaux plus profonds (2 mètres) sont parvenus récemment au laboratoire mais n'ont pas encore été caractérisés physiquement et mécaniquement.

Nous avons décidé de caractériser le **minerai de fer de la couche grise** car c'est la couche qui a été la plus exploitée du gisement de fer lorrain. En outre, il n'existe pas vraiment de différences lithologique et mécanique entre les différentes couches minéralisées. Les résultats d'une base de données (Tab. 2) sur les principales propriétés mécaniques des roches de la formation ferrifère lorraine ne montrent en effet que de faibles variations dans la résistance en compression simple entre les différentes couches de minerai. Ainsi, tous les résultats obtenus sur le comportement à court et à long terme du minerai de fer pourront être appliqués aux autres couches minéralisées. Etant donné que nous choisissons le minerai de fer de la couche grise, les marnes intercalaires étudiées seront celles formant le toit des galeries de la grise. D'ailleurs, il n'y a également pas de grandes différences lithologiques notables entre les différents intercalaires marneux (Dagallier 1997). Les prélèvements d'échantillons ayant été effectuée à différents endroits du gisement, il se posera alors le problème **de dispersion des résultats**. Mais, considérant que la couche grise est globalement homogène à l'échelle du gisement (en partie centrale), on peut raisonnablement négliger ce problème.

Tableau 2 - Synthèse des propriétés mécaniques des principales couches de la formation ferrifère du bassin lorrain (Chavane 2001).

Faciès	Nb de mines	Nb d'individus	Rc (MPa)	Rt (MPa)	E (GPa)
			$\bar{x} - \sigma$	$\bar{x} - \sigma$	$\bar{x} - \sigma$
Toit de la couche rouge	3	53	23.91 - 0.78	2.39 - 0	17.50 - 0
Couche rouge	4	114	20.32 - 4.94	1.27 à 2.03	16.97 - 4.58
Toit de la couche grise (marne)	1	22	18.93 - 3.84	2.10 à 3.16	5.08 - 0
Toit de la couche grise (couche jaune principale)	5	74	21.94 - 4.87	1.37 à 2.19	14.71 - 4.25
Toit de la couche grise (crassin)	7	49	25.33 - 4.27	2.53 - 0	14.78 - 2.28
Couche grise	12	441	21.37 - 2.90	1.34 à 2.14	12.70 - 1.93
Mur de la couche grise (marne)	2	20	23.94 - 2.99	2.66 à 3.99	14.90 - 0
Toit de la couche brune (calcaire)	3	20	40.71 - 17.57	4.07 - 0	27.57 - 13.42
Toit de la couche brune (marne)	4	39	24.11 - 2.28	2.68 à 4.02	13.04 - 5.51
Couche brune	3	33	18.25 - 0.90	1.14 à 1.83	9.44 - 1.85
Mur de la couche brune (marne)	5	47	23.11 - 6.13	2.57 à 3.85	9.95 - 1.83
Toit de la couche noire (marne)	1	2	54.75 (?) - 0	8.31 - 0	6.59 - 0
Couche noire	1	2	23.75 - 0.95	3.69 - 0	5.19 - 0

Coupes schématiques comparées des sondages effectués dans le minerai de fer près de JOEUF (54)



Les noms de couches de minerai ont été déterminés d'après l'atlas géologique du gisement de fer de Lorraine (I.R.S.I.D., Bubenicek, 1964).

G. Dagallier, 11/ 1997

Figure 15 - Logs stratigraphiques des sondages verticaux réalisés à Joeuf (Dagallier 1997).

## CHAPITRE 2

# Caractérisation physique des roches

## 2.1 INTRODUCTION

Pratiquement toutes les propriétés macroscopiques des roches dépendent de la microstructure de la porosité, à savoir la forme des vides, leur répartition ainsi que leur connexion. Parmi ces propriétés, celles qui nous intéressent particulièrement sont les propriétés mécaniques. Lorsque l'on se place dans le cadre de la mécanique des milieux poreux, la connaissance de la structure poreuse, et notamment du volume poreux, est indispensable à la compréhension du comportement mécanique de la roche. De la nature de la porosité (présence ou non de porosité occluse) dépend le couplage hydromécanique.

C'est dans cette optique que l'étude de la porosité selon différentes méthodes a été réalisée sur les différents faciès du minerai de fer de la couche grise (faciès ferrifère et carbonaté du minerai "sain", minerai vieilli), et sur les intercalaires marneux, c'est-à-dire sur toutes les roches qui seront caractérisées mécaniquement. Les méthodes de mesure seront les suivantes : porosimétrie à l'eau par immersion, porosimétrie totale de la roche, porosimétrie au mercure et à l'azote (à partir d'isothermes d'adsorption d'azote). Outre une estimation précise du volume poreux, ces deux dernières méthodes permettent une étude assez précise de la géométrie et de la distribution du réseau poreux. A ces mesures de porosité s'ajouteront des mesures de la perméabilité du minerai de fer "sain" et des intercalaires marneux.

Par ailleurs, les roches de la formation ferrifère, dans une zone proche de l'exploitation, ne sont plus saturées d'eau. Ainsi, afin d'effectuer une première approche des milieux poreux partiellement saturés par rapport à la phase de référence qui est l'eau, on cherchera à obtenir les courbes de pressions capillaires du minerai de fer et des intercalaires marneux. Ces courbes, obtenues à partir de la méthode des isothermes d'adsorption d'eau, permettront de mettre en relation l'humidité relative de l'atmosphère minière avec le degré de saturation des roches et les pressions capillaires. Il ne sera toutefois pas question dans les chapitres qui suivront de proposer à partir de ces résultats une modélisation dans le cadre des milieux partiellement saturés. Il s'agira plutôt de recadrer les différents essais mécaniques qui seront réalisés (essais hydromécaniques, essais de fluage et essais de gonflement) par rapport à la pression capillaire, et donc par rapport degré de saturation, et d'anticiper les recherches ultérieures sur le comportement mécanique des roches de la formation ferrifère en atmosphère contrôlée, sachant que ces roches sont effectivement soumises à différentes conditions hydriques *in situ* selon l'état de l'exploitation (aéragé actif ou non, inondation des galeries après l'arrêt des pompes d'exhaure).

Finalement, une étude de la porosité de fissure a également été réalisée sur le minerai de fer de la couche grise à partir d'essais de compression isotrope.

Les mesures de la porosité totale, à l'eau et au mercure ont été menées au LaEGO-ENSG, alors que la mesure de la porosité par volumétrie d'adsorption d'azote a été effectuée au LEM-CNRS (Laboratoire Environnement et Minéralurgie), de même que les isothermes d'adsorption d'eau.

## 2.2 MASSES VOLUMIQUES ET POROSITES

### 2.2.1 Définition de la porosité

Une roche poreuse est constituée de 2 phases, l'une solide (matrice rocheuse) et l'autre fluide qui occupe l'espace poreux. L'ensemble matrice rocheuse (grains solides) - vides forme le squelette. La nature des pores formant les vides amène à définir les différents types de porosité présents dans la plupart des roches granulaires (Fig. 1) :

- La porosité occluse peut être constituée de pores relativement grands (millimétriques) ou de pores infra-micrométriques qui ne communiquent en général pas les uns avec les autres. La porosité occluse est une porosité fermée qui est contenue à l'intérieur des grains solides.

- La porosité connectée constitue en fait la porosité ouverte à l'intérieur de laquelle le fluide mouillant peut avoir accès.

- La porosité inter-granulaire correspond à des pores plus petits et plus étroits, mais la porosité reste ouverte.

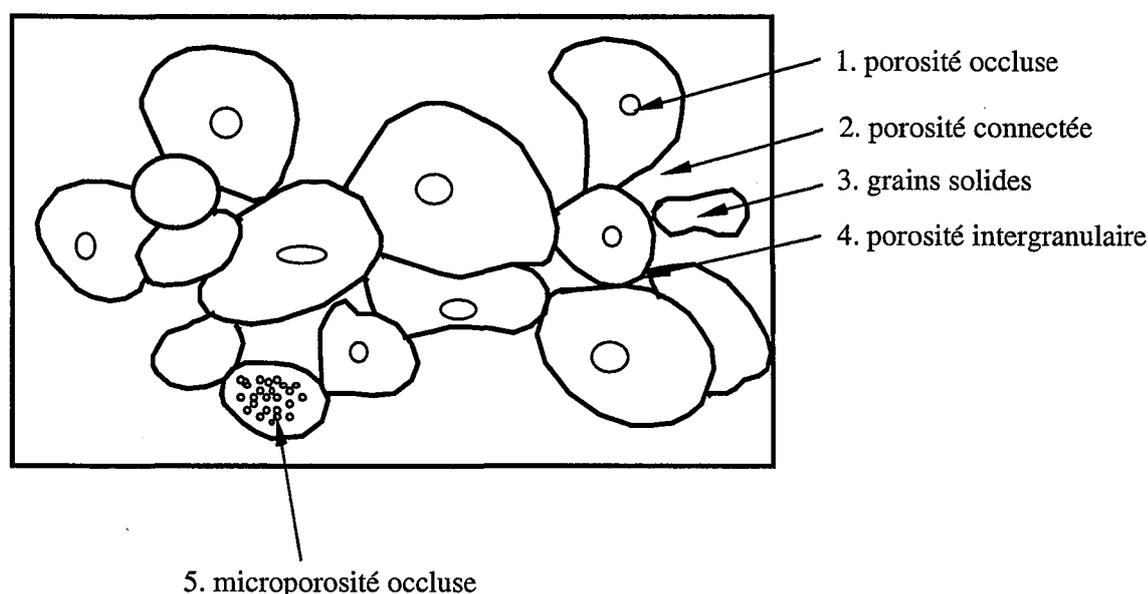


Figure 1 - Les différents types de pores dans un milieu poreux granulaire.

La porosité occluse est rare dans la plupart des milieux poreux naturels et dans les roches sédimentaires elle est souvent négligeable (Bourbié *et al.* 1986). La porosité totale représente la somme des porosités occluse et connectée. Dans la porosité connectée, on distingue la porosité piégée qui est une porosité "mal" connectée et que l'on détermine au porosimètre à mercure ou à partir des courbes de pression capillaire. La porosité piégée, comme tous les autres types de porosité, joue un rôle important dans le couplage hydromécanique. Mais cette porosité rentre également en compte dans le cadre des transferts d'eau dans les milieux poreux; elle influence de manière significative la perméabilité de la roche dans le sens où elle détermine la "bonne" connexion des pores.

### 2.2.2 Programme expérimental

#### 2.2.2.1 Echantillons analysés

Les mesures de masse volumique et de porosité portent sur toutes les roches qui seront ultérieurement caractérisées mécaniquement :

- Faciès A du minerai de fer de la couche grise : terme le plus fin et ferrugineux (ferri-arénite)
- Faciès B du minerai de fer de la couche grise : terme le plus carbonaté et coquiller (bio-calcirudite).
- Marnes intercalaires supérieures (toit de la couche grise).

Les échantillons de ces 3 types de roches proviennent des sondages verticaux réalisés à Joeuf. Ils serviront de base à l'écriture de la loi de comportement couplée pour des matériaux a priori "sains", puisque prélevés plus ou moins dans l'axe des piliers.

- Pilier de grise exposé à l'atmosphère minière entre 1900 et 1910.
- Pilier de grise exposé à l'atmosphère minière en 1930.
- Pilier de grise exposé à l'atmosphère minière en 1970.
- Marnes formant le toit de la couche grise et exposées à l'atmosphère minière entre 1900 et 1910.

Les mesures de masse volumique et de porosité sur ces roches ont été réalisées dans le but d'étudier les effets du vieillissement sur ces propriétés et les résultats seront utilisés au cours du chapitre 3 sur l'étude de l'évolution dans le temps des caractéristiques physiques des roches de la formation ferrifère lorraine.

L'étude de la porosité de fissure a également été menée sur les 2 faciès du minerai de fer de la couche grise à partir d'essais de compression isotrope sur des cubes secs. Les courbes contraintes-déformations obtenues à partir de ces essais permettent d'étudier l'anisotropie éventuelle de la structure rocheuse et de déterminer la porosité de fissure. Les observations relatives à l'analyse de l'anisotropie des roches, ainsi que les détails sur la procédure expérimentale de ces essais, seront relatées dans le chapitre concernant l'étude du comportement mécanique des roches de la formation ferrifère.

### 2.2.2.2 Méthodes d'analyse

Les méthodes d'analyse de la porosité utilisées sont nombreuses et variées afin de pouvoir réaliser des comparaisons d'une part, et de tenir compte du fait que la porosité d'une roche est définie par rapport à une phase fluide donnée, d'autre part : on parle alors de porosité à l'air, à l'eau, au mercure, etc.

Le programme expérimental d'étude de la porosité comprend donc les mesures suivantes :

- porosité ouverte à l'eau par immersion,
- masses volumiques (sèche, humide et des grains solides) et porosité totale de la roche,
- porosité au mercure,
- porosité à l'azote (à partir des isothermes d'adsorption-désorption d'azote).

Les 2 premières méthodes correspondent à une détermination de la porosité à partir des masses volumiques. Quant aux 2 méthodes suivantes, outre une estimation précise du volume poreux, elles permettent une étude assez précise de la géométrie et de la distribution du réseau poreux.

Les mesures de porosité totale et à l'eau, ainsi que les masses volumiques ont été réalisées soit sur des cubes de 40 mm (ceux qui vont servir à l'étude de la porosité de fissure), soit sur les éprouvettes des essais mécaniques ou soit sur des fragments de la roche. Dans ce dernier cas, le volume de la roche, qui n'est pas géométrique, sera déterminé par la méthode de l'immersion au kerdane. Les masses volumiques des grains seront déterminées soit à partir de chutes, soit directement à partir des éprouvettes.

La mesure de porosité au mercure est réalisée sur des échantillons de forme parallélépipédique (15 mm × 15 mm × 25 mm) et pour la mesure de la porosité à l'azote, sur des éprouvettes (h = 1 cm;  $\varnothing = 6$  mm) ou sur des fragments.

#### ➤ Porosité ouverte à l'eau : méthode de l'imbibition

Cette première méthode consiste à obtenir une saturation complète des échantillons à l'eau. En maintenant sous vide un échantillon dans un fluide totalement mouillant pendant un temps suffisamment long, on obtient une imbibition de tout l'espace poreux connecté. L'imbibition correspond à la meilleure détermination possible de la porosité connectée.

Afin d'éviter aux éprouvettes, qui seront testées mécaniquement ultérieurement, un passage à l'étuve probablement endommageant vis-à-vis de la matrice rocheuse (développement de micro-fissures), nous avons utilisé une procédure au cours de laquelle l'échantillon à saturer n'est pas préalablement desséché à l'étuve.

La procédure détaillée est la suivante :

- Mise en place des échantillons sur une grille dans une cloche à vide.
- Le fond de la cloche est rempli d'eau pour permettre à l'échantillon de garder un certain degré de saturation pendant la mise sous vide.
- On active la pompe à vide qui provoque l'ébullition de l'eau. Cette étape dure 24 h.
- Une fois l'ébullition terminée et tout l'air ainsi évacué, le vide qui règne à l'intérieur de la cloche est égal à la tension de vapeur de l'eau. Par conséquent, tout l'air présent dans l'échantillon a été évacué sans avoir beaucoup modifié son degré de saturation puisque l'atmosphère est toujours saturée de vapeur d'eau.
- On immerge totalement les échantillons par de l'eau désaérée tout en continuant le pompage pendant quelques heures pour enlever les dernières bulles d'air.
- On remet l'intérieur de la cloche à la pression atmosphérique. La simple pression atmosphérique associée à la grande mouillabilité de l'eau permet l'imbibition de tout le réseau poreux connecté. Cette étape dure encore 48 heures.

L'échantillon est pesé avant et après imbibition et la porosité ouverte à l'eau est donnée par :

$$n_w = \frac{V_w}{V_t} \quad \text{avec} \quad V_w = \frac{P_w - P_s}{\rho_w} \quad (1)$$

avec :

$n_w$  : porosité ouverte à l'eau.

$V_w$  : volume d'eau présent dans l'échantillon.

$V_t$  : volume total de l'échantillon mesuré soit au pied à coulisse, soit par immersion dans du kerdane.

$P_w$  : masse de l'échantillon saturé.

$P_s$  : masse de l'échantillon sec.

$\rho_w$  : masse volumique de l'eau à 20 °C.

#### ➤ Porosité totale : méthode de la mesure directe

Connaissant la masse volumique sèche des échantillons, nous pouvons calculer la porosité totale de la manière suivante:

$$n_t = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \quad \text{avec} \quad \rho_d = \frac{P_s}{V_t} \quad (2)$$

avec :

$n_t$  : porosité totale.

$\rho_d$  : masse volumique de l'échantillon sec.

$\rho_s$  : masse volumique de la matrice solide (grains).

La masse volumique des grains est déterminée à partir d'une masse sèche (étuvage préalable à 105 °C) de poudre d'un échantillon et de son volume mesuré au pycnomètre à hélium (mode opératoire MR1-03).

#### ➤ Porosité ouverte au mercure : méthode de l'injection de mercure

La porosimétrie à mercure est une méthode de mesure qui permet une étude plus précise de la porosité par une approche de la géométrie du réseau poreux. La porosité totale ouverte  $n_{Hg}$  est déterminée à partir de la première injection. Si on fait subir à l'échantillon une deuxième injection, on peut mesurer la porosité libre. La valeur réelle de la porosité piégée est alors obtenue par différence entre la porosité totale et la porosité libre. Les notions de porosité libre et piégée sont spécifiques à cette méthode de mesure. Outre la mesure de la porosité au mercure, cet essai permet d'étudier la répartition des rayons d'accès des pores.

Après avoir fait le vide à l'intérieur de l'espace poreux, le volume de la roche est déterminé par immersion dans un bain à mercure. Dans la plupart des cas, le mercure ne pénètre pas dans l'espace poreux à la pression atmosphérique. On fait alors croître la pression de mercure jusqu'à ce que celui-ci pénètre. Si la pression est suffisante, le mercure envahit même les plus petits pores. Il reste cependant en général un volume de pores inaccessible au mercure.

Le porosimètre à mercure utilisé au laboratoire (Micromeretics, mode opératoire MR2-01) peut monter le mercure en pression jusqu'à 200 MPa; ce qui correspond à une borne inférieure de la gamme de mesure des rayons de pores de 0.003 mm. La borne supérieure est de 150 mm (elle correspond au rayon de pores accessibles au mercure à la pression initiale).

### ➤ Porosité ouverte à l'azote : méthode de la détente (ou volumétrie d'adsorption) de gaz

C'est une méthode semblable à l'injection de mercure. Au lieu du mercure, on utilise un gaz très compressible (gaz parfait) de sorte qu'il n'est pas nécessaire d'exercer une forte surpression (Gueguen *et al.* 1992). La roche poreuse saturée de gaz est placée dans une enceinte de volume  $V_1$  à la pression  $P_1$ . On réalise une détente isotherme en reliant l'enceinte  $V_1$  à une seconde enceinte de volume  $V_2$ . Après détente, la pression d'équilibre est  $P_2$ .

En effet, lorsque dans une enceinte fermée, on soumet un solide poreux à une certaine pression de gaz ou de vapeur, on observe une diminution progressive de la pression du gaz et une augmentation du poids du solide jusqu'à établissement d'un équilibre. On dit que le solide adsorbe le gaz. Le gaz est alors appelé "adsorbat" et le solide "adsorbant".

Les caractéristiques thermodynamiques de l'adsorption d'un gaz par un solide sont l'exothermicité du phénomène et sa réversibilité. La réaction inverse de l'adsorption est appelée désorption. La quantité de gaz adsorbée dépend de la pression d'équilibre, de la température et de la nature du gaz et du solide.

L'adsorbat utilisé pour notre étude est l'azote à sa température d'ébullition (77.4 K). La pression maximale qui peut être atteinte à cette température est  $P_0$ , la pression de vapeur saturante. On peut alors décrire l'équation de l'isotherme d'adsorption:

$$V_{ads} = f(P/P_0)_{77.4K, \text{ adsorbat, solide}} \quad (3)$$

Si on augmente progressivement la valeur de la pression relative  $x = P/P_0$  de la vapeur jusqu'à la pression de vapeur saturante, il y a d'abord adsorption sur la surface poreuse et dans les micropores (largeur  $< 20 \text{ \AA}$ ), puis condensation capillaire dans les mésopores de plus en plus grands (20 à 500  $\text{\AA}$ ). L'ouverture de pore minimale pouvant être détectée est de 5  $\text{\AA}$ .

Dans le cas des solides mésoporeux, on observe l'apparition d'une hystérésis entre les branches d'adsorption et de désorption, due en particulier aux phénomènes de condensation capillaire dans ces mésopores.

## 2.2.3 Résultats

### 2.2.3.1 Porosité de fissure : essais de compressibilité du squelette

Il s'agit donc d'essais réalisés sur des cubes secs du minerai de fer "sain" de la couche grise. Les courbes contrainte-déformation (Fig. 2) montrent que les cubes K95-facièsA et K97-facièsB ont le comportement d'une roche fissurée et poreuse. Lorsque la roche est à la fois poreuse et fissurée, le début de la courbe comprend la fermeture des fissures et la contraction des pores. Ces deux phénomènes sont difficiles à distinguer l'un de l'autre; ainsi la porosité obtenue peut être appelée "porosité de serrage".

La porosité de serrage obtenue pour le faciès A est de 0.06 % et la pression de serrage correspondante de 15 MPa. Quant au faciès B, la porosité de serrage obtenue est beaucoup plus grande et est égale à 0.24 % ce qui correspond à une pression de serrage importante de 44 MPa. Ceci peut être expliqué par le fait que l'étuvage entraîne des fissurations dans le ciment interoolithique dont quelques plages sont argilo-ferrugineuses et donc sujettes à la fissuration thermique. Ce ciment est, en effet, plus abondant dans le faciès B, faciès le plus carbonaté.

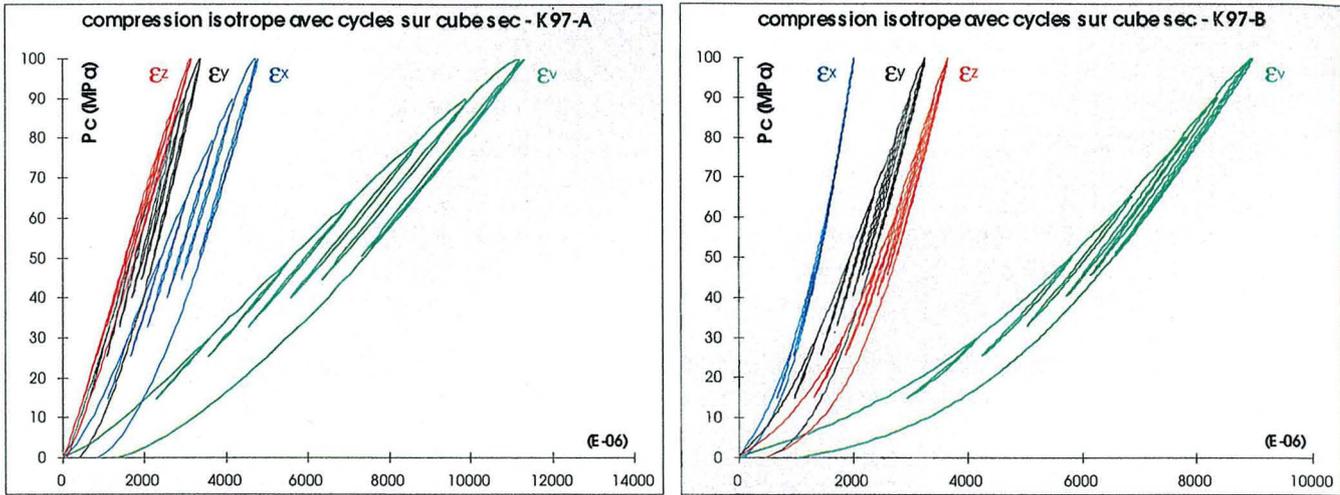


Figure 2 - Essais de compressibilité du squelette sur des cubes secs de minerai (gauche: faciès A, droite: faciès B).

2.2.3.2 Résultats des mesures de porosité à partir des masses volumiques

Les résultats des mesures de porosité à partir des masses volumiques se trouvent dans le tableau suivant (Tab. 1). Sont représentées dans ce tableau les valeurs moyennes (le nombre de mesures pour chaque propriété correspond au chiffre entre parenthèses) ainsi que les écarts-types.

Tableau 1 - Résultats des mesures de porosités à partir des masses volumiques.

MASSES VOLUMIQUES ET POROSITES	Masse volumique des grains $\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )	Masse volumique sèche $\rho_d$ (g/cm <sup>3</sup> )	Masse volumique saturée $\rho_{sat}$ (g/cm <sup>3</sup> )	Porosité à l'eau $n_w$ (%)	Porosité totale $n_t$ (%)	Degré de saturation naturel $S_r$ (%)
Minerai de fer de la couche grise (Joeuf) - faciès A -	3.54 ± 0.04 (6)	2.39 ± 0.04 (3)	2.61 ± 0.05 (13)	33.7 (1)	32.71 ± 2.16 (3)	
Minerai de fer de la couche grise (Joeuf) - faciès B -	3.16 (1)	2.52 (1)	2.70 ± 0.02 (11)	20.7 (1)	20.3 (1)	
Marnes intercalaires supérieures (Joeuf)	2.81 ± 0.03 (8)	2.39 ± 0.04 (27)	2.56 ± 0.03 (22)	17.33 ± 1.94 (6)	13.53 ± 0.94 (4)	
Minerai de fer vieilli (1900-1910)	3.31 ± 0.37 (3)	2.47 ± 0.01 (5)	2.70 ± 0.05 (5)	31.4 (1)	25.12 ± 5.75 (3)	93.3 ± 1.7 (2)
Minerai de fer vieilli (1940-1960)	3.19 ± 0.19 (2)	2.49 ± 0.03 (4)	2.70 ± 0.06 (4)		21.92 ± 3.86 (2)	94.0 ± 2.4 (2)
Minerai de fer vieilli (1970)	3.19 ± 0.05 (3)	2.51 ± 0.04 (5)	2.76 ± 0.03 (5)	31.7 (1)	20.86 ± 2.93 (3)	101.7 ± 0.2 (2)
Marnes intercalaires supérieures vieilles (1995)	2.75 (1)	2.32 ± 0.01 (2)	2.48 (2)	16.03 ± 0.56 (2)	19.56 ± 0.26 (2)	

Roches "saines"

Les résultats des mesures de la porosité du minerai de fer sain de la couche grise nous montrent que la porosité ouverte à l'eau est égale à la porosité totale, et ceci pour les 2 faciès du minerai. On peut ainsi affirmer que toute la porosité est connectée, y compris la porosité intra-oolithique qui sera observée ultérieurement au MEB (Microscope Electronique à Balayage). L'eau peut donc circuler dans toutes les pores et même pénétrer à l'intérieur des oolithes ferrugineuses. Le grand enseignement que l'on peut donc tirer de ces résultats est l'absence de porosité occluse (ou fermée). Cette donnée sera très importante concernant la compréhension du couplage hydromécanique.

La porosité est environ égale à 33 % pour le faciès le plus ferrifère et à 20 % pour le faciès le plus carbonaté. Le minerai de fer est donc une roche très poreuse

En ce qui concerne les siltites argilo-carbonatées (intercalaires marneux), la porosité est beaucoup plus faible. Elle est d'environ 16 % pour la mesure à l'eau et d'environ 13.5 % pour la mesure totale. La valeur plus élevée de la porosité à l'eau est certainement due au fait que le volume d'eau à la saturation pour ce type de roche argileuse est supérieur au volume des vides. En effet, la capacité qu'ont les feuillets argileux à s'écarter et à s'hydrater lorsqu'ils sont mis en contact avec de l'eau se traduit par une valeur plus importante de la porosité à l'eau sachant que ce "volume d'eau d'hydratation" n'est pas pris en compte par la méthode de détermination de la porosité totale. Nous reviendrons plus en détail sur ces phénomènes de gonflement au chapitre suivant.

### Roches "vieillies"

Avant toute chose, il convient de faire certaines réserves avant de tirer des conclusions. En effet, les mesures sur les roches vieilles, contrairement aux roches saines, sont en faible nombre ce qui pose alors un problème de représentativité des échantillons vis à vis de roches très hétérogènes (minerai ou marnes plus ou moins carbonatés). D'autre part, les échantillons de roches vieilles n'ont pas été prélevés sur le même pilier que les échantillons de roches saines. Et finalement, il n'est pas évident d'identifier les 2 faciès du minerai de fer à l'état vieilli du fait de son apparence très altérée.

Pour le minerai de fer, on constate toutefois des valeurs voisines de la porosité à l'eau par rapport au minerai sain. Les valeurs de masse volumique des grains et donc de porosité totale sont par contre plus faibles. Ceci est certainement dû au fait que la poudre utilisée pour la mesure des masses volumiques des grains provient d'échantillons différents de ceux utilisés pour la détermination des autres masses volumiques (sèche et humide). De plus, les mesures de  $\rho_s$  sont réalisés sur de faibles quantités de poudre encore moins représentatives de ces roches très hétérogènes que les fragments de quelques centaines de grammes utilisés pour les mesures  $\rho_d$  et  $\rho_h$ .

Il serait toutefois très intéressant de réaliser à plus grande échelle une étude sur l'évolution des masses volumiques et des porosités en fonction du temps d'exposition à l'atmosphère minière. Les conclusions de cette étude seraient alors mises en parallèle avec les transformations minéralogiques que l'on a identifiées en étudiant le vieillissement du minerai de fer (Cf. chapitre suivant).

### 2.2.3.3 Résultats des mesures de porosités au mercure

Les différentes **courbes porosimétriques** se trouvent en **annexe** et les résultats des mesures de porosité au mercure sont représentées dans le tableau 2.

Tableau 2 - Résultats de la mesure de la porosité au mercure.

Référence de l'échantillon	K9-7 faciès A	K9/10-3 faciès A	K9-7 faciès B	K9/5 faciès B	Marne int. saine
Porosité ouverte au mercure $n_{Hg}$ (%)	13.81	14.29	15.62	14.68	12.32
Porosité libre $n_l$ (%)	13.62	14	11.96	9.57	6.34
Porosité piégée $n_p$ (%)	0.19	0.29	3.66	5.10	5.99
Surface spécifique au Hg ( $m^2/g$ )	6.36	6.69	12.50	6.87	

### Faciès ferrifère du minerai de fer (ferri-arénite)

Cette méthode d'analyse de la porosité a été appliquée sur des échantillons des 2 faciès du minerai de fer "sain" prélevé dans les sondages de Joeuf. Les courbes porosimétriques du faciès A présentent une distribution

unimodale bien centrée avec une famille de rayons de pores située entre 0,014 et 0,025 mm. On se trouve donc en présence de microporosité, les rayons des pores étant par ailleurs bien inférieurs à la taille des oolithes (0.5 à 2 mm). La porosité fermée est négligeable et on peut donc en conclure que la porosité est bien connectée.

La surface spécifique déterminée pour ce faciès n'est pas très élevée. La surface spécifique d'un milieu poreux est définie comme la quantité de surface de pores par unité de volume de solide. De la surface spécifique dépendent les propriétés suivantes : la capacité d'adsorption, la catalyse et les échanges ioniques. En fait, la surface spécifique est inversement proportionnelle au diamètre moyen des capillaires. Lorsqu'il y a mélange de diamètres différents, la surface spécifique est principalement déterminée par les grains les plus fins.

#### Faciès carbonaté du minerai de fer (bio-calcirudite)

Le faciès B montre également une distribution unimodale avec une famille de rayons de pores moins bien centrée que celle du faciès A. Elle se situe entre 0,004 et 0,017 mm pour K9-7 B et entre 0,0075 et 0,0275 mm pour K9/5 B. La distribution pour le faciès B est donc plus étalée que celle du faciès A, ce qui est en accord avec le caractère assez hétérogène de ce faciès du fait de la présence de nombreux débris carbonatés dispersés dans le ciment intra-oolithique, contrairement au faciès A. La porosité fermée est par ailleurs bien plus importante. La porosité est donc logiquement moins bien connectée ce qui est confirmé par une distribution plus étalée des rayons de pores.

La surface spécifique est globalement plus importante. Le faciès B est en effet plus microporeux.

#### Marne intercalaire

La valeur de porosité totale déterminée au mercure est voisine de celle déterminée par la méthode de mesure de la porosité totale. La porosité piégée est très importante puisqu'elle représente environ la moitié de la porosité totale, indiquant ainsi une mauvaise connectivité des pores au mercure. En fait, on constate que les propriétés de porosité des marnes intercalaires sont proches de celles du faciès carbonaté du minerai de fer.

#### Comparaison avec les mesures de porosité à partir des masses volumiques

Les résultats de la mesure de la porosité totale sont assez surprenants. En effet, alors que la porosité à l'eau est égale à la porosité totale, la porosité au mercure est nettement inférieure. Ceci est vrai pour les deux faciès étudiés mais dans une proportion qui va du simple au double pour le faciès très ferrifère. Deux hypothèses plausibles sont alors avancées pour expliquer cet écart.

La première hypothèse est la présence d'une famille de pores qui n'est pas détectable par la méthode du porosimètre à mercure (rayons de pores trop faibles) ou du moins pas détectable avec la capacité de notre porosimètre (200 MPa). La seconde hypothèse envisagée est un problème de connectivité des pores au mercure.

C'est pour lever cette incertitude qu'une mesure de la porosité à l'azote sera réalisée. Cette méthode, qui utilise un gaz parfait et inerte, permet l'accès à des pores bien plus petits.

#### 2.2.3.4 Résultats des mesures de porosités à l'azote

Tableau 3 - Résultats de la mesure de la porosité à l'azote.

Référence de l'échantillon	Minerai sain faciès A	Minerai sain faciès B	Marne int. saine	Minerai vieilli 1970	Minerai vieilli 1910	Marnes vieilles 1995
Volume des pores (cm <sup>3</sup> /g)	0.1237	0.0792	0.0428	0.056	0.0794	0.0506
Porosité ouverte à l'azote $n_N$ (%)	29.6	20	10.2	14.1	19.6	11.7
Surface spécifique au N (m <sup>2</sup> /g)	28.8	21.2	13.71	22.2	32.6	32
Surface micropores (m <sup>2</sup> /g)	Pas de micropores	Pas de micropores	Pas de micropores	2.1	Pas de micropores	1.2

Les isothermes d'adsorption et de désorption des différents échantillons sont représentées sur les figures 3,4 et 5, et les résultats des mesures de porosité à l'azote sont dans le tableau 3. **Les courbes de distribution en taille de mésopores** par la méthode BJH se trouvent quant à elles en **annexe**.

### Minerai de fer sain et vieilli

L'allure de l'isotherme complète, avec un cycle d'adsorption-désorption ( $V_{ads} = f(P/P_0)$ ), montre que les 2 faciès du minerai de fer sain, ainsi que le minerai de fer prélevé en bord de pilier (exposé à l'atmosphère minière en 1970 et en 1910), sont des roches non microporeuses (ouverture des pores inférieure à 20 Angströms) et donc mésoporeuses pour la méthode de volumétrie d'adsorption d'azote. La forme des hystérésis permet de conclure que la porosité est relativement bien connectée, surtout pour le faciès A, ce qui est en accord avec les résultats du porosimètre à mercure.

Le volume total des pores est calculé en considérant la quantité maximale adsorbée à la saturation et en tenant compte de la densité de l'azote à 77 K. Cette valeur est minorante du volume réel des pores. Elle est égale au volume réel s'il n'y a pas de macropores (ouverture inférieure à 500 Angströms); ce qui semble être le cas pour tous ces échantillons puisque les cycles d'adsorption-désorption sont bien bouclés à  $P/P_0 \approx 1$ . En fait, la valeur maximale qui peut être obtenue par la méthode de volumétrie d'adsorption d'azote est  $P/P_0 = 0,98$ . Au delà, on se trouve en présence de pores plus grands qu'on ne peut pas détecter dans de bonnes conditions à l'azote (il faudrait que  $P/P_0 = 1$  ce qui est en pratique impossible). Il est intéressant de noter à cet égard qu'avec la méthode de porosimétrie au mercure, ce sont les pores les plus grands qui sont détectés en premier, alors que c'est le contraire qui se passe à l'azote.

La porosité à l'azote est calculée à partir du volume total de pores et en tenant compte de la densité sèche des roches (la moyenne des différentes mesures est utilisée pour les calculs). La porosité à l'azote pour les 2 faciès du minerai de fer sain est très proche de la porosité à l'eau. Par contre, pour les échantillons de minerai vieilli, les valeurs de porosité sont différentes de celles déterminées avec les autres méthodes pour les mêmes raisons de disparités que celles citées précédemment. Toutefois ces mesures se rapprochent des mesures de porosité totale.

**Les courbes  $dV/dx = f(x)$**  qui se trouvent en **annexe** informent sur la géométrie du réseau poreux. Sur les graphiques, la valeur  $x$  correspond à l'ouverture de pores à parois parallèles. Elle correspond à peu de choses près au rayon de pores à parois cylindriques. La branche d'adsorption renseigne sur la distribution réelle des pores et permet d'obtenir une distribution en taille des mésopores (méthode BJH). Pour le faciès A du minerai de fer sain, elle est assez plate ce qui permet de conclure que la distribution est assez uniforme, alors que pour le faciès B la courbe est plus perturbée montrant ainsi une porosité moins bien connectée, ce qui est toujours en accord avec les résultats du porosimètre à mercure. Par ailleurs, la branche d'adsorption du faciès A ne tangente pas encore  $dV/dx = 0$  pour les valeurs maximales d'ouverture des pores  $x$ . Ceci indique la présence de quelques pores trop grands pour être détectés, sous-estimant ainsi légèrement la valeur de la porosité. La branche de désorption décrit, quant à elle, la porosité d'accès (méthode BJH). On en déduit qu'on a bien affaire à un système poreux dont la taille des pores est comprise entre 0,0025 mm et 0,02 mm pour le faciès A et entre 0,0025 mm et 0,015 mm pour le faciès B.

Pour les 2 échantillons de minerai de fer exposés à l'atmosphère minière depuis respectivement 30 ans et 1 siècle, les branches d'adsorption montrent également une distribution assez uniforme. Les branches de désorption, quant à elles, montrent que la taille des accès de pores (pores à parois cylindriques) est comprise entre 0.0035 et 0.030  $\mu\text{m}$  pour le premier échantillon, et entre 0.0035 et 0.025  $\mu\text{m}$  pour le second. On peut remarquer que les tailles d'accès de pores minimales sont plus faibles pour les échantillons de minerai de fer sain. Mais il s'agit de nuances d'autant plus que la limite est difficile à détecter du fait d'une pente très élevée des branches de désorption au départ de l'adsorption, indiquant ainsi que la condensation capillaire a lieu dans un premier temps au niveau des pores les plus fins.

On peut donc conclure, à partir de toutes ces observations, qu'il n'y a pas de différence fondamentale dans la géométrie du réseau poreux à mettre en parallèle avec le vieillissement du minerai de fer, d'autant plus que le nombre d'échantillons analysés est encore trop faible. Par contre, en ce qui concerne le volume poreux, on constate que celui du minerai vieilli est moins important et ce résultat est confirmé par la mesure de porosité totale. Avant de mettre cette différence au compte du vieillissement, il faut encore une fois souligner l'absence pour l'instant d'une étude à plus grande échelle (plus grand nombre d'échantillons et de zones de prélèvements).

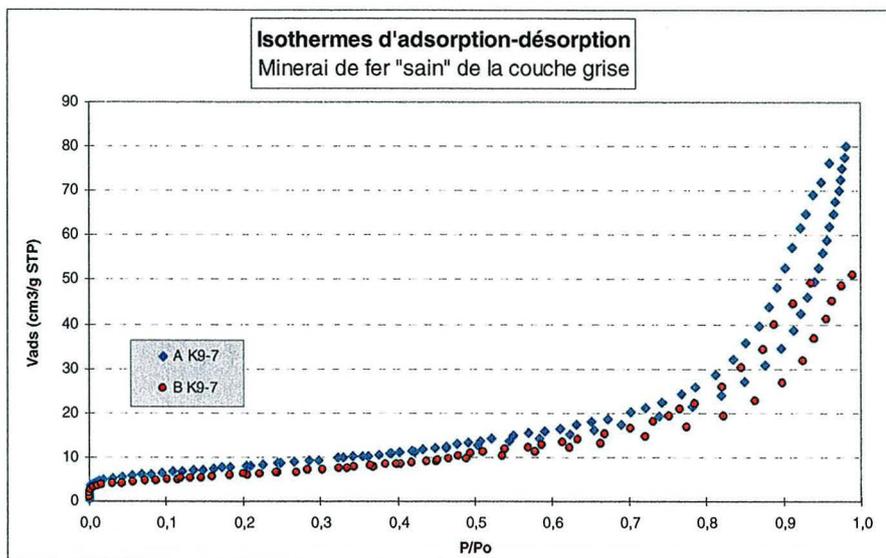


Figure 3 - Isothermes d'adsorption-désorption à l'azote pour les 2 faciès du minerai de fer sain.

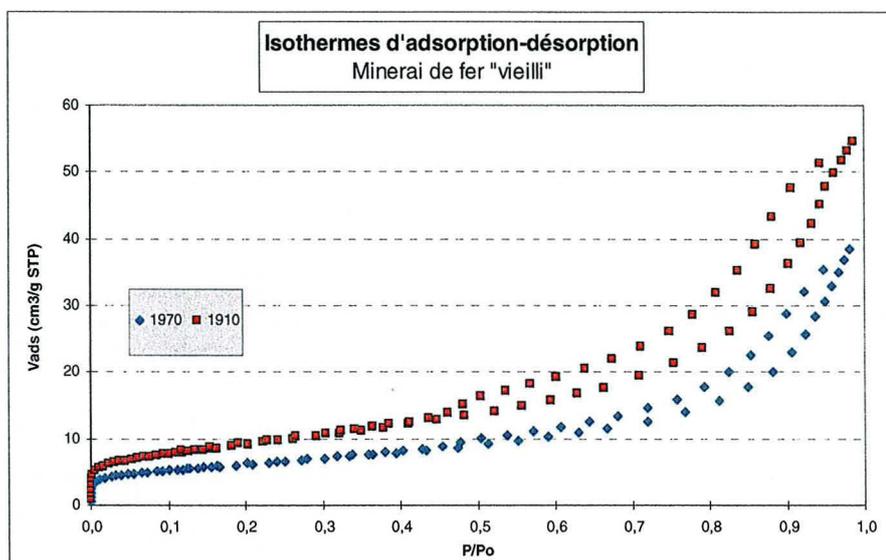


Figure 4 - Isothermes d'adsorption-désorption à l'azote pour les 2 échantillons de minerai de fer vieilli.

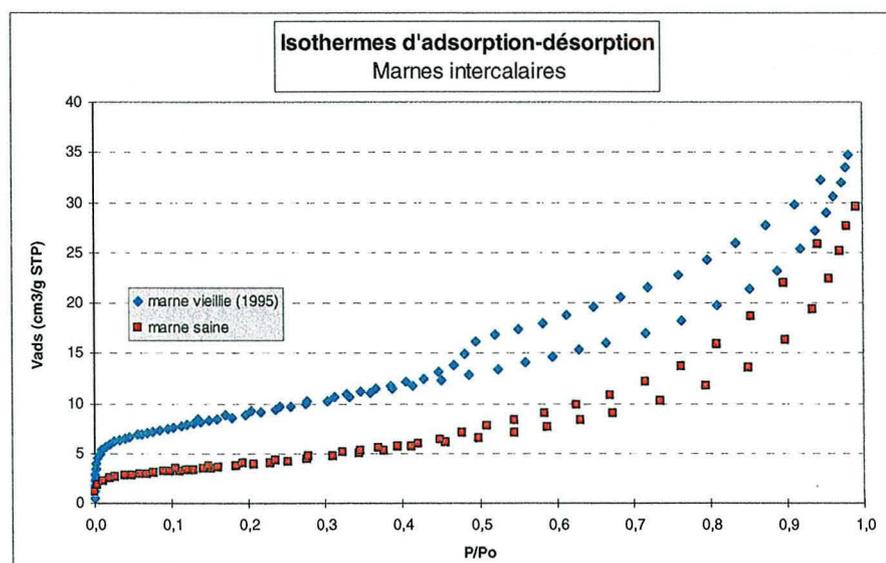


Figure 5 - Isothermes d'adsorption-désorption à l'azote pour l'intercalaire marneux sain et vieilli.

### Marnes intercalaires

Les isothermes des échantillons de marnes montrent comme pour le minerai de fer que ces roches sont non microporeuses et donc mésoporeuses. La porosité semble également, d'après l'allure des hystérésis, assez bien connectée à l'azote, contrairement au mercure qui semble circuler moins aisément dans l'espace poreux et surtout entre les feuillets argileux.

Les valeurs de porosité déterminées à l'azote sont plus faibles que celles déterminées avec les autres méthodes. Dans le cas de l'échantillon de marne saine, cette valeur se rapproche de celle donnée par le calcul de la porosité totale et s'éloigne de celle donnée par le calcul de la porosité à l'eau, méthode au cours de laquelle, comme nous le verrons au chapitre suivant, les mécanismes d'hydratation à l'échelle des particules argileuses sont actifs.

Les branches d'adsorption montrent toujours une distribution assez uniforme et les branches de désorption indiquent des tailles d'accès de pores comprises entre 0.0035 et 0.03  $\mu\text{m}$  pour le faciès sain et entre 0.0035 et 0.02  $\mu\text{m}$  pour le faciès vieilli. Aucune différence notable de propriété de porosité entre une marne saine et une marne vieillie ne semble donc exister.

### Comparaison avec les mesures de porosité au mercure

La méthode de mesure de la porosité au mercure donne pour le minerai de fer des résultats différents de ceux déterminés à l'azote et à l'eau. On a donc envisagé 2 explications possibles: la présence d'une famille de pores invisible au mercure et un problème de connectivité des pores.

Dans un premier temps, on constate que la distribution des pores est semblable avec les 2 méthodes (azote et mercure). Toutefois, avec l'azote on détecte des pores de plus faible rayon, invisibles au mercure, ce qui explique d'ailleurs que les valeurs de surface spécifique sont dans tous les cas plus élevées. Ces micropores ne forment pas une famille à part entière qui puisse expliquer l'énorme différence dans les valeurs de la porosité.

Ces micropores peuvent par contre être à l'origine d'une mauvaise connectivité entre les pores de différente taille. En effet, il suffit qu'il y ait peu de micropores placés entre des pores de plus grande taille, empêchant ainsi l'accès au mercure, pour sous-estimer largement la porosité totale. L'origine de cette mauvaise connectivité peut provenir de la présence des oolithes. En effet, il est intéressant de noter que la différence entre la porosité à l'eau et la porosité au mercure est beaucoup plus grande pour le faciès A où la proportion d'oolithes ferrugineuses est la plus importante. On peut donc penser que le mercure ne peut atteindre les pores à l'intérieur des oolithes contrairement à l'eau dont le grand pouvoir mouillant lui permet de pénétrer dans des capillaires inaccessibles au mercure même à haute pression et traverser l'enveloppe pelliculaire des oolithes. Ainsi, la porosité déterminée avec le mercure serait la porosité inter-oolithique.

L'explication de cette inaccessibilité peut se trouver dans la structure des oolithes. Les photos réalisées au MEB montrent, comme nous le verrons au chapitre suivant, que les oolithes présentent des microcavités et des microfractures qui se remplissent d'argiles néo-cristallisées au travers desquelles l'eau peut circuler. En effet, l'eau qui est une molécule bipolaire peut se déplacer entre les feuillets d'argile et non pas le mercure qui ne peut pénétrer que dans des espaces de 36 Å d'ouverture minimale alors que les feuillets de chlorites sont espacés de 14 Å. La forte porosité des noyaux d'oolithes peut, de plus, expliquer le si grand écart dans les valeurs de la porosité à l'azote et au mercure.

Par ailleurs, la méthode de la porosimétrie au mercure consiste à injecter du mercure à très haute pression (jusqu'à 200 MPa). Cette forte pression comprime les oolithes et peut resserrer les pores et les microfractures dans l'enveloppe entourant les noyaux et rendre ainsi la structure intra-oolithique très poreuse encore plus inaccessible.

L'explication réelle doit certainement se situer entre ces deux hypothèses.

## 2.3 PRESSIONS CAPILLAIRES (ISOTHERMES D'ADSORPTION D'EAU)

### 2.3.1 Principes théoriques et mode opératoire

Dans le cadre des mines de fer, on cherche à mettre en relation l'humidité relative de l'atmosphère minière avec le degré de saturation des roches et également avec les pressions capillaires (ou pressions de succion) qui s'exercent au sein du réseau poreux. Les roches de la formation ferrifère minière sont effectivement soumises à différentes conditions hydriques *in situ* selon l'état de l'exploitation, à savoir l'activité de l'aréage et des pompages d'exhaure. Pour cela, on s'attachera à obtenir des courbes de pression capillaire à partir d'isothermes d'adsorption d'eau.

Il s'agira seulement dans ce chapitre de faire une première approche des milieux partiellement saturés par rapport à la phase de référence qui est l'eau, approche pour laquelle des courbes de pressions capillaires sont nécessaires. Tous les essais mécaniques de laboratoire, qu'il s'agisse des essais à court terme ou des essais de fluage, sont réalisés en condition de saturation totale mais d'autres essais, à atmosphère contrôlée, seront mis en route très prochainement afin d'analyser le comportement des roches dans les conditions *in situ*.

### Loi de Laplace

L'hydratation par condensation capillaire peut se produire par un transfert en phase gazeuse, en phase liquide ou dans les deux phases simultanément. Une fois le processus d'hydratation achevé, l'eau capillaire liquide remplit totalement une partie du milieu poreux et forme des lames plus ou moins étendues. Ainsi, l'eau a tendance à "tapisser" la surface de la porosité et donc à pénétrer naturellement dans la structure par capillarité (Mécanique et Ingénierie des Matériaux, 2001). Le mouillage des parois par l'eau se traduit par une force (ou tension superficielle) qui ne peut être équilibrée que s'il existe une différence de pression entre l'eau et la phase gazeuse s'appliquant sur la surface du ménisque. Cette différence de pression entre ces 2 phases dans un milieu poreux humide constitue la pression capillaire et l'équilibre conduit à l'écriture de la loi de Laplace :

$$\Delta P = P_{air} - P_{eau} = P_c = \frac{2\sigma \times \cos \alpha}{r} \quad (4)$$

avec :

$P_c$  : pression capillaire (Pa)

$\alpha$  : angle de mouillage (degrés)

$\sigma$  : tension superficielle du couple eau/air : 0.0712 Pa.m à 30 °C

$r$  : rayon du ménisque (m)

En pratique, l'existence de la pression capillaire implique que si l'air dans le réseau poreux est à la pression atmosphérique de référence, l'eau doit être en dépression.

### Loi de Kelvin

La condition d'équilibre thermique entre l'eau et sa vapeur dans le milieu poreux s'exprime selon la formulation suivante (Coussy *et al.* 1994) :

$$\ln \left( \frac{P_v}{P_v^0} \right) = \frac{-M_v}{RT\rho_l} (P_l^0 - P_l) \quad (5)$$

avec :

$M_v$  : masse molaire de la vapeur : 18 g.mol<sup>-1</sup>

$R$  : constante universelle des gaz parfaits : 8.314 J.K<sup>-1</sup> mol<sup>-1</sup>

$P_v^0$  : pression de référence de la vapeur à l'équilibre thermodynamique

$P_l^0$  : pression de référence du liquide à l'équilibre thermodynamique

$\rho_l$  : masse volumique du liquide : 995.7 kg.m<sup>3</sup> à 30 °C

La pression de référence du liquide est, dans le cas où le liquide est l'eau et le mélange l'atmosphère formée d'air sec et de vapeur, généralement la pression atmosphérique. Dans ce cas, la pression de référence de la vapeur correspond à la pression de vapeur saturante. De plus, si la vapeur dans le milieu poreux est en équilibre avec la vapeur de l'atmosphère, alors :

$$\frac{P_v}{P_v^0} = h_r \quad h_r : \text{humidité relative} \quad (6)$$

La pression capillaire macroscopique est la différence entre la pression du mélange et la pression du liquide. Si le mélange air + vapeur d'eau dans le milieu poreux est en équilibre avec l'atmosphère extérieure, la différence entre la pression du liquide et sa pression de référence atmosphérique correspond alors à la pression capillaire. Finalement, la loi suivante, dite de Kelvin, peut être écrite dans le cas où la condensation est purement capillaire :

$$\ln h_r = \frac{-M_v}{RT\rho_l} P_c \quad P_c : \text{pression capillaire} \quad (7)$$

La pression capillaire ou succion, est définie comme la différence entre les pressions de liquide et de gaz.

Le procédé expérimental, intitulé "GAETAN - LEM Nancy", a été développé au LEM-CNRS (Laboratoire Environnement et Minéralurgie) de Nancy. Pour ce type de roches, grains et pores de faibles dimensions, la méthode de saturation utilisée est la condensation. L'échantillon, qui est placé dans une enceinte à humidité relative contrôlée, va voir sa masse augmenter ou diminuer selon son état de saturation. La fixation de l'eau sur ce type de roches se fait par le phénomène d'adsorption multi-couches (Cf. chapitre suivant sur le gonflement des marnes). L'épaisseur de la couche recouvrant la surface des pores augmente avec l'humidité relative jusqu'à l'apparition de ponts liquides entre les parois des pores, alors la condensation capillaire commence.

Le mode opératoire est le suivant. L'échantillon est dans un premier temps dégazé sous vide. La pression dans l'enceinte est ensuite augmentée progressivement en injectant de l'eau sous forme vapeur jusqu'à une pression correspondant à la pression de vapeur saturante à 30 °C (4243 Pa), et l'échantillon est alors saturé. C'est l'opération d'adsorption et la courbe obtenue est appelée isotherme de sorption. L'opération inverse de désorption consiste à rétablir progressivement un vide poussé afin de désaturer au maximum l'échantillon, on obtient alors une isotherme de désorption. Les résultats sont fournis sous forme de l'évolution de la quantité de vapeur d'eau adsorbée (en mg par mole ou par gramme de produit sec), c'est-à-dire la teneur en eau de l'échantillon, en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère.

### 2.3.2 Résultats et interprétations

Afin d'analyser au mieux les résultats de l'expérience, on cherche plutôt à obtenir des courbes représentant le degré de saturation de la roche en fonction de la pression capillaire. Pour déterminer l'évolution du degré de saturation de l'échantillon en cours d'essai, on va considérer l'échantillon entièrement saturé lorsque la quantité de vapeur d'eau adsorbée est maximale, c'est-à-dire que la teneur en eau à cet instant correspond à la teneur en eau à la saturation. D'après l'allure des isothermes d'adsorption-désorption, la teneur en eau maximale du minerai de fer (Fig. 6) correspond à la fin du cycle d'adsorption, alors que pour les marnes (Fig. 7) on constate un décalage dont l'origine probable est une cinétique de l'expérience trop rapide combinée à un effet d'inertie. La fin d'un cycle d'adsorption correspond à une humidité relative de l'atmosphère maximale et proche de 100%.

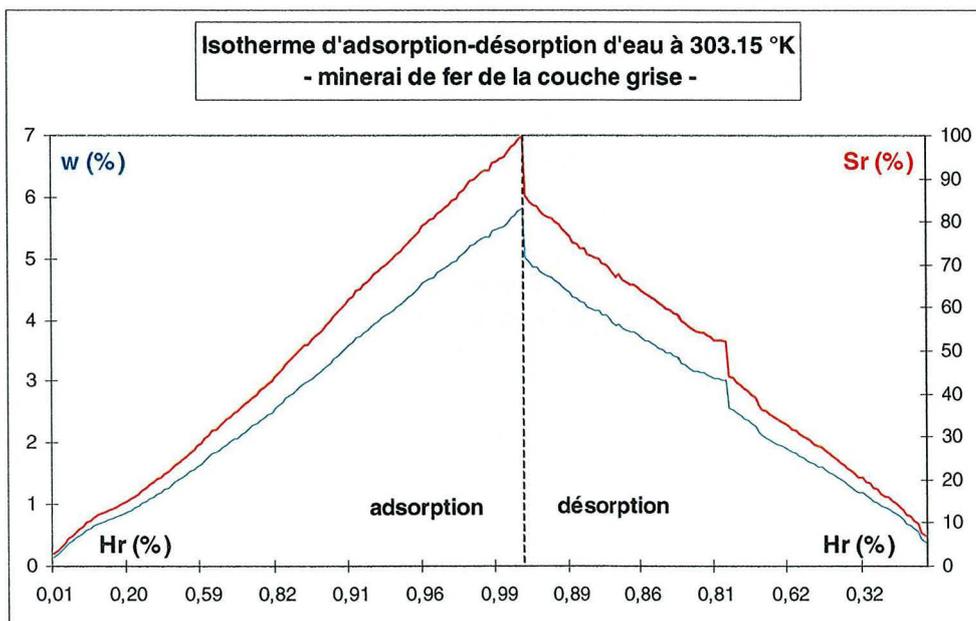


Figure 6 - Evolution de la teneur en eau et du degré de saturation en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère pour le minerai de fer sain (isothermes d'adsorption-désorption à l'eau).

A partir des isothermes du minerai de fer, on constate que pour une atmosphère à 65 % d'humidité relative, c'est-à-dire proche de celle régnant dans les mines en activité (aéragé actif), le degré de saturation de la roche n'est que de 31 %. Et lorsque l'humidité relative atteint 95 %, c'est-à-dire une humidité voisine de celle régnant dans les mines abandonnées (aéragé stoppé), le degré de saturation devient égal à 76 %. Le degré de saturation d'échantillons, prélevés *in situ*, du minerai de fer vieilli a été déterminé au laboratoire (Tableau 1) et sa valeur va de 93 % à plus de 100 %, selon l'échantillon. Pour expliquer ces différences, on peut avancer plusieurs explications : l'humidité relative de l'atmosphère n'a pas été mesurée au moment du prélèvement, les conditions hydriques sont

localement variables, le minéral de fer vieilli n'a peut-être pas les mêmes propriétés physiques (les isothermes peuvent différer), et les incertitudes de mesure du degré de saturation sont très importantes.

D'après les isothermes, on constate donc que le minéral de fer et les marnes intercalaires sont loin d'être saturés, même dans une atmosphère très humide. On doit alors s'attendre à des pressions capillaires élevées. En effet, les courbes représentant l'évolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire (Fig. 8 et 9), montrent que pour le minéral la pression capillaire est de 60 MPa pour  $S_r = 31\%$  et de 7 MPa pour  $S_r = 76\%$ .

Toutes ces informations dénotent clairement l'importance du degré de saturation sur les propriétés mécaniques, et la nécessité de réaliser des essais mécaniques à atmosphère contrôlée pour comprendre au mieux le comportement des roches *in situ*. La suite logique de ce travail, qui sera réalisé à moyen terme, sera de proposer un modèle de comportement pour les roches de la formation ferrifère dans un cadre partiellement saturé.

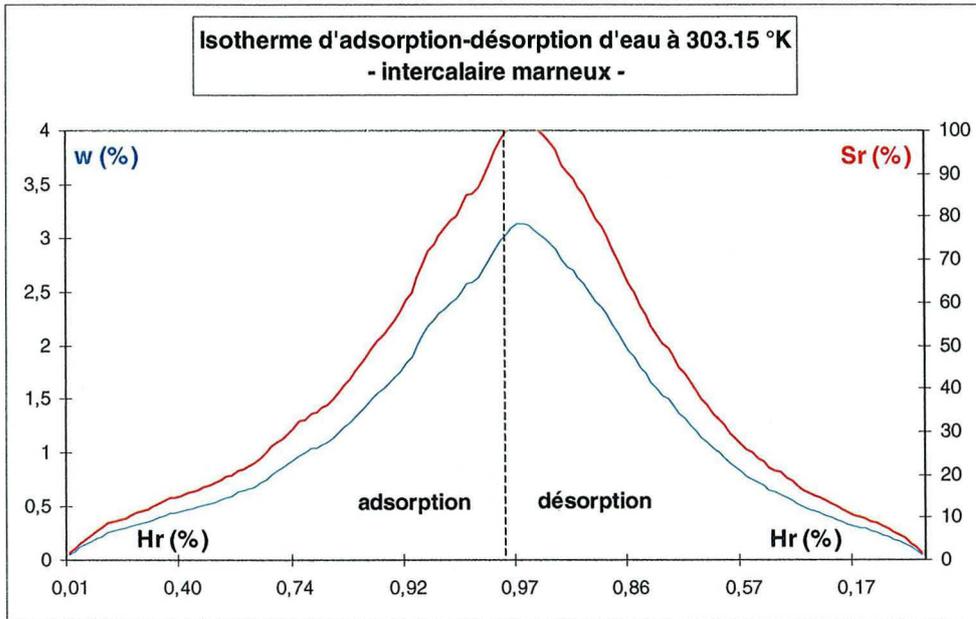


Figure 7 - Evolution de la teneur en eau et du degré de saturation en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère pour les marnes saines (isothermes d'adsorption-désorption à l'eau).

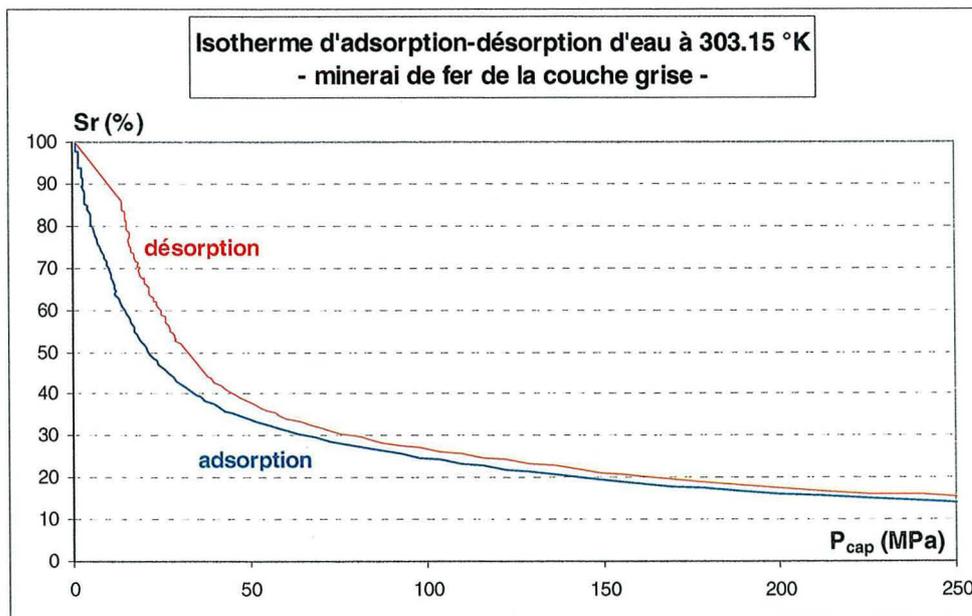


Figure 8 - Evolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire (suction) pour le minéral sain.

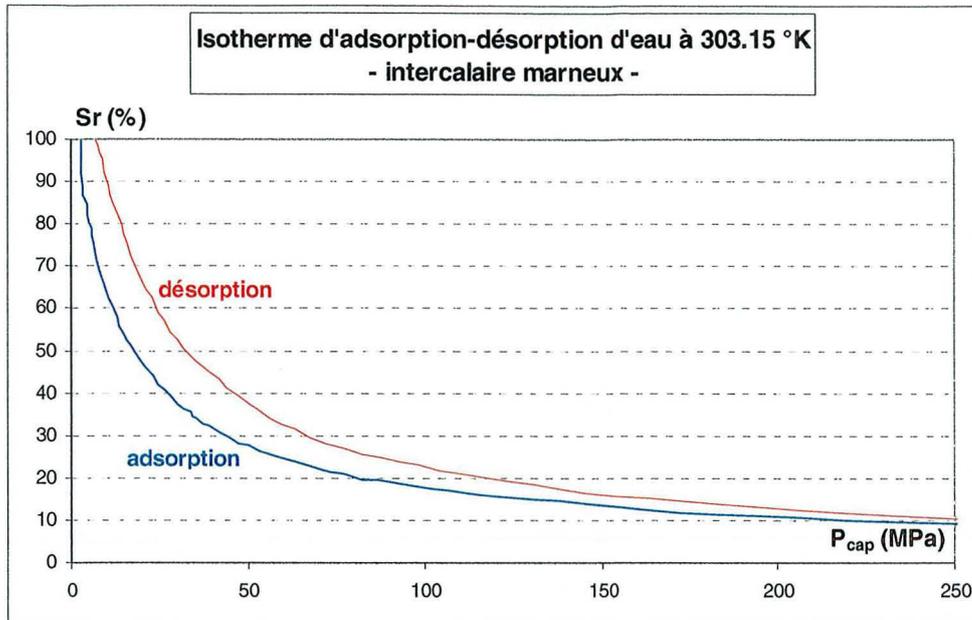


Figure 9 - Evolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire (suction) pour les marnes.

## 2.4 MESURE DES PERMEABILITES EN REGIME PERMANENT

La perméabilité caractérise l'aptitude d'une roche (ou de tout autre milieu poreux) à laisser circuler des fluides au sein de son espace poreux.

La technique de mesure en laboratoire de la perméabilité dépend de l'ordre de grandeur de la propriété. Les roches de la formation ferrifère lorraine sont relativement perméables et la technique de mesure basée sur l'application d'un écoulement stationnaire est suffisante. On déduit alors la perméabilité par application de la loi de Darcy. La loi de Darcy décrit à une échelle macroscopique l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux selon la formulation générale suivante :

$$\frac{Q}{S} = \frac{k}{\mu} \frac{\Delta P}{L} \quad (8)$$

avec les notations suivantes :

- $Q$  : débit volumique
- $L$  : longueur de la colonne de matériau
- $S$  : section de la colonne
- $\Delta P$  : écart de pression
- $\mu$  : viscosité du fluide
- $k$  : perméabilité intrinsèque

La perméabilité du minerai de fer et des intercalaires marneux, provenant des sondages verticaux de Joeuf, a été mesurée au cours de la caractérisation mécanique sur des éprouvettes cylindriques. En effet, chaque essai mécanique réalisé sur ces roches est précédé par une saturation de l'éprouvette sous confinement par de l'eau désaérée, pendant au moins 24 heures pour le minerai de fer et 3 jours pour la marne. Les détails concernant le dispositif expérimental se trouvent dans le chapitre 4. Dans ces conditions, la loi de Darcy peut s'exprimer ainsi :

$$k = \frac{Q \mu L}{S(P_e - P_s)} \quad (9)$$

avec les notations suivantes :

$Q$ : débit volumique injecté par le générateur de pression ( $m^3 \text{ sec.}^{-1}$ )

$L$ : longueur de l'éprouvette ( $m$ )

$S$ : section de l'éprouvette ( $m^2$ )

$P_e$ : pression d'entrée ( $Pa$ )

$P_s$ : pression de sortie ( $Pa$ )

$\mu$ : viscosité de l'eau ( $Pa \cdot sec.$ )

$k$ : perméabilité intrinsèque ( $m^2$ )

Lorsque la perméabilité est très faible, une autre méthode, dite méthode du *pulse*, est employée. La pression du fluide à l'entrée est soumise à un *pulse* soudain  $\Delta p$ . Le temps de transit de ce *pulse* à travers l'échantillon permet de calculer la perméabilité lorsque la géométrie du système est connue.

Les mesures de perméabilité à l'eau sont réalisées sous un confinement de 1.5 MPa. La pression injectée à l'entrée est de 1 MPa et de 0.8 MPa à la sortie. Les résultats des mesures de la perméabilité à l'eau sur quelques éprouvettes du minerai de fer et de marne sont représentés dans le tableau 4 et comparés aux mesures de perméabilité à l'azote (Homand 1997) déterminées à l'aide d'un perméamètre de type IFP. Tous les résultats sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau 4 - Résultats des mesures de perméabilité à l'eau et à l'azote.

PERMEABILITES	Référence de l'échantillon	Perméabilité intrinsèque à l'eau (saturation sous confinement)	Perméabilité intrinsèque à l'azote
Minerai de fer de la couche grise (faciès A)	A-37	2 E-18 m <sup>2</sup>	6.2 E-18 m <sup>2</sup>
	A-61	1.1 E-18 m <sup>2</sup>	
Minerai de fer de la couche grise (faciès B)	B-32	3.7 E-19 m <sup>2</sup>	
Marnes intercalaires (toit de la couche grise)	MI-13	1.8 E-19 m <sup>2</sup>	2.8 E-18 m <sup>2</sup>
	MI-39	9.4 E-20 m <sup>2</sup>	
	MI-51	1.1 E-19 m <sup>2</sup>	
	MI-52	2.2 E-19 m <sup>2</sup>	
	MI-47	2.4 E-19 m <sup>2</sup>	

Au vu de ces résultats, on constate que le faciès très ferrifère du minerai de fer est assez perméable. Bien que la corrélation entre la porosité et la perméabilité des roches ne soit pas universelle, cette valeur importante de la perméabilité est en accord avec la porosité élevée et bien connectée de ce faciès. La perméabilité du faciès carbonaté est inférieure d'un ordre de grandeur à celle du faciès ferrifère d'une part, et voisine de celle des intercalaires marneux, comme c'était déjà le cas avec la porosité, d'autre part. La perméabilité à l'azote est plus importante dans tous les cas.

La perméabilité du minerai de fer vieilli n'a pas été mesurée, mais au vu de la vitesse de circulation élevée du fluide de saturation dans les éprouvettes, on peut raisonnablement penser qu'elle est certainement beaucoup plus importante, ce qui est en accord avec l'aspect très altéré de cette roche.

Il convient de remarquer que la perméabilité mesurée en laboratoire sur ces éprouvettes ne correspond pas à la perméabilité *in situ*. La perméabilité des roches *in situ* est plus importante du fait de la présence en abondance de fractures induites entre autres par les travaux miniers (traçages, foudroyages, etc.).

## 2.5 CONCLUSIONS

Dans le but de caractériser la porosité des différents faciès (ferrifère et carbonaté sains, et vieillies) du minerai de fer de la couche grise exploitée ainsi que des marnes intercalaires formant le toit des galeries, plusieurs méthodes d'analyse ont été employées : mesure de la porosité totale, à l'eau, au mercure et à l'azote. Les propriétés mécaniques qui nous intéressent, et plus particulièrement le couplage hydromécanique, dépendent effectivement de la nature de la porosité (volume poreux et présence ou non de porosité occluse). De même, l'évolution des caractéristiques physiques de ces roches dans le temps est conditionnée par la présence d'une porosité et d'une perméabilité importantes. A cet effet, une mesure de la perméabilité à l'eau, en régime permanent, a également été effectuée sur les 2 faciès du minerai de fer sain et sur les marnes intercalaires.

Par ailleurs, une première approche des milieux poreux partiellement saturés a été menée afin de mettre en relation les variations d'humidité relative de l'atmosphère minière avec le degré de saturation et les pressions capillaires des roches formant les piliers et le toit des chambres. On s'est alors attaché à obtenir des courbes isothermes d'adsorption-désorption d'eau.

L'étude de la porosité du minerai de fer de la couche grise a montré qu'il s'agit d'une roche très poreuse, plus de 30 % pour le faciès le plus ferrifère. Elle est environ de 20 % pour le faciès carbonaté et de 13 à 19 % pour les intercalaires marneux selon la méthode de mesure employée. Par ailleurs, les différentes méthodes de mesures conduisent au même résultat, à savoir l'absence de porosité occluse dans le minerai de fer; ainsi toute la porosité est connectée, y compris la porosité intra-oolithique. Pour les marnes intercalaires, le problème est plus complexe dans le sens où la présence en abondance de minéraux argileux ne permet pas de déterminer la présence ou non de porosité occluse du fait que la porosité à l'eau est sur-estimée par rapport à la porosité totale (phénomènes d'hydratation des minéraux argileux).

La valeur de porosité obtenue à partir de la méthode de la porosimétrie au mercure est largement sous-estimée du fait d'une mauvaise connectivité des pores au mercure. Cette mauvaise connectivité se situe probablement au niveau de l'interface des oolithes ferrugineuses qui sont très poreuses et à l'intérieur desquelles le mercure ne peut pas pénétrer. En fait, toute la porosité est ouverte à l'eau et à l'azote mais pas au mercure avec lequel on n'a accès qu'à la porosité inter-oolithique. Ce problème de connectivité marque en fait les limites de la méthode de la porosimétrie au mercure. Par ailleurs, l'étude de la distribution des rayons de pores au mercure a montré que la porosité du minerai très ferrifère est uniforme, unimodale et plutôt bien connectée. Par contre, la présence d'une quantité importante de porosité piégée pour le faciès carbonaté du minerai et pour les marnes indique une mauvaise connexion des pores. A cela s'ajoute une perméabilité à l'eau assez importante pour le faciès ferrifère du minerai et un peu moins pour le faciès carbonaté et les marnes. Ainsi, pour conclure, le faciès très ferrifère du minerai de fer est certainement une roche chimiquement très réactive (porosité et perméabilité très importantes) d'une part, et d'autre part le faciès carbonaté du minerai est très proche des marnes dans ses propriétés hydrauliques.

Aucune différence notable entre la porosité des roches saines et des roches vieillies n'a été constatée pour l'instant, à l'exception d'un volume poreux moins important pour le minerai de fer vieilli. Mais toutefois les problèmes liés à la disparité des échantillons de ces roches très hétérogènes et l'absence d'une étude à plus grande échelle ne permet pas pour l'instant de mettre cette différence au crédit du vieillissement.

Finalement, les courbes représentant les isothermes d'adsorption et de désorption d'eau montrent que les roches de la formation ferrifère sont loin d'être saturées même exposées à une atmosphère très humide. Ainsi, le minerai de fer n'est saturé qu'à 76 % pour une humidité relative de 95 %, c'est à dire proche de l'humidité de l'atmosphère régnant dans les mines abandonnées une fois l'aérage stoppé. Pour une telle valeur de saturation, les pressions capillaires atteignent 7 MPa. Ces informations montrent la nécessité de prendre en compte les pressions capillaires, et donc le degré de saturation, dans l'étude du comportement mécanique par la réalisation d'essais mécaniques à atmosphère contrôlée. Ainsi, une modélisation, ultérieure au travail présenté dans ce mémoire, sera proposée dans un cadre partiellement saturé afin de comprendre au mieux le comportement des roches dans les conditions *in situ*.

## CHAPITRE 3

# Evolution dans le temps du minerai de fer et des marnes intercalaires

### 3.1 INTRODUCTION

La nature n'échappe pas aux effets non linéaires et irréversibles du temps. En serait-il autrement pour les différents géomatériaux qui sont perpétuellement soumis aux effets du vieillissement, de l'érosion, de l'altération et de l'endommagement ? Bien évidemment, non.

Malgré le progrès des méthodes d'analyse, d'auscultation et de modélisation numérique, et le développement continu des modèles avec la prise en compte des divers couplages (hydromécanique, thermomécanique, chimiomécanique), la géomécanique est encore imparfaite pour prendre en compte l'histoire des roches dans l'étude du comportement mécanique ou pour prédire l'évolution de ce comportement en fonction de modification des conditions aux limites telles que les changements hydrogéologiques ou climatiques.

La géomécanique ou plutôt la géotechnique pour être plus large, ne s'intéresse souvent qu'au temps présent sans chercher à comprendre le temps passé qui est à l'origine du comportement actuel du matériau ou à imaginer le temps futur qui va conditionner son comportement à long terme, indépendamment des effets différés.

Malgré cela, il existe tout de même de nombreuses études sur le vieillissement, mais la plupart ont été réalisées sur des matériaux de construction, tels que le béton, et le vieillissement est en général défini comme une modification des caractéristiques mécaniques. Dans le cadre des mines de fer abandonnées de Lorraine, l'étude du vieillissement des roches, et plus particulièrement du minerai de fer, tiendra compte de l'évolution des caractéristiques physiques et minéralogiques induites par son exploitation. L'altération se produit, en effet, parce que les minéraux constitutifs de la roche ne sont plus en équilibre thermodynamique avec les conditions environnantes. On va donc s'intéresser au processus d'altération chimique, par opposition au processus d'altération mécanique qu'est l'érosion. L'altération chimique transforme la composition initiale de la roche par mise en solution ou par précipitation d'éléments. Le vecteur dominant de l'altération chimique est donc bien évidemment l'eau.

La comparaison des analyses (MEB, microsonde, diffraction X, dosage des carbonates, analyses bactériologiques) réalisées sur du minerai de fer vieilli par rapport à celles réalisées sur du minerai de fer sain, prélevé dans une zone vierge de toute exploitation, permettra de caractériser l'évolution d'origine anthropique de la roche. Dans ce cas, cette évolution, qui n'est pas naturelle, sera désignée par le terme vieillissement, et d'autant plus si elle induit une variation des propriétés mécaniques dans le sens d'une diminution de la résistance à court ou à long terme. Afin de déterminer la nature de l'évolution du minerai de fer, l'étude devra donc mettre en évidence les aspects suivants :

- Les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques de l'évolution diagénétique du minerai de fer "sain".
- Les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques du vieillissement d'origine anthropique en fonction du temps d'une part et en fonction de l'espace d'autre part par une détermination de l'étendue de la zone vieillie dans le pilier.

Pour cela, il s'agira de déterminer :

- La nature des équilibres minéraux actuels et passés.
- La nature des transformations minéralogiques et microstructurales ainsi que celle des néoformations.
- L'influence de l'exploitation minière sur tous ces phénomènes.

La seconde partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude des différents mécanismes de gonflement des siltites argilo-carbonatées constituant les intercalaires des couches minéralisées.

En effet, dans les matériaux argileux, un changement de teneur en eau s'accompagne généralement de variations de volume et le cas échéant de pressions de gonflement. Les particules d'argile absorbent l'eau et provoquent donc le gonflement et le retrait du matériau selon qu'il se mouille ou se dessèche. Ce phénomène est lié aux interactions entre l'eau, la matrice poreuse et les particules argileuses mais également à l'historique des contraintes hydriques et mécaniques subies par le matériau. Les roches formant les chambres et piliers de la formation ferrifère sont particulièrement exposées à ces phénomènes puisqu'elles sont soumises à des variations hydriques non négligeables (variation de l'intensité de l'aérage et inondation au moment de l'arrêt des pompes d'exhaure). En outre, ces intercalaires marneux sont riches en minéraux réduits du fer et en soufre, tels la pyrite, et présentent donc un potentiel d'oxydation important qui peut également se traduire par un gonflement.

Une étude bibliographique exhaustive de ces différents mécanismes physico-chimiques et minéralogiques de gonflement des matériaux argileux sera ainsi présentée dans cette seconde partie du chapitre. Les paramètres ayant une influence sur ce phénomène de gonflement seront également présentés. Une première approche du vieillissement de ces marnes lié au phénomène d'oxydation de la pyrite sera également présentée à partir d'observations réalisées au MEB. De plus, quelques essais classiques de laboratoire ont été réalisés dans le cadre de cette étude du gonflement.

## 3.2 ETUDE DU VIEILLISSEMENT DU MINERAI DE FER

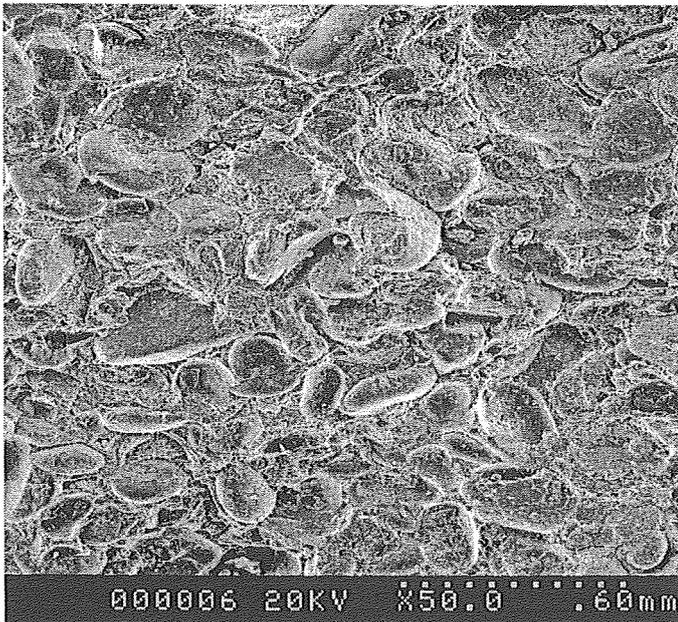
### 3.2.1 Procédure expérimentale

Afin de qualifier et d'expliquer le vieillissement du minerai de fer dans le contexte des mines de fer abandonnées, plusieurs techniques d'analyse ont été utilisées:

- Observations et analyses semi-quantitatives au **Microscope Electronique à Balayage (MEB)** sur fragments bruts. Cette technique d'observation permet également d'obtenir une composition approchée de certains minéraux à partir de spectres d'absorption semi-quantitatifs.
- Analyses à la **microsonde électronique** sur lames minces et sections polies. Cette technique sera utilisée en complément du MEB pour déterminer la composition chimique précise des minéraux observés à partir de spectres d'analyse quantitatifs.
- Analyses avec le **diffractomètre aux rayons X**. Ces analyses nous permettront d'identifier de manière précise toutes les phases minérales présentes dans un échantillon.
- **Dosage des carbonates** (sidérite et calcite) contenus dans le ciment inter-oolithique, par analyse chimique.
- **Analyses bactériologiques** (en cours).

### 3.2.2 Observations au MEB

#### 3.2.2.1 Diagenèse et état minéralogique actuel du minerai de fer



Des analyses sur un échantillon sain de minerai de fer de la couche grise, c'est-à-dire éloigné de toute zone d'exploitation (Malavillers), ont été réalisées. Ces analyses serviront donc de référence à toutes les observations ultérieures sur les autres échantillons exposés à l'atmosphère minière. Sans rentrer dans les détails relatifs à la minéralogie pour l'instant, une vue d'ensemble de ce minerai de fer sain au MEB (Fig. 1) nous permet de faire les observations suivantes: le matériau n'est pas altéré, les oolithes sont saines, il n'y a pas de micro-fissures et le ciment, riche en phyllosilicates ferrifères et en carbonates, est abondant et bien cristallisé. Ces observations concernent donc l'état actuel du minerai de fer, état qui résulte de la diagenèse. Le minerai de fer est très poreux et assez perméable. La porosité totale, déterminée à l'eau et par volumétrie d'adsorption d'azote, est de l'ordre de 30 % et la perméabilité est d'environ  $1.5 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ . Cette roche correspond donc à un milieu chimiquement très réactif.

Figure 1 - Vue d'ensemble du minerai de fer sain prélevé dans une zone vierge de toute exploitation (Malavillers).

Le minerai de fer est riche en oxydes (présents dans le ciment inter-oolithique et constituant les oolithes) et dans les zones non exploitées, il est en équilibre chimique avec l'eau depuis des millions d'années. Après formation et enfouissement, les conditions chimiques sont celles d'un milieu réducteur et ont permis au ciment de s'enrichir en sidérite et en chlorite ferrifère, qui sont des minéraux réduits du fer, au cours de sa diagenèse.

Ces conditions chimiques sont propices au premier phénomène d'évolution observé sur cet échantillon. Il s'agit d'une cristallisation de phyllosilicates ferrifères dans les vides du ciment inter-oolithique (Fig. 2). Une vue détaillée de ces minéraux (Fig. 3) montre une cristallisation en crêtes ou sous forme de "roses des sables" caractéristique. Ces phyllosilicates semblent très "frais" ou du moins beaucoup plus que les "anciens" phyllosilicates diagenétiques à structure floue.

Phyllosilicate ferrifère diagénetique :  
structure floue

Phyllosilicates ferrifères recristallisés :  
structure crêtée

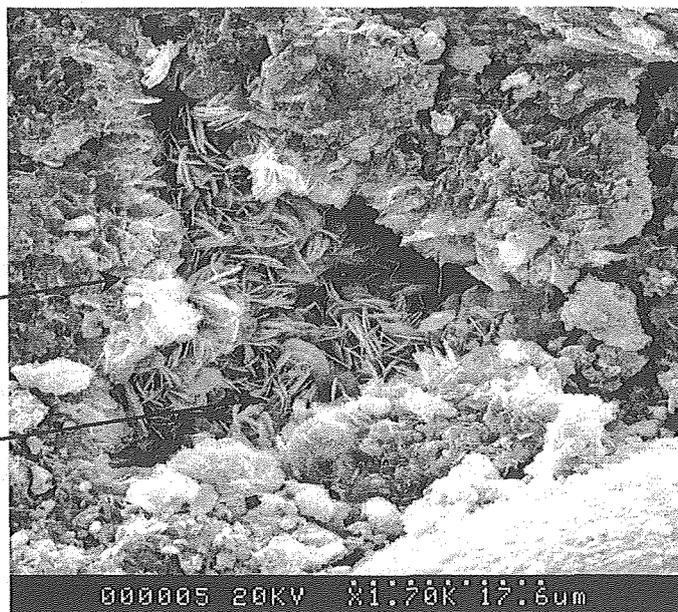


Figure 2 - Phyllosilicates ferrifères cristallisés dans un vide et entourés du phyllosilicate diagénetique.

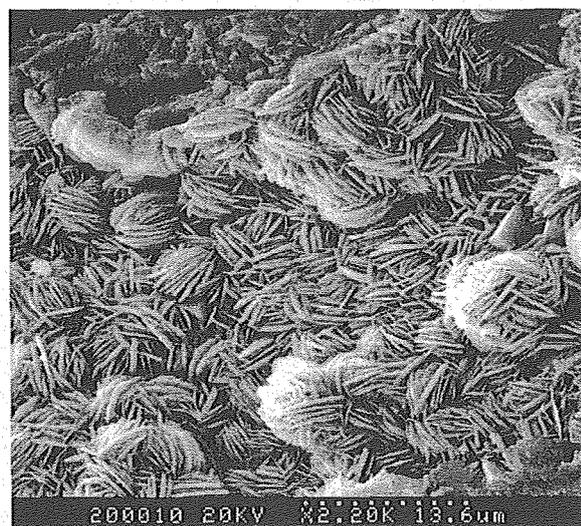


Figure 3 - Détail des phyllosilicates ferrifères cristallisés sous forme crêtée ("roses des sables").

Ce phénomène de néo-cristallisation de phyllosilicates ferrifères s'inscrit donc à la suite du processus diagénetique ; il correspond à une évolution naturelle du minerai de fer puisqu'il est présent dans une zone vierge de toute exploitation minière. Pour l'expliquer, on peut imaginer dans un premier temps une dégradation du phyllosilicate diagénetique, puis une réorganisation sur place du minéral et enfin la recristallisation de nouveaux phyllosilicates ferrifères dans les vides inter-oolithiques. D'ailleurs leur composition chimique est peu différente. En effet, d'après les analyses réalisées au MEB et à la microsonde électronique, ces phyllosilicates néo-cristallisés sont composés en moyenne de 25 à 30 % de  $\text{SiO}_2$  et de 15 à 20 % d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ , c'est-à-dire des valeurs assez proches de la composition du phyllosilicate diagénetique. On parle alors de cristallisation topo-chimique. Ces phyllosilicates ferrifères sont désignés depuis près d'un siècle par le terme chamosite et par de nombreux auteurs dont Bubenicek (1970).

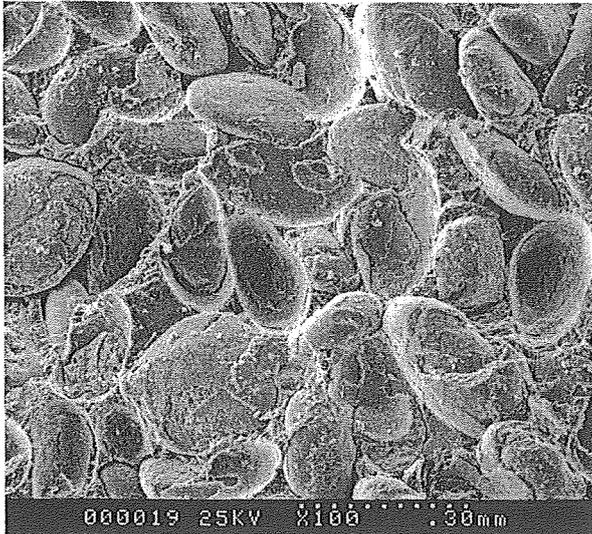
### 3.2.2.2 Evolution d'origine anthropique du minerai de fer

#### ➤ Minerai de fer situé au cœur des piliers

Il s'agit du minerai de fer prélevé à partir des sondages verticaux réalisés depuis la surface et traversant le cœur des piliers dans différentes couches exploitées. Ce minerai de fer a servi de base à l'étude du comportement

mécanique de la roche à partir d'une série d'essais hydromécaniques. Nous allons présenter successivement les transformations observées dans le ciment inter-oolithique, sidérite et calcite, puis au niveau des oolithes. Dans tous les cas, la date de début d'exploitation de ces sondages verticaux n'est malheureusement pas connue et les néoformations qui seront éventuellement observées ne pourront pas être situées dans le temps.

### Ciment inter-oolithique sidéritique (carbonates de fer)



Lorsqu'on observe ces échantillons prélevés au cœur des piliers (Fig. 4), on a l'impression que les oolithes, qui sont nombreuses, ainsi que le ciment inter-oolithique, sont saines et non-altérées. Les carbonates de fer sont abondants et bien cristallisés dans ce ciment. Cependant, en y regardant de plus près (Fig. 5 à droite), on constate que la sidérite commence à se dégrader puisqu'on y observe des traces d'altération et un développement de fissures qui n'apparaissent pas lorsque la sidérite est saine (Fig. 5 à gauche).

Figure 4 - Vue d'ensemble du minerai de fer prélevé au centre des piliers.

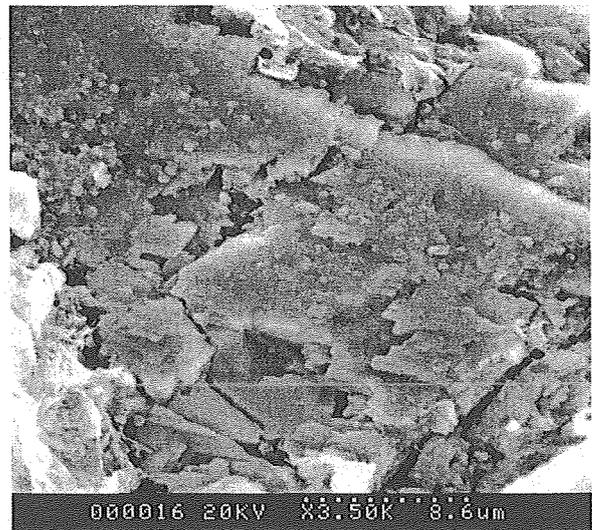
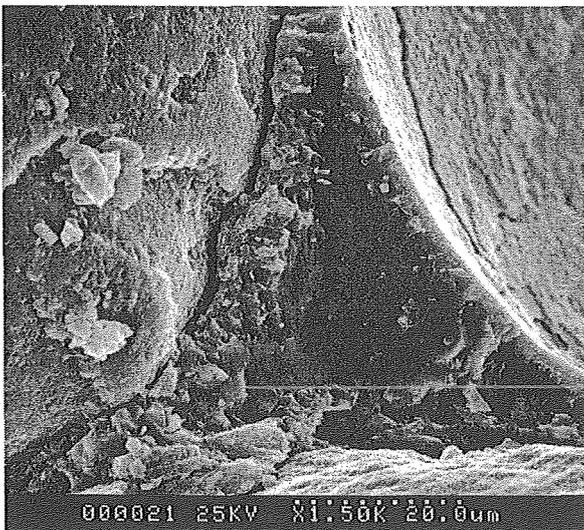


Figure 5 - à gauche : Carbonates de fer (sidérite) en bon état dans le ciment inter-oolithique.  
- à droite : Traces d'altération et fissures dans la sidérite inter-oolithique.

### Ciment inter-oolithique argileux (phyllosilicates ferrifères)

Un deuxième phénomène d'importance, observé sur ces échantillons prélevés au cœur des piliers, concerne l'évolution du ciment argileux par comparaison aux échantillons sains. En effet, les micro-cavités et les micro-fractures prennent de l'importance et se remplissent de phyllosilicates ferrifères recristallisés (Fig. 6 à gauche). Ces nouveaux minéraux prennent par ailleurs de plus en plus d'importance et cela à la place du phyllosilicate diagénétique (Fig. 6 à droite) qui, à l'instar de la sidérite, commence à s'altérer de façon importante. C'est à partir de maintenant que l'on peut commencer à réellement parler d'altération.

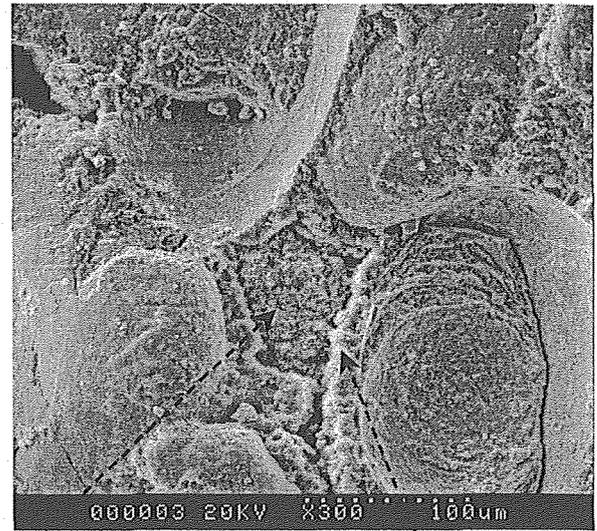
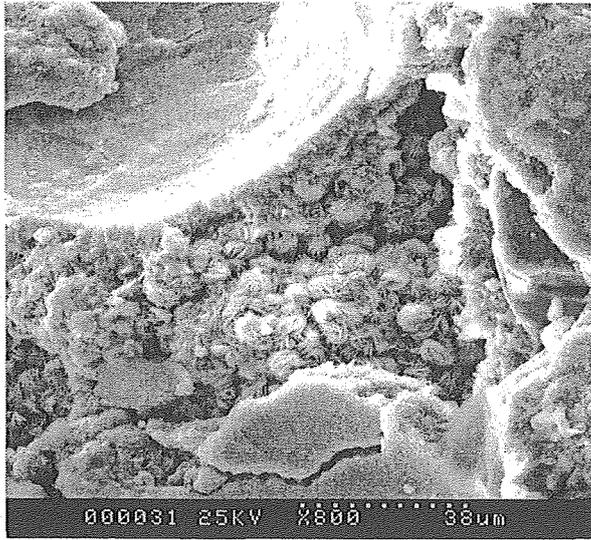


Figure 6 - à gauche : Recrystallisation de phyllosilicates ferrifères dans un vide de l'espace inter-oolithique.  
- à droite : Recrystallisation importante de phyllosilicates au détriment du phyllosilicate diagenétique.

Ces phyllosilicates recrystallisés sont constitués en moyenne de 15% d' $Al_2O_3$  et de 20% de  $SiO_2$ , c'est-à-dire une composition assez différente de celle des phyllosilicates diagenétiques et des phyllosilicates néo-cristallisés dans le minerai de fer sain. Il semble que cette perte de silice corresponde à une dégradation du phyllosilicate diagenétique dont les feuillets ainsi altérés servent de base à la formation de ces nouveaux minéraux. Il s'agit là d'une première hypothèse.

### Oolithes ferrugineuses

Nous avons vu que le ciment inter-oolithique (sidérite et argiles diagenétiques) commence à se dégrader et tend même à disparaître. Les liens diagenétiques entre les oolithes ont alors rompu et il n'y a donc plus rien pour soutenir les oolithes. Dans certains cas les contacts entre les oolithes deviennent directs et à ce niveau les contraintes deviennent importantes. On observe alors souvent des oolithes écrasées par d'autres (Fig. 7). La structure intra-oolithique est endommagée et le cortex desquame. Ainsi découvert, il tend à s'altérer et perd sa cohésion interne.

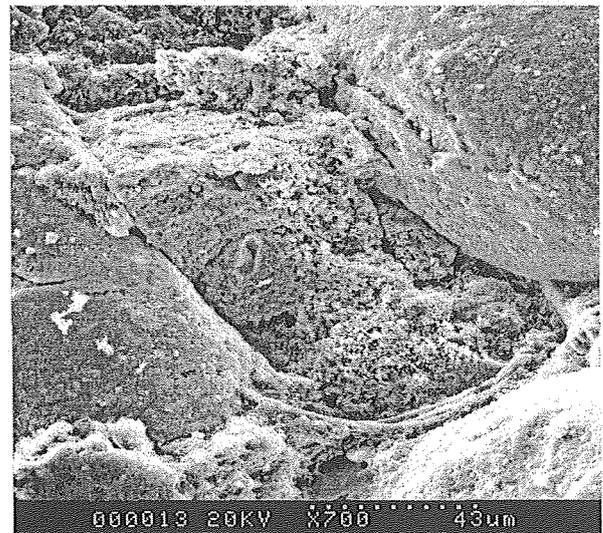
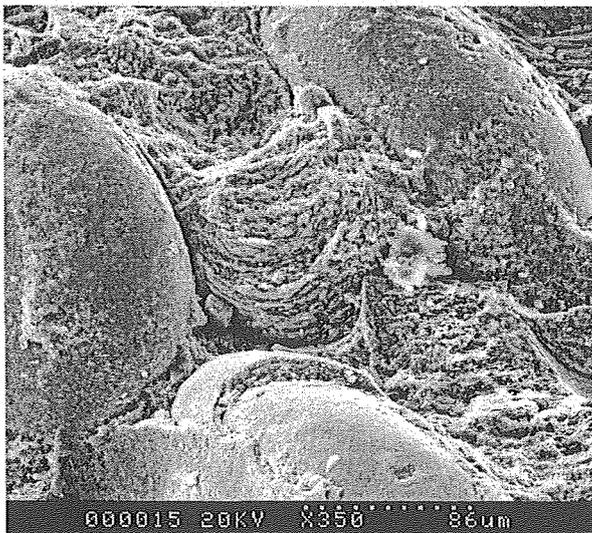


Figure 7 - Oolithes écrasées par d'autres oolithes et dont le cortex découvert se dégrade.

### Cortex intra-oolithique

Le cortex intra-oolithique, formé de goéthite, est donc découvert et propice à une altération. En observant de près la structure intra-oolithique, on y constate la présence de paillettes bien cristallisées (Fig. 8). La composition chimique

de ces cristaux, qui semble être celle d'un oxyde de fer, est légèrement différente de celle de la goéthite environnante. Il pourrait alors s'agir d'une néoformation d'origine anthropique.

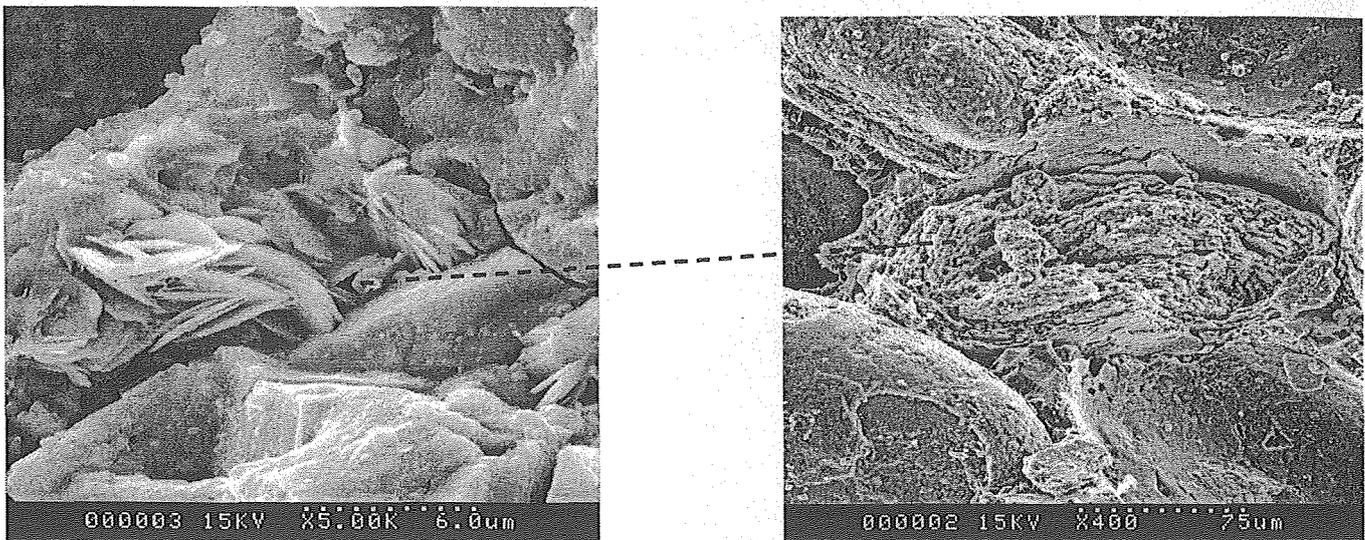


Figure 8 - Néoformation de paillettes dans le cortex intra-oolithique endommagé.

➤ **Minerai de fer situé en bordure des piliers (date d'exploitation : 1970 et 1990)**

Sur ces échantillons prélevés en bordure de piliers de la couche grise et exposés à l'atmosphère minière depuis 10 à 30 ans, les mêmes phénomènes d'altération que précédemment sont observés, à la différence près qu'ils prennent de plus en plus d'importance. Ces phénomènes sont, nous le rappelons, la cristallisation de phyllosilicates ferrifères de composition chimique différente du phyllosilicate diagénétique dans les vides ou au détriment de ce dernier (Fig. 9), le début d'altération des carbonates de fer du ciment inter-oolithique, la détérioration d'oolithes du fait de contacts directs entre elles, l'endommagement du cortex intra-oolithique où des paillettes de composition un peu différente se forment. Toutes ces évolutions minéralogiques sont d'origine anthropique car elles correspondent à une **diagénèse récente ou rétro-diagénèse**. Le phénomène majeur à retenir est le début de la dégradation du ciment inter-oolithique qui, comme nous allons le voir, va se poursuivre dans le temps et atteindre un stade ultime.

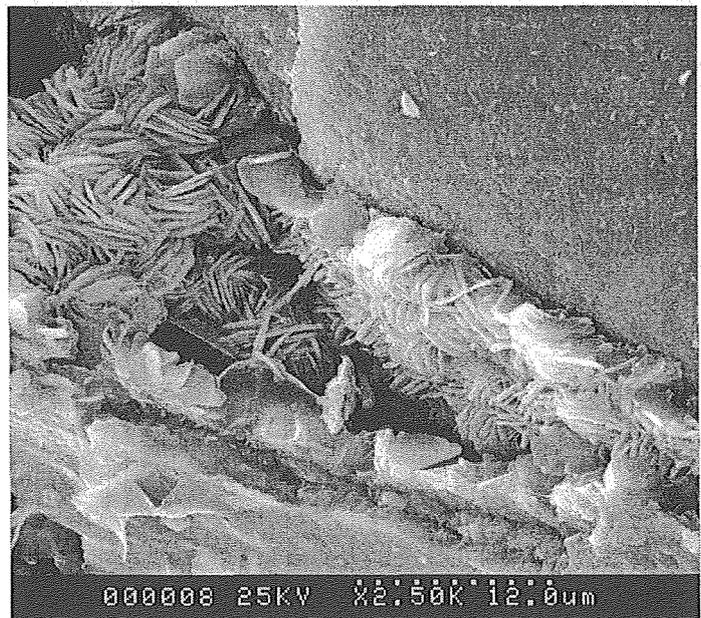


Figure 9 - Cristallisation de phyllosilicates dans un vide inter-oolithique du minerai prélevé en bord de pilier.

➤ **Minerai de fer situé en bordure des piliers (date d'exploitation : 1900 à 1930)**

Nous allons maintenant nous intéresser à des échantillons exposés à l'atmosphère minière depuis plus de 30 ans. Il s'agit des échantillons provenant de piliers dont les dates d'exploitation sont situées entre 1900 et 1910 pour le 1<sup>er</sup> pilier et en 1930 pour le second. Les observations minéralogiques qui vont suivre sont communes à ces différents échantillons.

## Ciment inter-oolithique



La première remarque concerne les phyllosilicates ferrifères. Ceux-ci, qu'ils soient d'origine diagénétique ou recristallisés, sont devenus rares. On observe encore à certains endroits ces phyllosilicates néoformés (Fig. 10) mais beaucoup moins souvent que précédemment. Cette disparition correspond à un état d'altération très avancé. Par ailleurs, une nouvelle phase importante du vieillissement du minerai de fer a été observée sur ces échantillons. Cette phase concerne la disparition presque totale de la sidérite et cette disparition caractérise l'état ultime d'altération du minerai de fer.

Sur la figure 11 sont représentées 2 images prises au MEB sur des sections polies. L'image de gauche montre que le ciment inter-oolithique du minerai de fer exposé à l'atmosphère minière en 1970 contient beaucoup de sidérite (couleur claire) alors que l'image de droite montre que le ciment est formé surtout de calcite dans un échantillon vieilli, exposé à l'atmosphère minière entre 1910 et 1900.

Figure 10 - Phyllosilicates néoformés dans un vide du minerai prélevé en bord de pilier.

Ainsi dans ce phénomène d'altération du ciment, il faut tenir compte de l'importante variabilité de la teneur relative de sidérite dans ces roches hétérogènes, d'autant plus de la teneur en carbonates et en ciment inter-oolithique sont également variables entre les différents échantillons. On ne peut donc pas encore tirer de conclusion définitive sur l'intensité de l'altération (oxydation), et donc la disparition, de la sidérite dans le temps. Il manque encore une analyse quantitative et à grande échelle. Une première approche sera faite avec les mesures de teneur en carbonates sur quelques échantillons de minerai de fer.

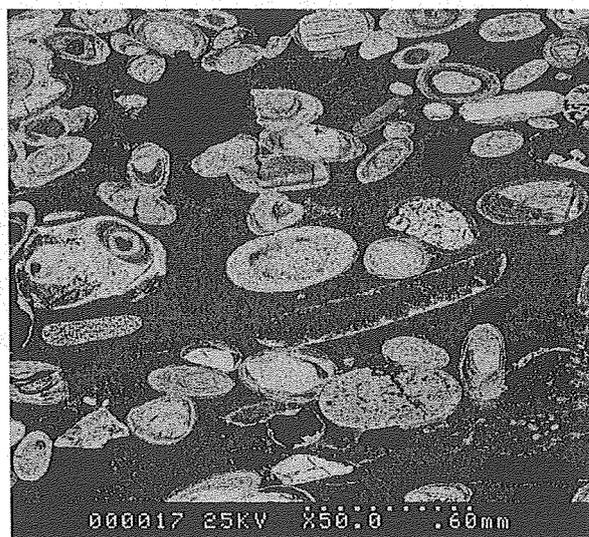
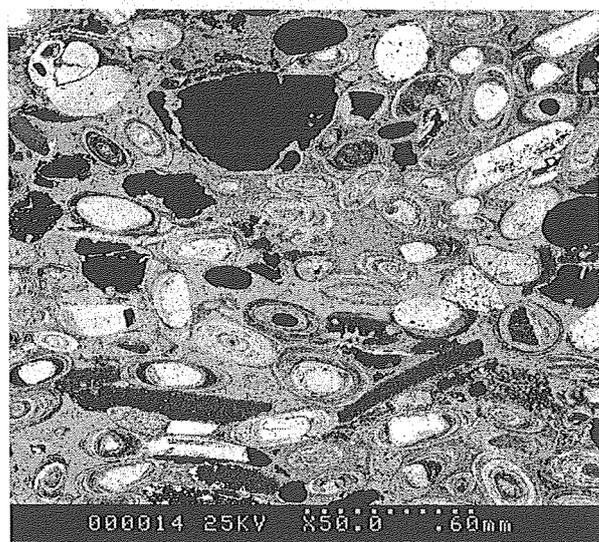


Figure 11 - à gauche : Ciment inter-oolithique (1970) essentiellement composé de sidérite (couleur claire).  
- à droite : Ciment inter-oolithique (1910) essentiellement composé de calcite (couleur sombre).

## Oolithes ferrugineuses

On observe à la surface des oolithes la **néoformation** d'une croûte d'oxydes de fer (Fig. 12). Cette croûte qui enveloppe les oolithes a une structure alvéolaire caractéristique : elle cristallise en forme de "nid d'abeille" (Fig. 13 à gauche).

## Oolithe dégradée

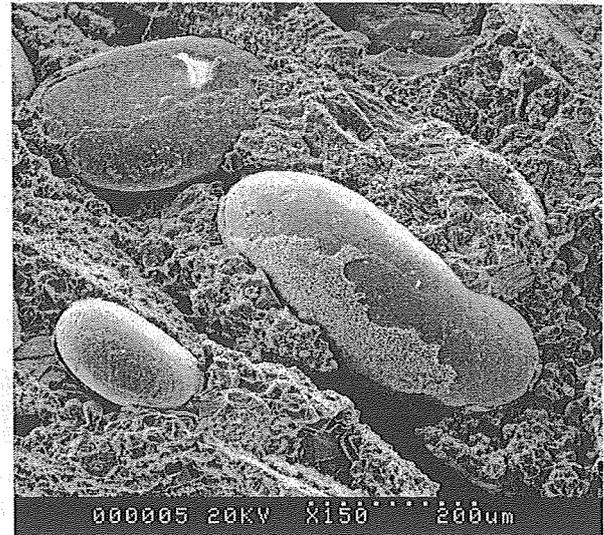
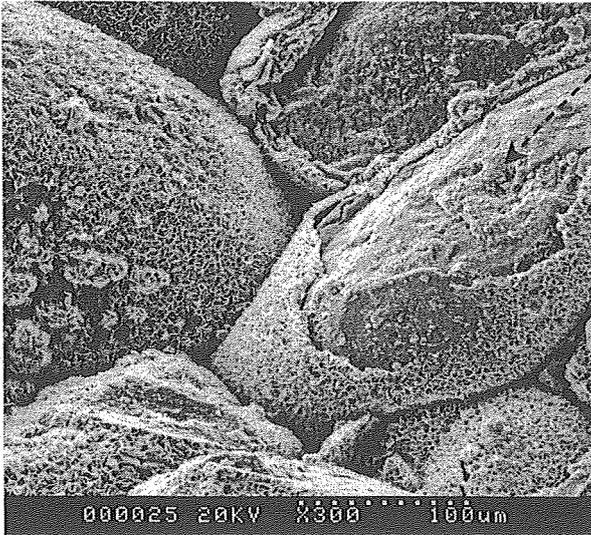
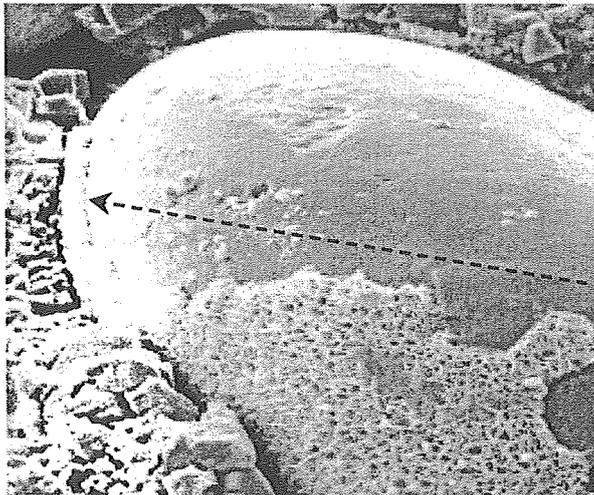


Figure 12 - Cristallisation d'une croûte d'oxydes à la surface des oolithes (gauche : 1930, droite : 1910).



On peut supposer dans un premier temps que cette croûte néoformée est le résidu de la dégradation du ciment inter-oolithique (argiles + sidérite), et qu'elle se dépose ultérieurement en tapissant les oolithes et les phyllosilicates du ciment. On constate effectivement sur la figure 13 (à droite) que ce dépôt d'oxydes recouvre les précédents phyllosilicates ferrifères néoformés. Par ailleurs, lorsqu'on observe un agrandissement de la photo de droite (ci-contre) de la figure 12, il semble fort probable que cette croûte néoformée soit un dépôt résiduel. Cependant, il est difficile d'affirmer pour l'instant si ces oxydes se forment à partir des phyllosilicates, s'ils viennent les recouvrir en se formant à partir de la dégradation d'un autre minéral qui est probablement la sidérite, ou si les 2 phénomènes sont liés. Dans tous les cas, leur structure respective semble intimement liée.

Les oolithes, recouvertes de cette couche de corrosion, présentent parfois un aspect altéré et semblent perdre de leur cohésion. Ceci est surtout valable dans le cas des échantillons provenant du pilier exposé à l'atmosphère minière vers 1930 (Fig. 12 à gauche). Ce dépôt d'oxydes n'est probablement pas le fait d'une corrosion des oolithes qui elles-mêmes sont constituées d'un minéral déjà oxydé : la goethite ( $\text{Fe}^{3+}$ ).

Cette croûte ne peut cependant plus jouer le même rôle de ciment que jouaient la sidérite et les phyllosilicates avant dégradation; les liens diagénétiques forts reliant dans le passé les oolithes au ciment, assurant ainsi la cohésion de l'ensemble, ont rompu. L'adhérence est donc précaire et la croûte d'oxydes se détache alors facilement (Fig. 14). Les oolithes, n'étant plus liées à ce qui reste du ciment inter-oolithique, se déchaussent fréquemment de leur emplacement d'origine (Fig. 14) et laissent alors apercevoir leur empreinte sur d'autres oolithes en se "détachant" (Fig. 15).

La conclusion finale de toutes ces observations est que **la roche semble réellement perdre sa cohésion inter-oolithique et intra-oolithique** (dégradation du cortex).

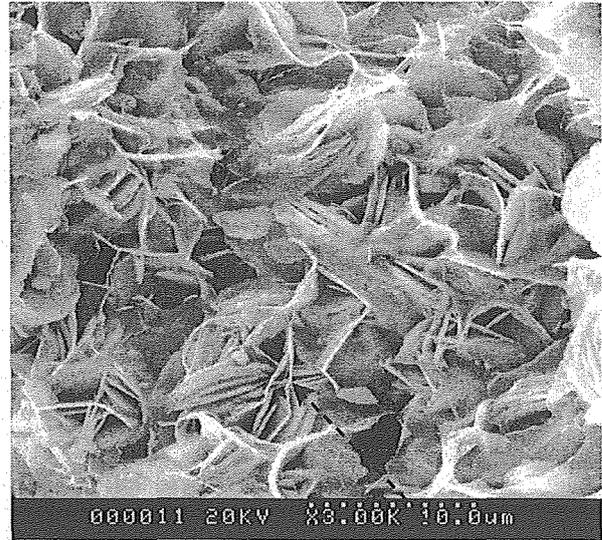
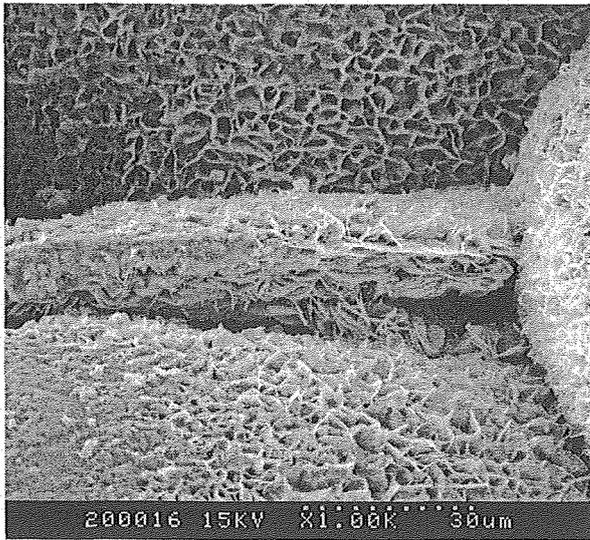


Figure 13 - à gauche : Détail de la croûte d'oxydes de fer cristallisée en "nid d'abeille".  
 - à droite : Agrandissement de la vue de gauche laissant apparaître des phyllosilicates.

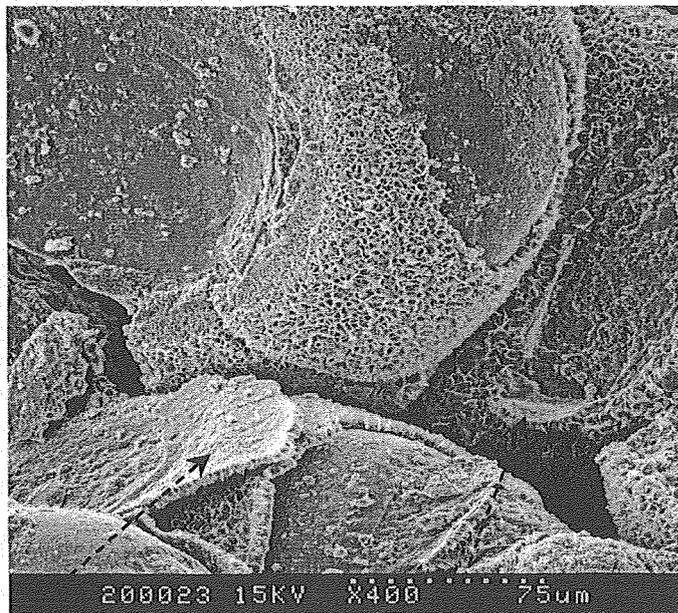


Figure 14 - Détachement de la croûte d'oxydes et déchaussement d'oolithes (échantillon 1930).

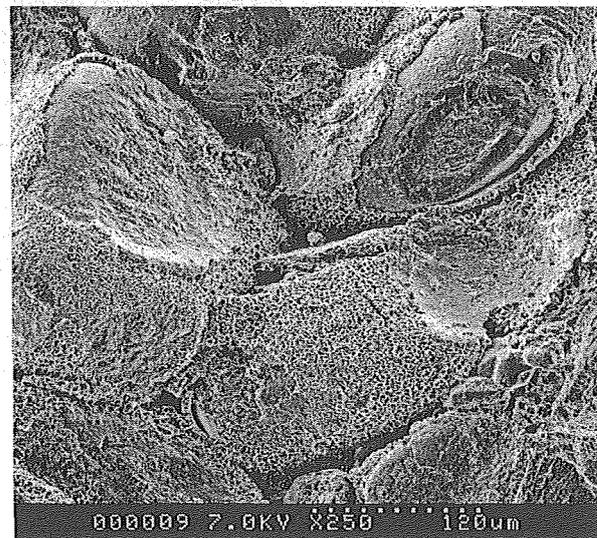
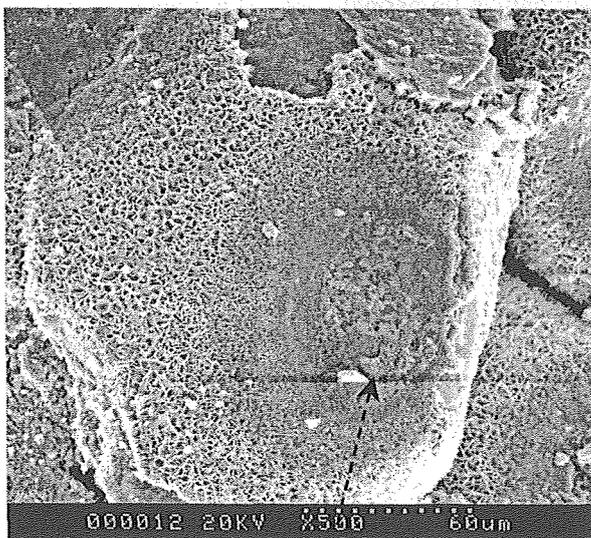


Figure 15 - Empreintes d'oolithes s'étant décollées d'autres oolithes (échantillon 1930).

## 2.2.5 Relations entre les transformations d'origine anthropique et l'emplacement des échantillons

Le phénomène de cristallisation des phyllosilicates ferrifères, de composition chimique différente de celle du phyllosilicate diagénétique, ainsi que le phénomène d'altération du ciment inter-oolithique, ont été identifiés sur tous les échantillons analysés. Ils ont été d'abord observés au centre des piliers, analysé à partir des sondages verticaux réalisés à Joeuf. Cependant, il convient de faire une remarque importante en ce qui concerne ces sondages verticaux. Ceux-ci ont été réalisés depuis la surface de telle manière qu'ils traversent au mieux les piliers en leur cœur en se référant aux plans des anciennes concessions. Il va sans dire qu'il n'est pas garanti que les prélèvements proviennent effectivement du cœur des piliers. D'ailleurs, le sondage SN2 (Cf. chapitre 1) traverse une chambre de la couche rouge puis un pilier de la couche grise et non une chambre, ce qui indique que les piliers ne sont pas bien superposés. Le phénomène de cristallisation de phyllosilicates a été également observé dans la couche rouge et au toit d'une galerie de la couche rouge, formé d'une couche de rouge moyenne (Cf. sondage SN2, chapitre 1). Un échantillon très altéré du toit de la couche rouge et prélevé à partir d'un sondage réalisé à Moyoeuvre a également montré cette cristallisation.

Bien entendu, il peut dès lors sembler périlleux d'affirmer que cette première phase de vieillissement du minerai de fer affecte les piliers dans tout leur volume. Cependant, le fait que nous l'ayons observée sur les 3 sondages réalisés à Joeuf (SN1, SN2 et SN3) nous autorise à en avoir une forte conviction, à défaut d'une certitude totale. Au bord de piliers, ces phénomènes de vieillissement se retrouvent toujours et il en apparaît de nouveaux liés à la dégradation totale du ciment et à la néoformation d'un dépôt d'oxydes de fer à la surface des oolithes, fonction donnée du temps d'exposition à l'atmosphère minière.

## 3.2.3 Identification des minéraux observés

### 3.2.3.1 Spectres d'analyse semi-quantitatifs (MEB)

Des **éléments de minéralogie** relatifs au **minerai de fer** se trouvent en **annexe**.

Afin de déterminer la nature des néoformations observées, nous avons cherché à en obtenir les compositions chimiques. Celles-ci sont présentées dans le tableau 1 et proviennent des analyses effectuées au MEB. Il s'agit toutefois d'une composition chimique approchée puisque les spectres d'adsorption sont semi-quantitatifs dans le sens où le rayon incident qui permet l'analyse ne rencontre pas une surface plane lorsque les échantillons à analyser sont des fragments bruts de la roche. Tous les résultats présentés correspondent donc à ce type d'analyse avec laquelle il est beaucoup plus facile d'identifier les différents minéraux et les néoformations. Toutefois, lorsque la surface d'analyse est relativement plane, ce qu'on s'est attaché à respecter, les compositions obtenues sont assez proches de celles obtenues à partir des spectres quantitatifs de la microsonde électronique.

Ces analyses, qui nous ont donc permis d'obtenir une composition approchée des néoformations observées au MEB, sont présentées sous forme de pourcentage d'oxydes pour chaque minéral. Elles sont au moins au nombre de 5 pour chaque minéral étudié et les chiffres qui sont présentés correspondent à une moyenne arithmétique.

Tableau 1 - Composition chimique des minéraux observés à partir de spectres d'analyse semi-quantitatifs.

Oxyde	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	FeO (tot.)
Cortex oolithique (goethite)	9	11	3	3 à 7	70
* Phyllosilicate diagénétique	31	18	6	non significatif	40
* Phyllosilicate recristallisé (état sain)	27	17	4	ns	50
* Phyllosilicate néoformé (état altéré)	20	15	3	ns	40
paillettes néoformées dans le cortex oolithique	11	7	2	ns	79
** Croûte d'oxydes néoformée à la surface des oolithes	5	9	5	ns	76

\* Chamosite ou Berthierine ?

\*\* Goethite ou Hématite ?

A partir de ces analyses, on peut faire les remarques suivantes :

- Le **cortex oolithique** correspond bien à la composition de la **goethite** avec une proportion de **silice** inférieure à celle de l'**alumine**. On note également la présence en quantité non négligeable de **phosphore** contenu dans la structure de la goethite en tant qu'impureté.

- Les paillettes néoformées dans le cortex intra-oolithique (goethite) ont une composition chimique qui diffère de celle de la goethite sur plusieurs points remarquables. D'une part on note l'absence de phosphore dans sa composition et d'autre part une proportion de silice constamment supérieure à celle de l'alumine. La quantité de Fer est un peu plus grande dans ces paillettes que dans la goethite. On peut penser dans un premier temps à une altération de la goethite, qui peut être activée par l'intervention de **bactéries** consommatrices de phosphore.

- La croûte néoformée a une composition relativement proche de celle de la goethite du cortex. Cependant, la quantité d'impuretés (silice, alumine...) moins importante dans la croûte peut être un caractère discriminant entre l'hématite et la goethite. Il pourrait s'agir soit d'hématite, soit de goethite plus pure, soit d'un hydroxyde de fer.

- Dans le ciment inter-oolithique, on constate, comme nous l'avons déjà indiqué précédemment, que la composition des **phylosilicates** diagénétiques est relativement proche de celles qui ont recristallisé dans le minerai de fer sain prélevé dans une zone vierge de toute exploitation minière. On remarque toutefois une différence liée à une quantité de **silice** légèrement inférieure. Les phyllosilicates qui ont recristallisé dans les échantillons vieillissants présentent une quantité de silice très inférieure, alors que la quantité d'alumine est légèrement plus faible. La question qui se pose à cet instant est la suivante : s'agit-il de **chamosite** ou de **berthiérine** ?

### 3.2.3.2 Spectres d'analyse quantitatifs (Microsonde électronique)

Afin de préciser la nature de certaines néoformations déterminées au MEB, une méthode quantitative par microsonde a été utilisée. Les spectres d'analyse quantitatifs permettent d'obtenir des compositions minéralogiques. Le support pour ce type d'analyse est soit une section polie, soit une lame mince. Ces supports, dont la surface plane permet cette précision d'analyse, ont toutefois des défauts. Dans le cas de la section polie, les analyses (de la croûte d'oxydes néoformée notamment) sont souvent polluées par le minéral sous-jacent lorsque le minéral à analyser a une faible épaisseur. Dans le cas des lames minces, la très faible épaisseur de matériau collée sur le support fait que le rayon incident de la microsonde le traverse parfois et l'analyse est alors polluée par la composition du support. Les résultats qui seront présentés seront ceux obtenus sur les lames minces car on s'est attaché à ne pas analyser des minéraux sous une "poire d'excitation" de forte intensité correspondant à un grossissement important, ce qui n'est pas toujours évident du fait de la faible surface de la croûte néoformée sur les oolithes. Ainsi, le "bouclage" des mesures n'est pas toujours parfait.

Dans le tableau 2 sont présentés les résultats d'analyse de la croûte néoformée à la surface des oolithes, analyses obtenues sur le minerai de fer vieilli (exposé à l'atmosphère minière entre 1900 et 1910 et en 1930). Ces résultats correspondent à une moyenne sur 7 mesures.

Dans le tableau 3 sont présentés les résultats d'analyse des carbonates (de fer et de calcium) du ciment inter-oolithique sur un échantillon de minerai de fer exposé à l'atmosphère minière en 1970 et d'aspect assez sain. Ces résultats correspondent à une moyenne sur 4 mesures seulement étant donnée la qualité du bouclage des mesures (très proche de 100%).

Tableau 2 - Composition chimique du dépôt d'oxydes néoformé à la surface des oolithes.

Élément chimique	O	Al	Si	Ca	Fe
Pourcentage (%)	28.3 ± 3.57	1.4 ± 0.1	2.4 ± 0.4	0.3 ± 0.3	56.6 ± 1.51

Tableau 3 - Composition chimique des carbonates du ciment inter-oolithique.

Minéral	% Sidérite	% Calcite	% Magnésite
Carbonate de calcium	0.2 ± 0.1	99.0 ± 0.4	ns
Carbonate de fer	75.4 ± 1.7	10.7 ± 0.6	11.8 ± 0.7

La composition chimique du dépôt néoformé à la surface des oolithes montre qu'il s'agit d'un oxyde ou d'un hydroxyde de fer. Les quantités d'impuretés présentes sont très faibles. La somme des différents composants chimiques n'atteint pas la valeur de 100% ce qui indique que le bouclage n'est pas parfait (du fait de la porosité de la croûte analysée) mais, par contre, les analyses sont peu polluées par d'autres minéraux sous-jacents ou par une surface d'analyse non plane.

En ce qui concerne les carbonates, on constate que le carbonate de calcium est très pur (99% de calcite) alors que le carbonate de fer correspond en fait à un mélange de sidérite (en majorité), de calcite et de magnésite, ce qui correspond en fait à de l'Ankérite (pôle magnésien de la sidérite).

### 3.2.3.3 Analyses diffractométriques aux rayons X

Des analyses diffractométriques aux rayons X ont été réalisées sur du minerai de fer exposé à l'atmosphère minière vers 1930 (Fig. 16) et en 1992 (**annexe 1, grise92**), et également sur du minerai de fer prélevé en cœur de pilier à partir d'un sondage vertical (**annexe 1, SN1-K8-9/3**).

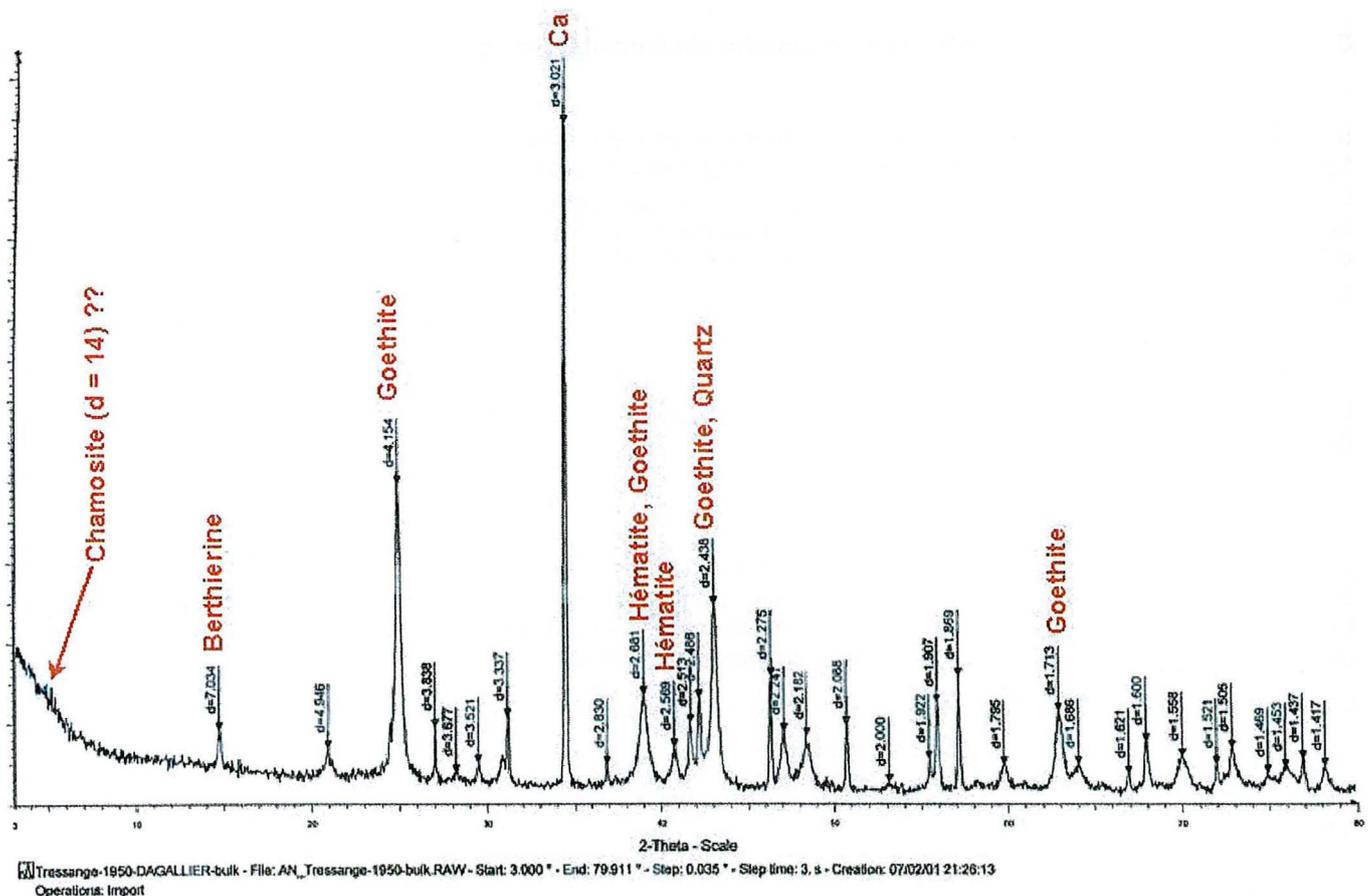


Figure 16 - Diffractogramme aux rayons X réalisé sur un échantillon vieilli du minerai de fer de la couche grise (échantillon 1930).

Il n'y a pas de différence fondamentale entre ces différentes analyses. On retrouve fréquemment les mêmes minéraux. La raie de diffraction principale de l'hématite (2.69) qui apparaît le plus souvent dans les diffractogrammes, correspond également à l'une des raies principales de la goethite. Il est très difficile de faire une distinction entre l'hématite et la goethite à partir d'un diffractogramme. A part l'analyse chimique totale sur une poudre de la roche, il existe une autre méthode basée sur le spectroscope Mössbauer. Il s'agit d'une technique très utilisée dans les recherches sur les propriétés du fer dans les oxydes de fer des sols. La distinction par le spectroscope Mössbauer de la goethite, l'hématite, la lépidocrocite et la sidérite est basée sur l'interaction magnétique hyper fine. Les intensités des différentes espèces ferriques donnent des informations sur leur quantité relative dans l'échantillon (Loef 2000).

Mais les informations principales ne sont pas là. On constate effectivement dans tous les diffractogrammes l'absence de la raie caractéristique à 14 Å de la chamosite. Les phyllosilicates observés au MEB correspondent donc à de la berthiérine. Ce résultat, qui est pour le moins surprenant dans le sens où Bubenicek (1970) affirme que le minerai de fer est formé d'une chlorite ferrifère de type chamosite, demande à être vérifié par des analyses plus nombreuses et plus variées (prélèvements à différents endroits du gisement). En outre, d'autres types d'analyses pourraient nous renseigner sur la nature réelle de ces minéraux; parmi celles-ci la principale est le Microscope Electronique à Transmission (MET). Cette méthode d'analyse permet d'obtenir le rapport  $Fe^{2+}/Fe^{3+}$  qui est discriminant dans la distinction entre ces deux minéraux.

Une autre information importante concerne la sidérite. La raie principale de ce carbonate (2.79) est introuvable, de même que les autres raies, dans le diffractogramme réalisé sur l'échantillon de minerai de fer exposé à l'atmosphère minière vers 1930, c'est-à-dire l'échantillon vieilli ou altéré. Par contre, elle est bien présente dans le diffractogramme des autres échantillons non altérés (échantillon de cœur de pilier et échantillon récent de 1992) analysés. Ceci prouve, en attendant d'autres mesures (comme le dosage des carbonates à l'échelle de la roche), le fait que la sidérite contenue dans le ciment inter-oolithique s'altère, ou plutôt s'oxyde, en vieillissant et tend donc à disparaître, ce qui explique son absence dans ce spectre d'analyse. Cependant, il faut toujours garder à l'esprit qu'il s'agit là d'analyses ponctuelles alors que les grandes hétérogénéités du minerai de fer en réclament la réalisation d'un grand nombre.

### 3.2.3.4 Dosage par calcimétrie des carbonates du ciment inter-oolithique

Il s'agit de faire des mesures à l'échelle de la roche et de les mettre en parallèle avec les observations faites au MEB et les résultats des rayons X. Nous avons en effet constaté dans les deux cas une disparition par altération de la sidérite dans le temps, et nous allons désormais la quantifier par une expérience simple. Cette expérience consiste à doser les différents carbonates de fer (sidérite et calcite) contenus essentiellement dans le ciment inter-oolithique du minerai de fer, sur de nombreux échantillons prélevés dans différents piliers et à différentes périodes d'exposition.

#### ➤ Principe

Les mesures sont réalisées sur des poudres très fines de la roche. Le dispositif expérimental est le calcimètre de Bernard et la procédure expérimentale est la suivante.

#### - Dosage de la calcite :

Lorsque plusieurs carbonates sont présents dans l'échantillon, l'expérience consiste à utiliser un acide fort (HCl) dilué ( $pH = 1.4$ ) afin de n'attaquer que la calcite (et la dolomite éventuellement présente). Cette méthode n'est pas toujours précise car elle nécessite d'utiliser, contrairement aux indications de la norme, très peu de poudre afin que celle-ci ne tamponne pas l'acide dilué qui doit par ailleurs être versé en quantité importante.

La réaction entre l'acide chlorhydrique et les ions carbonates est donnée par la formule suivante :



C'est le volume de  $CO_2$  dégagé qui est mesuré au cours de l'expérience (une formule permet de passer de ce volume au pourcentage de carbonates).

#### - Dosage de la totalité des carbonates :

On utilise le même acide mais cette fois-ci peu dilué (6N). Cet acide concentré attaque tous les carbonates présents dans l'échantillon (calcite, sidérite et magnésite).

#### - Dosage de la sidérite : méthode indirecte

La sidérite ne réagit pas à froid avec un acide dilué ( $pH = 1.4$ ). On réalise alors dans un premier temps une élimination de la calcite présente dans l'échantillon par attaque à l'acide dilué (on lessive une quantité importante de poudre avec cet acide), puis on dose, avec l'acide concentré (6N), les carbonates restants qui correspondent dans notre cas principalement à de la sidérite (et à un peu de magnésite). Cependant on ne sait pas comment la calcite ferrifère, souvent présente dans le ciment, réagit dans ces conditions.

On peut donc également obtenir le pourcentage de calcite en tenant compte du résultat de la méthode précédente (Dosage de la totalité des carbonates).

➤ Résultats

Si on représente dans un diagramme (Fig. 17) le pourcentage de carbonates (sidérite + calcite) dans les échantillons de minerai de fer, en fonction du temps d'exposition à l'atmosphère minière et en fonction de l'emplacement (les échantillons qui ne sont pas datés sont ceux de Joeuf, Malavillers et Moyeuve), on n'observe pas de tendance générale. En effet, la quantité de ciment inter-oolithique (composé d'argiles, de calcite et de sidérite magnésienne), ainsi que la quantité de sidérite dans ce ciment, est très variable d'un échantillon à un autre et d'un endroit du gisement à un autre.

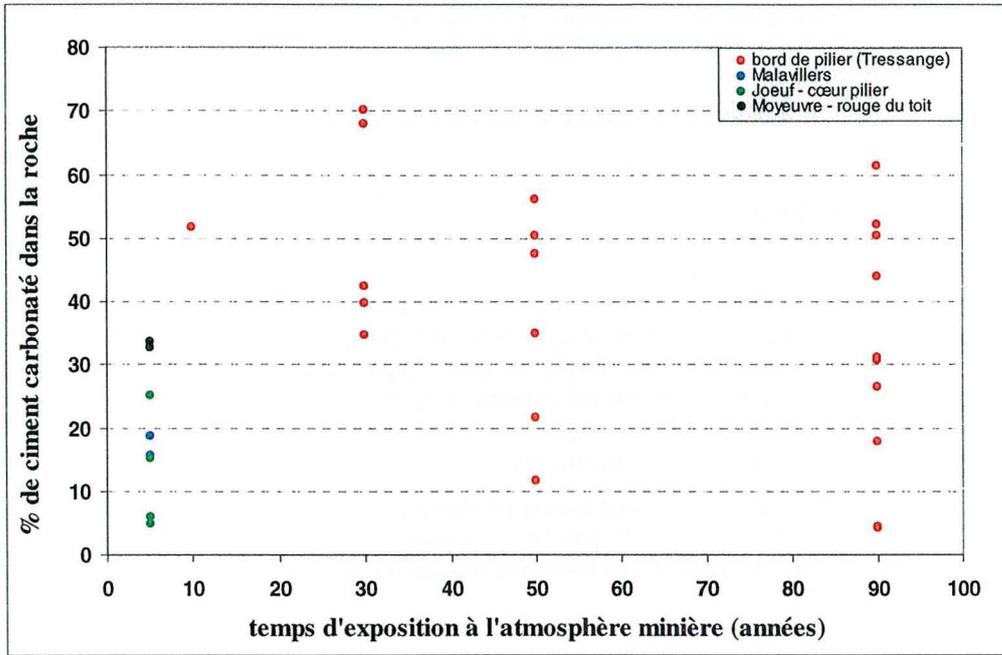


Figure 17 - Evolution en fonction du temps d'exposition de la teneur en carbonates du minerai de fer.

Si on représente désormais la proportion relative de sidérite (+ magnésite) dans le ciment inter-oolithique carbonaté (sidérite + magnésite + calcite), on constate une diminution avec le temps d'exposition à l'atmosphère minière (Fig. 18). Ce résultat confirme pour l'instant de manière quantitative l'hypothèse formulée précédemment à partir des observations au MEB et des résultats des rayons X. Les analyses représentées sur la figure 18 correspondent aux échantillons prélevés à Tressange (bord de pilier). Il est clair qu'avant de faire des conclusions définitives quant à la disparition de la sidérite avec le temps d'exposition, il convient de faire encore de nombreuses analyses afin de s'affranchir des hétérogénéités du minerai de fer.

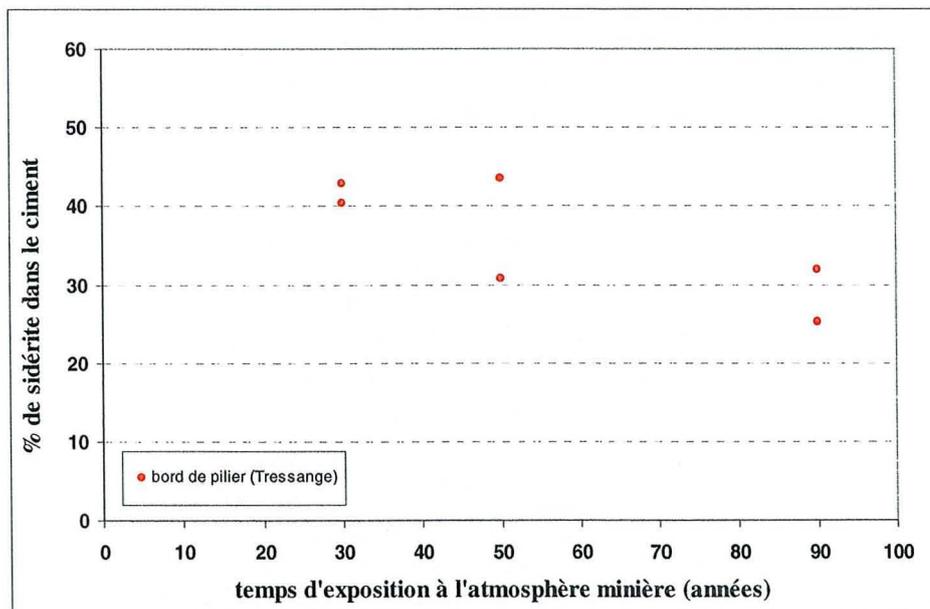


Figure 18 - Evolution en fonction du temps d'exposition de la teneur relative de sidérite dans le ciment.

### 3.2.4 Modèle phénoménologique de vieillissement

A partir de toutes les observations minéralogiques au MEB, des différentes analyses, et à partir des **éléments de minéralogie** présentés sur le **minerai de fer en annexe**, nous allons proposer un modèle phénoménologique d'évolution dans le temps par plusieurs étapes pour le minerai de fer constituant les piliers abandonnés.

Les évolutions d'origine anthropique dans les piliers de minerai seront désignées soit par le terme transformations, soit par le terme néoformations. Et on parlera alors de vieillissement dans le sens où ces néoformations induisent, comme nous le verrons au chapitre suivant, une diminution des propriétés mécaniques de la roche.

#### 3.2.4.1 Etat actuel de l'évolution diagénétique et du minerai de fer

##### ➤ Les produits de l'altération

Il paraît important à cet instant de faire une distinction entre les 2 différents produits d'altération que nous avons rencontré au cours de nos analyses. Le premier concerne les **produits de transformation**, qui sont pour le minerai de fer les phyllosilicates recristallisés. Dans ce cas, l'**hydrolyse** progressive affecte la structure et la composition chimique des minéraux et de nouveaux minéraux se forment sans que la charpente silicatée de leurs précurseurs ne soit détruite complètement. Une grande partie des minéraux argileux, dont la berthiérine, est affectée par ce phénomène d'altération par transformation.

Le deuxième type de produit d'altération que nous avons rencontré concerne les produits de **néoformation**. Il s'agit des minéraux qui cristallisent à partir des ions en solution. Ce phénomène a lieu au cours de la diagénèse des sols et des roches. Les **phyllosilicates**, les **oxydes** et **hydroxydes de fer** font partie des minéraux ainsi élaborés.

##### ➤ Néocristallisation de berthiérine

L'analyse d'échantillons prélevés dans une zone éloignée de toute exploitation minière nous a permis d'identifier **l'état actuel de l'évolution diagénétique** du minerai de fer. Elle consiste en une cristallisation de **phyllosilicates ferrifères** qui correspondent à de la **berthiérine**. Pour expliquer ce phénomène, nous proposons 2 hypothèses.

Dans la première hypothèse, la néocristallisation de berthiérines s'inscrit à la suite du processus diagénétique du minerai de fer. Il s'agit alors d'une cristallisation de vides sous forme de microgéodes. Ainsi, les analyses que nous avons réalisées sur le minerai de fer sain, prélevé dans une zone vierge de toute exploitation, correspondent à une image à un temps donné de la diagénèse du minerai de fer. Ces "nouvelles" berthiérines ont une forme de cristallisation très fraîche (rosettes).

Pour appuyer cette hypothèse, on peut ajouter que le minerai de fer, initialement en équilibre chimique et riche en oxydes, possède un potentiel de réduction important en l'absence de conditions extérieures oxydantes, ce qui favorise la cristallisation des berthiérines.

La seconde hypothèse consiste en une **dégradation des berthiérines ferrifères diagénétiques** puis en une recristallisation de ces mêmes minéraux dans les vides ainsi créés et dans les fissures. Il s'agit alors dans ce cas d'une **recristallisation topochimique** puisque les compositions chimiques sont très proches : 31% SiO<sub>2</sub> et 18% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour les minéraux diagénétiques, et 27% SiO<sub>2</sub> et 17% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour les minéraux recristallisés.

En effet, à plus ou moins longue échéance, **les édifices des minéraux silicatés vont devenir instables** et libérer une partie des éléments chimiques les constituant et la phase finale est la formation de nouveaux édifices cristallins stables aux conditions de leur environnement. L'altération se caractérise par des réactions qui s'effectuent de façon générale en présence de l'atmosphère (milieu oxydant), à basse température (-30 °C à +40 °C) et à la pression atmosphérique (Cojan *et al.* 1997). **Une altération chimique** se développe dans une zone si **le phénomène d'hydrolyse** (action de l'acide carbonique sur des minéraux riches en cations) est favorisé. Dans le cas des échantillons prélevés à Malavillers, l'atmosphère oxydante pourrait correspondre au lieu de stockage des sondages. Ceux-ci se trouvent en effet à l'air libre depuis plus de 10 ans. A partir de là, on peut donc envisager que les **berthiérines recristallisées** sous forme de rosettes et observées dans cet échantillon sont des produits

d'**altération des berthiérines originelles**. Cette altération correspond à une **transformation par hydrolyse**, la recristallisation est topochimique et les berthiérines originelles ne sont pas totalement dégradées.

Nous présentons dans les lignes qui suivent un rappel sur le mécanisme particulier d'altération des silicates, afin de mieux comprendre tous les phénomènes observés.

Ces minéraux sont altérés par hydrolyse de leurs constituants, au cours de laquelle les ions  $H^+$  sont consommés. Le schéma d'altération est le suivant. L'hydratation de la surface du silicate permet la mise en contact des ions de la solution avec la structure du silicate; il se produit alors un échange de cations. Les ions  $O^{2-}$  de la charpente silicatée vont alors se lier préférentiellement aux ions  $H^+$  (de fort potentiel ionique) de la solution et libérer ainsi les cations dont le potentiel ionique est plus faible (Cojan *et al.* 1994). Le remplacement des cations par  $H^+$ , qui est plus électronégatif, entraîne une modification dans les liaisons de la charpente silicatée et favorise en premier la libération des ions  $Al^{3+}$ . La dégradation des silicates, et donc de la berthiérine, dépend donc de la proportion des liaisons O-Al dans leur charpente et donc du pourcentage de substitutions Si/Al. Nous verrons au fur et à mesure quelles sont les différentes sources possibles de  $H^+$  nécessaire aux réactions d'hydrolyse.

Dans le cadre de la 2<sup>ème</sup> hypothèse présentée plus haut, l'efficacité de l'hydrolyse est limitée; la composition du minéral transformé est très proche de celle du minéral parent. La silice et les cations basiques ne sont pas totalement lessivés et ce processus conduit à la formation de silicates phyllosilicateux de type 2/1 (rapport Si/Al). Au vu des compositions chimiques (Tab. 1) du phyllosilicate originel et des phyllosilicates transformés, on constate que le rapport est voisin de 2/1. Ainsi, si on considère la 2<sup>ème</sup> hypothèse, ces minéraux transformés, observés dans le minerai de fer sain, pourraient dériver d'une dégradation du phyllosilicate diagénétique par un **processus de transformation par hydrolyse** (dégradation de faible intensité).

#### 3.2.4.2 Phase transitoire de l'exploitation

Les travaux miniers vont modifier de manière fondamentale les conditions chimiques puisque le minerai de fer va se retrouver dans un état d'oxydoréduction contrasté. En effet, le milieu est à l'origine réducteur et l'exposition de la roche à l'atmosphère minière est propice au développement de réactions d'oxydation. Ainsi, l'exploitation va être à l'origine de transformations au sein du minerai de fer de certains constituants minéralogiques et de modifications micro-structurales. Tous ces phénomènes sont donc d'origine anthropique et ils ont été observés sur du minerai de fer situé en bordure des piliers (fonction donnée du temps d'exposition à l'atmosphère minière) et même pour certains à l'intérieur des piliers. On parlera dans ce cas de **néoformations** ou de **transformations d'origine anthropique** puisqu'elles n'apparaissent que dans les zones exploitées.

Les **traçages** et **dépilages** successifs en cours d'exploitation vont **endommager** les piliers résiduels par le phénomène de **redistribution des contraintes**. La conséquence est le **développement de fractures** de l'échelle de la microstructure à celle du pilier.

Cette phase transitoire d'exploitation, qui est le point de départ du **vieillissement d'origine anthropique** du minerai de fer, est donc à l'origine des **fissures** observées dans le **ciment** et à la surface des **oolithes** d'une part, et va initialiser et favoriser les étapes suivantes de l'évolution des piliers. La présence de grandes **fractures** va amplifier le vieillissement à l'intérieur des piliers, et surtout à proximité des **fronts de taille** séparant les **stots de protection** des **zones antérieurement foudroyées** et donc très fracturées. Ces zones très fracturées vont donc également être très **lessivées**, ce qui représente une condition favorable à l'amplification des phénomènes d'altération des roches.

#### 3.2.4.3 Phase progressive d'abandon des piliers

##### ➤ Dégradation des silicates (berthiérine)

Dans un premier temps, le phénomène de recristallisation des berthiérines va s'enclencher dans tout le pilier. Les micro-fractures induites par l'exploitation sont probablement à l'origine de ce phénomène puisque la création de vides est propice à la cristallisation de nouveaux minéraux. La composition de ces nouvelles berthiérines est différente de la composition des berthiérines néocristallisées dans le minerai de fer sain. Ce type de phénomène a déjà été observé par d'autres auteurs, par exemple Velde (1989). La **diminution de la teneur en silice** dans ces berthiérines (20%  $SiO_2$  et 15%  $Al_2O_3$ ) est liée à l'**altération** de la berthiérine diagénétique et à celle des berthiérines néocristallisées (échantillon sain).

Afin d'expliquer ce phénomène, on propose **2 explications différentes**. La première concerne les **processus de transformation par hydrolyse**. Dans le cas d'une hydrolyse plus poussée, ce processus s'apparente à l'échelle réduite du pilier au phénomène de **dégradation de type monosiallisation**. Une partie importante de la silice ainsi que la totalité des cations basiques sont éliminés. Ce processus conduit cette fois-ci à la formation de silicates argileux de type 1/1. Ce rapport Si/Al est voisin de celui des berthiérines recristallisées dans les échantillons analysés, ainsi qu'on peut le constater en observant les compositions chimiques (Tab. 1). La kaolinite est un exemple classique de phyllosilicate obtenu par hydrolyse de type monosiallisation (Cojan *et al.* 1997), or la berthiérine fait justement partie du groupe kaolinite-serpentine. A partir de là, et bien que ces réactions soient très complexes et que la variété des phases d'altération ainsi que la diversité des minéraux argileux soient importantes, il est fort probable que ces phyllosilicates ferrifères, abondants dans les piliers de minerai et dont le rapport Si/Al est proche de 1, soient bien des **berthiérines qui dérivent d'une transformation par hydrolyse plus ou moins poussée de la berthiérine originelle**, c'est à dire diagénétique. Par ailleurs, en suivant le même raisonnement, les paillettes finement cristallisées observées dans le cortex intra-oolithique pourraient correspondre, au vu de leur rapport Si/Al et bien que leur teneur en fer soit très importante (peut être l'analyse est-elle polluée par la goéthite sous-jacente ?), à de la kaolinite obtenue par un mécanisme similaire sachant que les oolithes comportent parfois une fraction silicatée très importante.

Une seconde explication, dans laquelle ces nouveaux minéraux correspondent à des produits de néoformation, peut être proposée. Les néoformations dérivent de solutions concentrées en ions, notamment de silice, d'alumine et de magnésium libérés des zones d'altération, et correspondent à une réorganisation complète du réseau cristallin. Les néoformations sont en général précédées par une phase de dissolution, et on parle alors de phénomène de dissolution-recristallisation. Dans ce scénario, les ions nécessaires à la construction des nouvelles berthiérines 1/1 peuvent provenir de l'hydrolyse de la chlorite diagénétique dont la charpente silicatée laisse échapper en premier lieu les ions  $Al^{3+}$ . Ainsi, la solution de départ est enrichie en Al par rapport à la Si, expliquant ainsi la diminution de la teneur en silice des nouvelles berthiérines par rapport à la berthiérine diagénétique. Cependant, ne connaissant pas la **cinétique** réelle de cette cristallisation (un phyllosilicate peut-il cristalliser en quelques dizaines d'années ?) et en prenant en compte des transferts hydriques importants au sein du pilier (notamment le lessivage) et qui peuvent empêcher un séjour suffisamment long des ions en solutions, il est difficile d'adopter de façon définitive cette explication. Remarquons toutefois, à la décharge de cette hypothèse, que les phénomènes de néoformation par dissolution-recristallisation se développent, le plus souvent, dans des milieux soumis à des périodes d'évaporation bien marquées (Cojan *et al.* 1997). Ces périodes d'évaporation pourraient correspondre aux périodes où l'aération dans les mines de fer est actif.

A l'état initial du minerai de fer, c'est à dire avant exploitation, les fluides pratiquement immobiles réagissent avec les minéraux environnants dans un système clos et leur composition évolue en fonction des transformations diagénétiques. Après exploitation, les transferts hydriques dans les piliers sont importants et les écoulements de fluides entraînent les produits de l'hydrolyse, et notamment la silice, expliquant ainsi la composition des berthiérines transformées. A l'intérieur des piliers, l'atmosphère n'est pas encore totalement oxydante et la transformation par hydrolyse des phyllosilicates devrait être limitée (la quantité d'ions  $H^+$  est certainement trop faible). A partir de cette dégradation prononcée des phyllosilicates, on peut désormais parler de vieillissement. La profondeur de la zone vieillie dans le pilier a pour l'instant été évaluée à **80 cm** (c'est-à-dire la longueur de nos sondages) mais il est fort probable qu'elle soit encore plus étendue et que le vieillissement présente un gradient d'intensité du bord vers le cœur du pilier. Il reste toutefois encore à préciser de façon plus certaine la nature des phyllosilicates du minerai de fer à partir d'analyses diffractométriques plus nombreuses et d'analyses au Microscope Electronique à Transmission. S'il s'avérait que le phyllosilicate diagénétique est en fait une **chlorite ferrifère de type chamosite**, tout le raisonnement précédent ne serait pas remis en cause, d'autant plus la désignation précise de tel ou tel minéral ne fait qu'occulter la grande diversité des minéraux argileux.

### ➤ Modifications minéralogiques par oxydation des minéraux réduits

#### Oxydation de la sidérite

L'exposition des piliers de minerai à l'atmosphère humide régnant dans les mines abandonnées est propice au développement de **réactions minéralogiques d'oxydation** qui vont induire une altération de la roche. Dans des **conditions physico-chimiques oxydantes** (présence de  $H_2O$  et  $O_2$ ) et lorsque le **pH** est proche de la **neutralité**, comme c'est le cas pour le minerai de fer qui est très riche en carbonates, l'oxydation du fer **ferrueux**, contenu dans la sidérite, en fer **ferrique** est très **rapide**, selon la réaction partielle suivante :



Le résultat de cette oxydation est l'altération de la sidérite dont la proportion dans le ciment inter-oolithique va diminuer avec le temps comme nous l'avons montré précédemment. De même, la berthiérine va s'altérer en

perdant de la silice, et cette perte de silice va être la caractéristique du passage d'un milieu réducteur à un milieu oxydant. L'état ultime de cette étape d'oxydation est donc la dégradation d'une grande partie du ciment, c'est-à-dire les argiles et les carbonates de fer, la calcite restant seule pour assurer la cohésion de la roche. Cette disparition de la sidérite a par ailleurs été quantifiée (Fig. 18).

L'oxydation (perte d'électrons lors de la formation de nouveaux corps) du fer ferreux en fer ferrique est un phénomène commun à tous les minéraux initialement en équilibre et exposés à l'air libre. En effet, l'oxygène de l'atmosphère est l'élément oxydant le plus répandu dans la nature et les éléments les plus facilement oxydables sont le fer et le manganèse. D'ailleurs ce "problème" est également courant dans la conservation de pièces géologiques telles que les météorites ferreuses (sidérite) qui sont rapidement attaquées par l'oxygène de l'air qui induit la formation d'une couche de rouille (oxydes de fer) en surface.

### Néoformation des oxydes de fer

Le minéral contenant du fer ferreux et susceptible de s'oxyder est donc pour le minerai de fer la **sidérite**. La sidérite a effectivement la propriété de s'oxyder spontanément en oxydes de fer (notamment l'hématite) avec un rythme soutenu et constant dans le temps. Ce phénomène est d'ailleurs identifié depuis longtemps dans le minerai de fer (Burchard 1916). Son oxydation va libérer des ions ferriques qui vont précipiter en **hydroxydes** ou en **oxydes**. La réaction partielle suivante en est un exemple classique :



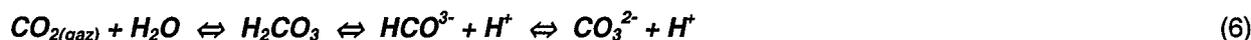
La **goethite** et l'**hématite** sont les **produits d'altération classiques** de la sidérite (Senkayi *et al.* 1986), et on parlera désormais de **néoformations**. Le produit d'altération le plus commun de la sidérite est un oxy-hydroxyde de fer, la goethite. La sidérite peut aussi s'altérer en un oxyde de fer, l'hématite (Deer *et al.* 1962). La composition chimique de la croûte néoformée à la surface des oolithes semble plutôt indiquer qu'il s'agit d'hématite (moins d'impuretés que dans la goethite des oolithes). Les ions ferreux libérés par la sidérite peuvent être à la base de la néoformation d'hématite selon la réaction complète suivante :



Une autre réaction chimique peut avoir lieu dans ce milieu. Il s'agit d'une réaction de déshydratation de la goethite qui va perdre des molécules d'eau faisant partie de sa structure minérale :



La réaction (2) nécessite la présence d'ions  $\text{H}^+$  dans la solution aqueuse que représente l'eau interstitielle, d'où la nécessité de passer par un **milieu acide**, du moins localement étant donnée la nature **tamponnée** du milieu (calcite en abondance). Cette acidité soutient et favorise l'oxydation de la sidérite et l'hydrolyse des phyllosilicates. La réaction de précipitation des hydroxydes (3) peut être une des sources de cette acidité. Il peut alors se créer un cycle oxydatif qui amplifie progressivement les réactions chimiques existantes. Nous verrons par la suite que les bactéries oxydatrices du fer peuvent également permettre à ces réactions d'oxydation de se développer. Par ailleurs, le **volume de  $\text{CO}_2$  dissous dans l'eau** contribue à la quantité d'ions  $\text{H}^+$  disponibles dans la solution selon la réaction suivante :



La précipitation d'oxydes de fer est un phénomène qui est certes d'origine anthropique dans le cas des mines de fer abandonnées mais qui n'en est pas moins très naturel puisqu'il trouve déjà son origine à la paragénèse (assemblage des minéraux à l'équilibre) du minerai de fer. Fernandez *et al.* (1998) ont montré que dans le bassin sédimentaire des massifs armoricain et ibérien, le fer, lessivé à partir des roches continentales, a donné lieu à la précipitation directe d'oxy-hydroxydes (goethite et hématite) sous les conditions oxydantes de l'eau de mer. En dessous de l'interface eau-sédiment de petits cristaux de magnétite et/ou de phyllosilicates ferrifères (berthiérine?) se sont formés sous des conditions réductrices. Pendant une diagénèse plus tardive ou un métamorphisme, la goethite et l'hématite ainsi que la berthiérine se transforment probablement en magnétite et en chamosite, respectivement. La seconde génération de chamosite et de magnétite précipitent alors et si ces minéraux existaient déjà, ils recristallisent.

Il semble donc, d'après les analyses aux rayons X (absence de chamosite), que pour le minerai de fer lorrain la diagénèse en soit restée à de la berthiérine.

A partir de toutes ces informations, il est donc fort probable que la **croûte d'oxydes de fer** (hématite, goethite ou hydroxyde) qui est observée sur les échantillons exposés à l'atmosphère minière depuis suffisamment longtemps

(70 à 100 ans) soit le **résidu de l'altération totale de la sidérite** (et peut-être également le résultat de la déshydratation de la goethite). Ce résidu ne joue donc plus le même rôle de ciment, les **liens diagénétiques sont rompus** et cette croûte **se détache** facilement. Par ailleurs, l'altération du ciment inter-oolithique (sidérite et phyllosilicates) va avoir pour résultat la mise en contact direct des oolithes et donc l'augmentation des contraintes sur ces oolithes (de nombreuses oolithes sont ainsi écrasées). Les oolithes, formées de couches concentriques, sont donc **fragilisées** et les couches concentriques de goethite formant le cortex intra-oolithique ont tendance à **desquamier**. Cette desquamation favorise alors **l'altération du cortex intra-oolithique** ainsi découvert et la formation d'oxydes de fer qui s'y déposent. Finalement, les oolithes, qui n'adhèrent plus, se déchaussent fréquemment.

La conséquence de tous ces événements est, à l'échelle macroscopique, la perte de cohésion inter-granulaire (inter-oolithique) de la roche et, à l'échelle microscopique, la fragilisation de la structure intra-oolithique.

### 3.2.4.4 Conditions physico-chimiques favorables et catalyseurs

#### ➤ Le lessivage des roches et le temps d'exposition

Les roches de la formation ferrifère sont soumises dans les conditions d'une exploitation minière à un **lessivage** important. C'est le cas notamment pour les piliers de minerai de fer dont la **forte perméabilité**, induite par les nombreuses **fissures** et **fractures**, permet une circulation importante d'eau. Le lessivage a également été très important au moment des traçages, et près des fronts de taille actuels il est le plus intense.

Les eaux karstiques qui s'infiltrent donc en quantité dans la formation via ces fractures vont accélérer toutes les altérations (dissolutions) minéralogiques démontrées précédemment. Cette eau est en effet **déséquilibrée** d'un point de vue chimique par rapport à l'eau contenue dans le réseau poreux de la roche et équilibrée avec les différents minéraux. Les propriétés physico-chimiques de l'eau interstitielle, notamment le **pH** et l'**Eh**, ainsi que le **potentiel d'oxydoréduction** des différents équilibres minéraux vont déterminer la nature des évolutions minéralogiques futures et la **cinétique d'oxydation du fer ferreux**. De plus, les **réactions d'oxydoréduction et la réaction d'hydrolyse sont plus poussées dans des milieux bien drainés** où la circulation des solutions favorise le **renouvellement des ions  $H^+$** , selon la réaction (6), ainsi que l'élimination des ions en solution. Par opposition, les transformations restent limitées dans les eaux stagnantes. En outre, la quantité de  $CO_2$  dissous dans l'eau, et par conséquent la quantité d'ions  $H^+$  disponibles dans la solution aqueuse, est favorisée par la **décomposition de matière organique présente dans le milieu**, ce qui est le cas pour le minerai de fer (on a effectivement observé dans la mine des piliers entièrement recouverts d'une couche de matière organique, notamment des champignons). Le gaz carbonique peut également avoir pour origine, comme nous le verrons plus loin dans ce chapitre, l'oxydation de la pyrite présente en abondance dans les intercalaires marneux surincombants. **L'étude précise des propriétés physico-chimiques de l'eau interstitielle**, bien que cela soit très compliqué, est donc nécessaire pour déterminer les équilibres minéraux initiaux et pour comprendre l'évolution de ces équilibres dans le temps et en fonction des conditions physico-chimiques extérieures.

Les **conditions physico-chimiques locales** (pH et concentration d'oxygène de l'eau interstitielle), ainsi que l'intensité du lessivage des roches, constituent le **paramètre déterminant dans la cinétique de vieillissement du minerai de fer**, plutôt que le temps d'exposition à l'atmosphère minière. D'ailleurs le minerai de fer exposé en 1930 est bien plus altéré que le minerai exposé entre 1900 et 1910. Le temps d'exposition va bien sûr avoir un rôle important, ainsi que la profondeur dans le pilier et la teneur en calcite de la roche, mais les conditions locales restent prépondérantes. A cet égard, le drainage à l'échelle de l'ensemble de la formation peut apparaître comme une information intéressante.

Cette **teneur en calcite** dans le ciment inter-oolithique est très variable et va déterminer l'intensité du vieillissement par ses propriétés de **tampon d'acidité**. Ainsi, dans le faciès très carbonaté du minerai de fer, ces carbonates de calcium vont rendre invisibles les néoformations ou du moins vont les rendre négligeables par rapport aux caractéristiques mécaniques de la roche (Cf. chapitre 4).

#### ➤ Conditions physico-chimiques et influence des bactéries oxydatrices du fer

Les réactions d'oxydation précédentes peuvent être favorisées dans les milieux riches en fer par l'**intervention de bactéries oxydatrices du fer** (Ferris 1989). Certaines bactéries peuvent **oxyder le fer ferreux de la sidérite en fer ferrique**. En effet, la sidérite peut présenter des phases superficielles solubilisées riches en fer II qui, comme dans le cas de la pyrite, constituent des substrats bio-disponibles en solution pour les micro-organismes. Certaines bactéries peuvent oxyder directement le fer II, ou indirectement par production en solution d'un oxydant puissant, le fer III qui peut réagir avec la sidérite et accélérer la dissolution de celle-ci (cycle oxydatif).

Les conditions climatiques et physico-chimiques régnant dans les mines de fer abandonnées sont propices à l'activité bactérienne (bactéries aérobies ou anaérobies ?). Ces conditions sont : **température tempérée et stable** (environ 15 °C), **humidité importante** et présence en **abondance de fer à l'état ferreux** (et donc réduit) dans le minerai de fer. Les **bactéries chimolithotrophes** utilisent en effet l'énergie fournie par les réactions d'oxydation (du fer et du soufre) pour vivre (Tab. 4).

La température moyenne joue effectivement un rôle important dans l'altération chimique car elle détermine les cinétiques et les équilibres des réactions chimiques (loi d'Arrhénius). Dans les mines de fer abandonnées, la température reste globalement constante. Par ailleurs, l'activité bactérienne ainsi que l'oxydation du fer ferreux est favorisée par un **pH acide**. Les eaux d'exhaure (eaux de débordement du tunnel de Moyeuve par exemple) ainsi que les eaux d'infiltration karstiques ont un pH proche de la neutralité qui limite ainsi la rôle catalyseur des bactéries. Cependant, ces bactéries prolifèrent même dans un milieu tamponné comme le minerai de fer car elles **peuvent très localement oxyder le fer ferreux** des minéraux réduits du fer tels que la sidérite en **fer ferrique** (l'oxygène étant alors l'accepteur des électrons libérés par la réaction d'oxydation) selon la réaction (2) et par la suite la précipitation des oxydes de fer (3). L'acidité nécessaire à l'entretien de ces réactions d'oxydation du fer peut être apportée, comme nous l'avons vu précédemment, par la présence en solution d'une quantité importante de gaz carbonique (6). **L'acidité locale** va donc **modifier l'équilibre chimique existant** entre les oxydes et les hydroxydes de fer (minéraux oxydés) d'une part, et le ciment carbonaté et les phyllites ferrifères (minéraux réduits) d'autre part.

De la même façon, les **bactéries consommatrices de phosphore**, contenu en tant qu'impureté dans la goethite formant le cortex oolithique, peuvent expliquer sa dégradation par une désorganisation de sa structure cristalline.

Encore une fois, pour s'affranchir des derniers doutes, il faudrait s'attacher à étudier les propriétés physico-chimiques de l'eau contenue dans le réseau interstitiel du minerai de fer. L'étude de ces eaux est d'ailleurs un des grands problèmes actuels en géochimie.

Il est intéressant de noter au passage à propos de la relation sidérite-bactérie que les oxydes de fer peuvent dans certains cas fournir la source d'énergie nécessaire à des bactéries réductrices du fer et le produit de la réaction est le ciment de sidérite. La sidérite peut en effet se former en laboratoire grâce à l'action d'organismes, tels que la bactérie mesophile (20-35°C) et la bactérie thermophile (45-65°C). La formation à la paragenèse des carbonates riches en fer dans les environnements naturels peut ainsi avoir une implication biologique (Zhang *et al.*).

Tableau 4 - Caractéristiques physiologiques des principaux micro-organismes rencontrés en environnement minier (Nunzi 1993).

Bactérie	Température de croissance	pH de croissance	Substrat (oxydation de)	Source de carbone	Accepteur final d'électron	Aérobicité
<i>Thiobacillus ferrooxidans</i>	20-40 (22-30)	1.5-5.0 (2-3)	Fe <sup>2+</sup> , S <sup>0</sup> S <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	CO <sub>2</sub> dissous bicarbonate	O <sub>2</sub> (Fe <sup>3+</sup> en condition anoxique)	Aérobic +
<i>Thiobacillus thiooxidans</i>	20-40 (22-30)	0.5-6.0 (2-3.5)	S <sup>0</sup> , S <sup>2-</sup> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	CO <sub>2</sub> dissous bicarbonate	O <sub>2</sub>	Aérobic ++
<i>Thiobacillus acidophilus</i>	20-37 (23-30)	1.5-6.0 (3.0)	S <sup>0</sup> , S <sup>2-</sup> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	CO <sub>2</sub> dissous + composés organiques	O <sub>2</sub>	Aérobic +
<i>Leptospirillum ferrooxidans</i>	20-40 (30-35)	1.5-5.0 (2.5)	Fe <sup>2+</sup> , FeS <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> dissous + composés organiques	O <sub>2</sub>	Aérobic ++
<i>Thiobacillus intermedius</i>	20-40	2-7	S <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	CO <sub>2</sub> dissous + composés organiques	O <sub>2</sub>	Aérobic +

### ➤ Conditions d'oxygénation

Les conditions d'oxygénation diffèrent en fonction de l'état de l'exploitation minière. Elles sont au nombre de trois :

#### - Milieu très ventilé :

C'est le cas lorsque l'aérage est actif au cours des travaux miniers. Dans ces conditions, l'influence des bactéries est négligeable. En effet, leur apport à l'oxydation du minerai de fer n'est pas primordial bien que la forte concentration d'oxygène dans l'air ( $9.3 \times 10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$ ) soit favorable à leur développement : le processus d'oxydation peut s'engager et se poursuivre sans leur action.

#### - Aérage stoppé :

C'est le cas lorsque les travaux miniers prennent fin dans une concession. Dans ces conditions, la concentration d'oxygène diminue de façon significative et l'action des bactéries devient alors primordiale car elle peut multiplier la cinétique des réactions d'oxydation par plusieurs milliers de fois.

#### - Milieu anaérobie :

C'est le cas lorsque les mines sont ennoyées suite à l'arrêt des pompages d'exhaure (fermeture des exploitations). Dans ces conditions, les bactéries aérobies vont avoir une activité tant que l'oxygène disponible sous forme gazeuse dans l'eau n'est pas totalement "consommé". Ensuite, l'oxydation et donc l'altération du minerai de fer devraient s'arrêter, à moins qu'un apport d'eau riche en oxygène, via les fractures induites par l'exploitation, puisse parvenir. Globalement, l'eau est renouvelée sauf, peut-être, à certains endroits profonds de la mine où l'oxydation et donc aussi le vieillissement vont prendre fin. Les conditions hydrogéologiques locales deviennent alors un paramètre primordial.

Par ailleurs, certaines bactéries, telles que *thiobacillus ferrooxidans*, peuvent avoir une activité même en l'absence d'oxygène (Tab. 4). Dans ce cas, l'accepteur des électrons libérés par la réaction d'oxydation de fer ferreux devient le fer ferrique en lieu et place de l'oxygène (Corbett *et al.* 1987).

C'est pour démontrer l'influence réelle dans ces phénomènes d'oxydation des bactéries chimolithotrophes et pour leur donner un nom que des analyses bactériologiques sur le minerai de fer sont en cours. Nous allons brièvement en donner les caractéristiques principales ainsi que les résultats déjà disponibles.

### 3.2.4.5 Etude de l'activité bactérienne

#### ➤ Nature des prélèvements

Les prélèvements pour les analyses bactériologiques ont été réalisés dans le stot de Tressange et sont de différente nature :

- Prélèvement d'eau de percolation (sous le toit d'une chambre).
- Prélèvement de boues près d'un pilier.
- Prélèvement d'échantillons de minerai de fer de la couche grise sur différents piliers correspondant à des dates d'exploitation différentes.
- Prélèvement de l'air minier près de chacun des piliers précédents.

Ces prélèvements ont été réalisés avec toutes les précautions d'usage nécessaires afin de ne pas contaminer les échantillons par des organismes extérieurs à l'atmosphère minière (utilisation de matériel stérile).

#### ➤ Procédure expérimentale

La méthode d'incubation pour les études de microbiologie et les méthodes d'analyse des solides et des solutions par ICP se trouvent en annexe. Toutes les analyses et interprétations ont été réalisées par C. Mustin (C.P.B - C.N.R.S).

## ➤ Résultats préliminaires

### Microbiologie

Des **microflores hétérotrophes** (utilisant le carbone d'origine organique) et **autotrophes** (utilisant le gaz carbonique dissous) ont été isolées des eaux à l'équilibre avec échantillons solides. Il n'existe pas de différence significative entre les différents solides.

- La microflore hétérotrophe autochtone est relativement abondante ( $4 \times 10^5$  à  $2 \times 10^6$  UFC/ml de solution) et composée de bactéries. Une partie de cette microflore est plutôt oligotrophe et particulièrement bien adaptée à croître sur des milieux pauvres en carbone organique. On peut identifier en première approximation 6 à 8 types de bactéries, dont certaines semblent plus associées aux échantillons altérés.

- La microflore autotrophe ou oligotrophe, moins nombreuses ( $4 \times 10^5$  UFC/ml de solution) est composée de 2 types de colonies bactériennes, dont une figure aussi parmi les hétérotrophes

### Biodégradation des matières organiques

L'implication des bactéries dans la **dégradation des matières organiques** conduit à la **minéralisation (production de CO<sub>2</sub>)** d'une partie du carbone organique initialement présent dans l'échantillon. Cette minéralisation faible (quantité limitée de carbone) est observable dans les incubations anaérobies (Tab. 4 **annexe**). De plus, la stérilisation n'est pas parfaite car une minéralisation est observée avec retard dans les expériences témoins. Une autre procédure de stérilisation est à envisager (stérilisation ionisante par exemple).

### Altération des matières minérales (Tab. 3 **annexe**)

L'**activité altérante des bactéries**, vis-à-vis des phases minérales, est **significative** dans les **échantillons** qui correspondent aux **roches les moins altérées initialement** (échantillons 5 et 7, Tab. 3 **annexe**). On observe en effet une **solubilisation significative du fer, de l'aluminium et de la silice**, qui peut sans doute conduire à la formation de boue rouge riche en fer (Tab. 2 **annexe**). C'est aussi dans ces échantillons que l'activité minéralisatrice anaérobie est la plus significative.

Pour les autres échantillons, l'apparente sur-concentration du témoin par rapport aux échantillons incubés résulte de la procédure de stérilisation employée. Sur ces échantillons très altérés ou altérables, la stérilisation à chaud en voie humide a favorisé fortement la solubilisation du silicium, de l'aluminium et du fer à partir sans doute de phases minérales amorphes ou mal cristallisées présentes dans les échantillons initiaux.

## ➤ Conclusions préliminaires sur l'activité bactérienne

Le rôle de l'activité bactérienne dans l'altération du minerai de fer est désormais, au vu de ces premiers résultats, hautement probable, pour ne pas dire certaine.

Comme nous l'avons déjà suggéré précédemment, la dégradation de la matière organique, via l'action des bactéries, génère une production de CO<sub>2</sub>. Ce gaz carbonique devient alors une source d'ions H<sup>+</sup> disponibles dans la solution selon la réaction (6) et contribue ainsi au processus d'oxydation.

Par ailleurs, les bactéries ont également une activité minéralisatrice altérante vis-à-vis du minerai de fer et cette activité peut être anaérobie. On constate effectivement une solubilisation de Fe, Al et Si qui pourrait expliquer la dégradation de la sidérite et de la berthiérine.

Toutes les hypothèses avancées jusqu'à présent sur les processus d'altération minéralogique, ainsi que l'influence de l'activité bactérienne sur ces phénomènes, semblent justifiées.

### 3.3 ETUDE DES MECANISMES DE GONFLEMENT DES INTERCALAIRES

#### 3.3.1 Caractéristiques des marnes intercalaires

##### 3.3.1.1 Minéralogie

Ces intercalaires marneux ont fait l'objet d'analyses diffractométriques (Dagallier 1997). Elles comportent une paragenèse argileuse, c'est-à-dire de l'illite, plus ou moins bien cristallisée, et de la chlorite ferrifère très bien cristallisée. Il s'agit d'une transformation par hydrolyse de l'illite en chlorite au cours de la diagenèse. On observe également la présence de kaolinite. Aucun minéral gonflant de la famille des smectites n'a été observé. Ces minéraux, et notamment la montmorillonite, jouent un rôle très important dans les processus de gonflement de type interfoliaire, comme nous le verrons par la suite.

La principale transformation minéralogique qui puisse avoir lieu dans ces roches très réactives concerne l'oxydation de la pyrite, en plus d'une transformation complète de l'illite en chlorite. Les marnes intercalaires sont riches en minéraux réduits et donc susceptibles. En dehors de toute exploitation, les transferts d'eau sont très lents et un équilibre chimique existe entre les eaux de percolation et les roches pendant toute la diagenèse. L'exploitation minière a créé un drainage dans les zones dépillées et les eaux karstiques qui s'infiltrèrent via les fractures induites par les opérations de défilage, lessivent les intercalaires riches en pyrite. Celle-ci s'oxyde et de nouveaux minéraux se forment. Là où le drainage naturel a été le plus actif, c'est-à-dire près des fronts de taille, l'altération des minéraux est évidemment la plus importante.

##### 3.3.1.2 Quelques aspects du vieillissement des marnes intercalaires

Afin d'apporter quelques indices sur un éventuel vieillissement d'origine anthropique de ces roches, des observations au Microscope Electronique à Balayage ont été effectuées. Les échantillons ont été prélevés dans le stot de protection de Tressange sur 2 blocs détachés du toit et dont la date d'exploitation est différente. Les échantillons d'analyse correspondent à des fragments bruts. Les observations sur sections polies sont très difficiles sur ces roches et elles n'ont pas permis d'observer grand chose.

##### ➤ Echantillon exposé à l'atmosphère minière en 1995

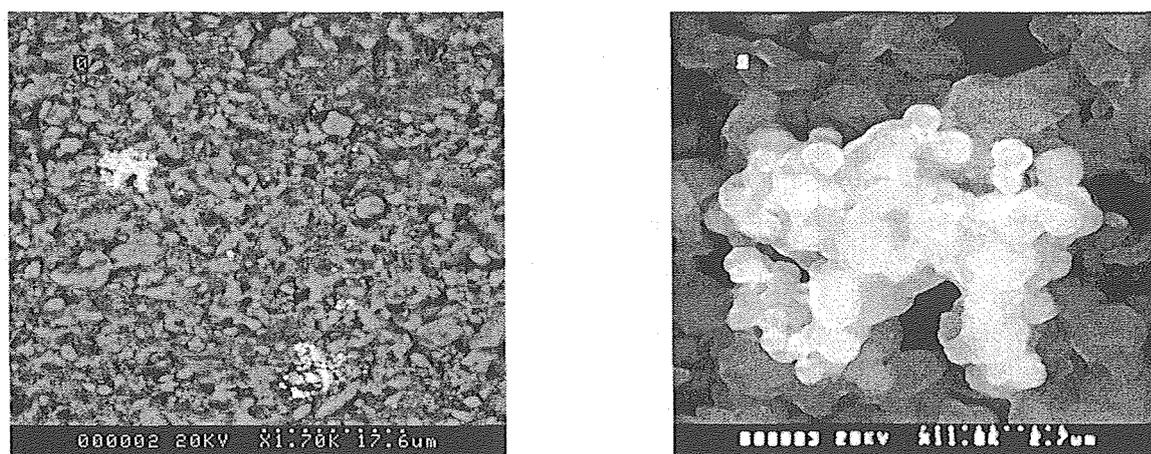


Figure 19 - à gauche : Amas de petits cristaux de pyrite dispersés finement dans le ciment argilo-carbonaté.  
- à droite : Très fort grossissement d'un de ces amas de pyrite.

Cet échantillon a été prélevé dans une galerie récemment exploitée (1995). L'exposition à l'atmosphère minière est donc relativement récente et les transformations minéralogiques d'origine anthropique devraient donc être limitées. Les observations au MEB montrent la présence d'oolithes dispersées, de quartz, de feldspaths sodiques altérés. La fraction argileuse est représentée par une illite assez ferrifère et la matrice est constituée de quartz, de carbonates et d'argiles (Fig. 21 à droite). On note également la présence de zircon très altéré. Les pyrites sont assez nombreuses, finement dispersées en très petits cristaux et se regroupent parfois en amas (Fig. 19), soit dans le ciment, soit dans des cavités. La pyrite est très saine et bien cristallisée et les cristaux sont parfois de taille

beaucoup plus grande (Fig. 20). Des spectres d'analyse semi-quantitatifs ont démontré qu'il s'agissait bien de pyrite. L'illite est très abondante. Les feuilletts argileux englobent et masquent tous les minéraux, rendant ainsi les observations difficiles. Il n'y a apparemment pas de jarosite, minéral secondaire résultant de l'oxydation de la pyrite, ainsi que nous le verrons par la suite.

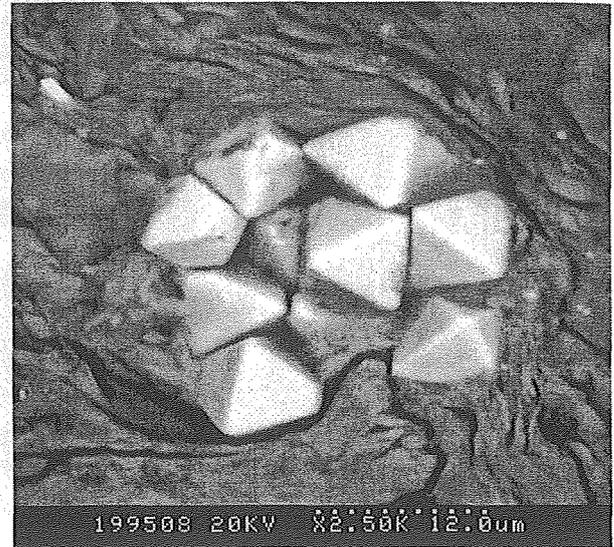
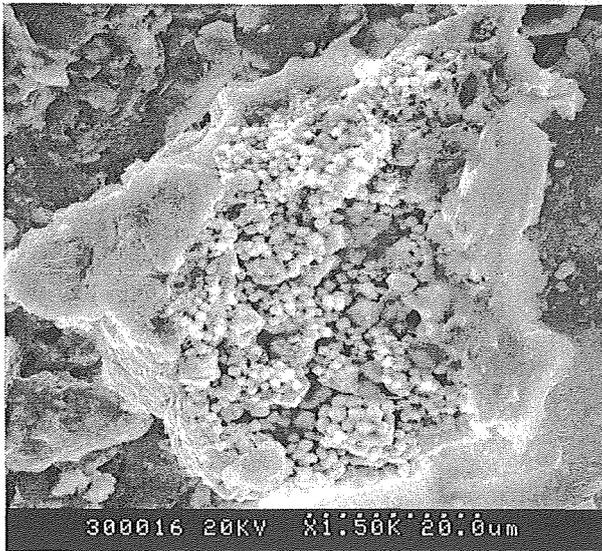


Figure 20 - à gauche : Amas de cristaux de pyrite de taille plus imposante et remplissant une cavité.  
- à droite : Grossissement d'un amas de pyrites très saines et cristallisées sous forme cubique.

#### ➤ Echantillon exposé à l'atmosphère minière en 1910

Cet échantillon a été prélevé dans une ancienne galerie, exploitée en 1910, et ne correspond en fait pas à l'intercalaire marneux du toit mais plutôt à la couche de crassin séparant chaque couche minéralisée de l'intercalaire marneux la recouvrant. Cet échantillon est donc exposé à l'atmosphère de la mine abandonnée depuis près d'un siècle et les transformations minéralogiques devraient être plus marquées que précédemment.

Les observations au MEB montrent la présence d'oolithes dispersées dans le ciment (Fig. 21 à gauche). La pyrite, qui est moins fréquente que précédemment, est noyée dans les argiles, bien visibles sur la figure 21 (à droite). Elle est parfois très altérée (par oxydation), sa structure est floue et elle présente alors un aspect caractéristique en "éponge" (Fig 22). La pyrite n'est en général pas bien cristallisée dans cet échantillon et on ne l'a d'ailleurs pas souvent observée. Son altération pourrait expliquer sa rareté. Il semblerait par ailleurs que l'on ait observé un peu de jarosite, ce qui demanderait à être confirmé par des analyses aux rayons X.

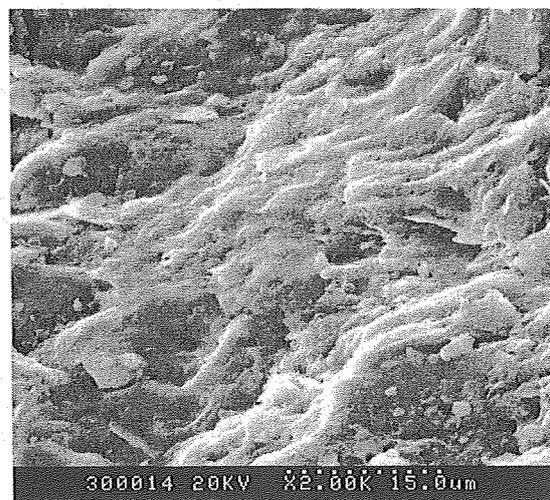
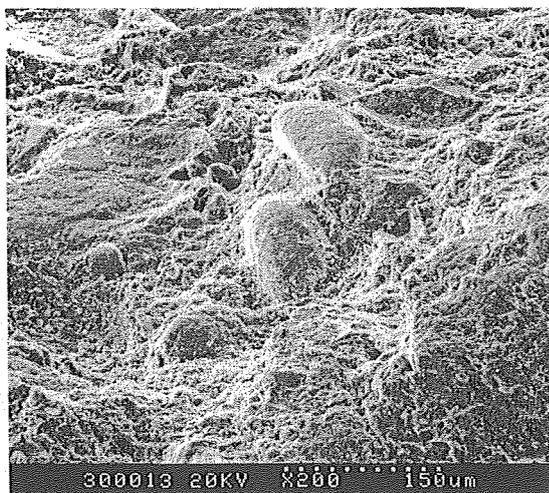


Figure 21 - à gauche : Vue d'ensemble du crassin avec des oolithes dispersées dans le ciment.  
- à droite : Détail des argiles mêlées avec les carbonates.

Toutefois, il convient de faire deux réserves à ces observations. D'une part il s'agit d'un échantillon de crassin, donc la pyrite est naturellement moins fréquente que dans l'intercalaire sur-incombant, et d'autre part cet échantillon a été "ramassé" au sol et a donc été plus sensible à une altération que la roche en place au toit de la galerie.

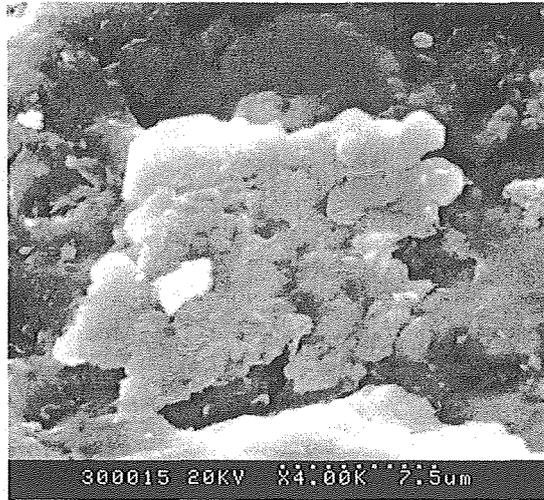


Figure 22 - Amas de pyrites très altérées par oxydation.

### 3.3.1.3 Conclusions sur le vieillissement des marnes intercalaires

Ces analyses au microscope électronique à balayage sur des fragments bruts d'échantillons prélevés dans le stot de Tressange ont permis d'observer la présence de cristaux de pyrite, finement dispersés dans le ciment argilo-carbonaté et se regroupant parfois en amas. Toutefois, les observations sont rendues difficiles par la présence en abondance des argiles qui recouvrent tous les autres minéraux. Des analyses diffractométriques sur ces échantillons vieillis permettraient certainement d'identifier tous les autres minéraux et surtout les minéraux secondaires caractéristiques de l'altération de la pyrite (voir plus loin) tels que la jarosite ou les oxy-hydroxydes de fer déjà observés au microscope optique. Ces minéraux secondaires néoformés représentent la signature du vieillissement d'origine anthropique des marnes intercalaires.

Le bloc rocheux de marne ramené de la galerie exposée à l'atmosphère minière en 1995 s'est complètement délité au laboratoire après quelques semaines. Ce phénomène traduit un autre caractère du vieillissement des marnes intercalaires. Les marnes se délitent lorsque leur fraction argileuse est importante. Ainsi que nous l'avons indiqué au chapitre 1, les intercalaires sont toujours plus argileux en leur base, c'est-à-dire près du toit des galeries et c'est à cet endroit que le vieillissement (oxydation, gonflement, délitement) sera donc certainement le plus important. Cette donnée est importante car elle sert de justification à une réduction des paramètres de leur loi de comportement dans le cadre des modélisations de cas réels de chambres et piliers (Cf. chapitre 6).

### 3.3.2 Gonflement lié aux transformations minéralogiques

En annexe se trouve un chapitre dédié aux "**Caractéristiques physico-chimiques des minéraux argileux**" ainsi qu'un chapitre sur "**Les différents mécanismes de gonflement**" physico-chimiques.

Cette phase d'altération chimique et biochimique des minéraux est liée à la présence de réseaux de fracturation qui favorisent la présence d'eau et d'oxygène qui se trouve, soit au-dessus de la nappe, soit dissous dans l'eau, au contact des minéraux. **La principale transformation minéralogique est l'oxydation bactérienne et chimique de la pyrite** qui est un minéral très réactif. Cette oxydation de la pyrite est accompagnée d'une acidification et peut être accélérée directement ou indirectement par des bactéries de type "*Thiobacilles*".

Ces transformations minéralogiques provoquent aussi un gonflement avec dégradation du matériau. Les principaux processus minéralogiques rencontrés lors de cette altération sont :

- La corrosion de la pyrite par oxydation de celle-ci.
- La formation de gypse par dissolution de la calcite par l'acide sulfurique (provenant de l'oxydation de la pyrite).
- La formation de jarosite et de sulfates de fer.

### 3.3.2.1 Les mécanismes des transformations minéralogiques

#### ➤ Oxydation de la pyrite

Il existe 3 voies différentes d'oxydation de la pyrite :

- L'oxydation aqueuse par l'O<sub>2</sub> dissous.
- L'oxydation électrochimique.
- L'oxydation bactérienne.

L'oxydation purement chimique est très lente.

#### Oxydation aqueuse par l'oxygène dissous (1ère étape de l'oxydation de la pyrite)



Seul le soufre est oxydé en sulfate. Le fer est solubilisé sous forme de Fer II. Ce fer ferreux peut ensuite être oxydé par l'O<sub>2</sub> dissous, comme dans le cas de l'oxydation du minerai de fer :

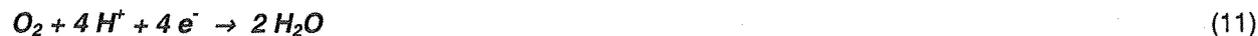


#### Oxydation électrochimique

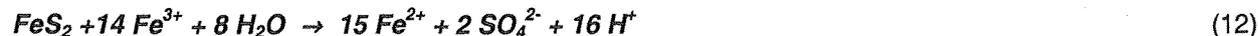
L'oxydation anodique résulte de 2 demi-réactions :



L'apparition du soufre stable est favorisée par une forte acidité. Les e<sup>-</sup> libérés sont conduits par le minéral aux sites cathodiques où l'O<sub>2</sub> dissous est réduit :



Le fer ferrique produit est un puissant oxydant de la pyrite :



Cette équation très rapide est contrôlée par le rapport Fer (II) / Fer (III) en solution.

#### L'oxydation bactérienne

L'intervention des micro-organismes dans les phénomènes d'altération minéralogique est désormais prouvée. Ils obtiennent l'énergie nécessaire à leur développement dans des réactions d'oxydoréduction. Plusieurs études ont montré que l'oxydation de la pyrite accompagnée d'une acidification des eaux est le principal moteur d'altération. Cette oxydation peut être accélérée directement ou indirectement par des bactéries du genre "*Thiobacillus*".

On distingue deux groupes de microflore :

- Les micro-organismes hétérotrophes composés de bactéries et champignons utilisant du carbone d'origine organique pour leur développement.

Les champignons ne sont présents que dans les couches supérieures (besoins physiologiques). Les bactéries sont présentes dans l'ensemble du recouvrement mais leur proportion est plus faible en profondeur où il y a diminution des apports énergétiques exogènes indispensables aux besoins nutritionnels de ces organismes.

- Les micro-organismes autotrophes (bactéries) utilisant du carbone d'origine minérale. Leur proportion est forte en profondeur.

Le minéral se détériore en fournissant de l'énergie à la bactérie. En fait, les "*Thiobacilles*" tirent leur énergie dans l'oxydation de produits chimiques (composés soufrés incomplètement oxydés : surtout sulfures  $S^{2-}$ , soufre élémentaire  $S^0$ , thiosulfates  $S_2O_3^{2-}$  et dans quelques cas des produits ferreux, etc.).

Deux espèces acidophiles ont déjà été étudiées dans l'altération des schistes carton (Rakontondratsima 1995) : "*ferrooxidans*" et "*thiooxidans*". Ces 2 espèces oxydent le soufre, de plus "*Thiobacillus ferrooxidans*" est capable d'oxyder aussi le  $Fe^{2+}$ . C'est un agent oxydant très puissant de la pyrite (vitesse d'oxydation multipliée par 20 à 1000 fois). Leur présence est également citée dans l'altération des schistes argileux.

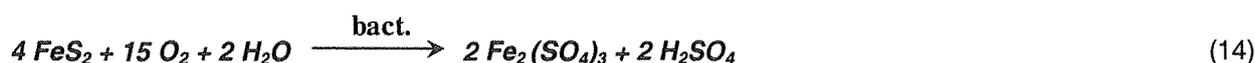
Le minéral pur  $FeS_2$  n'est jamais attaqué directement par "*Thiobacillus ferrooxidans*" et ne représente pas un substrat assimilable. L'oxydation directe de la pyrite par "*Thiobacillus ferrooxidans*", mentionnée par de nombreux auteurs, n'a sans doute pas de réalité (Toniazzo 1998). En revanche, les phases superficielles de la pyrite solubilisées représentent des apports en fer II et en soufre élémentaire qui constituent des substrats énergétiques et bio-disponibles d'emblée en solution pour les micro-organismes.

De la même façon, les phases oxydées du fer (sulfates ferreux) et du soufre (soufre élémentaire) développées sur la surface minérale par oxydation chimique constituent également des substrats assimilables (Mustin 1992). Les *thiobacilles* sont capables d'utiliser directement ces composés organisés, voire cristallisés, en surface. **Les bactéries utilisent donc principalement, lorsqu'ils sont présents, les substrats directement disponibles en solution** ( $Fe^{2+}$ , soufre élémentaire et polysulfures).

Ainsi, "*Thiobacillus ferrooxidans*" peut oxyder directement le  $Fe^{2+}$  et le sulfure  $S_2^{2-}$  contenus dans la pyrite, ou indirectement par production en solution d'un oxydant puissant, le fer ferrique  $Fe^{3+}$  (Rakontondratsima 1995). Le fer ferreux  $Fe^{2+}$  provenant de l'oxydation aqueuse de la pyrite est ensuite oxydé par voie bactérienne :



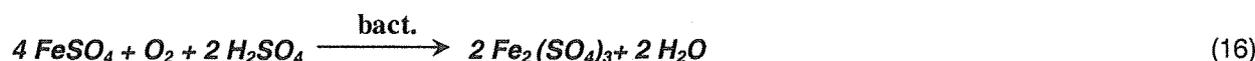
Le  $Fe^{3+}$  produit peut réagir avec la pyrite et accélérer la dissolution de celle-ci. Il se crée ainsi un cycle oxydatif qui amplifie progressivement les réactions chimiques existantes. Si ces conditions idéales persistent, l'oxydation bactérienne de la pyrite résulte de la dissolution du fer maintenu sous forme ferrique par la présence de ces bactéries oxydatrices du fer :



Le  $Fe_2(SO_4)_3$  produit peut oxyder chimiquement la pyrite :



Le sulfate de fer produit (7) peut être à nouveau oxydé par la bactérie :



De plus, le soufre élémentaire résultant d'une oxydation bactérienne partielle de la pyrite (10) peut aussi constituer un intermédiaire réactionnel :



### ➤ Formation des minéraux secondaires

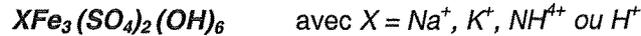
Dans les conditions naturelles d'altération (pH ~ neutre), les carbonates (et notamment la calcite) exercent un effet tampon au sein des échantillons; ils neutralisent l'acidité et rendent ainsi invisible l'acidification engendrée par l'activité bactérienne mais limitent la solubilité du fer et peuvent réagir avec les sulfates pour former du gypse. Les

observations microscopiques montrent en général les formes d'altération qui correspondent à l'apparition de minéraux secondaires (gypse, oxy-hydroxydes de fer) caractéristiques de l'oxydation de la pyrite.

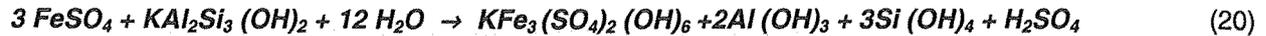
Les produits issus de l'oxydation chimique et biologique de la pyrite peuvent réagir avec d'autres constituants de la roche. Ainsi, la calcite est attaquée par l'acide sulfurique pour former du gypse :



Les concentrations importantes en sulfates et fer ferrique obtenues au cours de l'oxydation conduisent en milieu acide à la précipitation de jarosite dont la formule générale est :



L'oxydation du sulfate ferreux en présence d'illite peut également conduire à l'apparition de jarosite :



Les jarosites formées sont métastables et peuvent se transformer progressivement en oxydes de fer (de type goethite), d'où une libération supplémentaire d'acidité :



Tous ces produits d'oxydation de surface : sulfates et oxy-hydroxydes de fer, polysulfure et soufre élémentaire octaédrique, ont pu être identifiés (principalement en spectroscopie Raman) mais aussi quantifiés (Toniazzo 1998).

### ➤ Conclusions sur les transformations minéralogiques

Ces différentes réactions chimiques montrent donc les 2 phénomènes suivants :

- L'oxydation de la pyrite peut s'effectuer chimiquement en présence d'O<sub>2</sub>. Cependant, la présence de fer III augmente considérablement la vitesse d'oxydation de la pyrite.
- Bien que les bactéries "*Thiobacilles*" autotrophes affectionnent particulièrement les milieux acides où le fer est disponible en grande quantité sous forme dissoute, une oxydation à des pH voisins de la neutralité reste possible. En effet, en présence d'O<sub>2</sub> dissous ou adsorbé au niveau des microsites, l'action oxydante du fer III peut être maintenue. En revanche, la présence de carbonates limite l'acidification et la solubilité du fer et des sulfates libérés.

### 3.3.2.2 Facteurs influençant les transformations minéralogiques

#### ➤ Quantité relative d'eau et d'oxygène dans l'environnement

Pour oxyder la pyrite, l'eau et l'oxygène doivent être simultanément présents (Todd *et al.* 1997). L'eau ne sert pas seulement de réactant, mais aussi de milieu réactionnel et de solvant pour le transport des produits de réaction. Ainsi, l'oxydation de la pyrite (FeS<sub>2</sub>) dans les roches fraîchement brisées exposées par l'exploitation minière peut être rapide dans le cas d'une exposition à un air humide ou à une eau aérée, particulièrement au-dessus du niveau de la nappe (Rose *et al.* 1998).

#### ➤ Influence de la valeur du pH sur les équilibres minéraux

Toutes les réactions chimiques étudiées jusqu'à présent sont basées sur des équilibres redox. La valeur du pH est donc un paramètre essentiel gouvernant ces réactions. La source majeure d'acidité des eaux de mines est donc l'oxydation de la pyrite libérant en solution Fe<sup>2+</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, et H<sup>+</sup>, suivi de l'oxydation plus lointaine de Fe<sup>2+</sup> en Fe<sup>3+</sup> et la précipitation du fer en tant qu'hydroxyde, produisant plus de H<sup>+</sup>.

A des valeurs du pH supérieures à 4, la pyrite est principalement oxydée par l'oxygène dissous dans l'eau :



Les ions ferreux sont libérés dans la solution aqueuse où ils sont oxydés en ions ferriques :



Le fer III constitue le seul oxydant efficace de la pyrite à pH acide (Toniazzo 1998). Ainsi, à des valeurs de pH inférieures à 4, le fer ferrique réagit avec la pyrite :



A des valeurs élevées du pH, le fer ferrique réagit de plus avec l'oxygène et l'eau, et forme des hydroxydes de fer qui précipitent :



Les réactions (22), (23) et (24) produisent de l'acide qui, s'il n'est pas neutralisé, mobilise les ions métalliques, contenus dans les matériaux rocheux. De fortes valeurs du pH peuvent être maintenues grâce au processus de neutralisation par des minéraux carbonatés tels que la calcite ou la dolomite (Rose *et al.* 1998).

#### ➤ Influence de la valeur du pH sur l'activité bactérienne

Nous avons vu que les bactéries "*Thiobacilles*" autotrophes peuvent catalyser l'oxydation de la pyrite à des pH voisins de la neutralité (Rakotondratsima 1995). Cependant, à des faibles valeurs du pH et à des températures voisines de 303 K, "*Thiobacillus ferrooxidans*", à des concentrations de 1 g/litre, peut accélérer le processus de dissolution de la pyrite par des milliers de fois. La réaction (22) est accélérée par environ 3000 fois. La réaction (23) devient environ 1 million de fois plus rapide et la réaction (25) est accélérée par la bactérie par environ 3 fois.

#### ➤ Influence de la quantité d'oxygène sur l'action oxydatrice des bactéries

"*Thiobacillus ferrooxidans*" est généralement considéré comme étant la principale bactérie oxydatrice du fer impliquée dans l'oxydation de la pyrite. A des concentrations d'oxygène supérieures à 14%, le taux d'oxydation abiotique de la pyrite est équivalent à celui observé lorsque la bactérie est présente et active (Kleinmann 1998). Cependant, à des niveaux d'oxygène plus faibles, l'action de la bactérie acquiert une plus grande importance. Par exemple, à 1% d'oxygène, la réaction est environ 7 fois plus rapide si la bactérie est active.

Ainsi, **la catalyse bactérienne**, comme nous l'avons indiqué précédemment dans le cas de l'oxydation du minerai de fer, **n'est probablement pas critique dans des sections bien ventilées des mines souterraines actives** mais peut être **très importante si la mine est abandonnée** et donc plus aérée (Kleinmann 1998).

Autre exemple; lorsque la pression partielle d'oxygène diminue de 0.21 atm. à 0.04 atm. (c'est à dire une diminution de 75 %), le taux d'oxydation de la pyrite par "*Thiobacillus ferrooxidans*" diminue de seulement 30 %. Ce qui prouve bien que l'action oxydatrice des bactéries est primordiale à des taux d'oxygène faibles.

#### ➤ Influence des paramètres hydrauliques

Nous avons vu que l'état de fracturation du matériau joue un rôle primordial dans l'oxydation de la pyrite puisqu'il favorise la présence d'eau et d'oxygène qui se trouve, soit au-dessus de la nappe, soit dissous dans l'eau, au contact des minéraux. De même, les caractéristiques physiques (taille des particule, perméabilité...) des matériaux miniers et le régime hydrologique sont des facteurs qui conditionnent les différentes réactions chimiques (Todd *et al.* 1997).

### 3.3.2.3 Les phénomènes induits par les transformations minéralogiques

#### Le gonflement du matériau

Le gonflement provient du fait que les produits de réaction ont un volume molaire plus élevé par rapport à celui des réactifs de départ :

- pyrite → jarosite : augmentation de volume pour une mole de 115%.
- calcite → gypse : augmentation de volume pour une mole de 103%.

De plus, la pression des produits formés perturbe localement les couches adjacentes engendrant ainsi une augmentation de volume et une ouverture de fissures.

#### Dégradation mécanique du matériau

Les différentes réactions chimiques désolidarisent les minéraux par rapport au ciment, surtout les carbonates qui représentent les liens entre les particules.

### Modification des caractéristiques hydrauliques

Les transformations minéralogiques développent et augmentent la perméabilité du matériau. De même, les différentes attaques chimiques et biochimiques augmentent la porosité locale du matériau. Ces modifications des caractéristiques hydrauliques accélèrent l'altération minéralogique et diminuent considérablement sa résistance mécanique.

### 3.3.3 L'eau minière de site

La solution circulant à travers le réseau poreux de l'échantillon a une composition chimique qui n'est pas toujours connue. Le but des recherches sur les solutions percolantes est double. Il s'agit, d'une part, de déterminer dans les conditions *in situ* la composition chimique du liquide qui circule dans le réseau poreux, et d'autre part, d'étudier l'influence des différentes caractéristiques physico-chimiques de la solution percolante utilisée sur la structure et sur la perméabilité du matériau argileux traversé. Un grand soin est apporté au choix de la solution percolante afin d'éviter le lessivage et/ou le remplacement des ions qui déterminent la structure de l'argile. Il est donc indispensable de connaître, avant de réaliser les essais de perméabilité ou les essais mécaniques, la teneur des différents minéraux argileux. Cette détermination est le plus souvent effectuée au moyen d'une analyse diffractométrique aux rayons X.

Le but de notre étude étant de caractériser le gonflement, puis le comportement mécanique, des marnes intercalaires qui, *in situ*, sont mises en contact avec de l'eau au moment de l'envoyage des galeries, l'eau la plus appropriée à utiliser est l'eau minière de site. Le problème est donc de connaître la composition chimique de cette eau d'envoyage ainsi que son évolution dans le temps.

Il est clair que l'eau d'exhaure qui va rentrer en contact avec le toit des galeries au moment de l'envoyage n'est pas équilibrée avec l'eau interstitielle des marnes intercalaires. La réponse sur la composition chimique de cette eau n'est pas simple car il n'y a pas une composition chimique unique. La composition est le résultat d'un couplage entre la cinétique de réaction et la vitesse d'écoulement, auquel se superposent probablement des mélanges d'eau. Dans les bassins sud et centre on observe actuellement une eau de débordement (de mines envoyées) assez homogène. L'eau de débordement du tunnel de Moyeuve (Tab. 5) peut être considérée comme représentative, surtout dans notre cas où l'étude porte sur des mines (Joeuf) voisines et situées approximativement à la même profondeur.

Tableau 5 - à gauche : Composition de l'eau de débordement du tunnel de Moyeuve (19/01/1999).  
- à droite : Composition de l'eau du forage d'Amermont (28/04/1999).

Eau de débordement du Tunnel de Moyeuve (pH = 7)		Eau du forage d'Amermont (pH = 7.05)	
Élément chimique	Concentration en mg/l	Élément chimique	Concentration en mg/l
Na*	0.127 E+03	Na	0.388 E+03
K*	0.84 E+01	K	0.131 E+02
Ca*	0.443 E+03	Ca	0.425 E+03
Mg*	0.238 E+03	Mg	0.373 E+03
Cl	0.296 E+02	Cl	0.512 E+02
SO4	0.1614 E+04	SO4	0.2758 E+04
HCO3	0.491 E+03	HCO3	0.685 E+03
B(OH)3(aq.)	0.4 E+01	B(OH)3(aq.)	0.17 E+02
Ba	0.2 E - 01	Ba	0.18 E-01
SiO2(aq.)	0.112 E+02	SiO2(aq.)	0.162 E+02
Sr	0.635 E+01	Sr	0.1175 E+02
NH3(aq.)	0.18 E+01	NH3(aq.)	0.32 E+01
Fe*	0.1 E - 01	Fe	0.48 E+01
Mn	0.175 E+00	Mn	0.974 E+00
Zn	0.4 E-01	Zn	0.22 E-01
<b>Somme *</b>	<b>816</b>	<b>Somme *</b>	<b>1204</b>

Par contre, dans les parties profondes des réservoirs, l'eau apparaît plus concentrée comme le montre la composition de l'eau du forage d'Amermont (Tab. 5 à droite). Les compositions chimiques de l'eau de débordement du tunnel de Moyeuve et de l'eau du forage d'Amermont, représentées sur le tableau 5, ont été déterminées par le BRGM (Fabriol R., communication personnelle).

Dans les deux cas, la température de l'eau se situe vers 12 °C et le pH est parfaitement tamponné à 7. L'eau de Moyeuve est assez chargée et proche de l'équilibre avec la calcite et avec le gypse. L'eau d'Amermont est la plus chargée. Cette eau est en contact avec le toit de la couche brune et, comme l'eau de Moyeuve, est sur-saturée en certains éléments chimiques qui ne correspondent pas forcément aux mêmes minéraux dans les deux cas.

Pour bien comprendre les mécanismes chimiques, il faut bien identifier les différentes étapes qui semblent être schématiquement les suivantes dans le cas particulier des mines de fer :

### Phase d'ouverture de la mine

C'est la phase classique d'oxydation de la pyrite par l'eau et l'oxygène de l'air; l'AMD ("Acid Mine Drainage") est instantanément neutralisé par attaque de la calcite omniprésente dans la formation ferrifère. Il y a production de CO<sub>2</sub> et précipitation de sulfate de calcium et probablement d'hydroxyde ferrique. Ce CO<sub>2</sub> produit sous forme dissoute dans l'eau peut d'ailleurs être une autre source du gaz carbonique impliqué comme nous l'avons vu dans l'oxydation du minerai de fer. Globalement, le mécanisme réactionnel ne fait pas intervenir les ions H<sup>+</sup> et le pH reste donc neutre. La composition du gaz mesuré à Moyeuve semble confirmer ce mécanisme (Fabriol R. -BRGM-, communication orale).

Cependant, il reste à confirmer la neutralité du pH. En effet, nous avons vu que les eaux lessivent les intercalaires riches en pyrite qui s'oxyde, entraînant ainsi la formation de sulfates de calcium qui acidifient les eaux. Ce problème peut en fait être expliqué par un effet de site, à savoir la position du rabattement de la nappe induit par le pompage d'exhaure. Sa position peut en effet être responsable du lessivage ou non des intercalaires marneux.

### Phase d'exhaure

L'eau est pompée et son temps de résidence dans les galeries ne semble pas suffisant pour dissoudre beaucoup. Sa composition reste proche des normes de potabilité et elle est tout à fait apte à la consommation.

### Phase d'arrêt d'exhaure

Le temps de résidence de l'eau devient grand par rapport aux cinétiques de dissolution. Le sulfate, précipité pendant la phase d'ouverture de la mine, se dissout. L'eau se met rapidement en équilibre chimique, au bout d'une semaine environ, selon les résultats expérimentaux de Hervé (1980). Cependant, les données chimiques et minéralogiques de son travail ne sont pas complètes. Ces résultats montrent notamment que le sodium est très abondant dans les eaux ayant percolé les couches minéralisées où il est le cation prédominant alors qu'il est en proportions différentes dans les eaux ayant été en contact avec le toit des couches. Ainsi, la prédominance d'un cation ne traduit pas un temps de séjour, comme on peut le penser, mais caractérise plutôt directement les niveaux rencontrés par l'eau durant son trajet dans la mine. Par ailleurs, les eaux de défilage se minéralisent au cours de leur séjour dans les matériaux : leur composition initiale ressemble à une eau du Bajocien, c'est-à-dire l'eau de la nappe phréatique située dans les couches plus profondes sous les marnes inférieures. Elle évolue par acquisition d'une teneur en sulfates plus importante. Le cation prédominant peut être différent selon les couches rencontrées et exploitées dans la mine.

Actuellement, à part la thèse d'Hervé (1980) et les travaux de Dagallier *et al.* (1992), il n'y a pas d'études détaillées des mécanismes chimiques sur le bassin ferrifère. Une thèse a démarré en Octobre 2000 (Collon P., LaEGO-ENSG-GISOS) pour analyser tous ces problèmes en détail, et plus particulièrement les phénomènes d'altération par lixivation des intercalaires marneux.

## 3.3.4 Mesure du gonflement en laboratoire

### 3.3.4.1 Choix de la solution percolante pour les essais de laboratoire

Pour l'étude en laboratoire du gonflement des siltites argilo-carbonatées formant les couches intercalaires, nous allons considérer plusieurs compositions d'eau différentes :

### Eau de débordement du tunnel de Moyeuve : eau équilibrée

La composition de cette eau correspond à une composition de l'eau de mine à long terme, c'est-à-dire à celle d'une eau globalement équilibrée avec toute la formation, puisqu'il semble que l'équilibre chimique soit atteint très rapidement. En outre, en tenant compte du fait que le gisement de fer s'enfonce avec un pendage d'environ 3° vers l'ouest (bassin de Paris), les eaux karstiques qui s'infiltrent rentrent en contact avec le toit des galeries après s'être équilibrées dans les zones plus profondes avec le toit d'autres galeries et avec du minerai de fer des zones foudroyées. Ainsi, la composition de l'eau de débordement du tunnel de Moyeuve est globalement celle de l'eau qui, une fois les pompages d'exhaure stoppés, et après être remontée dans les galeries, va rencontrer les intercalaires marneux du toit des galeries.

### Eau karstique de Fresnois-la-Montagne : eau déséquilibrée

Il s'agit d'une eau prélevée au Nord du bassin de Paris, près de Thionville (Moselle), dans un captage servant à l'alimentation de la commune. C'est une eau karstique, c'est-à-dire l'eau de pluie circulant dans le réseau calcaire recouvrant la formation ferrifère. Sa composition chimique montre qu'elle est en équilibre avec la calcite, mais elle est par contre sous-saturée avec le gypse. Cette eau est en moyenne 10 fois moins chargée que l'eau de Moyeuve et sa composition est voisine de celle de l'eau d'exhaure ayant résidé peu de temps dans les galeries : il s'agit donc de la composition de l'eau de mine à court terme.

### Eau de la ville de Nancy

A titre de comparaison, l'eau de la ville de Nancy sera également utilisée pour la réalisation de quelques essais de gonflement.

Pour l'étude du comportement hydromécanique des marnes intercalaires et que nous allons présenter au chapitre suivant, les éprouvettes seront saturées avec l'eau de Moyeuve, c'est-à-dire l'eau globalement équilibrée.

#### 3.3.4.2 Mode opératoire

Les échantillons qui seront utilisés proviennent des sondages verticaux réalisés à Joeuf. Les marnes, dès qu'elles ont été prélevées, ont été confinées dans des cellules spéciales afin d'éviter qu'elles ne se dessèchent et qu'elles ne se délitent.

La façon de procéder pour mesurer le gonflement dépend du problème posé et du but recherché. La mesure du gonflement en laboratoire peut se faire soit dans des cellules oedométriques soit dans des cellules triaxiales. On rencontre 3 grandes catégories d'essais de gonflement :

- Essais de gonflement libre.
- Essais de gonflement sous charge constante.
- Essais de gonflement à volume constant.

Dans les 2 premiers cas, on mesure les déformations verticales et volumiques de l'échantillon suite au contact avec de l'eau. Dans le dernier, on mesure la pression développée à l'intérieur de l'échantillon suite au contact avec de l'eau, toutes déformations empêchées. Certains auteurs se sont basés sur ces méthodes et ont défini leur protocole d'essais (Huder et Amberg 1970, Sridharan *et al.* 1986, Edil et Alanazy 1992).

#### ➤ Influence du chemin de contrainte

La diversité des méthodes utilisées pour mesurer la pression et le taux de gonflement en laboratoire se traduit par des valeurs différentes pouvant varier sur une échelle assez large. Le mode de chargement (mécanique ou hydrique), l'incrément de chargement (par palier ou continu) peuvent influencer également la mesure du gonflement.

La pression de gonflement dépend donc énormément du chemin de contrainte suivi (Sridharan *et al.* 1970 dans Skandaji 1996). Alonso *et al.* (1987, dans Skandaji 1996) précisent encore que cette pression n'est pas une

propriété fondamentale du sol expansif mais plutôt le résultat de plusieurs comportements et des chemins de contraintes extérieures imposés. Ainsi, la pression de gonflement est beaucoup plus élevée pour un essai de gonflement libre (Sridharan *et al.* 1986) que pour la méthode à volume constant. Les déformations sont également plus importantes pour cette méthode (Erol *et al.* 1987 dans Skandaji 1996). Ces valeurs plus importantes proviennent du fait qu'avec la méthode de gonflement libre, l'échantillon subit 2 phases de déformation (gonflement puis recharge à l'indice des vides initial). Cependant, Soemitro (1994) trouve que la pression de gonflement mesurée à partir de la méthode de gonflement à volume constant est la même que celle mesurée à partir d'un essai de gonflement libre.

La méthode de gonflement à volume constant semble être la plus avantageuse (Aboushook 1984) car l'essai peut être réalisé sur un seul échantillon et elle est plus rapide (quelques jours). Par ailleurs, la pression de gonflement est donnée directement et l'échantillon ne subit aucune déformation.

La pression de gonflement mesurée à partir de l'équilibre de l'indice des vides sous charge constante est plus faible. Cette méthode permet de reproduire le chemin de contrainte tel qu'il se passe dans la réalité. Par contre, l'inconvénient est qu'elle nécessite au minimum 3 échantillons identiques, difficiles à trouver.

La méthode de Huder et Amberg, mise au point pour l'étude du gonflement des roches, permet de déterminer une relation mathématique entre la pression s'exerçant sur l'échantillon et la variation de hauteur de ce dernier. De plus, elle ne nécessite l'emploi que d'un seul échantillon.

### ➤ Choix de l'essai de gonflement

Dans les mines de fer abandonnées, le gonflement se développe au toit et au mur des galeries. C'est le cas du gonflement libre, si on néglige la couche de crassin (dont l'épaisseur est variable) et le pied de couche. Par contre, à la base et au sommet des piliers de minerai, on est dans le cas du gonflement à volume constant puisque la contrainte exercée par le poids des terres sus-jacentes est supérieure à la pression de gonflement à volume constant.

Le choix de la méthode de Huder-Amberg par rapport aux autres est donc justifié par le fait qu'elle permet d'obtenir une relation entre les déformations et la pression s'exerçant sur l'échantillon (ce qui peut être intéressant dans le cadre d'une modélisation), tout comme l'essai de gonflement sous charge constante, mais l'essai Huder-Amberg ne nécessite qu'un échantillon. De plus, ce type d'essai donne des valeurs proches de celles données par la méthode de gonflement à volume constant qui devra également être utilisée pour déterminer la pression de gonflement à volume constant dont la connaissance approximative est nécessaire pour la réalisation d'un essai Huder-Amberg.

Les 2 méthodes utilisées pour étudier le gonflement des intercalaires marneux seront donc les suivantes :

- Méthode de mesure du **gonflement à volume constant**.
- Méthode de type **Huder-Amberg**.

### ➤ Principe des essais de gonflement

#### Essai de gonflement à volume constant

Cet essai consiste à placer l'échantillon dans une cellule particulière de mesure de la pression de gonflement à volume constant, indéformable, et ainsi de l'empêcher de changer de volume lorsqu'il est mis en contact avec une eau. La valeur de la pression est enregistrée et le palier atteint correspond à **la pression de gonflement totale**.

La procédure est la suivante

- Mise en place de l'échantillon :

Le diamètre de la cellule est de 34.5 mm et sa hauteur de 12.5 mm. L'échantillon, de forme cylindrique, doit être ajusté au mieux afin de ne pas laisser de vides susceptibles de fausser les mesures de pression.

La préparation de l'échantillon ainsi que sa mise en place est assez longue, ce qui induit inévitablement une perte d'eau. L'échantillon est pesé le plus souvent possible afin de contrôler son degré de saturation.

La partie inférieure de l'éprouvette est en contact avec une pierre poreuse et la partie supérieure avec un capteur de pression sous forme d'une plaque en céramique indéformable.

Les essais sont réalisés dans une salle climatisée (température régulée à 20°C) afin de s'affranchir des effets de la température.

- Hydratation :

L'éprouvette est humidifiée par l'intermédiaire de la pierre poreuse. La saturation se fait donc par capillarité.

On mesure la pression au cours du temps et on attend la stabilisation.

On représente sur un graphique semi-logarithmique la courbe de gonflement (pression en fonction du logarithme du temps).

Le palier représentant la stabilisation de la pression est défini comme la pression de gonflement totale  $P_{gt}$ .

On contrôle le degré de saturation de l'éprouvette à la fin de l'essai.

### Essai de gonflement selon la méthode Huder-Amberg (1970)

Il s'agit d'un essai d'un type particulier à mi-chemin entre l'essai de gonflement libre et la mesure de la pression de gonflement à volume constant. L'essai consiste à mesurer la pression de gonflement à l'oedomètre ou en cellule triaxiale en suivant un chemin de contrainte bien particulier. Cet essai, mis au point par les auteurs dont il porte les noms a 2 intérêts. Le premier est de proposer une relation mathématique entre la contrainte exercée sur l'échantillon et la variation de hauteur de ce dernier. Le second intérêt est qu'il est bien adapté à l'étude du gonflement des roches dans le sens où il "démarré" par un reconfinement de l'échantillon. Ce reconfinement est destiné à corriger les éventuels défauts du carottage (diamètre de l'éprouvette pas exactement égal à celui de la cellule destinée à le recevoir) d'une part, et d'autre part à vérifier que l'échantillon n'a pas souffert lors de son prélèvement et qu'il n'a pas été micro-fissuré et le cas échéant corriger ces défauts et refermer les fissures.

Dans notre cas, l'essai Huder-Amberg a été réalisé en **cellule triaxiale** car les techniques de mesure sont dans ce cadre plus adaptées aux roches pour lesquelles les déformations sont très faibles par rapport aux sols. En outre, en cellule triaxiale, le problème d'ajustement exact de l'éprouvette à la taille de la cellule (oedométrique), ne se pose plus. Les contraintes exercées dans ce cas seront donc hydrostatiques et on parlera désormais de variations de volume de l'échantillon et non pas de variations de hauteur.

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 23. Il est composé d'une cellule d'essai triaxiale dans laquelle est placée l'éprouvette et d'un générateur de pression permettant la régulation de la pression de confinement. L'essai est réalisé sur une éprouvette cylindrique de 76 mm de hauteur et d'élançement 2.

Les déformations volumiques sont mesurées avec 2 systèmes différents. Le premier concerne des jauges extensométriques (2 jauges pour la mesure des déformations axiales et 2 pour les déformations transversales) et le second système correspond à des capteurs LVDT's (2 capteurs pour la mesure des déformations axiales et un collier de mesure constitué de 4 capteurs pour la mesure des déformations radiales). Les mesures des chargements instantanés pendant le reconfinement de l'échantillon et les différents décréments de charge, seront celles données par les jauges (pour les capteurs se posent les problèmes liés aux interfaces et aux déformations parasites au cours d'un chargement). Par contre, les mesures de variations de volume pendant le gonflement, c'est-à-dire pendant les paliers dont la durée peut être très longue, seront celles fournies par les capteurs LVDT's (pour les jauges se pose le problème de tenue dans le temps).

L'essai Huder-Amberg est réalisé dans une salle d'essai climatisée (20 °C).

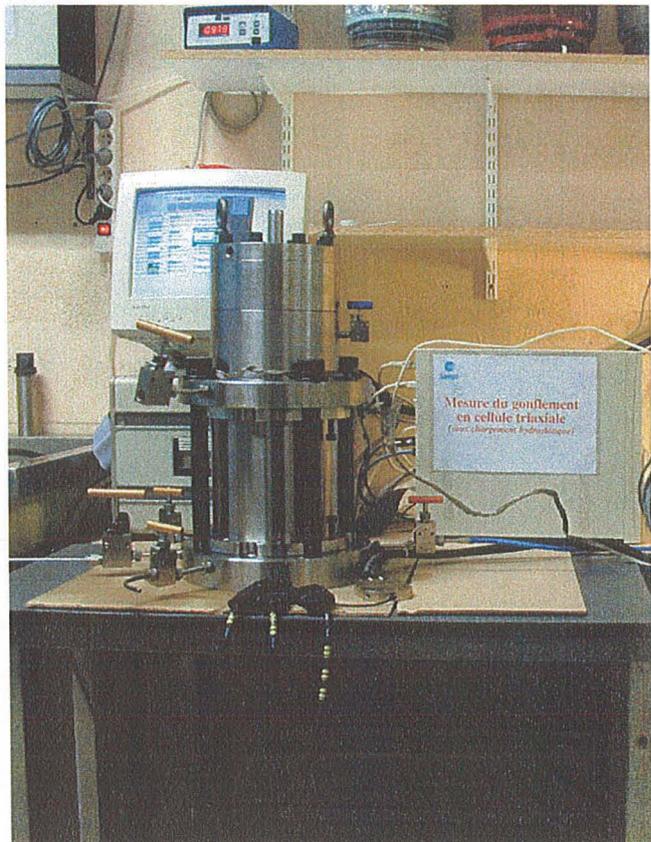


Figure 23 - Dispositif expérimental pour l'essai de gonflement de type Huder-Amberg.

La procédure expérimentale est la suivante :

- **Mise en place de l'échantillon.** L'échantillon équipé a été initialement placé dans un dessiccateur dont l'atmosphère a une humidité relative de 100 % pendant 6 mois. Le but est d'obtenir une hydratation par condensation capillaire de l'échantillon afin de le replacer dans des conditions hydriques proches de celles des roches *in situ*. L'éprouvette est installée dans la cellule triaxiale et est soumise à une faible pression de confinement initiale (précharge = 0.05 MPa).
- **Reconfinement de l'échantillon.** Dans un premier temps, l'échantillon est soumis à un premier chargement **a** (Fig. 24) jusqu'à une contrainte  $\sigma_D$  (point D'), proche de la pression de gonflement à volume constant, déterminée par ailleurs. Cette contrainte peut également être égale à la contrainte *in situ*. L'échantillon est ensuite soumis à un déchargement **b** de  $\sigma_D$  jusqu'à une contrainte très faible  $\sigma_m$  (point O) correspondant à la contrainte de précharge (0.05 MPa). Un deuxième chargement **c** est finalement réalisé jusqu'à la contrainte  $\sigma_D$  à nouveau.
- **Hydratation de l'échantillon.** L'éprouvette est mise en contact avec l'eau au niveau de l'embase inférieure (l'embase supérieure permet la circulation de l'air et de l'eau) via un système capillaire (point D'). La saturation se fait donc par capillarité. La variation de volume est suivie dans le temps jusqu'à l'obtention d'une valeur constante. Le point D représente l'état de l'échantillon après stabilisation des déformations liées à l'humidification.
- **Déchargement par paliers.** A partir du point D, l'échantillon est déchargé une première fois de la pression  $\sigma_D$  à la pression  $\sigma_E$  (point E'). La variation de hauteur engendrée par ce déchargement est suivie jusqu'à stabilisation (point E). Cette même opération est répétée plusieurs fois, en diminuant à chaque fois la contrainte  $\sigma$  et en attendant à chaque fois la stabilisation du volume de l'éprouvette. Selon les recommandations de la SIMR, les déchargements doivent être réalisés suivant une progression géométrique et le déchargement doit être limité à une valeur minimale conseillée de 25 kPa.

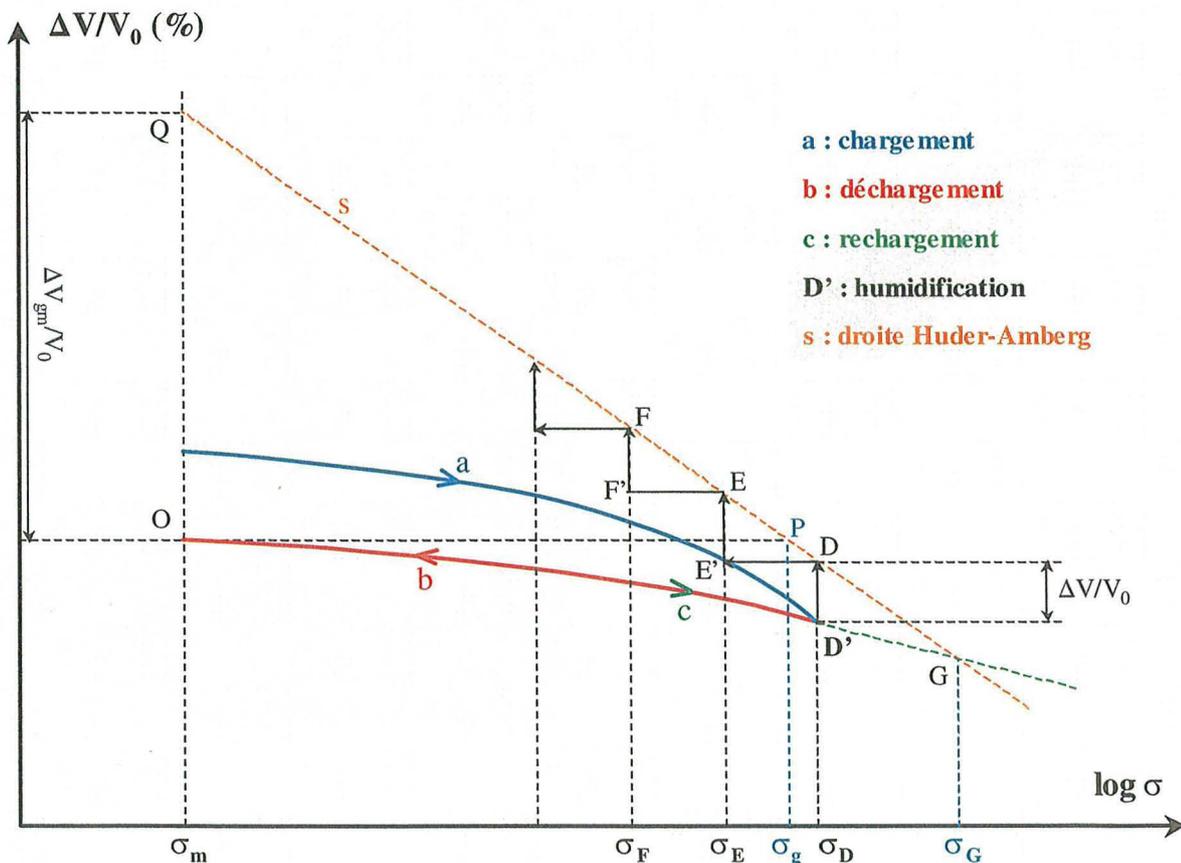


Figure 24 - Principe de l'essai de gonflement de type Huder-Amberg.

L'interprétation des résultats permet d'obtenir les résultats suivants :

- **Détermination de la loi de Huder-Amberg.** L'expérience montre que l'ensemble des points D, E, F, etc. s'alignent sur une droite **s** dans un repère semi-logarithmique ( $\Delta H/H_0$  ou  $\Delta V/V_0$  en fonction de  $\log \sigma$ ). Cette droite permet dans le cas d'un essai sous chargement hydrostatique de déterminer la relation liant la variation de contrainte  $\Delta \sigma$  à la variation de volume de l'éprouvette  $\Delta V/V_0$ .
- **Détermination de la pression de gonflement au sens de Huder-Amberg.** Elle est définie comme la valeur de la contrainte  $\sigma_G$  au-delà de laquelle l'hydratation ne provoque pas de variation de hauteur. Cette valeur est déterminée par l'intersection de la droite de Huder-Amberg **s** avec le prolongement de la courbe de rechargement **c** (point G). La précision de cette détermination est d'autant plus grande que la valeur de la contrainte  $\sigma_D$  est proche de la valeur de  $\sigma_G$  car ainsi l'approximation résultant de l'extrapolation est réduite.
- **Détermination de la pression de gonflement à volume constant** (Robert *et al.* 1997). Robert *et al.* (1997) proposent une nouvelle interprétation du graphique de Huder-Amberg. Ils déterminent la valeur de la pression de gonflement à volume constant et le taux de gonflement libre à partir de ce graphe.

En effet, si dans cet essai on imagine une modification à partir du point D' consistant à non plus procéder à une hydratation mais à appliquer un nouveau déchargement équivalent au déchargement **b** (point O). Si maintenant l'éprouvette est hydratée à volume constant, le gonflement se développera en générant une pression  $\sigma_g$  qui peut être considérée comme la **pression de gonflement à volume constant**. La détermination de cette pression est très aisée à partir du graphe de Huder-Amberg puisqu'elle est définie par l'intersection de la droite **s** avec la parallèle à l'axe des abscisses passant par le point O (variation d'épaisseur nulle), c'est-à-dire le point P.

Le **potentiel de gonflement** est donc déterminé par  $\sigma_g$ , la pression maximale de gonflement à volume constant, et par  $\Delta V_{gm}$  qui est la déformation volumique maximale obtenue si l'échantillon avait été hydraté sans contrainte appliquée : **taux de gonflement libre**. Ces 2 valeurs sont reliées par la relation de Huder-Amberg :

$$\Delta V_{gm} / V_0 = K \log (\sigma_m / \sigma_g) \quad (26)$$

### 3.3.4.3 Résultats des essais de gonflement

#### ➤ Essais de gonflement à volume constant

Les pressions de gonflement à volume constant obtenues avec les différentes eaux sont représentées dans le tableau 7. Le degré de saturation de chaque éprouvette avant l'essai, c'est-à-dire avant humidification, est indiqué entre parenthèses. Un exemple d'une courbe de gonflement à volume constant est représenté sur la figure 27. On représente en général la pression de gonflement en fonction du temps sur une échelle logarithmique afin d'identifier plus aisément le palier final.

Malgré tout le soin apporté à la réalisation des essais, les échantillons sont toujours assez désaturés avant l'hydratation (en moyenne 60 %). Le problème est double : d'une part les carottes n'étaient déjà pas saturées à la sortie des cellules de confinement (degré de saturation initial d'environ 80 %) et d'autre part les éprouvettes sont de petite taille ce qui induit le fait que la surface d'échange, et donc d'évaporation, est très importante par rapport au volume de l'éprouvette qui se désature ainsi très rapidement. On n'observe ainsi aucune tendance d'évolution de la pression de gonflement à volume constant en fonction du chimisme de l'eau puisqu'à ce niveau de saturation, l'influence de la teneur en eau initiale devient largement prépondérante. La pression de gonflement d'un échantillon est assez importante si le degré de saturation initial est faible, et c'est ce que l'on constate dans notre cas puisque la pression atteint 2.5 MPa.

Le gonflement des échantillons saturés avec une solution ayant la même concentration chimique que l'eau du matériau (eau de Moyeuve) est due à la succion matricielle car la succion osmotique est maintenue constante : on parle alors de gonflement intraparticulaire (ou interfoliaire) dont la responsabilité en incombe aux phénomènes d'adsorption d'eau au niveau des feuillets argileux des chlorites présentes en abondance dans la roche. Les pressions de gonflement peuvent être importantes si l'intensité des liens interparticulaires diagénétiques (qui est d'autant plus élevée que le % de  $\text{CaCO}_3$  est important) est grande et donc le matériau compact et rigide.

En outre, la teneur en argiles, à l'origine des phénomènes de gonflement, et la teneur en carbonates, qui détermine l'importance des liens diagénétiques susceptibles de s'opposer au mécanisme de gonflement, sont très variables dans ces roches. La solution d'une étude précise des phénomènes de gonflement serait donc de réaliser des **essais de gonflement à humidité contrôlée** et de relier les résultats au **pourcentage de calcite** des échantillons.

Le gonflement de type interparticulaire, lié aux différences de concentration chimique entre l'eau percolante et l'eau interstitielle de la roche, est rendu invisible par le gonflement interfoliaire du fait que la succion osmotique est négligeable par rapport à la succion matricielle dans le cas d'un matériau désaturé.

Tableau 6 - Résultats des mesures de pression de gonflement totale (à volume constant).

Nature de l'eau	Pression de gonflement à volume constant $P_{gt}$ (MPa)			
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
Eau de Nancy	1.26 (Sr = 49 %)	2.5 (Sr = 63 %)	1.27 (Sr = 64 %)	0.54 (Sr = 76 %)
Eau de débordement du tunnel de Moyeuve	1.69 (Sr = 48 %)	1.62 (Sr = 64 %)	1.77 (Sr = 74 %)	1.23 (Sr = 59 %)
Eau karstique de Fresnois-la-Montagne	0.91 (Sr = 57 %)	2.07 (Sr = 73 %)	0.69 (Sr = 58 %)	1.51 (Sr = 66 %)

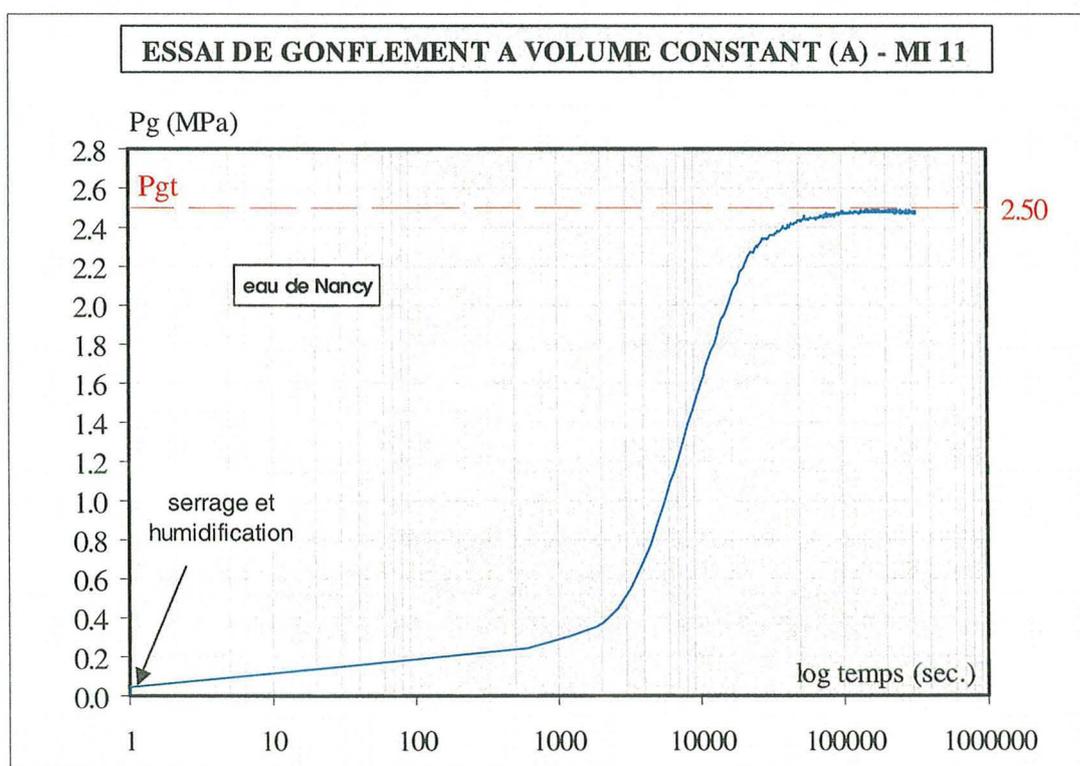


Figure 25 - Exemple d'une courbe de gonflement à volume constant.

### ➤ Essai de gonflement de type Huder-Amberg

Pour cet essai, une seule eau a été utilisée; l'eau de débordement du tunnel de Moyeuve que l'on peut considérer comme équilibrée par rapport à l'échantillon. L'échantillon a été exposé pendant 6 mois à une atmosphère dont l'humidité relative est proche de 100 %. L'échantillon devrait alors être pratiquement saturé et le gonflement éventuel d'origine osmotique.

Le résultat de cet essai est représenté sur la figure 26. L'éprouvette a été humidifiée sous un confinement de 1 MPa. Le gonflement s'est déclenché pour un confinement de 0.5 MPa et jusqu'à ce niveau de contrainte les paliers de déformation se sont stabilisés en moyenne au bout de 36 heures. A partir de ce point, les durées de stabilisation se sont régulièrement allongées et le dernier palier (0.1 MPa) n'était toujours pas stabilisé même après 2 semaines. La droite de Huder-Amberg ne ressemble pas vraiment à une droite mais plutôt à une exponentielle. Ainsi, ce gonflement ne peut avoir pour origine qu'une **altération** de la roche caractérisée par des **transformations**

**minéralogiques** (les produits de néoformation ont un volume molaire plus élevé que les produits de départ) étant donné que l'eau mise en contact est équilibrée et que l'échantillon est saturé à l'origine. Les transformations, si elles existent vraiment, sont certainement liées à l'oxydation de la pyrite. Ces derniers points devront toutefois être précisés. L'altération bactérienne doit être responsable de ce gonflement "minéralogique" étant donnée la cinétique "très" rapide du gonflement (2 semaines). Il serait alors intéressant de réaliser le même essai mais en utilisant une eau saturée en thymol, un agent antibactérien très puissant, afin de voir si ce phénomène de gonflement minéralogique se reproduit.

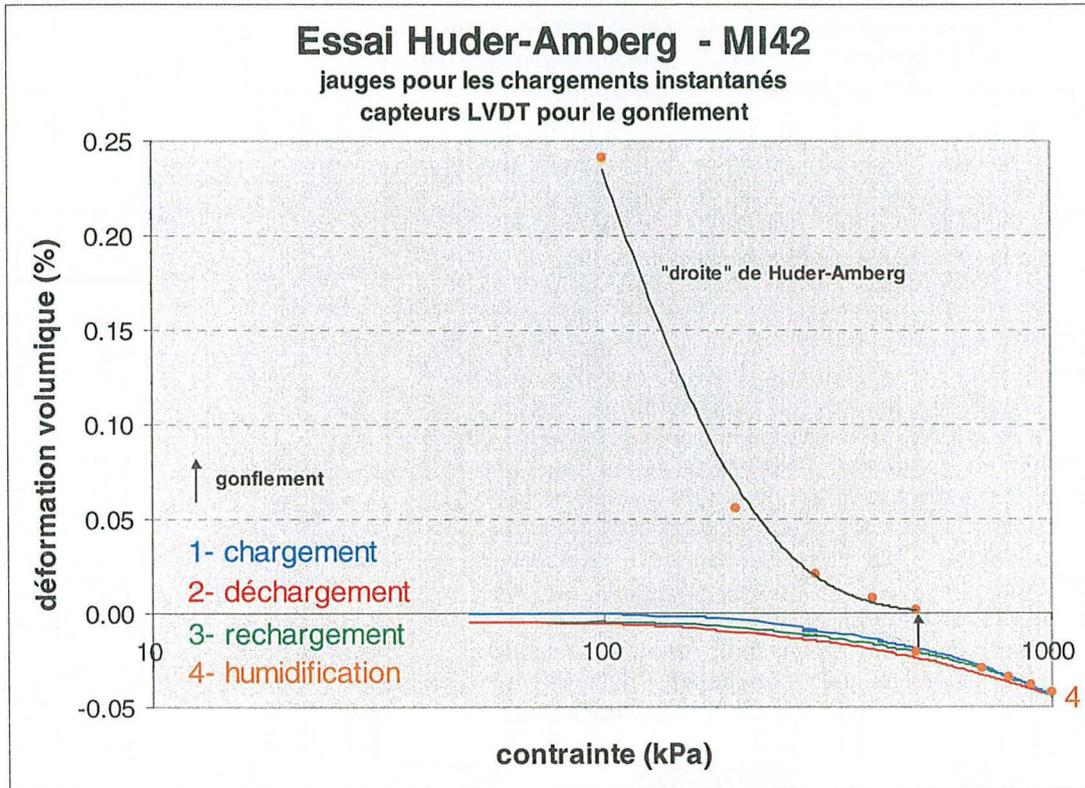
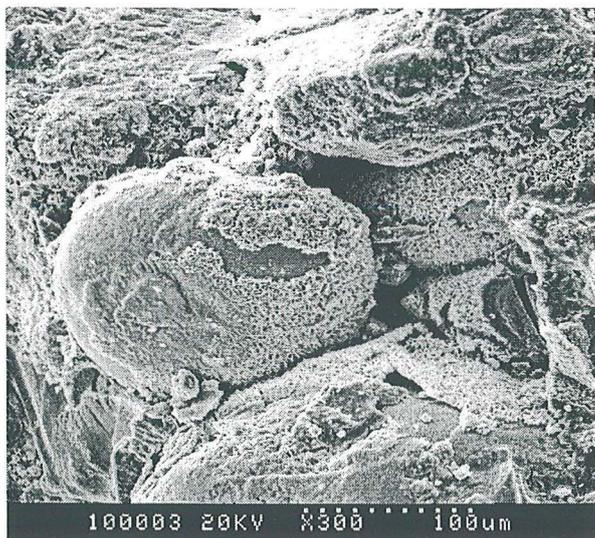


Figure 26 - Résultat de l'essai de gonflement de type Huder-Amberg (eau du tunnel de Moyeuve).

### 3.4 CONCLUSIONS

Le vieillissement du minerai de fer, dans le cadre des mines de fer abandonnées, a été caractérisé à partir de l'étude de l'évolution des caractéristiques physiques et minéralogiques induites par son exploitation. La comparaison des analyses réalisées sur du minerai de fer vieilli, prélevé dans des piliers exposés à différentes époques à l'atmosphère minière, par rapport à celles réalisées sur du minerai de fer sain, prélevé dans une zone vierge de toute exploitation, a permis de caractériser l'évolution d'origine anthropique de la roche dont les effets se superposent à l'évolution diagénétique. Ainsi, l'étude menée a précisé la nature des équilibres minéraux actuels ou passés, et a démontré l'existence de transformations minéralogiques et micro-structurales dans le minerai de fer exposé à l'atmosphère minière et l'influence de l'exploitation minière sur tous ces phénomènes.

La première étape de l'évolution d'origine anthropique du minerai de fer se caractérise par une transformation par hydrolyse des phyllosilicates ferrifères diagénétiques (probablement de la berthiérine) présents dans le ciment inter-oolithique. Cette transformation d'origine anthropique s'inscrit à la suite du processus de diagénèse. La seconde étape de l'évolution d'origine anthropique est liée à une dégradation physico-chimique de la roche. Cette dégradation correspond à une oxydation importante des carbonates de fer du ciment inter-oolithique puis à une néoformation d'oxy-hydroxydes de fer (probablement de l'hématite) déposés à la surface des oolithes sous la forme d'une croûte à structure alvéolaire. Les oolithes, quant à elles, sont fragilisées par cette disparition du ciment inter-oolithique puisqu'elles doivent supporter désormais à elles seules les contraintes exercées sur les piliers. Ainsi, des fissures dans les oolithes se développent. Les contacts entre oolithes s'amplifient et les couches concentriques de goéthite les constituant desquamement facilement, mettant à nu le cortex intra-oolithique, favorisant ainsi son altération.



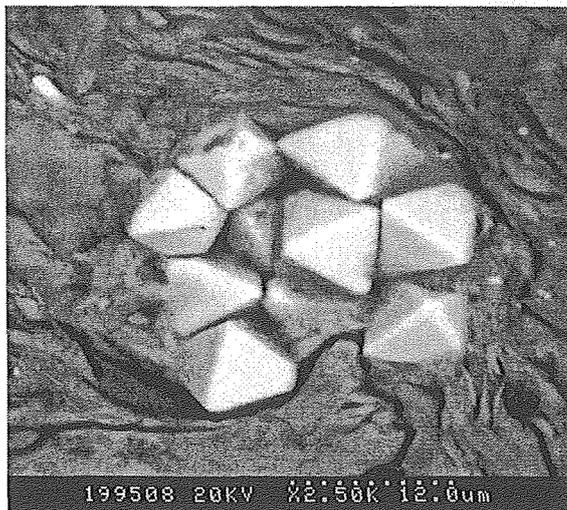
Des analyses de microbiologie réalisées sur du minerai de fer, prélevé sur différents piliers abandonnés, ont montré la présence de bactéries. Ces bactéries ont une activité altérante directe et indirecte (génération de gaz carbonique) vis-à-vis du minerai de fer. L'activité bactérienne est également anaérobie. Les analyses bactériologiques sont encore en cours.

**Toutes ces transformations minéralogiques et micro-structurales sont donc d'origine anthropique** et se traduisent par une **perte de la cohésion** inter-oolithique et intra-oolithique et donc, comme nous le verrons au chapitre suivant, par une **dégradation des propriétés mécaniques**. A partir de là, on peut réellement parler de **vieillissement** des piliers de minerai de fer et ce vieillissement est un paramètre fondamental à prendre en compte dans l'étude des mécanismes d'effondrement.

Tous ces phénomènes, qui concernent l'état actuel du minerai de fer, sont progressifs et évoluent donc constamment dans le temps. De plus, le vieillissement se propage au cœur des piliers selon un gradient et au moins jusqu'à 80 cm de profondeur, c'est-à-dire la longueur maximale des sondages horizontaux réalisés jusqu'à présent. Il est évident que des sondages plus profonds seraient nécessaires pour déterminer l'étendue réelle des zones vieilles. Par ailleurs, d'autres paramètres, encore plus importants que le temps d'exposition à l'atmosphère minière, vont déterminer l'intensité du vieillissement. Ces paramètres sont la teneur en carbonate de calcium qui joue un rôle de tampon dans les réactions d'oxydation, et les conditions physico-chimiques locales, c'est-à-dire l'intensité du lessivage des roches par les eaux karstiques et la concentration d'oxygène et de gaz carbonique dans le milieu. Ces conditions physico-chimiques locales sont très variables selon l'activité des exploitations minières (aéragé et pompages d'exhaure stoppés ou non).

La seconde partie de ce chapitre a été consacrée à l'étude des différents mécanismes de gonflement des intercalaires marneux formant le toit et le mur des galeries. Ces roches sont effectivement exposées à ces phénomènes puisqu'elles sont soumises à des changements des conditions hydriques locales liés aux variations de l'intensité de l'aérage et dans certains cas à l'inondation des galeries au moment de l'arrêt des pompes d'exhaure.

Une étude des différents mécanismes physico-chimiques de gonflement affectant les matériaux argileux a été présentée en annexe. Par ailleurs, ces marnes sont riches en pyrite, un minéral réduit du fer, qui possède un potentiel d'oxydation important. Cette oxydation se traduit généralement par la néoformation de nouveaux minéraux et par un gonflement du matériau lié au fait que les produits néoformés ont un volume molaire supérieur au produit de départ. Tous ces mécanismes minéralogiques, ainsi que l'influence de différents paramètres tels que l'intervention des bactéries oxydatrices du fer et du soufre, ont été discutés.



Quelques observations réalisées au MEB ont effectivement montré des traces d'altération de ce minéral à partir d'un échantillon prélevé dans une ancienne galerie, exposée à l'atmosphère minière au début du siècle. Ces observations correspondent à une première approche du vieillissement des marnes intercalaires soumises, à l'instar des piliers de minerai, à des conditions atmosphériques oxydantes.

Deux types d'essais de laboratoire ont été réalisés afin d'étudier les propriétés de gonflement de ces roches et afin d'anticiper la réalisation prochaine des essais mécaniques qui seront conduits en condition saturée. Il s'est agi d'essais de gonflement à volume constant ainsi que d'un essai de gonflement de type Huder-Amberg. La principale information obtenue à partir de ce dernier essai concerne la présence de phénomènes de gonflement dont l'origine est probablement liée à une transformation de la pyrite par oxydation.

## CHAPITRE 4

# Caractérisation hydromécanique des roches

### 4.1 INTRODUCTION

L'étude des caractéristiques physiques et minéralogiques du minerai de fer et des intercalaires, ainsi que leur évolution dans le temps, via une caractérisation du vieillissement, ont été présentées aux chapitres précédents. L'étape suivante consiste à déterminer les propriétés mécaniques de ces roches. Enfin, cette étape expérimentale servira de base à l'élaboration d'une loi de comportement mécanique. Tous les essais hydromécaniques présentés dans ce chapitre ont été réalisés au laboratoire LaEGO.

Les roches caractérisées mécaniquement ont donc concerné les 2 faciès (ferrifère et carbonaté) du minerai de fer sain, les 2 faciès du minerai de fer vieilli, c'est-à-dire exposé à l'atmosphère minière depuis au moins un demi-siècle, ainsi que les marnes intercalaires. On propose dans ce chapitre une présentation des différents essais hydromécaniques effectués sur ces roches, leur procédure expérimentale et leur principe théorique. Cette étape expérimentale a représenté la part la plus importante du travail de thèse. Les essais hydromécaniques vont consister en une série d'essais hydrostatiques et déviatoriques.

Par la suite, au vu des principaux résultats expérimentaux qui seront présentés, une loi de comportement mécanique couplée sera proposée. Elle va consister en une loi élasto-plastique basée sur une généralisation du modèle classique de Mohr-Coulomb. Il s'agira dans un premier temps de décrire le comportement mécanique à minéralogie constante du minerai de fer, c'est-à-dire le minerai de fer prélevé au centre des piliers abandonnés à partir des sondages verticaux; minerai que nous allons considérer comme le minerai de référence, défini par un état d'altération initial. Le faciès ferrifère de ce minerai de fer "sain" est le plus représentatif du minerai de fer des piliers. Ainsi, l'écriture de la loi de comportement ainsi que la détermination des paramètres la définissant seront basées sur ce faciès. Les résultats expérimentaux sur les autres faciès du minerai de fer ainsi que sur les marnes intercalaires devront montrer la capacité d'adaptation de cette loi de comportement à différents matériaux. Finalement, l'influence du vieillissement sur le comportement mécanique du minerai de fer sera analysée.

## 4.2 PROCEDURE EXPERIMENTALE

### 4.2.1 Choix et préparation des éprouvettes

#### ➤ Description des matériaux étudiés

Les roches caractérisées mécaniquement correspondent aux faciès suivants :

- **Faciès A** : Minerai de fer de la couche grise, faciès très ferrifère (ferri-arénite) et à grains très fins. Les oolithes ferrugineuses sont très nombreuses.
- **Faciès B** : Minerai de fer de la couche grise, faciès très carbonaté et coquiller (bio-calcirudite) et à grains grossiers et irréguliers.
- **Faciès MI** : Siltites argilo-carbonatées du toit de la couche grise. Les grains sont fins mais ce faciès est très hétérogène et il présente une alternance de zones argileuses et de zones très carbonatées (calcite).
- **Faciès A (1930)** : Minerai de fer de la couche grise, faciès ferrifère, exposé à l'atmosphère minière en 1930.
- **Faciès B (1900-1910)** : Minerai de fer de la couche grise, faciès carbonaté, exposé à l'atmosphère minière entre 1900 et 1910.
- **Faciès A (1900-1910)** : Minerai de fer de la couche grise, faciès ferrifère, exposé à l'atmosphère minière entre 1900 et 1910.

Les échantillons du faciès A et du faciès B du minerai de fer ainsi que ceux des "marnes" du toit de la couche grise ont été prélevés à partir des sondages verticaux réalisés à Joeuf. La loi mécanique qui en découlera va caractériser le comportement à minéralogie constante puisque nous considérons que ces échantillons représentent l'état sain des roches de la formation ferrifère ou du moins l'état initial; nous avons en effet constaté au chapitre précédent que même ces roches montraient des traces d'altération.

Le faciès A, le plus ferrifère, est évidemment le plus représentatif du minerai de fer des piliers, ce qui explique d'ailleurs l'exploitation de ces couches minéralisées. L'écriture de la loi de comportement, la détermination des paramètres la définissant ainsi que les simulations numériques, seront basées sur ce faciès. C'est sur ce faciès également que sera basée l'étude du comportement différé du minerai de fer. Le faciès B sera également caractérisé mécaniquement à titre indicatif et afin de comparer son comportement avec celui du faciès A. Ces 2 faciès du minerai de fer sont assez caractéristiques et donc relativement faciles à distinguer. Toutefois, la teneur en fer et, surtout, en carbonates de ces roches est très variable, et on doit donc s'attendre à des variations dans leur comportement mécanique. Il pourrait alors être intéressant de réaliser ultérieurement une étude de sensibilité des résultats et de proposer, par exemple, une loi d'évolution des paramètres mécaniques en fonction du taux de carbonates dans le minerai de fer. En effet, les carbonates du ciment inter-oolithique forment des liens diagénétiques et sont donc responsables de la cohésion inter-oolithique du minerai de fer et donc de sa résistance mécanique.

L'étude des caractéristiques mécaniques des intercalaires marneux ainsi que la détermination des paramètres de la loi de comportement les caractérisant sera également réalisée. Cependant, la grande hétérogénéité de ce faciès se traduira certainement par une dispersion des résultats expérimentaux et donc par une détermination difficile des paramètres de la loi de comportement.

Une étude mécanique sur le minerai de fer vieilli sera également menée à partir des prélèvements effectués dans le stot de Tressange. Pour cela, nous avons choisi 3 faciès différents. Le premier concerne le faciès A du minerai de fer exposé à l'atmosphère minière vers 1930, c'est-à-dire le faciès le plus altéré. Le deuxième correspond au faciès carbonaté (faciès B) du minerai de fer le plus "ancien", c'est-à-dire exposé à l'atmosphère minière au début du siècle. Et enfin, un troisième faciès, le faciès A ferrifère du minerai de fer le plus "ancien", sera également caractérisé mais par seulement un essai mécanique étant donné que l'on ne disposait que d'une faible quantité de ce matériau.

Une photographie d'une éprouvette (hauteur 76 mm, élancement 2) de chacun de ces faciès est présentée sur la figure 1. On peut noter l'aspect très oxydé (couleur rouille) des éprouvettes de minerai de fer vieilli.

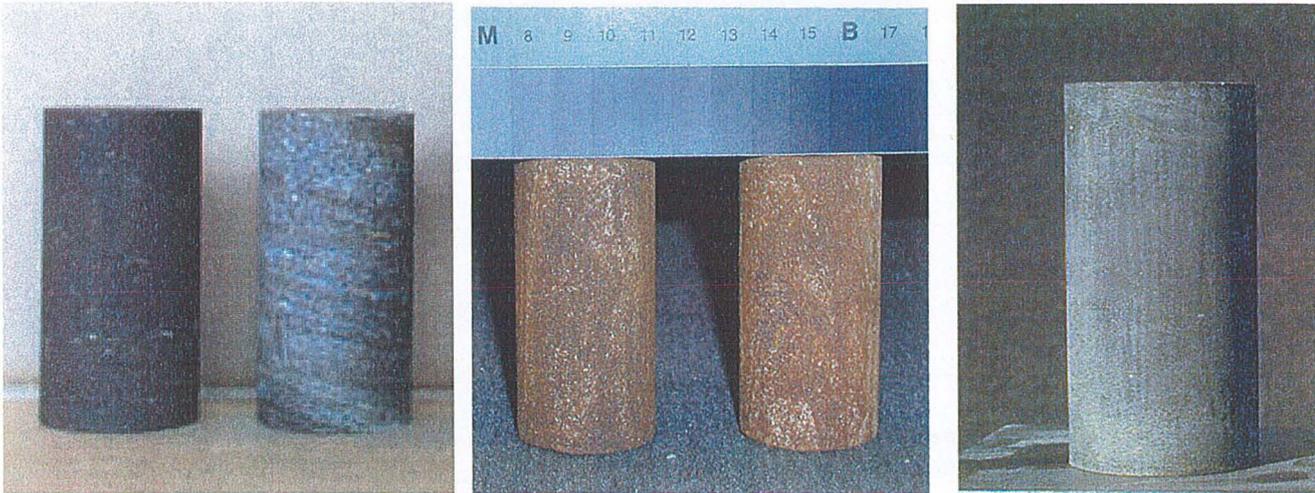


Figure 1 - Photographie des différentes éprouvettes caractérisées mécaniquement. De gauche à droite : Facès A sain, Facès B sain, Facès A vieilli (1930), Facès B vieilli (1900-1910) et marnes intercalaires saines.

### ➤ Préparation des éprouvettes cylindriques

Les essais de compression et de traction sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques de 38 mm de diamètre et d'élanement 2. Le carottage des éprouvettes est réalisé dans des niveaux choisis comme étant représentatifs des faciès étudiés. Les éprouvettes sont sciées et rectifiées à l'eau dans la mesure où les essais doivent être réalisés sur des roches saturées.

Une fois les éprouvettes préparées, on suit la procédure suivante :

- Saturation des éprouvettes sous vide selon la procédure détaillée au chapitre 2 (procédure LaEGO).
- Mesure des dimensions, de la masse et de la vitesse des ondes P et S.
- Les éprouvettes sont emballées et stockées dans une cloche étanche à atmosphère saturée (pour éviter les pertes d'eau) en attendant d'être testées.

## 4.2.2 Appareillage et instrumentation

### 4.2.2.1 Instrumentation des éprouvettes

Pour tous les essais mécaniques, les éprouvettes sont équipées de jauges extensométriques ( $l = 10$  mm) pour la mesure des déformations. Deux jauges sont placées en position axiale et deux en position transversale. On utilise 2 jauges pour chaque direction afin de s'affranchir au mieux des éventuels défauts de rectification d'une part et des inévitables hétérogénéités du matériau d'autre part. La disposition des jauges sur une éprouvette est indiquée sur la figure 2. Cette opération est très délicate sur des roches poreuses et saturées. La surface de l'éprouvette doit être sèche et nettoyée. L'emplacement des jauges est ensuite recouvert d'une sous-couche de résine servant à la fois d'étanchéité et de surface de contact. Après prise, cette sous-couche est soigneusement poncée et nettoyée puis les jauges y sont collées et câblées.

Les éprouvettes sont ensuite introduites dans des jaquettes en viton afin de permettre l'étanchéité vis-à-vis du fluide de confinement au cours de l'essai hydromécanique (Fig. 2). L'épaisseur de la jaquette est de 1 mm pour les essais déviatoriques et de 2 mm pour les essais hydrostatiques (les fortes pressions exercées sur la jaquette pendant un essai hydrostatique provoquent le plus souvent un percement de la jaquette si on utilise une épaisseur de 1 mm). Le passage des fils à travers la jaquette est recouvert d'une épaisse couche de silicone nécessitant un temps de séchage assez long. Une fois le joint d'étanchéité sec, les éprouvettes sont immergées dans de l'eau désaérée en attendant d'être soumises à un essai.

Un essai de compression isotrope sur un cube sec de chaque faciès du minerai de fer sain a par ailleurs été réalisé. Il s'agit de cubes de 40 mm obtenus après sciage et rectification. L'orientation des cubes est déterminée à partir du sondage d'origine. Après saturation à l'eau désaérée, les cubes ont été étuvés pendant 48 h à 105 °C puis instrumentés de jauges sur toutes les faces et ensuite enrobés de silastène afin d'assurer l'étanchéité vis-à-vis du fluide de confinement.

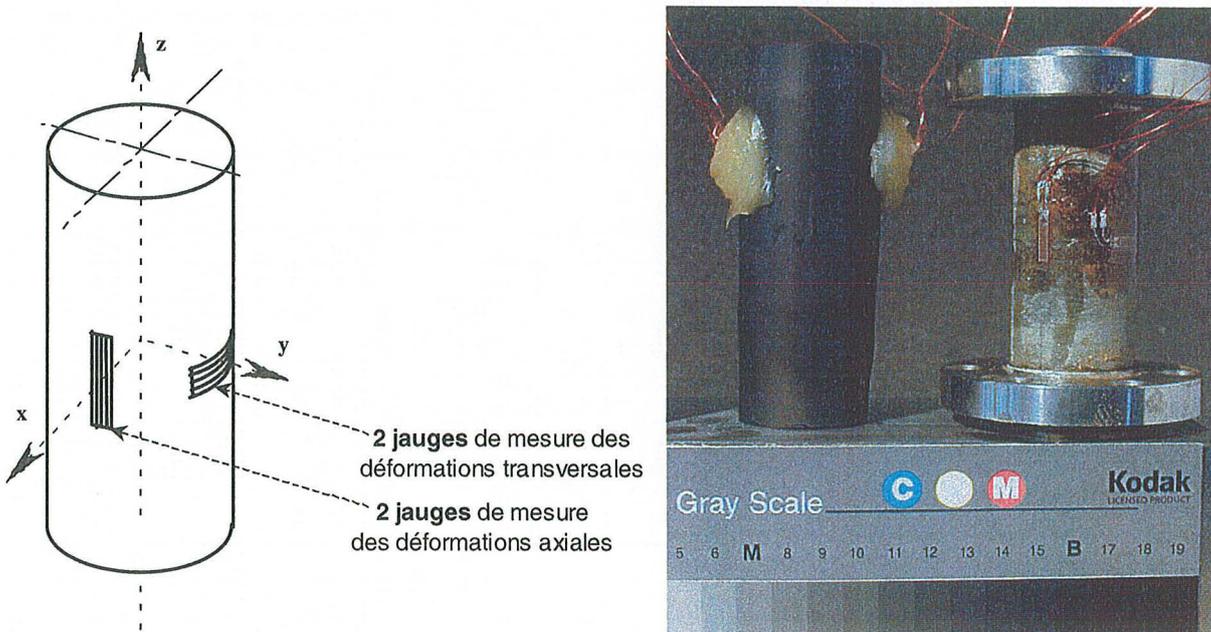


Figure 2 - à gauche : Disposition schématique des jauges sur une éprouvette cylindrique.  
- à droite : Photographie d'une éprouvette de laboratoire équipée pour un essai hydromécanique (à gauche) et pour un essai de traction (à droite).

#### 4.2.2.2 Dispositif expérimental

##### ➤ Système d'asservissement des pressions



Figure 3 - Système d'asservissement des pressions (générateurs et logiciel).

Ce système est composé de générateurs de pression "TITAN" et du logiciel "Sestar 3.2" permettant de piloter ces générateurs sous différents chemins de contrainte (Fig. 3). Les générateurs de pression sont constitués d'un piston et d'une chambre de compression reliée à un capillaire. Ils permettent un asservissement linéaire de qualité des pressions aussi bien en chemin de chargement qu'en chemin de déchargement.

Ces générateurs de pression possèdent une fonction de détermination précise des volumes de fluide échangés avec l'éprouvette au cours de l'essai. Cette fonction est basée sur le principe du rotamètre (calcul du volume à partir du nombre de tours effectués par le piston). Ces générateurs ont une capacité de 60 à 100 MPa et peuvent fonctionner avec une grande variété de fluides qui sont dans notre cas, de l'eau pour le fluide interstitiel, et de l'huile pour le confinement ou le déviateur en force contrôlée.

### ➤ Cellule triaxiale



Tous les essais mécaniques ont été réalisés dans la même cellule triaxiale représentée sur la photographie ci-contre (Fig. 4). Il s'agit d'une cellule auto-compensée avec deux chapeaux au choix; l'un autonome pour les essais déviatoriques en force contrôlée et l'autre sans autonomie pour les essais hydrostatiques et les essais déviatoriques en déplacement contrôlé (celui représenté sur la photographie ci-contre).

La chambre d'autocompensation permet d'obtenir une pression de confinement constante au cours de l'enfoncement du piston. Ainsi, la contrainte axiale appliquée représente directement le déviateur.

La cellule est reliée à un système de capillaires et vannes permettant de réaliser différents chemins de contrainte pour des pressions allant jusqu'à 60 MPa et délivrées par les générateurs "TITAN".

Pour les essais de compression hydrostatique sur les cubes secs, la cellule triaxiale utilisée a une capacité de résistance à la pression de 100 MPa. Dans ce cas, la pression sera appliquée par une presse (capacité de 1000 kN).

Figure 4 - Cellule triaxiale installée sous une presse.

### ➤ Presses : 2 presses différentes ont été utilisées pour réaliser les essais en déformation contrôlée.

- presse 1000 kN :

Il s'agit d'une presse asservie, permettant ainsi d'effectuer des chemins de contrainte, assez rigide pour la détermination du comportement post-pic, et très dynamique (piston double effet dont les deux chambres sont reliées par une électrovanne) pour la réalisation de phases de relaxation. Le pilotage de la presse s'effectue à une vitesse de déplacement minimale de 6  $\mu\text{m}/\text{mn}$  avec une rampe de très bonne qualité.

- presse 250 kN :

L'intérêt de cette presse par rapport à la précédente réside dans le fait qu'elle peut être pilotée à une vitesse de déplacement plus faible ce qui est nécessaire pour réaliser des essais de traction directe sur des matériaux ayant une faible résistance à la traction.

### ➤ Systèmes de mesure

- Mesure des pressions :

Pour les presses et les générateurs de pression, les capteurs de pression sont internes et sont reliés à la centrale d'acquisition (et au système Sestar 3.2 pour les générateurs). La mesure de la pression interstitielle est réalisée à l'aide d'un capteur externe placé le plus près possible de la cellule pour éviter les pertes de charges (la longueur des capillaires entre les vannes ayant à cet effet été réduite au minimum  $\approx 50 \text{ cm}$ ). Ce capteur est également relié à la centrale d'acquisition.

- Mesure des déformations :

Chaque éprouvette est équipée de jauges dont les déformations sont calculées à partir du principe du pont d'extensométrie intégré directement dans la centrale d'acquisition. Des capteurs de déplacement de type *LVDT* reliés à la chaîne de mesures sont également utilisés pour le pilotage des presses en déplacement contrôlé.

- Mesure des volumes d'eau échangés

Elle est effectuée à partir du système du rotamètre et les valeurs mesurées au cours des différents chemins de contrainte sont enregistrées par le logiciel Sestar. La précision est de  $0.1 \text{ mm}^3$ .

### 4.2.3 Conditions expérimentales

#### ➤ Mise en place des échantillons

Lorsque le joint de silicone est sec, l'éprouvette instrumentée est immergée dans de l'eau pendant au moins 24 h puis installée dans la cellule. Le contact de l'échantillon avec les embases de la cellule se fait directement sans l'intermédiaire d'interfaces, et cela pour plusieurs raisons. D'une part, les roches étudiées, et plus particulièrement le faciès vieilli du minerai de fer de la couche grise, sont relativement perméables, ainsi le drainage et la diffusion de la pression interstitielle sont suffisamment efficaces sans l'utilisation de plaquettes drainantes. L'utilisation d'interfaces provoque d'ailleurs le plus souvent un percement de la jaquette.

En outre, les plaquettes en Téflon, utilisées en général pour réduire les effets du frettage, induisent le plus souvent un état de contrainte hétérogène à l'intérieur de l'éprouvette. Elles perturbent également le comportement à la rupture de l'échantillon en condition triaxiale. Des essais, réalisés avec des éprouvettes équipées de 8 jauges (4 au milieu de l'éprouvette et 4 au pied) ont montré que le frettage est négligeable pour le minerai de fer, quel que soit le type de chargement.

La mise en place de l'éprouvette nécessite beaucoup d'attention. Il faut en effet éviter au maximum de piéger de l'air. Les vannes et tout le circuit interstitiel doivent être saturés d'eau, ainsi lors de la mise en place de l'échantillon, l'air piégé s'évacuera par les vannes laissées ouvertes pendant l'opération. En faisant ensuite avancer les générateurs de pression, on supprime toute trace d'air encore éventuellement piégé.

Les essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes sèches. Les extrémités sont collées (colle résine) sur des embases. Ces embases sont ensuite fixées à la cellule de traction.

#### ➤ Saturation complète des échantillons

Une fois l'éprouvette installée dans la cellule, un circuit de drainage sous pression est imposé pendant 24 h (plusieurs jours pour les marnes intercalaires qui sont peu perméables). Les conditions de saturation déterminées par expérience sont les suivantes: 1.5 MPa de confinement, 1 MPa pour la pression interstitielle au niveau de l'embase inférieure et 0.8 MPa pour l'embase supérieure. Le confinement doit être suffisamment supérieur à la pression interstitielle pour éviter que la circulation de fluide ne se fasse entre la jaquette et l'éprouvette. Le différentiel de pression de pore facilite l'expulsion de l'air pendant le drainage. L'air est évacué pendant la saturation afin de ne pas "polluer" les générateurs de pression. Cet air doit bien sûr être purgé avant de démarrer un essai en ouvrant les vannes et en faisant "avancer" les générateurs.

La saturation totale de l'échantillon est indispensable car la présence de volumes morts est néfaste à une mesure précise de la pression interstitielle en condition non drainée. La compressibilité de l'eau augmente en effet énormément avec la présence d'air. On peut vérifier que l'échantillon est bien saturé de deux manières différentes :

- Lorsque l'on augmente la pression de confinement, la pression interstitielle doit répondre assez rapidement.
- En observant sur le compteur du générateur de pression interstitielle les volumes d'eau injectés dans l'échantillon au niveau des 2 interfaces. Ces volumes doivent évoluer dans le même sens pendant la saturation de l'éprouvette puis évoluer en sens opposé une fois la saturation complète et le circuit de drainage en action. C'est d'ailleurs au cours de cette étape que sont déterminées les mesures de perméabilité à l'eau présentées au chapitre 2.

#### ➤ Température

C'est un facteur expérimental très important. Il peut influencer sur la mesure des déformations et de la pression interstitielle, mais surtout sur la mesure des volumes de fluides échangés qui sont très faibles (l'ordre de grandeur est le  $\text{cm}^3$ ) et donc très sensibles aux conditions externes. Pour ces raisons, certains essais (essais hydrostatiques et essais déviatoriques en force contrôlée) sont réalisés dans une salle d'essais climatisée.

#### ➤ Mesure des volumes

Pour réaliser des mesures de volume correctes, il faut limiter au maximum les volumes morts car le principe du rotamètre est basé sur l'incompressibilité du fluide, ce qui n'est plus le cas en présence d'air. Les générateurs de pression possèdent une purge d'air à l'arrière de leur réservoir. Par ailleurs, pour la mesure des variations de volume liées à des variations de la pression interstitielle (cas de l'essai Yamada), il faudra tenir compte de l'emmagasinement important des générateurs de pression.

L'utilisation de jaquettes en viton n'est pas un hasard dans notre démarche expérimentale. Il s'agit en effet d'un matériau pratiquement imperméable ce qui empêche l'huile de confinement sous haute pression de diffuser à travers la jaquette jusqu'à l'éprouvette. Les mesures de volumes étant faibles, il s'agit donc d'un paramètre important. Par ailleurs, le viton est suffisamment souple pour bien épouser la forme de l'éprouvette sans nécessiter une forte pression.

#### ➤ Conditions de chargement

##### - Condition drainée :

Les essais en condition drainée sont effectués en ouvrant toutes les vannes reliées au circuit interstitiel. Les volumes sont mesurés indépendamment en amont et en aval et le drainage, ainsi effectué des 2 cotés, est plus efficace.

##### - Condition non drainée :

Dans ce cas, le circuit interstitiel est fermé. Les générateurs de pression deviennent alors inactifs et ne servent pas à la mesure de la pression interstitielle qui est donnée par le capteur externe.

#### ➤ Conditions initiales

-  $\sigma_1$  initiale : doit correspondre pour les essais déviatoriques à la pression qu'il faut exercer pour faire descendre le piston du chapeau (autonome ou non). Cette pression varie en fonction du confinement.

-  $P_c$  initiale : pour les essais de compression hydrostatique, elle est égale à 1.5 MPa, c'est-à-dire la pression appliquée pendant la saturation.

- **Vitesse de chargement** : pour la déterminer, on doit faire un compromis entre une vitesse suffisamment lente pour laisser le temps au fluide de circuler (condition drainée) ou à la pression interstitielle de s'équilibrer (condition non drainée) et un temps d'essai raisonnable. Par expérience, on a choisi une vitesse de 0.25 MPa/mn. (0.1 pour les marnes) en force contrôlée et de 6  $\mu\text{m}/\text{mn}$ . (3 pour les marnes) en déplacement contrôlé. Pour les essais de traction directe, la vitesse de chargement choisie est de 1  $\mu\text{m}/\text{mn}$ .

## 4.3 PRINCIPE DES ESSAIS HYDROMECHANIQUES

### 4.3.1 Chemins de contrainte

#### ➤ Chemin drainé

Ce chemin de contrainte consiste à laisser le fluide interstitiel (dans notre cas l'eau) évoluer librement au cours du chargement et à mesurer les quantités déplacées. Il est impératif de s'assurer de la saturation complète de l'éprouvette en cours d'essai. Pour cela les essais sont drainés avec une pression interstitielle non nulle de 1 MPa.

#### ➤ Chemin non drainé

Il consiste à empêcher le fluide interstitiel de circuler et à mesurer l'évolution de la pression interstitielle en fonction du chargement. Au cours d'un tel essai, le couplage hydromécanique est activé.

#### ➤ Force contrôlée

On impose donc la contrainte et on mesure les déformations.

### ➤ Déplacement contrôlé

La déformation est imposée et on mesure la valeur de contrainte correspondante. Ce type de pilotage est utilisé lorsque l'on veut précéder les déchargements d'une phase de relaxation et/ou obtenir le comportement post-pic d'un matériau sous chargement déviatorique.

### ➤ Chargement monotone

La charge est appliquée de façon constante et monotone, c'est-à-dire sans cycles de chargement-déchargement.

### ➤ Chargement cyclique

La réalisation de cycles permet une détermination précise des modules élastiques puisque le déchargement correspond à une réponse purement élastique du matériau. L'évolution des modules au cours du chargement apporte notamment des informations sur l'endommagement du matériau. Les déchargements peuvent être précédés d'une phase de relaxation lorsque le pilotage s'effectue en déplacement contrôlé. Cette phase permet de relâcher la structure du matériau sollicitée pendant le chargement. La relaxation évite ainsi de "parasiter" le déchargement par un comportement différé lié à la libération lente de l'énergie élastique cumulée et réduit les boucles d'hystérésis.

## 4.3.2 Objectifs des essais hydromécaniques

### ➤ Mise en évidence des différents mécanismes de déformation en chemin drainé et non drainé

Sous chargement hydrostatique, des mécanismes de déformation plastique peuvent exister. Parmi ces mécanismes, le "pore collapse" correspond physiquement à un effondrement de la structure poreuse et la compaction à un durcissement de la roche. Ce type de mécanisme de déformation se rencontre notamment dans le cas de la craie (Shao *et al.* 1991). Dans ces cas, l'étude de l'évolution des modules de déchargement apporte des informations essentielles. Le chargement déviatorique conduit toujours à la plastification de la roche. En compression triaxiale, le comportement post-pic est obtenu si le pilotage de l'essai s'effectue en déplacement axial contrôlé à l'aide d'une presse suffisamment rigide. L'allure des courbes contrainte-déformation, ainsi que la résistance, dépendent le plus souvent de la pression de confinement et nous avons donc réalisé plusieurs essais triaxiaux avec des contraintes de confinement différentes. Ces essais sont réalisés en condition non-drainée afin d'activer le couplage hydromécanique. Par ailleurs, l'évolution des modules de déchargement peut informer quant à la présence et la nature d'un mécanisme d'endommagement.

L'extension latérale est également un chemin de contrainte déviatorique et est celui qui correspond le mieux à la construction des vides souterrains. Les essais de compression triaxiale ayant servi de base à l'écriture de la loi de comportement et à son paramétrage, l'essai d'extension latérale sera, au même titre que l'essai proportionnel, utilisé pour sa validation. Cet essai donne par ailleurs une idée sur la présence ou non d'une direction préférentielle de développement des fissures.

L'essai de traction directe consiste à appliquer un état de contrainte monoaxial  $\sigma_1$  négatif ( $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$ ) sur l'éprouvette. Cet essai, au même titre que l'essai de traction indirecte (essai brésilien) permet de décrire le comportement du matériau dans le domaine des tractions. La valeur de la résistance à la traction est un des paramètres du modèle général de comportement.

Par ailleurs, les courbes contrainte-déformation obtenues à partir des essais sur cube sec permettent d'étudier l'anisotropie éventuelle de la structure rocheuse et de déterminer la porosité de fissures.

### ➤ Détermination d'une loi de comportement hydromécanique

Ces essais hydromécaniques vont servir de base à la détermination d'une loi de comportement décrivant l'évolution des déformations en fonction des contraintes sous chargement hydrostatique ou déviatorique. Les paramètres décrivant la loi de comportement, y compris les paramètres hydromécaniques, seront déterminés puis vérifiés à partir de ces essais.

Ces paramètres décrivent d'une part la déformabilité de la roche en condition drainée ou non et celle de la matrice rocheuse et, d'autre part, l'influence du fluide sur le comportement mécanique (paramètres de couplage). Les

premiers sont déterminés directement à partir des modules de déchargement des courbes contrainte-déformation. Les seconds relient le comportement drainé au comportement non drainé.

### 4.3.3 Définition des paramètres poro-élastiques

Les indices "B" et "u" indiquent respectivement que le paramètre a été obtenu en condition drainée et non drainée. Les paramètres décrivant le comportement poro-élastique d'une roche sont les suivants :

- $\lambda$  : coefficient de Lamé n° 1 ("B", "u").
  - $G = \mu$  : module de cisaillement ou de rigidité (correspond au coefficient de Lamé n° 2).
  - $E$  : module de Young ("B", "u").
  - $\nu$  : coefficient de Poisson ("B", "u").
  - $K$  : module d'incompressibilité de l'ensemble fluide et squelette ("B", "u").
  - $K_{sq}$  : module d'incompressibilité du squelette.
  - $B = B_s$  : coefficient de Skempton.
  - $M$  : module de Biot.
  - $b$  : coefficient de Biot ou de contrainte effective élastique.
  - $H$  : paramètre de Biot.
  - $K_s$  : module d'incompressibilité de la matrice rocheuse.
- }
- Déterminés  
directement
- }
- Déterminés  
indirectement

Le caractérisation du comportement poro-élastique linéaire nécessite la connaissance de 4 coefficients isothermes indépendants (Tab. 1) :

Tableau 1 - Paramètres poro-élastiques classiques.

Groupe 1 : déformation de la roche	Drainé : $E_B \nu_B K_B$ $G$ Non-drainé : $E_u \nu_u K_u$
Groupe 2 : influence du fluide	$b M B_s$

Les combinaisons possibles sont donc les suivantes:

- 2 coefficients du groupe 1 et 2 du groupe 2.
- 2 coefficients drainés du groupe 1, 1 non drainé du groupe 1 et un du groupe 2.
- 2 coefficients non drainés du groupe 1, 1 drainé du groupe 1 et un du groupe 2.
- G, un coefficient drainé du groupe 1, 1 non drainé du groupe 1 et 1 du groupe 2.

Un coefficient est déterminé directement si sa valeur est déduite à partir des seules variables expérimentales ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ,  $P_i$ ). Ces coefficients déterminés directement sont E,  $\nu$ , K, G pour la déformabilité du squelette, et le coefficient  $K_m$  pour la matrice.

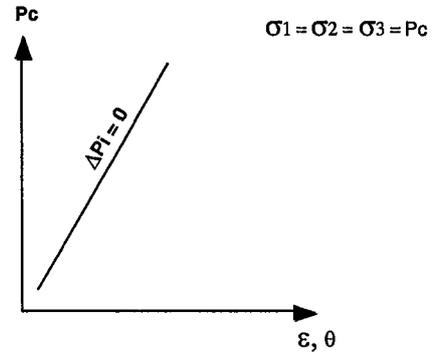
### 4.3.4 Présentation des différents essais hydromécaniques

#### 4.3.4.1 Essais hydrostatiques

##### ➤ Compressibilité de l'ensemble squelette-fluide

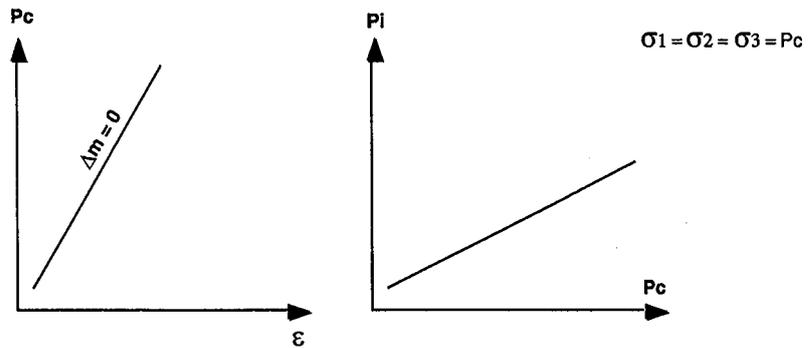
- Essai de compression isotrope drainé :

Cet essai renseigne sur la déformation de l'ensemble squelette-fluide en condition drainée. Les mesures s'effectuent sur :  $P_c$ ,  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_3$  et  $m$ .



- Essai de compression isotrope non drainé :

Cet essai renseigne sur la déformation de l'ensemble squelette-fluide en condition non drainée. Les mesures s'effectuent sur :  $P_c$ ,  $P_i$  (pression interstitielle),  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_3$ .



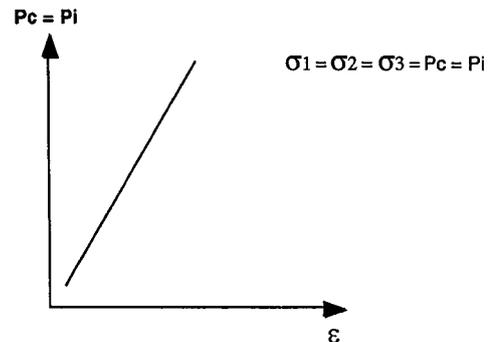
##### ➤ Compressibilité du squelette

Elle est déterminée à partir d'un essai de compression isotrope sur une éprouvette sèche (cube dans notre cas).

##### ➤ Compressibilité de la matrice rocheuse

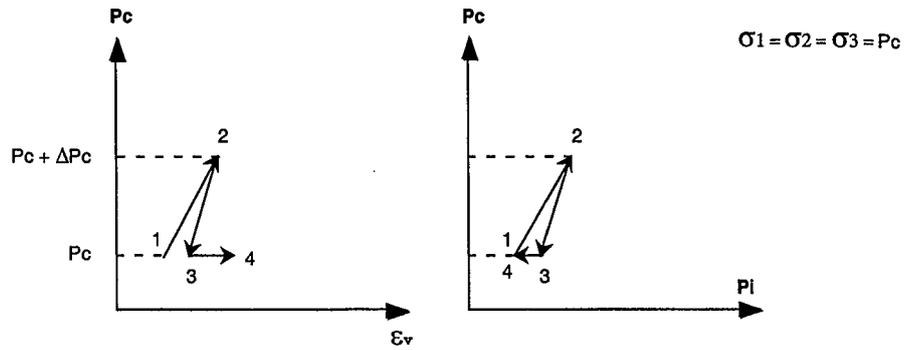
- Essai de compressibilité de la matrice  $\Delta P_c = \Delta P_i$  :

Cet essai consiste à augmenter le confinement en même temps que la pression interstitielle dans le but de solliciter exclusivement la matrice rocheuse. Il renseigne donc sur la déformation de la matrice. Cet essai peut également être réalisé en plongeant l'échantillon sans jaquette dans le fluide de confinement qui sera cette fois de l'eau. Les mesures s'effectuent sur :  $P_c$ ,  $P_i$ ,  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_3$ .



- Essai Yamada :

Cet essai cyclique particulier, mis au point par Yamada *et al.* (1981), permet une détermination du coefficient de contrainte effective plastique  $\beta$  qui définit le caractère plastiquement incompressible ou non de la matrice rocheuse.



1<sup>è</sup> phase :

- La Pc est augmentée en condition non drainée.
- La réponse est élasto-plastique durant le chargement (1-2).

2<sup>è</sup> phase :

- La Pc est diminuée en condition non drainée (2-3).

3<sup>è</sup> phase :

- Le fluide est drainé pour revenir à la Pi initiale en 1 (3-4).
- La réponse est élastique pendant le déchargement (2-4).
- La quantité drainée ( $\theta^p$ ) correspond à la variation de la porosité plastique ( $\phi^p$ ).

La répétition de ces cycles, tous les 5 MPa par exemple, permet de cumuler d'une part les déformations plastiques et d'autre part la variation de porosité plastique :

$$\varepsilon_v^p = \varepsilon_v(1-2) - \varepsilon_v(2-4) \tag{1}$$

avec  $\varepsilon_v(1-2) : \varepsilon_v(\text{élasto-plastique})$      $\varepsilon_v(2-4) : \varepsilon_v(\text{élastique})$

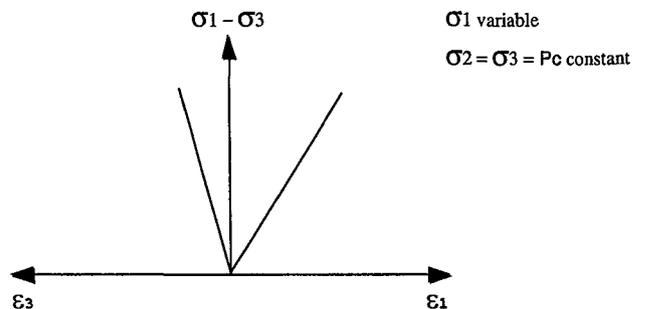
Les mesures s'effectuent sur : Pc, Pi, m (masse fluide) injecté,  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_3$ .

Cet essai est délicat à réaliser car il nécessite 2 chemins de contrainte : drainé et non drainé. Une fois le chemin non drainé effectué, la quantité de fluide nécessaire est drainée puis un nouveau cycle non drainé est réalisé.

4.3.4.2 Essais déviatoriques

➤ Essai de compression triaxiale

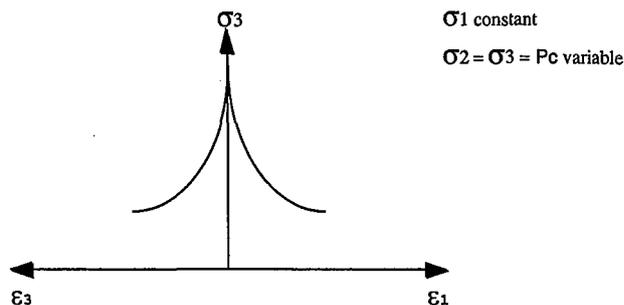
Cet essai consiste à augmenter le déviateur en maintenant la pression de confinement constante. Il peut être réalisé sous condition drainée (mesures sur  $\sigma_1$ ,  $\sigma_3$ ,  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_3$  et m) ou non drainée (mesures sur  $\sigma_1$ ,  $\sigma_3$ ,  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_3$  et Pi), en force contrôlée ou en déplacement contrôlé.



### ➤ Essai d'extension latérale

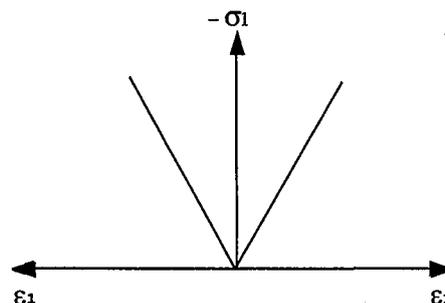
Cet essai consiste à réaliser un chargement isotrope puis à décharger le confinement en maintenant la contrainte axiale  $\sigma_1$  constante. Il peut être réalisé sous condition drainée (mesures sur  $\sigma_1$ ,  $\sigma_3$ ,  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_3$  et  $m$ ) ou non (mesures sur  $\sigma_1$ ,  $\sigma_3$ ,  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_3$  et  $P_i$ ). Il s'effectue en force contrôlée.

Il existe une variante à cet essai consistant cette fois-ci à maintenir la contrainte moyenne constante au cours du déchargement.



### ➤ Essai de traction directe

Cet essai consiste à appliquer sur l'éprouvette une contrainte uniaxiale  $\sigma_1$  en traction jusqu'à la rupture fragile. Il est réalisé sur une éprouvette sèche, en force contrôlée ou en déplacement contrôlé (dans notre cas). Les mesures s'effectuent sur  $\sigma_1$ ,  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_3$ .



## 4.3.5 Détermination des paramètres

### 4.3.5.1 Déformation de la roche

Tous ces coefficients sont déterminés directement, c'est à dire à partir des seules variables expérimentales ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ,  $P_i$ ).

#### ➤ E : module de Young

Il est déterminé directement à partir d'un essai de compression triaxiale (drainé ou non) et représente la pente d'une courbe de déchargement axiale.

$$E = \frac{\Delta(\sigma_1 - \sigma_3)}{\Delta\varepsilon_1} \quad (2)$$

#### ➤ nu : coefficient de Poisson

Il est déterminé à partir d'un essai de compression triaxiale (drainé ou non) et représente le rapport des modules de déchargement axial et transversal.

$$\nu = - \frac{\Delta\varepsilon_3}{\Delta\varepsilon_1} \quad (3)$$

#### ➤ G : module de cisaillement

Ce paramètre est également déterminé à partir d'un essai de compression triaxiale.

$$G = \frac{\Delta(\sigma_1 - \sigma_3)}{2\Delta(\varepsilon_1 - \varepsilon_3)} \quad (4)$$

➤ **K : module d'incompressibilité de l'ensemble squelette-fluide**

Il est déterminé à partir d'un essai de compression isotrope (drainé ou non) et représente la pente d'une courbe de déchargement volumique.

$$K = \frac{\Delta\sigma_3}{\Delta\varepsilon_v} \quad (5)$$

Le module d'incompressibilité du squelette (matrice + pores) est déterminé à partir d'un essai de compression isotrope sur échantillon sec.

➤ **K<sub>s</sub> : module d'incompressibilité de la matrice rocheuse**

Il est déterminé à partir d'un essai à  $\Delta P_c = \Delta P_i$  monotone. Il représente la pente de la courbe de déformation volumique.

$$K_s = \frac{\Delta\sigma_3}{\Delta\varepsilon_v} \quad (6)$$

➤ **H : paramètre de Biot**

C'est un paramètre particulier qui quantifie la déformation de la roche à partir d'une mesure volumétrique des échanges de fluide. Il est déterminé à partir d'un essai de compression isotrope drainé et cyclique. Si la matrice est incompressible, il est égal à K<sub>B</sub>.

$$H = \frac{\Delta\sigma_3}{\Delta\theta} \quad (7)$$

#### 4.3.5.2 Influence du fluide

Il s'agit des paramètres de couplage hydromécanique.

➤ **B : coefficient de Skempton (déterminé directement)**

Il est déterminé à partir d'un essai de compression isotrope non drainé. Il représente le rapport de la variation de pression de confinement sur la variation de pression interstitielle.

$$B = \frac{\Delta P_i}{\Delta\sigma_3} \quad (8)$$

➤ **b : coefficient de Biot (déterminé indirectement)**

Le coefficient de Biot, ou coefficient de contrainte effective élastique, indique, au même titre que le coefficient de Skempton, dans quelle proportion la pression interstitielle soulage le squelette par rapport à la contrainte totale qui seule a un sens mécanique. La notion de contrainte effective est donc uniquement rhéologique; elle permet de faire le lien, pour les roches, avec ce que l'on écrit en mécanique des sols avec le concept de Terzaghi pour lequel la matrice est incompressible. Cette notion de contrainte effective n'est ici valable que dans le cas du comportement élastique. Le coefficient de Biot est déterminé indirectement et de différentes manières. La formulation suivante intègre le moins d'erreurs expérimentales :

$$b = 1 - \frac{K_0}{K_s} \quad (9)$$

Si  $b = 1$ , alors la matrice est élastiquement incompressible.

➤ **M : module de Biot (déterminé indirectement)**

Ce paramètre permet, dans le cadre de la théorie de Biot (couplage hydromécanique), de relier la variation de la pression de pore à la variation de la déformation volumique totale. Il est déterminé à partir des 2 formulations suivantes :

$$\Delta P_i = -bM \Delta\varepsilon_v \quad (10)$$

$$M = \frac{K_u - K_B}{b^2} \quad (11)$$

➤  **$\beta$  : coefficient de contrainte effective plastique**

On doit introduire des lois complémentaires pour déterminer la déformation plastique et la porosité plastique. Coussy (Coussy *et al.* 1994) a proposé pour décrire le comportement d'un milieu poreux le concept du tenseur des contraintes effectives plastiques dans lequel intervient  $\beta$  par analogie à  $b$  qui intervient dans le tenseur des contraintes effectives élastiques.  $\beta$  peut donc être qualifié de "paramètre poro-plastique".

La porosité plastique est ainsi définie :

$$\phi^p = \frac{m^p}{\rho^{fl}} \quad \text{avec } m : \text{masse fluide échangée} \quad \rho^{fl} : \text{masse volumique du fluide} \quad (12)$$

Le coefficient de contrainte effective plastique s'exprime de la manière suivante :

$$\beta = \frac{\Delta\phi^p}{\Delta\varepsilon_v^p} \approx \frac{\Delta\theta^p}{\Delta\varepsilon_v^p} \quad \text{avec } \Delta\theta = \frac{\Delta m}{\rho^{fl}} \quad (13)$$

Si  $\Delta\varepsilon_v^p = \Delta\theta^p$  alors :  $\beta = 1$

La matrice rocheuse est alors considérée comme plastiquement incompressible.

Si  $b = \beta = 1$  alors :

la contrainte effective de Biot est, par analogie avec les sols, égale à la contrainte effective de Terzaghi.

## 4.4 RESULTATS DES ESSAIS HYDROMECHANIQUES

Toutes les courbes expérimentales des essais mécaniques réalisés sur les différents faciès se trouvent en annexe. La référence de chaque essai mécanique est notée dans un tableau (A : faciès ferrifère, B : faciès carbonaté, MI : marnes intercalaires) également situé en annexe. Pour le minerai de fer vieilli, la date d'exploitation est indiquée pour chaque faciès (ferrifère et carbonaté) entre parenthèses. Près de 70 essais mécaniques ont été réalisés au total pour caractériser le comportement mécanique des différentes roches.

### 4.4.1 Quelques remarques sur l'expérimentation

➤ **Le frettage**

Il a été décidé d'étudier le problème du frettage à partir d'éprouvettes équipées de deux niveaux de jauges, sous chargement hydrostatique et déviatorique. Des essais hydrostatiques réalisés dans ces conditions ont montré qu'il n'y a pas de frettage, ou du moins qu'il est négligeable. Les différences constatées entre les déformations données par les jauges centrées au milieu de l'éprouvette et celles placées au pied de l'échantillon (à 5 mm du bord) ne sont dues qu'au caractère local des mesures de jauges, et elles ne sont pas reproductibles d'un échantillon à l'autre. D'autres essais ont par ailleurs montré que l'utilisation de plaquettes lubrifiantes en Téflon, qui sont censées réduire le frettage, n'induisait aucune différence dans les valeurs des déformations. On peut donc conclure que le frettage (et l'anti-frettage) est quasiment inexistant sous chargement hydrostatique.

En compression triaxiale, le problème du frettage est en général plus important qu'en compression hydrostatique. L'intensité du frettage dépend des caractéristiques de l'interface échantillon-embase et de la valeur de la contrainte axiale. Un essai sur une éprouvette équipée de deux niveaux de jauges a montré que pour le minerai de fer le frettage en compression triaxiale est négligeable puisqu'il n'y a que peu de différences entre les déformations au pied et au centre de l'éprouvette, et ceci sans interfaces en Téflon.

### ➤ Mesure des volumes et de la pression interstitielle

Le système de mesure des volumes du générateur de pression est un système très fiable mais très sensible à l'état de saturation et à l'emmagasinement du réservoir d'eau. Les générateurs disposent à cet effet d'une purge d'air placée au sommet du réservoir.

Lorsque la mesure s'effectue sans variation de pression interstitielle (cas de l'essai de compression isotrope drainé) et lorsque la pression de confinement initiale est de 1.5 MPa, les variations volumiques de l'éprouvette données par les échanges de fluide sont assez éloignées de celles données par les jauges; c'est le cas des essais A2, B4, B6 et MI52. Par contre, lorsque la pression de confinement initiale est de 5 MPa (essais A34bis2' et A33), les deux systèmes de mesure, volumétrique et local (jauges), donnent des valeurs assez proches, mais pas exactement les mêmes puisque ces deux systèmes de mesure sont différents.

Ce phénomène peut s'expliquer par la présence d'eau entre la jaquette et l'éprouvette lorsque la différence entre la pression interstitielle et la pression de confinement, donc de part et d'autre de la jaquette, est faible. Cette eau n'est pas expulsée totalement lorsque ce différentiel est faible. L'essai hydrostatique drainé A33 (Fig. 5 à gauche) montre une bonne corrélation entre la déformation volumique mesurée par les jauges et celle mesurée à partir des volumes d'eau échangés car l'essai débute à 5 MPa de confinement. En effet, l'eau entre la jaquette et l'éprouvette a été expulsée lentement de la pression de confinement initiale (1.5 MPa) jusqu'à 5 MPa et si on présente ce même essai à partir de 1.5 MPa, la corrélation devient très mauvaise. Cet "effet jaquette" n'existe pas en compression triaxiale puisque le confinement n'est pas augmenté pendant l'application du déviateur. C'est ainsi que pour tous les essais triaxiaux drainés, la corrélation entre les volumes de fluide et les déformations mesurées par les jauges est correcte, sauf lorsque les déformations s'accroissent, si le pilotage s'effectue en force contrôlée.

Lorsque la mesure volumique (à partir des volumes échangés) s'effectue avec une variation de pression interstitielle (cas de l'essai Yamada), il faut également tenir compte de l'emmagasinement du réservoir du générateur. Cet emmagasinement, ajouté à la présence d'air, est à l'origine d'une faible évolution de la pression interstitielle et fausse toutes les mesures si aucune correction n'est faite. Cette correction a été faite pour l'essai de type Yamada réalisé sur le faciès ferrifère du minerai de fer (essai A59) et les résultats ont donné satisfaction. Cependant, il faut rester prudent quant aux interprétations car les 2 systèmes de mesure, utilisés pour ce type d'essai, sont différents, l'un étant volumétrique et l'autre ponctuel.

## 4.4.2 Résultats des essais hydrostatiques

### 4.4.2.1 Déformabilité

#### ➤ Minerai de fer

Les différents modules de déformation des roches déduits de tous ces essais hydrostatiques sont déterminés à partir de la tangente aux courbes de déchargement. Les déchargements correspondent en effet à une réponse réversible, donc élastique, du matériau ce qui donne plus de valeur aux paramètres poro-élastiques. Les déchargements sont toujours réalisés pour les pressions de confinement de 20, 40 et 60 MPa, et jusqu'à mi-hauteur. Les modules de déchargement augmentent en général avec le confinement, ce qui est surtout vrai entre le premier et le deuxième cycle de déchargement. Ce phénomène peut être expliqué d'une part par la présence d'une zone de fermeture des fissures, importante dans le cas du faciès B, et d'autre part par la diminution de la porosité avec le confinement. Cette diminution de la porosité entraîne donc une augmentation des modules et donc une diminution du coefficient de Biot  $b$  qui tend vers sa valeur minimale qui est la porosité initiale ( $\phi_0 < n < 1$ ). Le coefficient  $b$  est donc d'autant plus faible que la porosité actuelle diminue. L'augmentation entre le premier et le deuxième module est plus nette dans le cas des essais non drainés car la pression interstitielle n'est pas constante au début des chargements (saturation incomplète due à la présence de bulles d'air).

Les paramètres relatifs à la déformabilité de la structure rocheuse ont tous été déterminés à partir de la courbe de déchargement réalisée à 40 MPa puisque à ce niveau de contrainte la zone de serrage des fissures ne vient pas perturber la pente de la courbe. Le module d'incompressibilité de la matrice rocheuse est quant à lui déterminé à partir de la courbe de chargement monotone, sachant que son comportement est purement réversible (la courbe de déchargement est toujours confondue avec la courbe de chargement).

#### ➤ Echantillons secs du minerai de fer

Il s'agit des essais réalisés sur des cubes secs des 2 faciès du minerai de fer. Les courbes de ces essais se trouvent au chapitre 2. A partir d'essais réalisés sur des échantillons secs, on étudie le comportement du squelette

seul puisque la phase fluide n'est plus présente. Les pentes des courbes de déchargement du faciès A ne présentent aucune évolution en fonction du confinement à l'état sec; ce qui n'est pas le cas pour le faciès B dont la zone de serrage très importante perturbe certainement la détermination des modules. La valeur des modules pour un même confinement montre que le faciès A est logiquement plus raide à l'état sec qu'à l'état saturé, ce qui n'est pas le cas du faciès B probablement du fait d'un développement important de fissures dans le ciment argilo-carbonaté durant l'étuvage. Les seuils de linéarité sont d'ailleurs plus élevés qu'à l'état saturé.

Par ailleurs, l'anisotropie constatée pour les deux faciès n'est pas cohérente avec la structure macroscopique des roches. La plus forte déformation pour le faciès A se produit dans la direction x alors qu'on observe sur le cube un plan de litage avec un pendage d'environ 15° par rapport au plan horizontal x-y. Il n'est toutefois pas évident de tirer des conclusions à partir d'un seul essai. Il faut par ailleurs tenir compte du caractère local des jauges; ainsi un essai sur un cube instrumenté de rosettes, plutôt que de simples jauges, sur chaque face aurait permis de tirer plus d'enseignements sur l'anisotropie éventuelle de ces roches.

### ➤ Marnes intercalaires

Dans le cas des essais sur les marnes intercalaires, les modules diminuent au contraire avec le confinement ce qui, encore une fois, est surtout vrai entre le premier et le deuxième déchargement. Par ailleurs, les boucles d'hystérésis sont très importantes pour les essais drainés ce qui perturbe les modules de déchargement. On constate par ailleurs que sous chargement hydrostatique le comportement mécanique est anisotrope puisque les déformations axiales sont toujours largement supérieures aux déformations transversales. En fait, la présence de feuillets argileux, et donc d'inter-feuillets, pratiquement perpendiculaires à la direction axiale des éprouvettes est probablement responsable de cette anisotropie. Ainsi, la déformation axiale correspond à la déformation de la structure poreuse et de la matrice, ainsi qu'au "serrage" de ces feuillets argileux.

Des cycles de chargement-déchargement ont également été réalisés dans le cas des essais de compressibilité de la matrice ( $\Delta P_c = \Delta P_i$ ). On observe une augmentation du volume de l'échantillon au cours de ces déchargements. Ce phénomène peut être expliqué par une hydratation des feuillets argileux qui s'intensifie avec l'augmentation de la pression interstitielle. Pendant le déchargement, la pression interstitielle et la pression de confinement diminuent, tandis que les molécules d'eau qui ont hydraté les cations de l'espace interfoliaire restent en place et écartent les feuillets puisque le confinement diminue. Ces processus sont à l'origine d'un gonflement du type interfoliaire ou intraparticulaire (Cf. annexe du chapitre 3) responsable de l'augmentation du volume de l'échantillon au cours des déchargements. D'ailleurs à la fin des essais de compressibilité de la matrice, c'est-à-dire lorsque les pressions ont totalement été relâchées, le volume final des éprouvettes est supérieur au volume initial. En fonction de ce phénomène, le module d'incompressibilité de la matrice rocheuse a été déterminé à partir d'une courbe de chargement, comme pour le minerai de fer. Par contre, il a été très problématique de déterminer la compressibilité plastique de la matrice (essai Yamada) à cause de ce phénomène de gonflement.

#### 4.4.2.2 Comportement des roches sous chargement hydrostatique

Les valeurs des paramètres poro-élastiques déterminés à partir des essais hydrostatiques sont présentées dans le tableau 3. La référence des éprouvettes sur lesquelles est basée la détermination y est également notée.

Tableau 2 - Valeurs des paramètres poro-élastiques déterminés à partir des essais hydrostatiques.

PARAMETRE	Faciès A sain	Faciès B sain	Faciès A vieilli	Marne intercalaire	Référence éprouvette
$K_B$ (MPa)	7100	19200	-	13700	A2, A33, B6, MI52
$K_u$ (MPa)	9800	24100	13000	9900	A32, B30, A111, MI40, MI13
$K_{sq}$ (MPa)	11000	9900	-	-	cubes
$K_s$ (MPa)	102000	95000	-	71000	A7, B11, MI13bis2
$B_s$ (MPa)	0.44	0.23	0.55	0.78	A32, B30, A111, MI40, MI13
$b$	0.93	0.80	-	0.81 ?	
$M$ (MPa)	3100	7700	-	?	

A partir de tous ces résultats, on peut tirer plusieurs enseignements concernant le comportement des roches en chargement hydrostatique. Dans le cas du minerai de fer, les déformations axiales sont souvent proches des déformations transversales, quel que soit le faciès (carbonaté, ferrifère ou vieilli). Cette particularité traduit le caractère globalement isotrope de la roche. Par ailleurs, le comportement peut être considéré pour tous les faciès, même vieilli, comme élastique dans la gamme des contraintes qui correspondent aux conditions peu profondes des exploitations de minerai de fer. On n'observe donc pas sous ce type de chargement de mécanisme de déformation plastique tel que le "pore collapse" en condition drainée (Fig. 5 à gauche), et encore moins en condition non-drainée (Fig. 5 à droite).

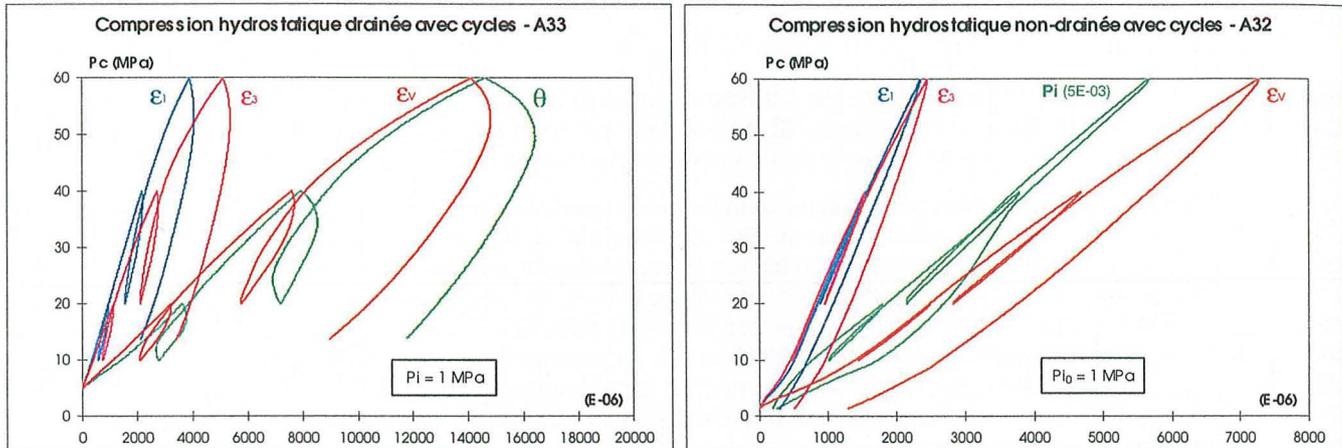


Figure 5 - à gauche : Essai hydrostatique drainé réalisé sur le faciès ferrifère du minerai de fer sain (les volumes de fluide échangés en cours d'essais représentent la déformation du réseau poreux et sont représentés en couleur verte).

- à droite : Essai hydrostatique non-drainé réalisé sur le faciès ferrifère du minerai de fer sain (la pression interstitielle mesurée en cours d'essai est représentée avec un facteur multiplicateur et en couleur verte).

Les essais de compressibilité de la matrice montrent que le comportement de la matrice rocheuse du minerai de fer est linéaire jusqu'à au moins 60 MPa. On distingue toutefois une zone de serrage qui est plus importante pour le faciès A (Fig. 6 à gauche) et qui pourrait correspondre à la fermeture des pores intraoolithiques, les oolithes étant beaucoup plus nombreuses dans ce faciès. A partir de ces essais, on détermine la valeur du coefficient de Biot  $b$ . La matrice rocheuse est donc considérée comme compressible car la valeur de  $b$  est inférieure à 1, surtout pour le faciès B (Fig. 6 à droite).

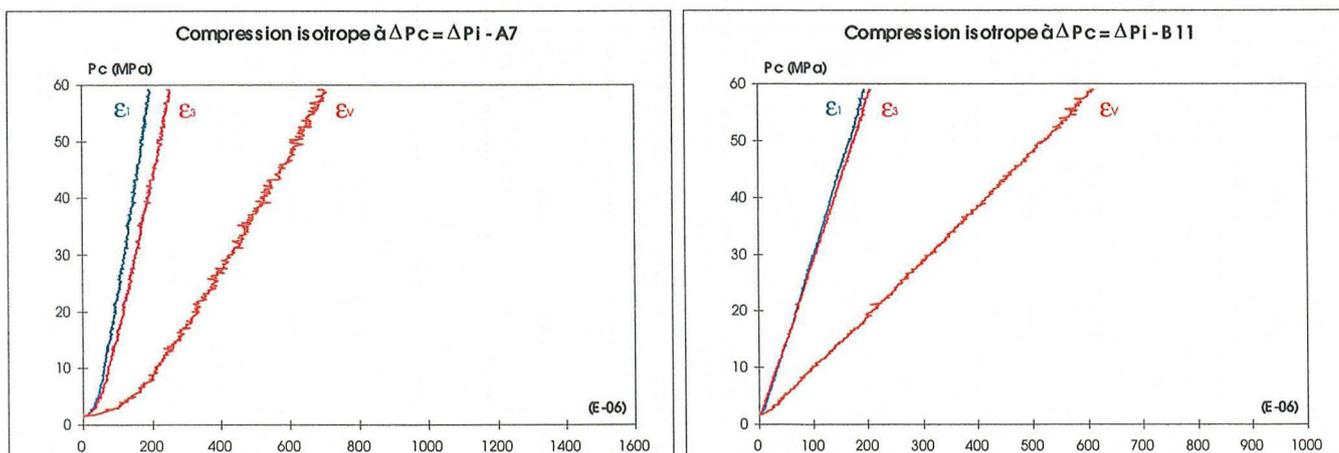


Figure 6 - à gauche : Essai de compressibilité de la matrice sur le faciès ferrifère du minerai de fer.

- à droite : Essai de compressibilité de la matrice sur le faciès carbonaté du minerai de fer.

On peut alors tirer plusieurs enseignements pour la loi de comportement du minerai de fer. Premièrement, le comportement étant linéaire sous chargement hydrostatique, la fonction de charge hydrostatique ne sera pas active. Deuxièmement, la matrice n'étant pas incompressible, le couplage hydromécanique sera activé. Ce couplage sera modélisé grâce à la théorie de Biot alors que la fonction de charge déviatorique sera écrite en termes de contraintes effectives. L'essai de type Yamada, réalisé sur le faciès ferrifère du minerai de fer, a montré par ailleurs que la matrice est plastiquement incompressible.

Le seul essai hydrostatique réalisé sur le minerai de fer vieilli (A111(1930)) n'a pas montré de différence sensible dans le comportement par rapport au minerai de fer sain. Dans le cas des marnes intercalaires, la grande hétérogénéité de la roche (teneur en carbonates très variable) induit une variation importante des propriétés poro-élastiques. A cet effet, on peut constater que le module non-drainé est inférieur au module drainé, ce qui n'est pas logique. A partir de là, la détermination du coefficient et du module de Biot devient évidemment problématique.

### 4.4.3 Résultats des essais déviatoriques

#### 4.4.3.1 Déformabilité

Les modules et les seuils présentés dans les 4 tableaux suivants (Tab. 4, 5, 6 et 7) ont été mesurés à partir des essais en compression triaxiale réalisés en condition non drainée et en déplacement contrôlé (sauf les essais A20 et B18). Les modules sont déterminés à partir des courbes de déchargement par la méthode sécante.

L'évolution des modules en fonction du déviateur peut informer quant à la présence d'un endommagement. Pour les 2 faciès du minerai de fer sain (ferrifère et carbonaté), on constate une diminution des modules axiaux  $E_1$  (module de Young) avec l'augmentation du déviateur tandis que le coefficient de Poisson reste globalement constant (Tab. 4 et 6). Ce caractère peut traduire la présence d'un endommagement de type isotrope de la roche. Les variations des valeurs des modules sont indiquées dans tous les cas dans ces tableaux. Quant au minerai de fer vieilli (faciès très ferrifère) exposé à l'atmosphère minière vers 1930 (Tab. 5), on peut faire la même constatation à la différence près que pour le dernier cycle (correspondant au déviateur le plus important) on constate une forte diminution des modules transversaux, ce qui se traduit par une augmentation importante du coefficient de Poisson et donc par un endommagement qui n'est plus isotrope.

Dans le cas des marnes intercalaires, le problème est plus complexe du fait de la grande hétérogénéité mécanique de ces roches due principalement à une teneur en calcite dans le ciment très variable. Ainsi, l'évolution des modules axiaux en fonction du déviateur est différente d'une éprouvette à l'autre. Par contre, dans tous les cas, le module transversal diminue fortement (dans le cas du minerai de fer la diminution est moins marquée) au fur et à mesure que le déviateur s'intensifie. L'endommagement est donc fortement anisotrope et cette anisotropie a certainement pour origine, comme dans le cas du chargement hydrostatique, les plans de foliation. D'ailleurs on peut constater que les seuils de linéarité des déformations transversales sont très faibles pour toutes les éprouvettes.

Tableau 3 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour le faciès A du minerai de fer sain.

Essais triaxiaux		$E_1 = E$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$-E_2$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$\nu$	Pic (MPa)	SEUILS DE LINEARITE			
Pc (MPa)	n° cycle							axial	transv.	dilatance	final
0 réf. A15	1	18900		90200		0.21	21.9	15.9	7.5	21.8	2.5
	2	18200	-3.9	84000	-7	0.22					
	3	17100	-5.6	82000	-2.2	0.21					
0 réf. A49	1	10200		57000		0.18	17	15.5	10.5	13.7	1.5
	2	10950	+7.4	47400	-16.8	0.23					
1 réf. A27	1	15200		44400		0.34	19.1	14.3	6.9	13.2	9.6
	2	14700	-2.9	43700	-1.6	0.34	(Pi = 0.47)	(Pi = 0.74)	(Pi = 0.65)	(Pi = 0.72)	(Pi = 0.11)
	3	14200	-3.3	39300	-10.1	0.36					
2 réf. A29	1	18100		54400		0.33	23.9	16.1	14	18.5	10.4
	2	16500	0	52900	-2.8	0.31	(Pi = 0.78)	(Pi = 0.77)	(Pi = 0.72)	(Pi = 0.85)	(Pi = 0.29)
	3	15600	-5.5	48400	-8.6	0.32					
	4	14900	-4.3	42400	-12.4	0.35					
4 réf. A31	1	22100		85000		0.26	24.6	18.5	11.5	-	16.8
	2	19300	-12.7	75800	-10.8	0.25	(Pi = 1.96)	(Pi = 2.08)	(Pi = 1.62)		(Pi = 0.55)
	3	18300	-4.9	69400	-8.4	0.26					
	4	16500	-10.1	63400	-8.6	0.26					
	5	16000	-2.7	64100	+1	0.25					
10 réf. A20	1	23400		70600		0.33	33.8	19.9	15.7	29.1	-
	2	17000	-27	51400	-27.2	0.33	(Pi = 6.27)	(Pi = 3.64)	(Pi = 3.04)	(Pi = 5.54)	
	3	15800	-7.1	42200	-17.8	0.37					

Tableau 4 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour le faciès A du minerai de fer vieilli (1930).

Essais triaxiaux		$E_1 = E$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$-E_2$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$\nu$	Pic (MPa)	SEUILS DE LINEARITE			
Pc (MPa)	n° cycle							axial	transv.	dilatance	final
0 réf. A103	1	12800		71000		0.18	9.65	8	4.2	-	0.85
2 réf. A105	1	20200		93400		0.22	16.35 (Pi = 0.27)	13.2 (Pi = 0.68)	5.5 (Pi = 0.51)	14 (Pi = 0.7)	12.1 (Pi = 0.05)
	2	19500	-3.5	85600	-8.4	0.23					
	3	19100	-2.1	78300	-8.5	0.24					
	4	16700	-12.6	42800	-45.3	0.39					
4 réf. A104	1	21500		-		-	23.6 (Pi = 0.24)	14.2 (Pi = 2.56)	13 (Pi = 2.5)	22.5 (Pi = 0.44)	15.5 (Pi = 0.1)
	2	19500	-9.3	-	-	-					
	3	18300	-6.2	58100	-	0.31					
	4	18900	+3.3	53900	-7.2	0.35					
6 réf. A111	1	29400		-		-	27.6 (Pi = 0.71)	16.3 (Pi = 3.35)	16 (Pi = 3.33)	22 (Pi = 3.55)	22.8 (Pi = 0.1)
	2	27400	-6.8	84900	-	0.32					
	3	24500	-10.6	73900	-13	0.33					
	4	21300	-13.1	47000	-36.4	0.45					

Tableau 5 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour le faciès B du minerai de fer sain.

Essais triaxiaux		$E_1 = E$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$-E_2$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$\nu$	Pic (MPa)	SEUILS DE LINEARITE			
Pc (MPa)	n° cycle							axial	transv.	dilatance	final
0 réf. B23	1	25200		83600		0.30	22.3	15.4	9.6	22.1	-
	2	23700	-7.1	82500	-1.3	0.29					
	3	22900	-3.5	78900	-4.4	0.29					
1 réf. B21	1	18500		70200		0.26	21.1 (Pi = 0.44)	14.6 (Pi = 0.63)	7.6 (Pi = 0.57)	17.2 (Pi = 0.63)	-
	2	18000	-2.4	66000	-6	0.27					
	3	17700	-1.8	61500	-6.8	0.29					
2 réf. B20	1	73400		257000		0.29	31.4 (Pi = 0.6)	22.7 (Pi = 0.72)	15.3 (Pi = 0.64)	31.2 (Pi = 0.68)	-
	2	61900	-15.7	243000	-5.4	0.25					
	3	54900	-11.3	213000	-12.4	0.26					
	4	48700	-11.3	188000	-11.7	0.26					
	5	42400	-12.9	175000	-7.1	0.24					
4 réf. B31bis	1	31500		67100		0.47	49.6 (Pi = 0.51)	31.6 (Pi = 1.5)	31.3 (Pi = 1.51)	30.9 (Pi = 1.49)	-
	2	30200	-4.1	69200	+3.1	0.44					
	3	30600	-1.2	73300	+6	0.42					
	4	30300	-1	71700	-2.2	0.42					
	5	29500	-2.6	62700	-12.5	0.47					
10 réf. B18	1	49800		-		-	50.6 (Pi = 0.34)	26.7 (Pi = 3.97)	29.9 (Pi = 4.4)	45.7 (Pi = 1.5)	-
	2	47500	-4.6	-	-	-					
	3	47800	0.5	-	-	-					
	4	40300	-15.8	-	-	-					
	5	37800	-6	90200	-	0.42					
	6	28700	-24.1	79600	-11.8	0.36					
	7	27700	-3.6	58000	-27.1	0.48					

Tableau 6 - Résultats des essais triaxiaux non-drainés pour les marnes intercalaires.

Essais triaxiaux		$E_1 = E$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$-E_2$ (MPa)	$\Delta$ (%)	$\nu$	Pic (MPa)	SEUILS DE LINEARITE			
Pc (MPa)	n° cycle							axial	transv.	dilatance	final
0 réf. MI51	1	12200		174000		0.07	27.1	26.4	2.4	22	1.4
	2	14100	15.2	139000	-20.1	0.1					
	3	15300	8.9	114000	-17.4	0.13					
	4	16400	7	81000	-29	0.2					
1 réf. MI54	1	15700		219000		0.07	35.4	31.9	8.6	-	12
	2	15700	0.1	176000	-19.4	0.09	(Pi = 0.68)	(Pi = 0.68)	(Pi = 0.56)		(Pi = 0.27)
	3	16300	+3.8	154000	-13	0.11					
	4	16700	+2.1	134000	-12.6	0.12					
	5	16600	-0.6	107000	-20	0.15					
2 réf. MI56	1	33800		325000		0.1	40	34.7	7.9	-	20.4
	2	30200	-10.8	252000	-22.5	0.12	(Pi = 0.94)	(Pi = 1.51)	(Pi = 1.3)		(Pi = 0.07)
	3	28300	-6.2	207500	-17.5	0.14					
	4	26700	-5.8	176000	-15.3	0.15					
	5	24700	-7.5	148000	-15.6	0.17					
4 réf. MI57	1	21500		295000		0.07	35.5	31.6	7	-	24.1
	2	20900	-2.9	191000	-35.2	0.11	(Pi = 3.08)	(Pi = 3.93)	(Pi = 2.09)		(Pi = 0.37)
	3	21400	+2.2	126000	-33.7	0.17					
	4	20300	-5	90500	-28.5	0.22					
10 réf. MI59	1	21700		139000		0.16	43.9	35.9	8.6	35.3	29.8
	2	22500	+3.3	80500	-42.1	0.28	(Pi = 7.37)	(Pi = 6.5)	(Pi = 1.23)	(Pi = 6.37)	(Pi = 0.49)
	3	19900	-11.4	62300	-22.6	0.32					
	4	17900	-9.8	51900	-16.8	0.35					
	5	15800	-11.8	39600	-23.8	0.4					

#### 4.4.3.2 Comportement des roches sous chargement déviatorique

##### ➤ Chemin triaxial

Les essais triaxiaux réalisés en condition non drainée permettent d'activer le couplage hydromécanique. Ils seront à la base de l'écriture de la fonction de charge déviatorique exprimée en termes de contraintes effectives. Cette formulation permet en effet de s'affranchir de l'influence de la pression interstitielle dans l'expression de la loi de comportement. Des essais triaxiaux drainés ont également été réalisés; ceux-ci pourront être utilisés pour valider la loi de comportement pour un chemin différent (drainé) de celui qui a été utilisé pour son écriture (non drainé) d'une part, et pour valider le couplage hydromécanique modélisé par l'utilisation de la contrainte effective de Biot, d'autre part.

##### - Comportement jusqu'au pic :

On peut distinguer plusieurs étapes distinctes dans le comportement de ces roches jusqu'au pic. Ces étapes sont représentées dans le cas du minerai de fer sur la figure 7 (cas d'un essai triaxial non drainé).

Les essais triaxiaux ont permis d'identifier la présence d'un seul mécanisme de plasticité actif, le mécanisme déviatorique, lié au cisaillement de la matrice, pour tous les faciès du minerai de fer ainsi que pour les marnes intercalaires. Le mécanisme hydrostatique est inactif dans tous les cas. D'autres paramètres sont également à prendre en compte dans le comportement : l'endommagement et l'influence du fluide sur le comportement mécanique puisque la matrice est élastiquement compressible.

L'évolution des modules de déchargement au cours des essais triaxiaux (voir tableaux précédents) ainsi que la présence des deux seuils A et B (Fig. 7), montrent, en effet, la présence de l'endommagement. On a constaté dans le cas du minerai de fer une diminution du module de Young en fonction du déviateur tandis que le coefficient de Poisson restait à peu de choses près constant. Ceci traduit le caractère isotrope de l'endommagement qui

correspond donc à une décohérence des grains. Il ne s'agit donc pas d'un endommagement de type transverse induit par le développement de micro-fissures au cours du chargement, comme c'est certainement le cas pour les marnes intercalaires.

On remarque par ailleurs que les cycles de chargement-déchargement présentent parfois des boucles d'hystérésis qui semblent augmenter avec le confinement. Dans le cas d'un comportement avec hystérésis et endommagement, le matériau subit des modifications permanentes dans sa structure. L'origine de ce phénomène irréversible peut provenir du déplacement par glissement sur les fissures et/ou d'un tassement par compaction des pores, soit respectivement les processus actifs dans le cas des marnes intercalaires et dans le cas du minerai de fer.

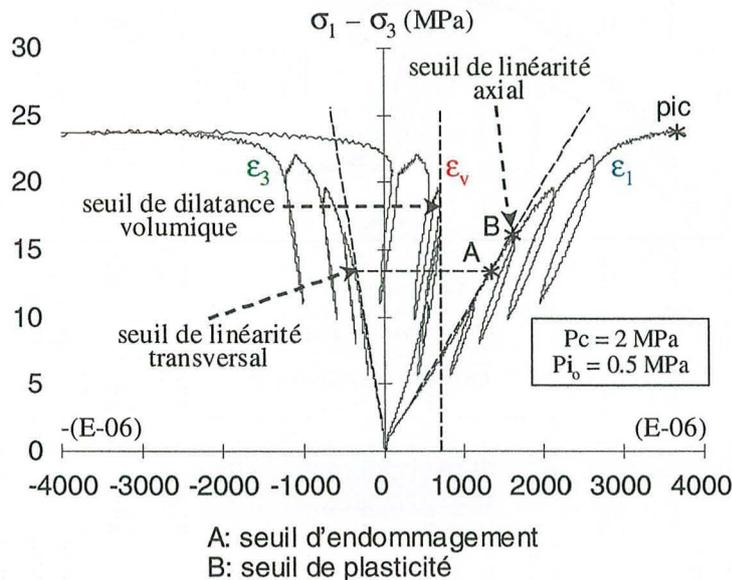


Figure 7 - Les différents seuils dans le comportement du minerai de fer (essai triaxial non drainé).

- Comportement post-pic :



Figure 8 - Epreuves du minerai ferrifère sain après essai triaxial.

Une transition classique ductile-fragile en fonction du confinement est observée sous chargement triaxial pour toutes les roches. L'observation des différents essais triaxiaux non drainés réalisés sur le faciès ferrifère du minerai (Fig. 9) montre que la roche a un comportement post-pic qui diffère selon le confinement. Lorsque le confinement est de très faible à nul, le comportement post-pic est fragile. Puis, au fur et à mesure de l'augmentation du confinement, le comportement post-pic est successivement radoucissant, on parle alors d'écrouissage négatif, puis plastiquement parfait.

Sans rentrer pour l'instant dans les détails de la modélisation, on peut dire que l'écrouissage positif pré-pic est en grande partie associé à une augmentation du frottement jusqu'au pic tandis que l'écrouissage négatif post-pic (radoucissement) est essentiellement lié à une diminution de la cohésion, le frottement n'évoluant plus à partir de cet instant. Pendant le radoucissement le processus d'endommagement de la roche est certainement le processus de déformation prédominant. Sur la figure 8 se trouvent les éprouvettes photographiées à la fin de chaque essai triaxial non drainé en déplacement contrôlé (de gauche à droite :  $P_c = 0, 1, 2$  et  $4$  MPa). La phase de radoucissement est toujours accompagnée d'une localisation des déformations qui mène à la ruine de l'éprouvette. On observe ainsi sur ces éprouvettes les formes classiques de localisation des déformations (elles ont été artificiellement accentuées sur la photo) après le pic, à savoir une bande de cisaillement pour les essais triaxiaux avec confinement et des fractures sub-verticales pour la compression simple. On constate d'ailleurs sur la figure 9 que les courbes contrainte-déformation présentent toujours à la fin de l'essai un plateau qui correspond à la résistance résiduelle de l'échantillon lié à un glissement sur le plan de la fracture principale.

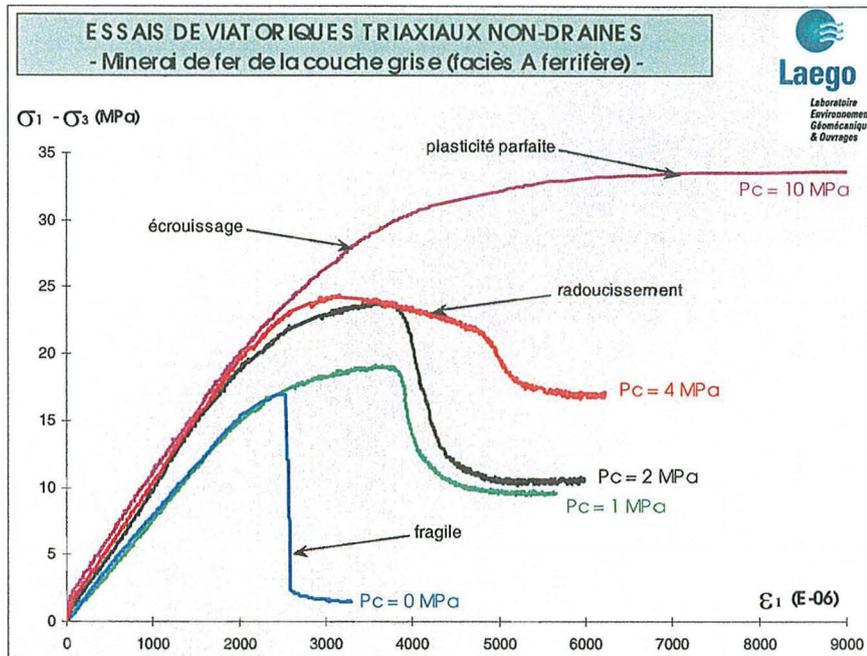


Figure 9 - Déformations axiales du faciès ferrifère du minerai de fer sain (essais triaxiaux non drainés).

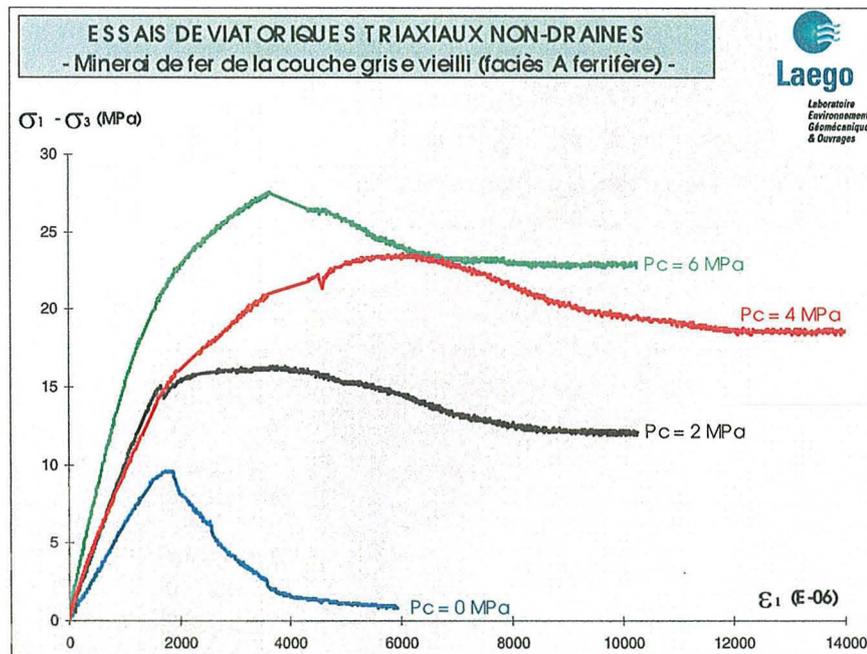


Figure 10 - Déformations axiales du faciès ferrifère du minerai de fer vieilli de 1930 (essais triaxiaux non drainés).

Si on observe désormais les déformations axiales obtenues à partir des essais triaxiaux non drainés en déplacement contrôlé sur le minerai de fer vieilli (faciès ferrifère), exposé à l'atmosphère minière vers 1930, on constate que le comportement post-pic est sensiblement le même que pour le minerai à l'état sain (Fig. 10). Il existe toutefois une différence notable lié à une sollicitation moins importante de la cohésion après le pic. La roche vieillie présente effectivement une décohésion moins importante pour tous les confinements et cette particularité est liée, comme nous l'avons vu au chapitre précédent et comme nous le verrons également par la suite, au fait que l'état vieilli du minerai de fer est caractérisé par une diminution de la cohésion. Ainsi, la cohésion, du fait du vieillissement, est déjà pratiquement à sa valeur minimale une fois le pic atteint, ce qui explique ainsi que cette cohésion n'évolue que très peu pendant le radoucissement.

On s'intéresse désormais au cas du faciès carbonaté du minerai de fer sain. Les déformations axiales obtenues à partir des essais triaxiaux non drainés en déplacement contrôlé sur ce faciès sont représentées sur la figure suivante.

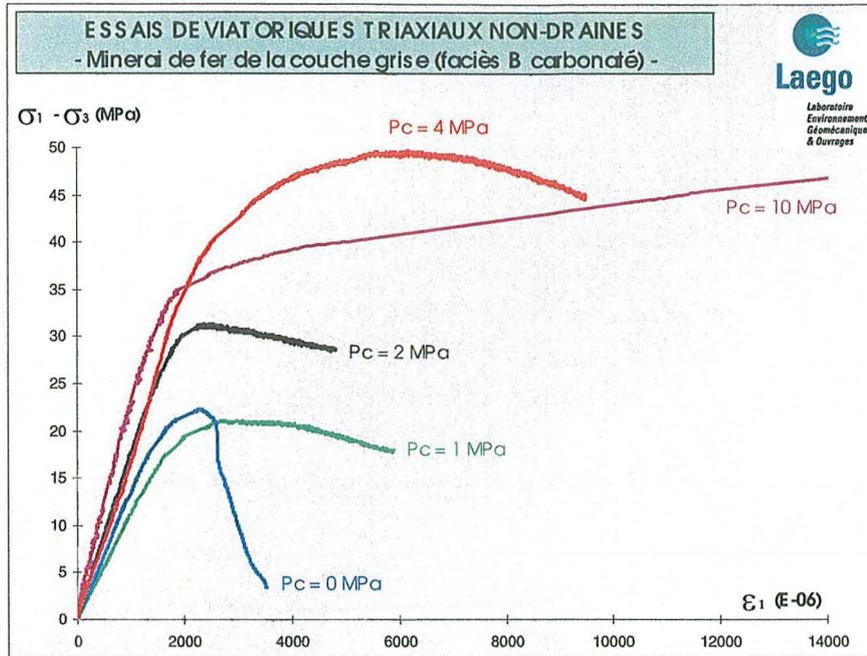


Figure 11 - Déformations axiales du faciès carbonaté du minerai de fer sain (essais triaxiaux non drainés).



On constate également pour ce faciès que le comportement post-pic dépend du confinement. La différence principale par rapport au faciès ferrifère du minerai de fer est liée à l'absence de résistance résiduelle à la fin de chaque essai triaxial. Ce caractère se traduit donc par une localisation des déformations qui n'est pas macroscopique. Il n'y a pas de glissement sur le plan d'une fracture principale après le pic comme précédemment, comme on peut le remarquer ci-contre en observant les photos des éprouvettes en fin d'essai (de gauche à droite : Pc = 0, 1, 2 et 4 MPa).

Figure 12 - Epreuves du minerai carbonaté sain après essai triaxial.

En outre, pour un confinement élevé (10 MPa), l'écroutissage est toujours positif et on peut alors parler d'un durcissement de la roche.

Dans le cas des marnes intercalaires, le comportement post-pic est le même que pour le faciès ferrifère du minerai de fer, à la différence près que le radoucissement apparaît pour un confinement plus élevé (Fig. 14). De plus, on constate encore une fois la grande hétérogénéité de cette roche en observant notamment la phase d'écroutissage positif dont l'amplitude est très variable selon l'essai. Sur la photo ci-contre, on observe la même forme de localisation des déformations après le pic, à savoir les fractures sub-verticales pour un confinement nul et une bande de cisaillement pour les essais triaxiaux avec confinement.

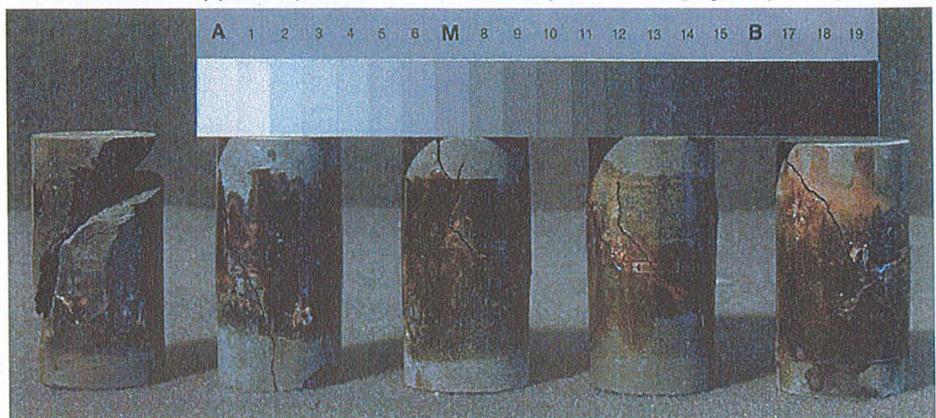


Figure 13 - Epreuves de marnes après essai triaxial.

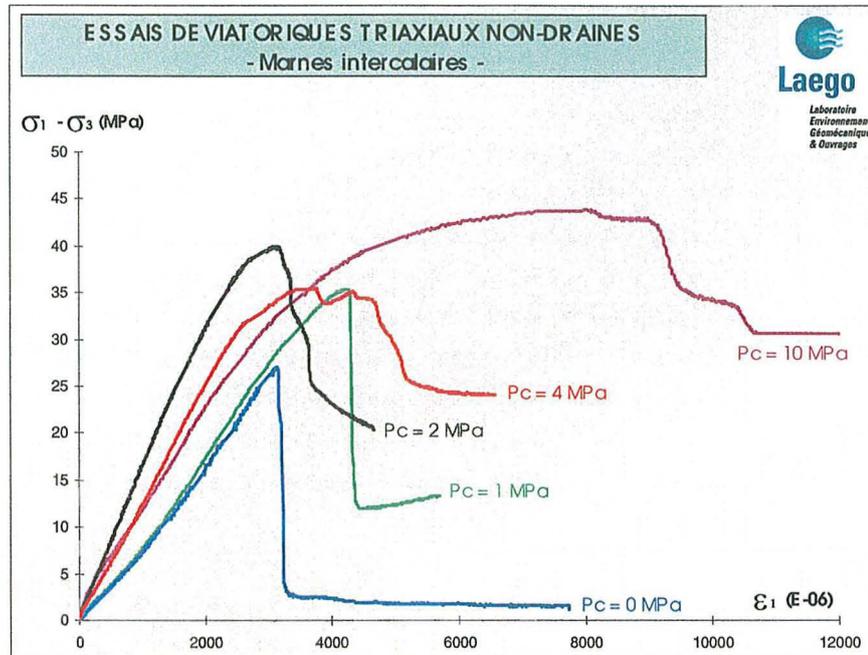


Figure 14 - Déformations axiales des marnes intercalaires (essais triaxiaux non drainés).

#### ➤ Autres chemins de contrainte

- Chemins pour la validation de la loi : extension latérale et chemin proportionnel

Dans le cadre d'une modélisation, la démarche classique consiste à établir la loi de comportement à partir d'un chemin de compression triaxiale. Pour valider cette loi de comportement, il est dans tous les cas nécessaire de simuler un chemin de contrainte différent de celui qui a servi à l'écriture de la loi. Ainsi, d'autres types d'essais déviatoriques ont été réalisés : essai d'extension latérale classique, extension latérale à contrainte moyenne constante. Ces essais de validation ont été réalisés sur tous les faciès étudiés, sauf sur le minerai de fer vieilli, car nous ne disposons pas suffisamment de matériau.

- Traction directe :

Afin de pouvoir extrapoler notre modèle de comportement dans le domaine des tractions, des essais de traction classiques ont été réalisés. Pour les 2 faciès du minerai de fer sain il s'agit d'essais de traction directe. Ces essais confirment le caractère fragile du minerai, et de la plupart des roches en général, dans le domaine des tractions. On a ainsi obtenu une résistance à la traction de 0.7 MPa pour le faciès ferrifère et de 1.1 MPa pour le faciès carbonaté. Il s'agit donc de valeurs relativement faibles.

Pour les marnes intercalaires, des essais de traction indirecte (essai Brésilien) ont été réalisés. La valeur de résistance en traction obtenue est de 2 MPa, mais sachant que cette méthode donne en général des résultats plus importants que la méthode de la traction directe, nous avons choisi une valeur de 1 MPa pour ces marnes intercalaires.

## 4.5 MODELISATION

Nous avons vu à partir des essais précédents que le comportement à court terme du minerai de fer et des marnes intercalaires est fortement influencé par l'intensité du confinement et également par le couplage hydromécanique, dans une moindre mesure. En effet, le comportement post-pic est remarquable dans le sens où il varie avec l'augmentation du confinement. Par ailleurs, un endommagement, isotrope dans le cas du minerai de fer, a été identifié sous chargement triaxial et il se manifeste par une réduction des propriétés élastiques. Cependant, la contribution de cet endommagement dans la déformation globale de la roche semble être mineure par rapport à la plasticité. Ces roches ont donc un comportement élasto-plasto-endommageable sous chargement déviatorique et

élastique sous chargement hydrostatique, du moins dans la gamme des contraintes qui concerne les exploitations peu profondes de minerai de fer.

Il restera cependant encore quelques points à résoudre en aval de la modélisation que nous allons proposer. D'une part, lorsque le matériau présente un comportement post-pic remarquable, c'est-à-dire du radoucissement, se pose alors le problème de la constance du coefficient de contrainte effective  $b$  dans le concept de la contrainte effective de Biot. La valeur de ce coefficient tend certainement à se rapprocher de 1 après le pic. D'autre part, on constate à partir des courbes expérimentales des essais triaxiaux que les propriétés élastiques varient en fonction du confinement. Par exemple, le module de Young augmente régulièrement avec le confinement, quel que soit le faciès étudié, et cette augmentation ne sera pas prise en compte dans le modèle général de comportement pour des raisons évidentes de simplification.

Un rappel sur quelques principes généraux de la plasticité instantanée se trouve dans l'annexe de ce chapitre. Ces principes seront considérés comme acquis dans la présentation du modèle.

## 4.5.1 Loi de comportement

A partir des résultats expérimentaux obtenus sur les roches de la formation ferrifère, on propose dans ce paragraphe une loi de comportement mécanique pour la plasticité instantanée basée sur les processus physiques identifiés précédemment. Le raisonnement sera basé plus particulièrement sur le faciès ferrifère du minerai sain qui est d'une part considéré comme le minerai de référence (par rapport au minerai vieilli) et qui est d'autre part le faciès le plus représentatif des piliers de minerai (par rapport au minerai carbonaté).

### 4.5.1.1 Surface de charge

La rupture macroscopique des échantillons de minerai de fer est produite pour des états de contrainte relativement bien alignés dans le plan  $(p, q)$ , avec :

$$p = \frac{I_1}{3} ; q = \sqrt{3J_2} \quad (14)$$

$I_1$  et  $J_2$  sont respectivement le premier invariant du tenseur des contraintes et le deuxième invariant du tenseur des contraintes déviatoriques.  $q$  est la contrainte déviatorique et  $p$  la contrainte moyenne effective. On choisit en effet en pratique des invariants homogènes qui s'identifient en compression simple avec la première composante du tenseur. La fonction de charge est donc écrite en contraintes effectives.

On propose l'expression suivante pour la fonction de charge à la rupture (Hoxha *et al.* 2001) :

$$f_r(p, q) = qg(\vartheta) - p\alpha_m - 2C\sqrt{\alpha_m} - k(\alpha_m - \alpha_o) = 0 \quad (15)$$

Cette fonction exprime la contrainte maximale que la roche peut atteindre sans une désintégration macroscopique de sa structure. La fonction de charge courante peut être exprimée d'une manière similaire à celle de la surface de rupture, c'est-à-dire :

$$F_d(p, q) = qg(\vartheta) - p\alpha - 2C\sqrt{\alpha} - k(\alpha - \alpha_o) = 0 \quad (16)$$

Cette expression peut être considérée comme une généralisation des modèles classiques appartenant à la famille de Mohr-Coulomb, dont le modèle de Drucker-Prager. Dans le modèle original de Mohr-Coulomb, la résistance totale du matériau est la somme des forces de frottement et de cohésion. Le paramètre  $C$  dans l'expression de la surface de charge correspond à la cohésion dans le sens de Mohr-Coulomb. De ce point de vue, le paramètre  $k$  peut être considéré comme le rapport de ces forces internes associées. Il caractérise la variation des forces de frottement en fonction de la variation des forces de cohésion. En effet, au cours d'un chargement triaxial, les forces de frottement deviennent actives dès lors que des déformations irréversibles (endommagement et plasticité) apparaissent. A partir de cet instant, les forces internes de frottement augmentent tandis que les forces internes de cohésion diminuent certainement du fait de l'apparition des fissures liées à l'endommagement du matériau. La cohésion au sens strict de Mohr-Coulomb est une constante de la loi et n'évolue pas pendant la plasticité. Ainsi, en fonction de la valeur de ce paramètre  $k$ , l'augmentation des forces de frottement est associée soit à une augmentation des forces de cohésion soit à une diminution. Dans le premier cas, le processus physique correspond à une compaction du matériau et dans le second cas, il correspond à un matériau dont le mécanisme

principal de dissipation de l'énergie est le développement de fissures et/ou la décohésion des grains dans le cas général. Le minerai de fer fait partie de cette dernière catégorie de matériaux.

Afin de tenir compte de la transition fragile-ductile, on peut écrire la fonction de charge sous la forme légèrement modifiée :

$$f_d(p, q) = H(-f_r(p, q)) F_d(p, q) + H(f_r(p, q)) f_r(p, q) = 0 \tag{17}$$

Dans cette expression, le comportement post-pic est actif dès lors que la surface de rupture est atteinte. La surface de rupture n'est donc plus la position finale de la surface de charge courante, mais une enveloppe de toutes les surfaces de charge au pic déterminées, comme nous allons le voir, par l'instant où l'état de contrainte se situe au-dessus de cette surface de rupture. Le comportement post-pic est actif dès lors que la condition précédente est remplie. Si la surface de charge initiale recoupe la surface de rupture, il existe une région où la rupture se produit sans déformations plastiques (Fig. 15, région A). Ainsi, la fonction d'Heaviside  $H(x)$  est utilisée pour modéliser le comportement fragile dans cette région. La fonction  $g(\theta)$  traduit la dépendance du comportement du matériau en fonction du chemin de contrainte. Une expression classique de cette fonction est la suivante:

$$g(\vartheta) = \frac{(1 + R_s) + (1 - R_s) \cos 3\vartheta}{2R_s} \tag{18}$$

Dans cette expression,  $\theta$  est l'angle de Lode défini ainsi :

$$\vartheta = \frac{1}{3} \text{ArcSin} \left( \frac{-3\sqrt{3}}{2} \frac{J_3}{J_2^{3/2}} \right) \tag{19}$$

où  $J_3$  est le troisième invariant du tenseur des contraintes déviatoriques.

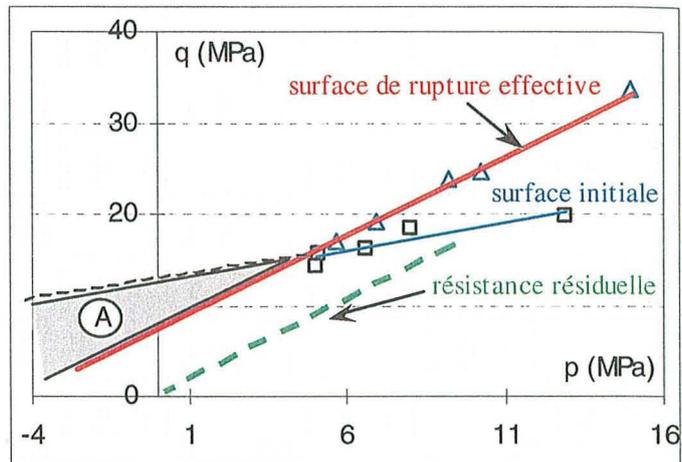
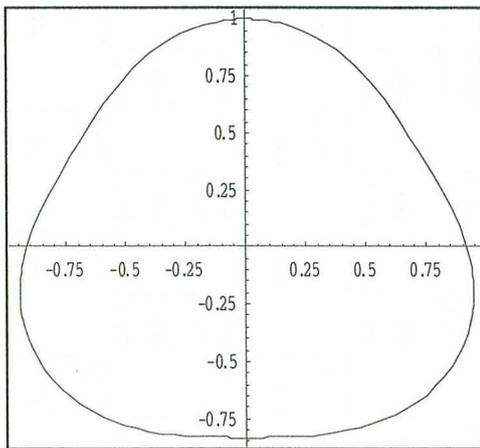


Figure 15 - Représentation des surfaces de charge caractéristiques pour le minerai de fer sain dans le plan  $p$  (contrainte moyenne effective),  $q$  (déviateur).



La forme de cette expression est choisie de façon à ce que la surface de charge, dans le plan  $\pi$  (plan perpendiculaire à l'axe orthotrope dans l'espace des 3 contraintes principales avec un axe orthotrope), ait la forme d'un triangle aux arêtes arrondies (Fig. 16). Ainsi, les dérivées de la fonction de charge par rapport aux contraintes sont continues dans tout l'espace des contraintes.

Le paramètre  $R_s$  est une propriété du matériau. Sa détermination exacte nécessite la réalisation de véritables essais triaxiaux (il faudrait pour cela une cellule triaxiale spécifique) dont le chemin de contrainte, et donc l'angle de Lode, est différent de celui des essais triaxiaux que nous avons réalisé pour étudier le comportement du minerai de fer et des marnes. En l'absence de tels essais nous choisissons la valeur de 1 pour ce paramètre, et dans ce cas la surface de charge prend la forme d'un cercle dans le plan  $\pi$ .

Figure 16 - Représentation de la surface de charge dans le plan  $\pi$  pour  $R_s = 0.8$ .

#### 4.5.1.2 Potentiel plastique non associé

On choisit classiquement une variable interne de nature scalaire (variable d'écouissage isotrope) pour décrire l'évolution de la surface de charge déviatorique. Pour notre étude, nous avons choisi la distorsion plastique équivalente pour représenter le paramètre d'écouissage :

$$\gamma^p = \sqrt{\frac{2}{3} e_{ij}^p e_{ij}^p} \tag{20}$$

L'emploi d'un potentiel de dissipation fournissant les lois d'évolution de la déformation plastique et des variables internes, conduit au schéma de la plasticité associée (on confond la surface de charge avec une surface équipotentielle). Le cas plus général concerne cependant la plasticité non associée (cas des matériaux dits standards généralisés) et c'est ce type de potentiel qui sera utilisé pour modéliser l'écoulement plastique du minerai de fer. Le potentiel plastique peut s'exprimer simplement en considérant le coefficient de dilataance qui est le rapport entre la déformation volumique plastique et la distorsion plastique :

$$\beta = \text{tg } \delta = \frac{d\epsilon_v^p}{d\gamma^p} \quad (21)$$

avec :

$$d\gamma^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial q} \quad d\epsilon_v^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial p} \quad (22)$$

A partir de nos essais triaxiaux, nous avons remarqué que le minerai de fer, ainsi que les marnes intercalaires d'ailleurs, ne présentent pas de contractance plastique au début de la phase de plasticité, contractance en général suivie d'une dilataance plastique. La phase de plasticité de ces roches correspond donc à un comportement purement dilatant. Ainsi, l'évolution de la déformation plastique peut être décrite par l'expression suivante du potentiel plastique :

$$g_d = q + \beta p \quad (23)$$

L'hypothèse de partition de la déformation totale en déformation élastique et en déformation plastique est appliquée:

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}^e + \underline{\underline{\epsilon}}^p \quad (24)$$

La déformation plastique est calculée à partir de la théorie classique de la plasticité qui consiste dans un premier temps à écrire l'hypothèse de normalité, qui est dans le cas d'un matériau standard généralisé :

$$d\underline{\underline{\epsilon}}^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (25)$$

$$d\gamma^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial q} \quad d\epsilon_v^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial p} \quad (26)$$

La règle de normalité fournit la loi d'écoulement et l'évolution des variables internes, où  $\lambda$  est le multiplicateur de la plasticité indépendante du temps. Il est nul quand il n'y a pas d'écoulement. Cette loi d'écoulement plastique s'écrit finalement :

$$\frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{\partial g_d}{\partial q} \frac{3\underline{\underline{\epsilon}}}{2q} + \frac{\partial g_d}{\partial p} \frac{1}{3} \underline{\underline{1}} \quad (27)$$

#### 4.5.1.3 Condition de consistance et expression du multiplicateur plastique

Le critère de charge-décharge au cours de l'écoulement continu implique la condition suivante :

$$df_d(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : d\underline{\underline{\sigma}} + \frac{\partial f_d}{\partial \gamma^p} d\gamma^p = 0 \quad (28)$$

C'est la condition de consistance. Elle exprime le fait que le point représentatif de l'état de contrainte actuel reste bien sur la surface de charge.

En utilisant la condition de consistance et l'hypothèse de normalité, la loi d'élasticité linéaire (loi de Hooke) s'exprime ainsi :

$$d\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : d\underline{\underline{\epsilon}}^{el} = \underline{\underline{C}} : (d\underline{\underline{\epsilon}} - d\underline{\underline{\epsilon}}^p) \quad \underline{\underline{C}} : \text{tenseur d'ordre 4} \quad (29)$$

où les composantes du tenseur de 4<sup>e</sup> ordre sont les coefficients d'élasticité isotherme.

La règle de consistance s'écrit alors en y injectant les lois de normalité :

$$df_d(\underline{\sigma}, \gamma^p) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\underline{C}} : (d\underline{\underline{\varepsilon}} - d\underline{\underline{\varepsilon}}^p) + \lambda \frac{\partial f_d}{\partial \gamma^p} \frac{\partial g_d}{\partial q} = 0 \quad (30)$$

Le multiplicateur de la plasticité instantanée est donc déterminé en supposant une dissipation normale et en utilisant le principe de consistance. Ainsi, son expression par rapport à la règle de consistance est :

$$\lambda = \frac{\frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\underline{C}} : d\underline{\underline{\varepsilon}}}{\frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\underline{C}} : \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\sigma}} - \frac{\partial f_d}{\partial \gamma^p} \frac{\partial g_d}{\partial q}} \quad (31)$$

#### 4.5.1.4 Règles d'écroûissage

Nous allons désormais proposer 2 lois afin de traduire les 2 phases de l'écroûissage qui se produisent dans le comportement des roches caractérisées, à savoir l'écroûissage positif pré-pic et l'écroûissage négatif post-pic. Cependant, après le pic, les lois continues ne peuvent généralement plus être appliquées puisque la localisation des déformations s'installe. Mais si on veut modéliser le comportement post-pic par une loi continue équivalente, alors une manière simple consiste à considérer une fonction décroissante de la cohésion.

Nous avons vu précédemment que le comportement irréversible d'un matériau est lié à une modification de ses propriétés mécaniques qui sont dans le cas le plus simple la cohésion et le frottement. On considère par ailleurs que l'augmentation de la distorsion plastique est le mécanisme principal de dissipation d'énergie. Les évolutions des forces de frottement et de cohésion seront donc fonction de la distorsion plastique.

L'augmentation jusqu'au pic de la distorsion, caractérisant l'écroûissage positif, est liée à des changements structuraux dans le matériau. Ces changements structuraux dans un matériau granulaire correspondent à une apparition de discontinuités au niveau des limites des grains et donc à un réarrangement de ces grains. Ce réarrangement s'accompagne d'une mobilisation du frottement qui augmente. Au pic, le frottement mobilisé par le matériau est maximal.

Le comportement post-pic est caractérisé par une désintégration du matériau et le processus physique principal est la diminution de la cohésion. Cette diminution de la cohésion est liée à la formation de surfaces de discontinuité dans le matériau où différents phénomènes, dont l'endommagement et la localisation, peuvent intervenir. Mais d'un point de vue phénoménologique cette phase est définie par une perte de la cohésion jusqu'à sa totalité. A ce moment, seules les forces de frottement sont encore actives d'où l'existence de la résistance résiduelle du matériau. On remarque d'ailleurs que le pic ainsi que la résistance résiduelle sont reliés à l'activation totale du frottement, comme on peut le constater sur la figure 15 (la surface au pic et la surface résiduelle ont la même pente dans ce plan). Dans le cas du faciès carbonaté on n'observe pas de résistance résiduelle ce qui ne signifie pas que les mécanismes physiques ne sont pas les mêmes mais plutôt que le mécanisme de désintégration est plus lent.

Dans le cadre de la modélisation du comportement, nous proposons de prendre en compte ces 2 mécanismes différents de l'écroûissage isotrope en définissant 2 lois dont l'une positive correspondra à un durcissement et l'autre négative à un radoucissement. Ces deux mécanismes peuvent certainement être actifs en même temps pendant la phase d'écroûissage positif. Ainsi, d'après l'expression choisie pour la surface de charge, lorsque le frottement  $\alpha$  augmente, la cohésion apparente, que l'on va définir par la suite, diminue. Par contre, pendant la phase de radoucissement, le mécanisme d'écroûissage positif est inactif puisque le frottement n'évolue plus, et ceci peut être justifié si on considère, raisonnablement d'ailleurs, que ce mécanisme devient négligeable.

Parmi les 2 règles d'écroûissage exclusives que nous proposons, l'écroûissage positif sera modélisé par une fonction croissante de  $\alpha$  tandis que l'écroûissage négatif sera modélisé par une fonction décroissante de la cohésion apparente. Les lois suivantes sont données pour respectivement le comportement pré-pic et le comportement post-pic :

$$\alpha = \alpha_m - \tilde{H}(\alpha - \alpha_m)(\alpha_m - \alpha_0) e^{-a\gamma^p} \quad (32)$$

$$C_{ap} = H(\alpha - \alpha_m) C_{ap}^r e^{-g(\gamma^p - \gamma_r^p)} \sqrt{\left(1 - \frac{\alpha_r}{\alpha_m}\right)} + \tilde{H}(\alpha - \alpha_m) C_{ap}^0 \quad (33)$$

$\alpha_m$  est le frottement apparent lié à l'enveloppe de rupture alors que  $\alpha_0$  est le frottement initial et  $\alpha_r$  est le frottement maximal atteint au pic pour chaque chemin de contrainte.  $C_{ap}$  correspond à la cohésion apparente, différente de la cohésion classique dans le sens de Mohr-Coulomb. Ses valeurs initiale et au pic sont données respectivement par :

$$C_{ap}^0 = \frac{2C\sqrt{\alpha_0}}{g(\vartheta)} \quad C_{ap}^r = \frac{2C\sqrt{\alpha_r + k(\alpha_r - \alpha_0)}}{g(\vartheta)} \quad (34)$$

L'expression (33) traduit le fait que dans la région post-pic le comportement est fortement influencé par le rapport de la déformation plastique cumulée sur la déformation élastique. En fait, l'énergie de déformation cumulée peut être dissipée plus rapidement pour un matériau plastique que pour un matériau élastique. Plus la déformation plastique est importante lorsque le matériau atteint la surface de rupture, plus le comportement post-pic est ductile.

Pour bien comprendre ceci, il convient d'expliquer l'approche adoptée pour la détection du pic. La rupture est atteinte pour une valeur critique de la fonction d'écrouissage positive, et donc de la distorsion plastique, qui est différente selon le chemin de contrainte suivi. Nous l'avons effectivement constaté au cours de l'expérimentation par le fait que chaque essai triaxial donne une valeur différente de la distorsion au pic. Cependant, si la fonction d'écrouissage est une fonction de saturation exponentielle, comme c'est le cas, plus la valeur de la variable d'écrouissage augmente, plus les différences de la fonction d'écrouissage entre les différents chemins de contrainte diminuent. Ainsi, près du pic, l'exponentielle "écrasera" les différences entre les valeurs de la fonction d'écrouissage. Si on désire, malgré ces différences dans la valeur de la variable d'écrouissage au pic, que la fonction d'écrouissage positive ait une valeur proche d'une valeur seuil, on peut alors adopter une telle loi exponentielle. Ainsi, la surface de rupture dans la zone des compressions est la position ultime de la surface de charge courante au pic et ce pic est donc identifié par une valeur critique de la fonction d'écrouissage :  $\alpha_r \leq \alpha_m$ .

L'utilisation de la fonction de Heaviside permet de traduire l'exclusivité des 2 règles d'écrouissage. Ainsi, dans la région post-pic le matériau ne peut plus mobiliser les forces de frottement qui restent constantes et maximales. Et la résistance ultime est essentiellement liée au frottement et est égale à la force de frottement au pic.

#### 4.5.1.5 Endommagement

L'endommagement, constaté dans les essais triaxiaux, pourrait être introduit en utilisant la simple théorie de la contrainte équivalente, c'est-à-dire en considérant l'endommagement comme une mesure de la réduction de la surface active (Hoxha *et al.* 2001), et en réalisant des calculs plastiques à partir du concept de la contrainte équivalente (Chiarelli 2001). Comme nous l'avons déjà remarqué précédemment, la déformation induite par l'endommagement semble dans notre cas avoir une faible importance, et il en est de même pour le couplage plasticité-endommagement. Ainsi, on peut considérer ces 2 mécanismes découplés tant que le chargement mécanique est le seul actif. Par contre, si on considère que pour les matériaux rocheux granulaires le processus de déformation de la roche est essentiellement gouverné par l'endommagement des liaisons entre les grains (propagation des fissures au niveau des joints de grains), alors le comportement de la roche peut être modélisé en ne tenant compte que du phénomène d'endommagement et en "oubliant" la plasticité. Cependant, dans le cadre du GISOS, nous avons choisi dans une première approche la voie élasto-plastique,

Dans un cadre hydromécanique couplé, l'endommagement peut influencer de façon non négligeable le comportement général du matériau. Afin de prendre en compte l'endommagement, le modèle d'endommagement isotrope de Lemaitre (Lemaitre 1985) peut être adopté. Il s'agit pour l'instant seulement de propositions pour un développement futur de notre modèle général de comportement, les simulations qui seront réalisés par la suite ne tiendront donc pas compte dans un premier temps de ce phénomène d'endommagement. Nous donnons donc juste les aspects principaux du couplage dans le cadre hydromécanique. En considérant le modèle de Lemaitre et la théorie des milieux poreux de Biot (35) (36), le coefficient de Biot  $b$  (ou tenseur de Biot si le matériau est anisotrope) varie en fonction de la variable d'endommagement  $D$  (37) :

$$\underline{\underline{\sigma}}' = \underline{\underline{\sigma}} - b p \underline{\underline{1}} \quad (35)$$

$$\Delta p = -b M \Delta \varepsilon_v \quad \text{avec } p : \text{pression de pore} \quad (36)$$

$$b(D) = 1 - \frac{K_B(1-D)}{K_S} \quad (37)$$

Avec  $K_B$ , la compressibilité drainée de la roche, et  $K_S$ , la compressibilité des grains. La roche devient de plus en plus incompressible avec l'augmentation de l'endommagement.

#### 4.5.2 Détermination des paramètres de la loi

Tous les paramètres du modèle sont déterminés à partir des essais triaxiaux. Nous discutons dans ce paragraphe de la méthode de détermination de ces différents paramètres.

### ➤ Paramètres définissant la fonction de charge

Il s'agit des paramètres de l'expression (15) :

$$g(\theta) \quad \alpha_m \quad \alpha_0 \quad k \quad C_0$$

La fonction  $g(\theta)$  dépend de l'angle de Lode et du paramètre  $Rs$ . Comme nous l'avons noté précédemment, ce dernier paramètre peut être déterminé à partir de vrais essais triaxiaux. Nous avons choisi arbitrairement une valeur de 1, qui est la valeur maximale possible. Pour les essais triaxiaux nous avons considéré la fonction  $g(\theta)$  égale à 1, fonction qui d'ailleurs restera toujours égale à 1, quel que soit le chemin de contrainte, si  $Rs = 1$ .

Les autres paramètres reliés à la surface de charge peuvent être identifiés en traçant dans le plan  $p, q$  les résultats des essais triaxiaux, à savoir les résistances au pic ainsi que les seuils de plasticité (Fig. 15). Les paramètres  $\alpha_m$  et  $\alpha_0$  représentent respectivement la pente de l'enveloppe de rupture et la pente de la surface initiale. Les paramètres  $k$  et  $C_0$  sont calculés à partir des valeurs à l'origine ( $p = 0$ ) de ces droites.

### ➤ Paramètres définissant les 2 règles d'érouissage

Il s'agit des paramètres  $a$  et  $g$ .

Pour déterminer le paramètre  $a$ , il suffit de représenter sur un graphique (Fig. 17) les valeurs de la distorsion plastique, déterminée à partir des courbes de déformation expérimentales, en fonction des valeurs de la règle d'érouissage  $\alpha$ , déterminées à partir de l'état de contrainte donné par l'expression (16) de la fonction de charge déjà paramétrée.

Sur le graphique de gauche de la figure 17, on constate qu'on a bien affaire à une fonction de saturation exponentielle et le paramètre  $b$  est déterminé aisément à partir de la représentation sur le graphique de droite. L'allure de l'évolution de la variable d'érouissage (distorsion plastique) en fonction de la règle d'érouissage  $a$  imposé la forme de l'expression décrivant cette règle :  $\alpha = \alpha_0$  pour une distorsion nulle et  $\alpha = \alpha_m$  pour une distorsion très importante.

On détermine ce paramètre dans le domaine plastique des différents essais triaxiaux réalisés. Comme nous nous y attendions, ce paramètre  $a$  dépend du chemin de contrainte parcouru et est donc très variable d'un confinement à l'autre. Dans un souci de simplification, et en étant en accord avec la démarche que nous avons choisie pour définir les règles d'érouissage, nous avons effectué une moyenne algébrique des valeurs de ce paramètre  $a$  à introduire dans le modèle général de comportement.

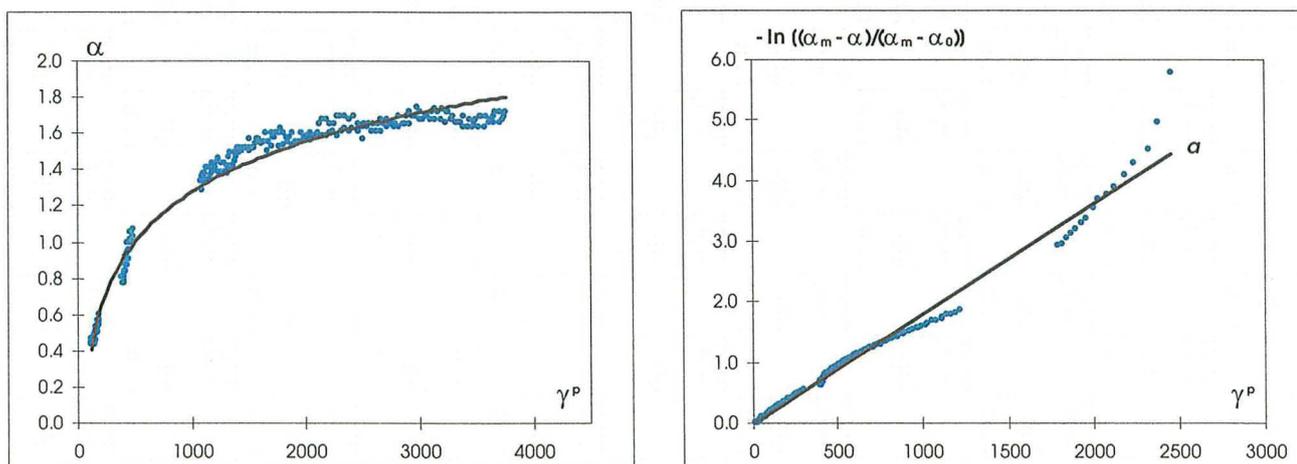


Figure 17 - Détermination du paramètre  $a$  de la règle d'érouissage positive.

Pour le paramètre  $g$ , le problème est plus complexe. Pour le déterminer il faudrait avoir des valeurs de la distorsion plastique après le pic. Ceci est malheureusement impossible dans le cadre de notre expérimentation car, bien que les déformations axiales post-pic soient accessibles via les capteurs externes de la presse, les déformations transversales données par les jauges extensométriques ne sont plus valables après le pic du fait de la localisation

des déformations. Toutefois, pour en obtenir une valeur approchée, il a suffi de réaliser des simulations numériques d'essais triaxiaux sur des éprouvettes (code de calcul *FLAC*) et d'ajuster ce paramètre afin que la simulation reproduise au mieux les déformations axiales expérimentales post-pic.

### ➤ Paramètre définissant le potentiel plastique

Il s'agit du coefficient de dilatance  $\beta$ . Sa détermination est expliquée sur les graphiques suivants (Fig. 18). Elle consiste à représenter la distorsion plastique en fonction de la déformation volumique. La pente  $b$  donne la direction de l'écoulement plastique dans l'espace des contraintes selon les expressions (21) et (22). Le graphique de gauche montre que les déformations plastiques sont toujours dilatantes du seuil initial jusqu'au pic traduisant l'absence de phase de contractance plastique au départ, et c'est ainsi le cas pour tous les essais triaxiaux réalisés sur le minerai de fer. Par contre, l'évolution de la distorsion plastique en fonction de la déformation volumique est de moins en moins linéaire quand on se rapproche du pic. La solution la plus juste aurait été de traduire cette évolution du coefficient de dilatance  $\beta$  en fonction du paramètre d'écrouissage dans une expression particulière. Mais cette solution a un prix; il est nécessaire d'introduire de nouveaux paramètres qui n'auraient fait qu'alourdir le modèle de comportement. Nous avons donc choisi par une approximation de déterminer ce paramètre à partir de la tangente à l'origine de cette courbe distorsion-déformation volumique.

Notons que le caractère ponctuel de la mesure des déformations à partir des jauges d'extensométrie rend parfois délicate la détermination du paramètre  $\beta$ . On constate en effet sur le graphique de droite que la déformation plastique, après une courte phase de dilatance, devient contractante alors que la courbe de la pression interstitielle, qui est une mesure volumique, indique que la déformation plastique reste toujours dilatante. Il s'agit de l'essai triaxial non drainé à 4 MPa de confinement sur le faciès ferrifère du minerai de fer sain.

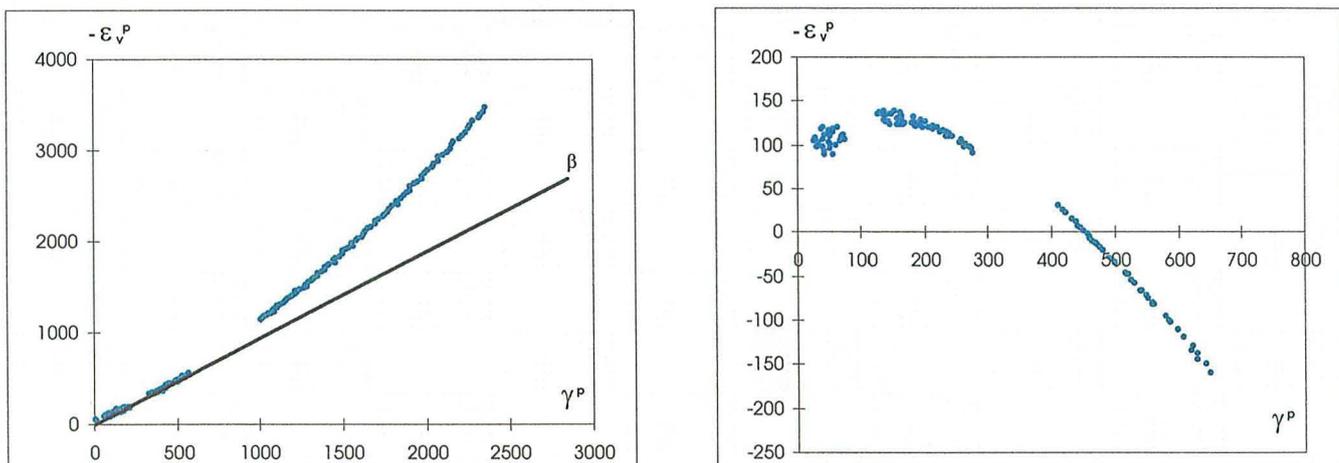


Figure 18 - Détermination du coefficient de dilatance  $\beta$  définissant le potentiel plastique.

### 4.5.3 Vérification et détermination des paramètres

La valeur des différents paramètres du modèle général de comportement pour le faciès ferrifère du minerai de fer sain est représentée dans le tableau 8.

La figure 19 représente pour le faciès ferrifère du minerai de fer sain la simulation de l'essai triaxial non-drainé à 4 MPa de confinement ainsi que les courbes expérimentales. Le modèle reproduit bien la déformation instantanée de la roche. Le comportement radoucissant post-pic est particulièrement bien reproduit. La différence dans la valeur de la contrainte au pic est liée au fait qu'une régression linéaire de toutes les résistances au pic des différents essais a été réalisée pour déterminer la pente définissant l'enveloppe de rupture du modèle de comportement. La simulation sur cette figure du même essai mais en condition drainée montre l'importance du couplage hydromécanique.

Cette simulation permet seulement de faire une première vérification des paramètres mais ne peut en aucun cas représenter une validation du modèle de comportement.

Tableau 7 - Paramètres du modèle pour le faciès ferrifère du minerai de fer sain.

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de Young	$E$ (MPa)	9100
Coefficient de Poisson	$\nu$	0.26
Coefficient de dilatance	$\beta$	-1
Seuil final	$\alpha_m$	1.79
Seuil initial	$\alpha_0$	0.63
Cohésion	$C$ (MPa)	7.6
Résistance en traction	$R_t$ (MPa)	0.7
Coefficient de Biot	$b$	0.93
Module de Biot	$M$	3100
	$R_s$	1
	$a$	2000
	$g$	1000
	$k$ (MPa)	-11.6

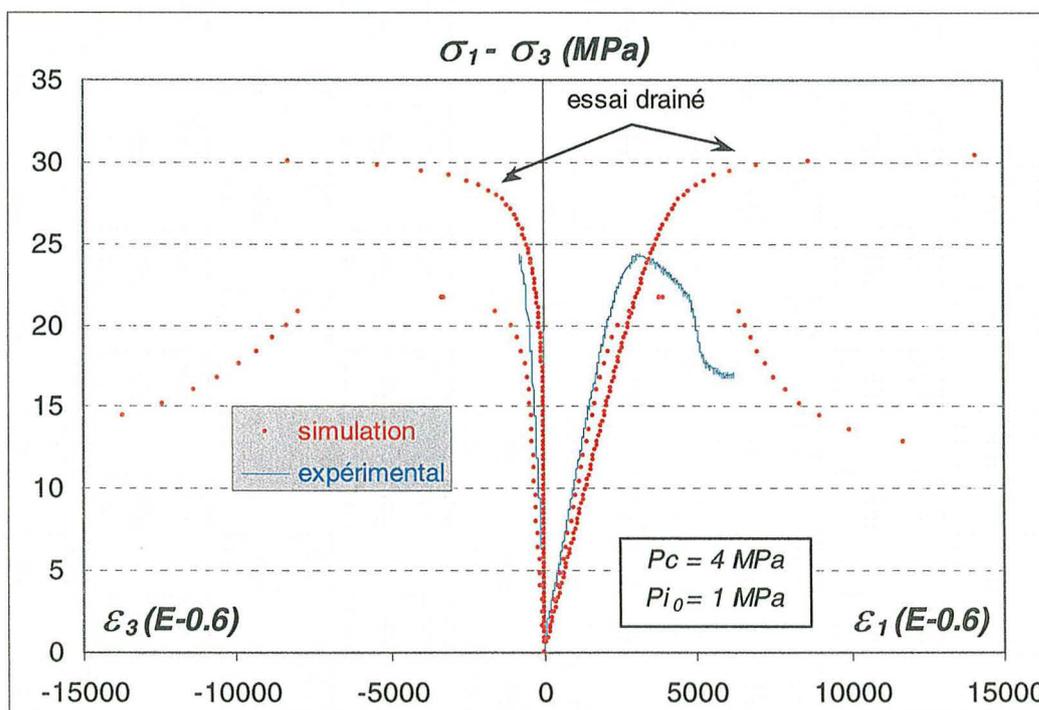


Figure 19 - Comparaison entre la simulation du modèle et les courbes expérimentales pour un essai triaxial non drainé à 4 MPa de confinement.

La simulation d'un essai d'extension latérale classique (Fig. 20 à gauche) ainsi que d'un essai d'extension latérale à contrainte moyenne constante (Fig. 20 à droite) permet de valider le modèle. Les résultats de ces extensions latérales n'ont en effet pas servi à la détermination des paramètres de la loi. En outre, l'extension latérale est un chemin de contrainte différent du chemin de contrainte triaxial qui est à la base de la formulation de la loi de comportement. Les résultats de ces simulations montrent un assez bon accord entre les prédictions du modèle et les résultats des essais hydromécaniques, en tenant compte des différences dans la valeur des modules de déformation d'un échantillon à un autre.

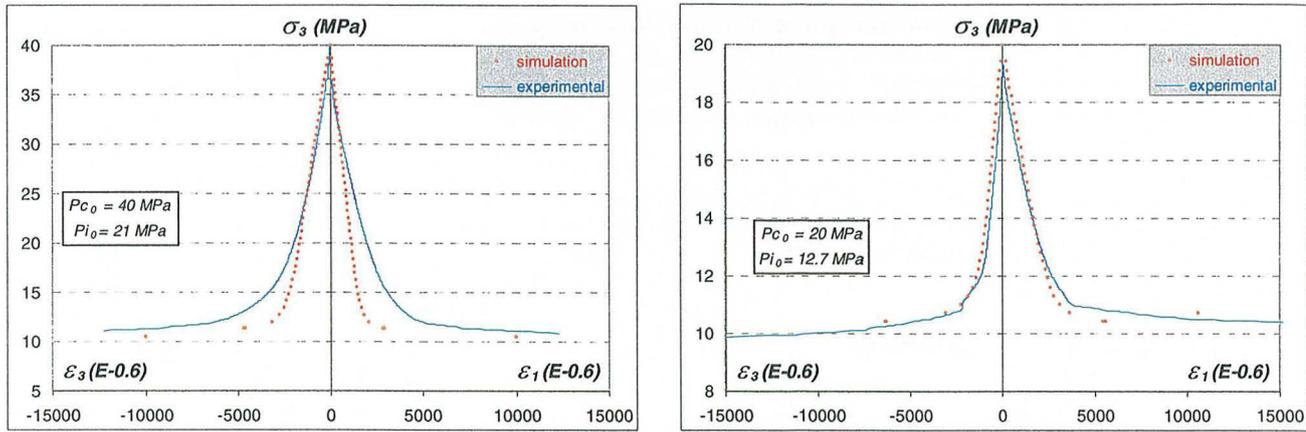


Figure 20 - à gauche : Validation du modèle par simulation d'une extension latérale non drainée.  
 - à droite : Validation du modèle par simulation d'une extension latérale non drainée à contrainte moyenne constante.

Concernant les autres roches saines caractérisées, à savoir le faciès carbonaté du minerai de fer, ainsi que les marnes intercalaires, nous avons vu que les mécanismes de déformation étaient sensiblement les mêmes. Cependant, la grande hétérogénéité de ces faciès (teneur en carbonates très variable) induit des valeurs très dispersées dans l'espace des contraintes, comme on peut le constater sur la figure 21. Cette dispersion rend la détermination des paramètres de la loi précédente assez compliquée. Le faciès carbonaté du minerai de fer, étant le moins représentatif dans les piliers, ne sera de toute façon pas modélisé. Les paramètres des marnes intercalaires seront présentés au cours du chapitre sur la modélisation.

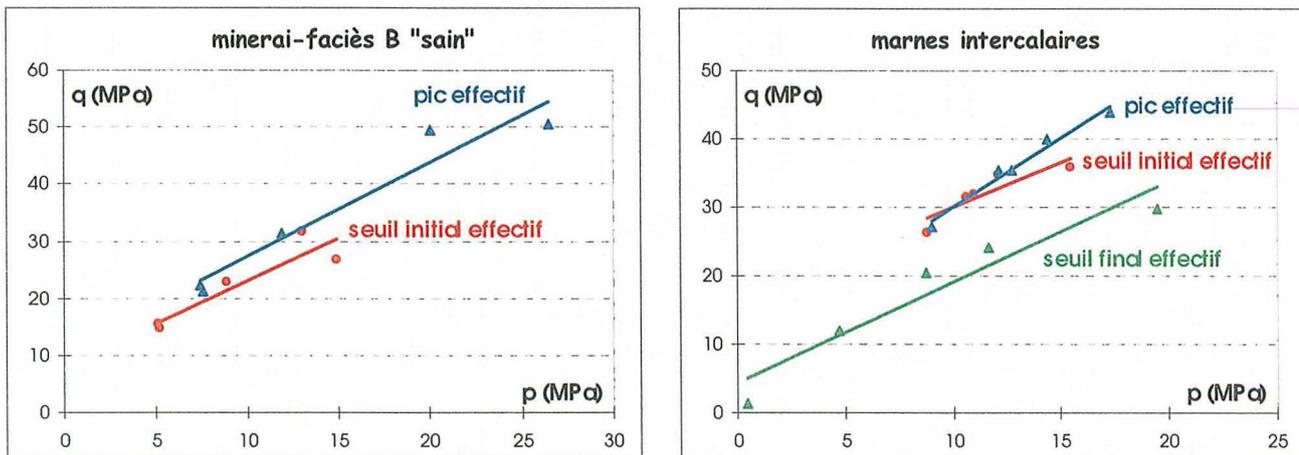


Figure 21 - à gauche : Surfaces de charge caractéristiques du faciès carbonaté du minerai de fer sain.  
 - à droite : Surfaces de charge caractéristiques des marnes intercalaires saines.

### 4.6 INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU MINERAI

Le temps d'exposition à l'atmosphère minière des piliers de protection est, comme nous l'avons vu au chapitre 3, un paramètre important dans l'évolution du comportement du minerai de fer. Afin d'apporter une solution réaliste aux effondrements miniers, il est donc nécessaire de prendre en compte les modifications micro-structurales induites par les transformations minéralogiques. Les principales transformations minéralogiques caractérisant le vieillissement d'origine anthropique du minerai de fer sont, rappelons-le :

- Dégradation du ciment inter-oolithique carbonaté (sidérite) et argileux.
- Néoformation d'un dépôt d'oxydes de fer qui cristallise en croûte à structure alvéolaire sur des oolithes.
- Desquamation de cette croûte et du cortex intra-oolithique, et déchaussement des oolithes qui n'adhèrent plus au ciment.

Tous ces processus physiques s'accompagnent d'un développement de fissures dans le ciment inter-oolithique et dans les oolithes. Il s'agit maintenant de traduire ces modifications intimes du minerai de fer en termes de variations de la loi de comportement. L'altération du ciment inter-oolithique, qui est un phénomène micro-mécanique, apparaît à une échelle macroscopique comme une diminution de la cohésion inter-oolithique ou inter-granulaire.

Cette diminution de cohésion va certainement se traduire par une réduction des différents seuils de la loi de comportement : seuil de plasticité et seuil de rupture. Il faut cependant analyser le problème en fonction du faciès du minerai de fer, à savoir ferrifère ou carbonaté.

### ➤ Faciès ferrifère du minerai de fer

Nous avons vu au chapitre précédent que c'était le faciès le plus sensible au vieillissement. Sur la figure 22 sont représentées les surfaces de charge caractéristiques du faciès ferrifère du minerai de fer sain à gauche et à droite celles du faciès ferrifère du minerai de fer vieilli exposé à l'atmosphère minière en 1930, c'est-à-dire le minerai de fer qui présente le vieillissement le plus important. On constate effectivement que tous les seuils, et plus particulièrement le seuil de rupture, sont abaissés du fait du vieillissement. En outre, tous les seuils du minerai de fer vieilli sont confondus et la cohésion et surtout le frottement sont donc pratiquement constants. Les forces internes qui sont représentées par cette cohésion et ce frottement ne semblent plus que très peu sollicitées pendant le chargement mécanique. L'augmentation du frottement reste faible pendant l'écroutissage et il en est de même pour la diminution de la cohésion pendant le radoucissement post-pic, ainsi que nous l'avons déjà remarquée précédemment au vu des résultats des essais triaxiaux (Fig. 10). Le mécanisme résiduel de déformation plastique est pour le minerai de fer vieilli surtout le fait du frottement au niveau des limites de grains tandis que la cohésion déjà affaiblie ne joue plus qu'un rôle mineur même après le pic. Le minerai a perdu une grande partie de sa cohésion en vieillissant.

Ainsi, la cohésion du matériau étant affaiblie, les processus plastiques démarrent pour une contrainte plus faible que pour le minerai de fer sain. La diminution du seuil de rupture est particulièrement bien visible sur le graphique de gauche de la figure 23. Pour conclure, le vieillissement du faciès ferrifère du minerai de fer se traduit par une diminution des caractéristiques mécaniques liées à une diminution de la résistance à court terme et du seuil initial de plasticité. Les propriétés élastiques (module de Young et coefficient de Poisson) restent inchangées comme nous l'avons constaté précédemment après l'analyse des résultats expérimentaux.

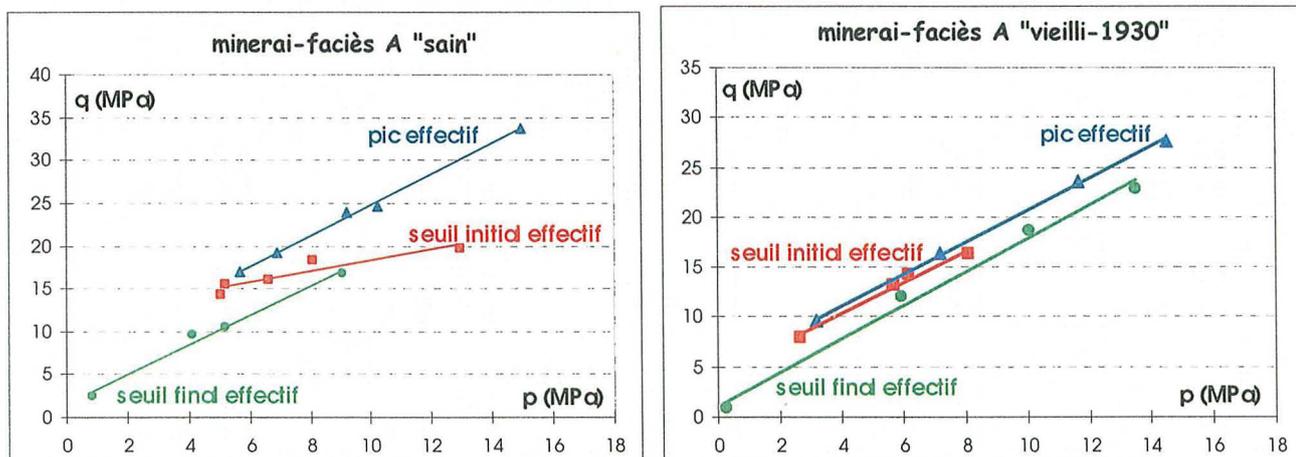


Figure 22 - à gauche : Surfaces de charge caractéristiques du faciès ferrifère du minerai de fer sain.  
- à droite : Surfaces de charge caractéristiques du faciès ferrifère du minerai de fer vieilli (1930).

La loi de comportement établie pour le minerai de fer sain sera appliquée au faciès vieilli, en tenant compte de la modification des paramètres liée au phénomène de vieillissement. Cette modification touchera essentiellement les caractéristiques des différents seuils (frottement et cohésion); nous verrons ce point au chapitre 6. Cependant, on ne modélisera pas la cinématique du vieillissement sachant que nous n'y avons pour l'instant pas accès.

### ➤ Faciès carbonaté du minerai de fer

L'influence du comportement mécanique est différente selon le faciès du minerai de fer. Pour le faciès carbonaté du minerai de fer, les analyses minéralogiques ont montré que la présence en abondance de carbonates de calcium rendait invisible les néoformations minéralogiques et les modifications micro-structurales restaient négligeables. Pour preuve, on ne constate pas de modifications dans le comportement mécanique par rapport au même faciès du minerai mais à l'état sain. Le graphique de droite de la figure 23 montre notamment que la surface au pic reste inchangée bien que ce minerai de fer ait été exposé à l'atmosphère minière depuis près d'un siècle.

Un autre échantillon du minerai de fer exposé à cette époque, mais correspondant cette fois-ci au faciès ferrifère, a été caractérisé mécaniquement à partir d'un essai de compression uniaxiale. On constate que la valeur de la résistance en compression simple est beaucoup plus faible que celle du faciès carbonaté et se rapproche de celle du minerai précédent (faciès ferrifère et exposition à l'atmosphère minière vers 1930). Ce résultat prouve définitivement que **le paramètre primordial du vieillissement du minerai de fer est bien la nature ferrifère du faciès**. Viennent ensuite les **conditions physico-chimiques locales** et le **temps d'exposition à l'atmosphère minière**.

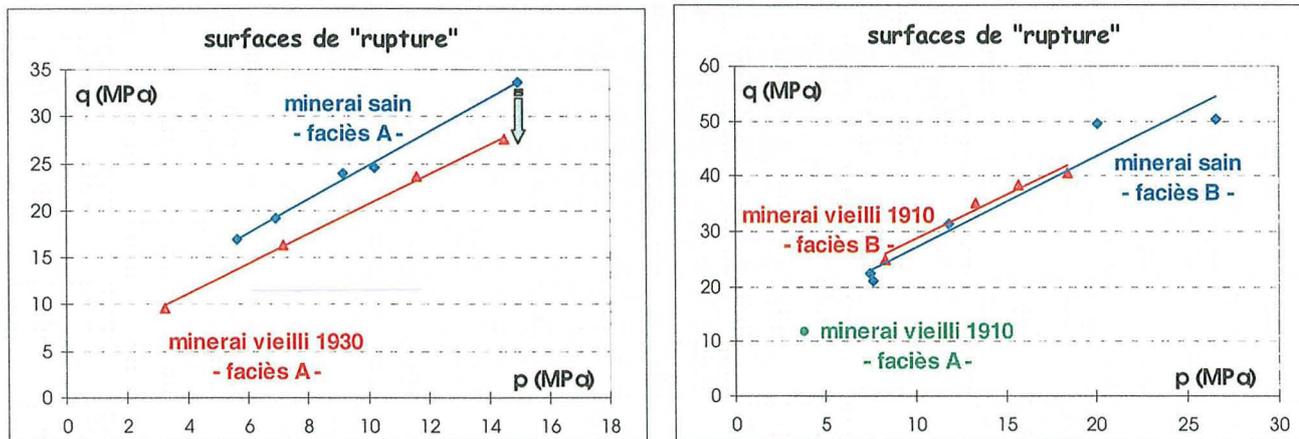


Figure 23 - à gauche : Surfaces de rupture du faciès ferrifère du minerai de fer sain et vieilli (1930).  
 - à droite : Surfaces de rupture pour le faciès carbonaté du minerai de fer vieilli (1910).

Une série d'essais triaxiaux non-drainés a également été réalisée sur le faciès ferrifère du minerai de fer exposé à l'atmosphère minière en 1970. Le faible temps d'exposition ainsi que des conditions locales certainement peu défavorables se traduisent par l'absence de vieillissement. On peut le constater sur le graphique 24 qui montre que la résistance du minerai de fer exposé en 1970 n'est pas affaiblie puisque sa surface de "rupture" se situe au-dessus de celle du minerai de fer sain, en tenant compte bien entendu des hétérogénéités du matériau.

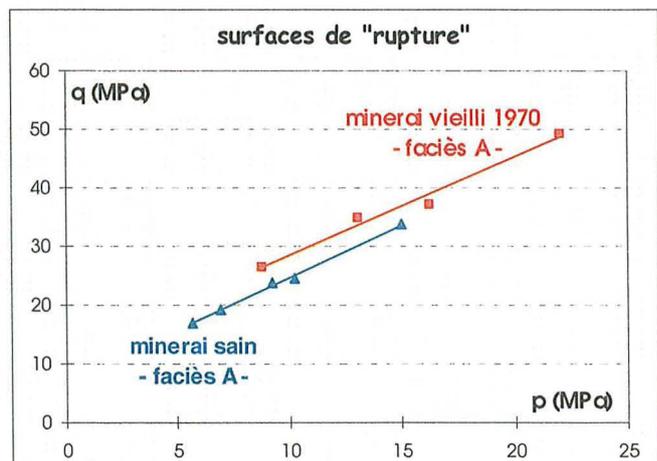


Figure 24 - Surfaces de rupture du faciès ferrifère du minerai de fer sain et vieilli (1970).

## 4.7 CONCLUSIONS

Il a été question dans ce chapitre de l'étude du comportement mécanique des roches de la formation ferrifère lorraine. Cette étape de caractérisation mécanique fait suite à l'étude des caractéristiques physiques et minéralogiques et ainsi que de leur évolution dans le temps. Les résultats expérimentaux ont été à l'origine de la loi de comportement hydromécanique proposée pour décrire le comportement instantané de ces roches. Les échantillons testés correspondent aux 2 faciès (ferrifère et carbonaté) du minerai de fer sain et vieilli constituant les piliers ainsi qu'aux marnes intercalaires formant le toit des galeries exploitées. Les essais hydromécaniques ont consisté en une série d'essais hydrostatiques et déviatoriques.

A partir des résultats expérimentaux on a pu déterminer la présence d'un seul mécanisme de déformation plastique actif dans la gamme des contraintes qui concerne les mines de fer : le mécanisme de plasticité déviatorique lié au cisaillement de la matrice rocheuse. En chargement hydrostatique, le comportement des roches reste élastique. Sous chargement triaxial, nous avons également identifié la présence d'un endommagement de type isotrope pour le minerai de fer et de type transverse pour les marnes intercalaires. En outre, le couplage hydromécanique, dont les paramètres du modèle de Biot ont été déterminés à partir des essais hydrostatiques, est actif.

Une fois ces mécanismes physiques identifiés, nous nous sommes attelés à l'élaboration d'une loi mécanique élasto-plastique susceptible de décrire le comportement de ces roches. Cette loi est basée sur une généralisation du modèle classique de Mohr-Coulomb. Elle intègre 2 règles d'écrouissage, l'une positive pour décrire le comportement pré-pic par l'augmentation des forces internes de frottement et de cohésion au cours de l'écrouissage, et l'autre négative pour décrire le comportement post-pic par la diminution des forces internes de cohésion pendant le radoucissement. Ces deux règles d'écrouissage sont exclusives. Cette généralisation tient donc compte des phénomènes physiques mis en jeu au cours d'un chargement de courte durée et tous les paramètres du modèle ont une réelle signification physique. Afin de proposer des solutions économiques aux problèmes étudiés, le nombre de paramètres du modèle a été réduit au minimum rendant ainsi son utilisation très souple. La validation du modèle a été effectuée en simulant des essais mécaniques réalisés sous un chemin de contrainte différent de celui qui a servi à l'écriture de la loi. Le modèle ajuste bien les courbes expérimentales que ce soit avant ou après le pic.

Le couplage hydromécanique a été réalisé en considérant le modèle de contrainte effective de Biot. De plus, l'influence de l'endommagement sur la déformation totale a été jugée comme négligeable par rapport à l'influence de la plasticité. Tant que le chargement est purement mécanique, on peut considérer les deux mécanismes comme découplés. Cependant, dans un cadre hydromécanique couplé, l'endommagement peut influencer de façon non négligeable le comportement général du matériau, et une solution est proposée, à titre indicatif pour l'instant, pour en tenir compte. L'écriture de la loi de comportement a été basée sur le faciès ferrifère du minerai de fer sain, ce faciès étant le plus représentatif dans les piliers abandonnés. Les résultats expérimentaux sur les autres faciès du minerai de fer (carbonaté et vieilli) ainsi que sur les marnes intercalaires ont montré que la loi de comportement est suffisamment générale pour pouvoir s'y adapter.

Finalement, l'influence du vieillissement sur le comportement mécanique du minerai de fer a également été analysée. Le vieillissement du minerai se caractérise par la dégradation du ciment inter-oolithique et par la néoformation de nouveaux minéraux. Le résultat final et principal est la perte de la cohésion inter-granulaire (ou inter-oolithique) de la roche. A l'échelle macroscopique, il apparaît une réduction des différents seuils caractéristiques de la fonction de charge, à savoir le seuil initial de plasticité et surtout le seuil de rupture. Les propriétés élastiques ne sont pas altérées. D'un point de vue phénoménologique, la roche a perdu une grande partie de sa cohésion en vieillissant et les forces de frottement restent les seules à jouer encore un certain rôle pendant un chargement. Par ailleurs, le fait que le faciès carbonaté du minerai de fer ne soit pas altéré par le vieillissement d'un point de vue minéralogique et également mécanique démontre que le paramètre déterminant du vieillissement du minerai de fer est bien la nature ferrifère du faciès. Viennent à la suite les conditions physico-chimiques locales et le temps d'exposition à l'atmosphère minière.

## CHAPITRE 5

# Etude du comportement différé du minerai de fer

## 5.1 INTRODUCTION

Une loi de comportement hydromécanique pour la plasticité instantanée a été proposée au chapitre précédent, à partir d'une série d'essais de laboratoire, afin de modéliser le comportement à court terme des roches de la formation ferrifère lorraine. L'étude de la stabilité des mines de fer exploitées en chambres et piliers nécessite également de caractériser le comportement à long terme de ces roches, et notamment celui du minerai de fer constituant les piliers.

La prise en compte du comportement différé associé au fluage nécessite donc la réalisation d'essais mécaniques spécifiques. En effet, si une contrainte est maintenue constante, comme dans un essai de fluage, la roche continue à se déformer pendant longtemps et la rupture peut se produire à des contraintes bien plus faibles que la résistance en compression obtenue à partir d'un essai de laboratoire à court terme. La gamme des contraintes qui s'exercent sur les piliers abandonnés de minerai de fer est, comme nous le verrons au prochain chapitre, telle que les effondrements ne peuvent pas être expliqués à partir d'une analyse à court terme. Le long terme concerne les effets du vieillissement, caractérisés précédemment, et les effets du fluage, sachant que les deux phénomènes sont couplés. En effet, les effets du vieillissement rentrent en collaboration avec les effets du fluage pour donner une plus grande importance au paramètre temps.

Mettre en évidence l'influence du temps sur le comportement des roches revient pratiquement à effectuer des essais de fluage. L'essai de fluage le plus simple à réaliser, et qui est le plus utilisé pour déterminer les propriétés rhéologiques à introduire dans les lois de comportement mécaniques, est l'essai en compression monoaxiale, mais des essais triaxiaux peuvent être également réalisés. Les essais de fluage de notre étude seront, dans l'attente de prochains essais de fluage triaxiaux, des essais en compression monoaxiale, conduits selon le principe des multi-paliers de contrainte, c'est-à-dire que la contrainte est augmentée par intervalles de temps sur une même éprouvette. Il s'agit des premiers essais de fluage effectués au LaEGO et ils ont la particularité de tester un collier de mesure des déformations radiales de fluage mis au point par le laboratoire. Ces essais de fluage n'ont pour l'instant été réalisés que sur le minerai de fer.

Les différents mécanismes physiques identifiés à partir des essais de fluage sont des informations qui serviront de base à l'écriture d'une loi de comportement différée tridimensionnelle pour le minerai de fer. C'est donc le deuxième point de ce chapitre. Il s'agira dans un premier temps de définir précisément le fluage dans son cadre théorique puis, à partir des lois de fluage existantes, de proposer une loi adaptée à notre matériau. Cette loi sera généralisée afin de tenir compte des particularités physiques du minerai de fer. Par ailleurs, dans le but de tenir compte de l'influence mutuelle entre la plasticité instantanée et la plasticité différée, la loi de fluage sera couplée à la loi mécanique déjà établie pour le minerai de fer.

## 5.2 PROCEDURE EXPERIMENTALE

### 5.2.1 Programme expérimental

Le matériau étudié est donc le faciès ferrifère du minerai de fer (ferri-arénite) constituant les piliers de la couche grise exploitée, c'est-à-dire le faciès le plus représentatif. Les échantillons de ce matériau ont été prélevés dans les sondages verticaux réalisés à Joeuf et traversant les piliers en leur centre, on caractérise donc les propriétés de fluage du minerai de fer "sain" ou du minerai de fer initial du point de vue des transformations minéralogiques.

Les essais de fluage sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques de 38 mm de diamètre et d'éclatement 2. Le carottage des éprouvettes est réalisé, comme pour les essais à court terme, dans des niveaux choisis comme étant représentatifs du faciès étudié. Les éprouvettes sont sciées et rectifiées à l'eau. Selon l'état hydrique souhaité pour l'échantillon, la procédure est différente :

#### ➤ **Eprouvettes saturées**

Une fois les éprouvettes préparées, on suit la procédure suivante :

- Saturation des éprouvettes sous vide (procédure LaEGO) et par de l'eau de site (eau de débordement du tunnel de Moyoeuvre).
- Mesure des dimensions, de la masse et de la vitesse des ondes P et S.
- Mise en place des éprouvettes dans la cellule destinée à être immergée d'eau (Fig. 1).

#### ➤ **Eprouvettes à humidité contrôlée**

Il s'agit d'éprouvettes exposées à une atmosphère dont l'humidité relative est proche de 100 %.

- Saturation initiale des éprouvettes par immersion dans de l'eau de site.
- Mesure des dimensions, de la masse et de la vitesse des ondes P et S.
- Mise en place des éprouvettes dans la cellule étanche. Un niveau d'eau permet d'obtenir une atmosphère saturée (Fig. 2).
- Un temps d'équilibre hydrique roche-atmosphère est observé avant le début de l'essai de fluage.

### 5.2.2 Appareillage et instrumentation

#### 5.2.2.1 Instrumentation des éprouvettes

Pour la mesure des déformations de fluage, les jauges habituellement utilisées pour les essais mécaniques de courte durée, ne sont plus adaptées puisqu'elles sont insuffisamment stables dans le temps. On utilise alors des capteurs de type "LVDT" pour les essais à long terme. Chaque éprouvette est équipée de 2 LVDT's pour la mesure des déformations axiales de fluage. Pour la mesure des déformations radiales, généralement difficiles à obtenir, un collier de mesure constitué de 4 capteurs LVDT's a été mis au point au laboratoire et a été utilisé pour cette étude (Fig. 1).

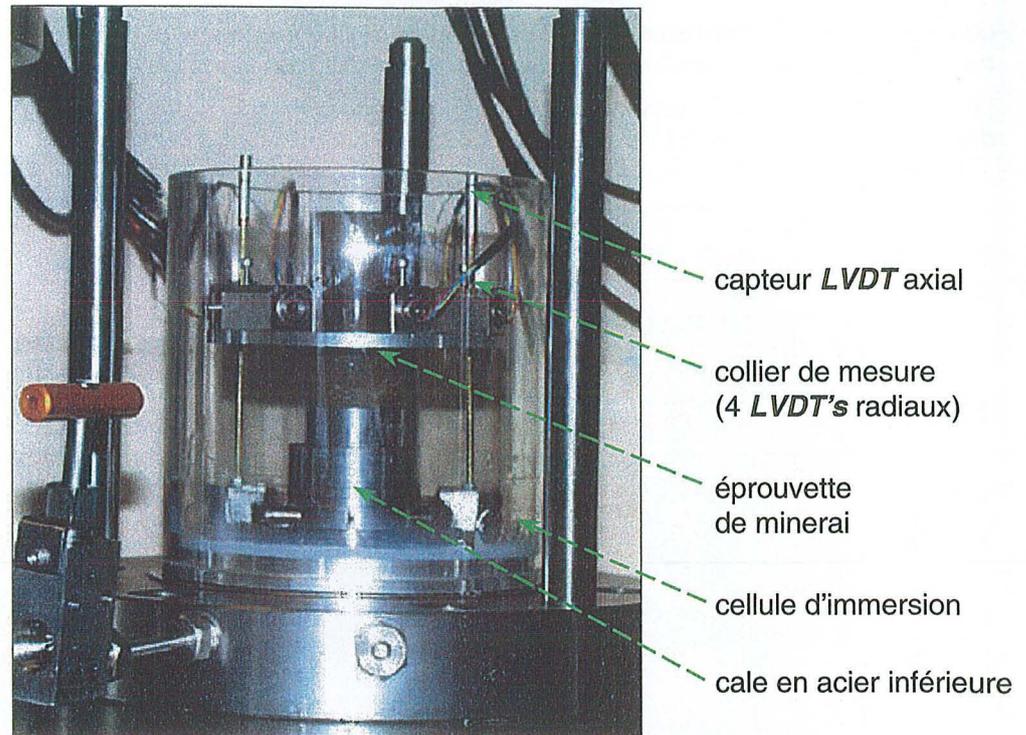


Figure 1 - Epreuve équipée et installée dans une cellule destinée à être immergée.

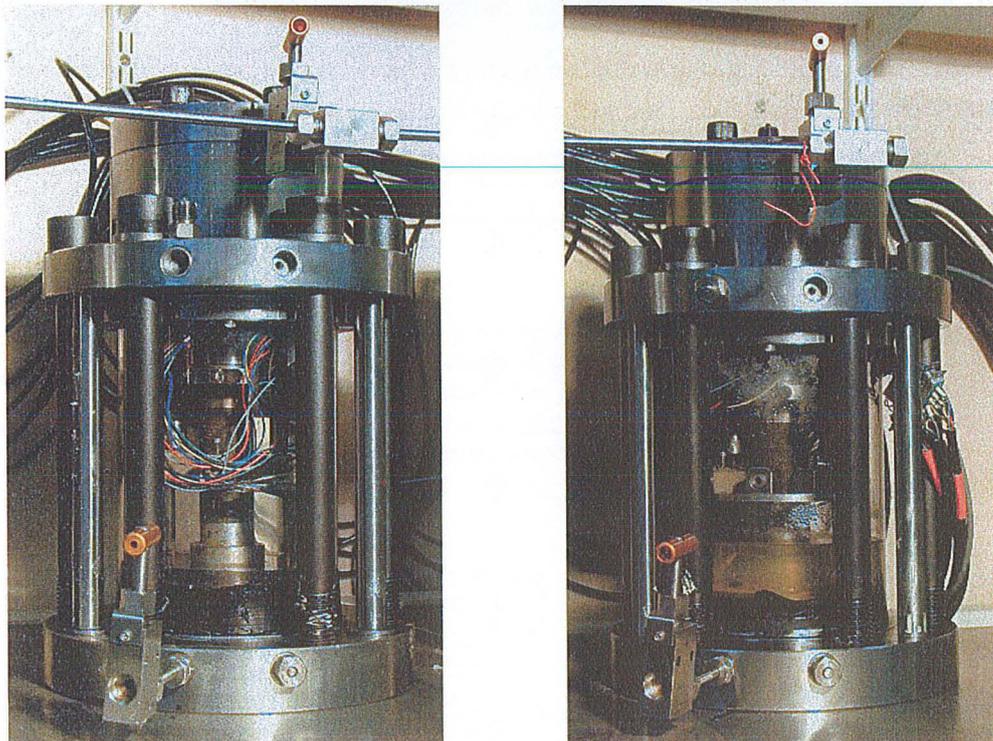


Figure 2 - Epreuve équipée et installée dans la cellule étanche à atmosphère saturée avant (à gauche) et après (à droite) équilibre hydrique.

#### 5.2.2.2 Dispositif expérimental

Pour les essais de fluage, les éprouvettes, entourées d'une enceinte en plexiglas étanche, sont placées dans des cellules de compression uniaxiale avec chapeau autonome. Les cellules de fluage sont montées en série (Fig. 3); ainsi, on peut tester plusieurs éprouvettes avec le même générateur de pression. Ce générateur est le même que celui utilisé pour les essais à court terme; il permet un asservissement linéaire de la pression (jusqu'à 100 MPa) au

cours des chargements instantanés et un maintien de la consigne de pression pendant l'essai de fluage. Il est relié à chapeau autonome de chaque cellule par l'intermédiaire de capillaires.

Le logiciel "SESTAR 3.2" permet de piloter le générateur de pression pendant les chargements instantanés et les déformations des capteurs LVDT's sont recueillies par une centrale d'acquisition.

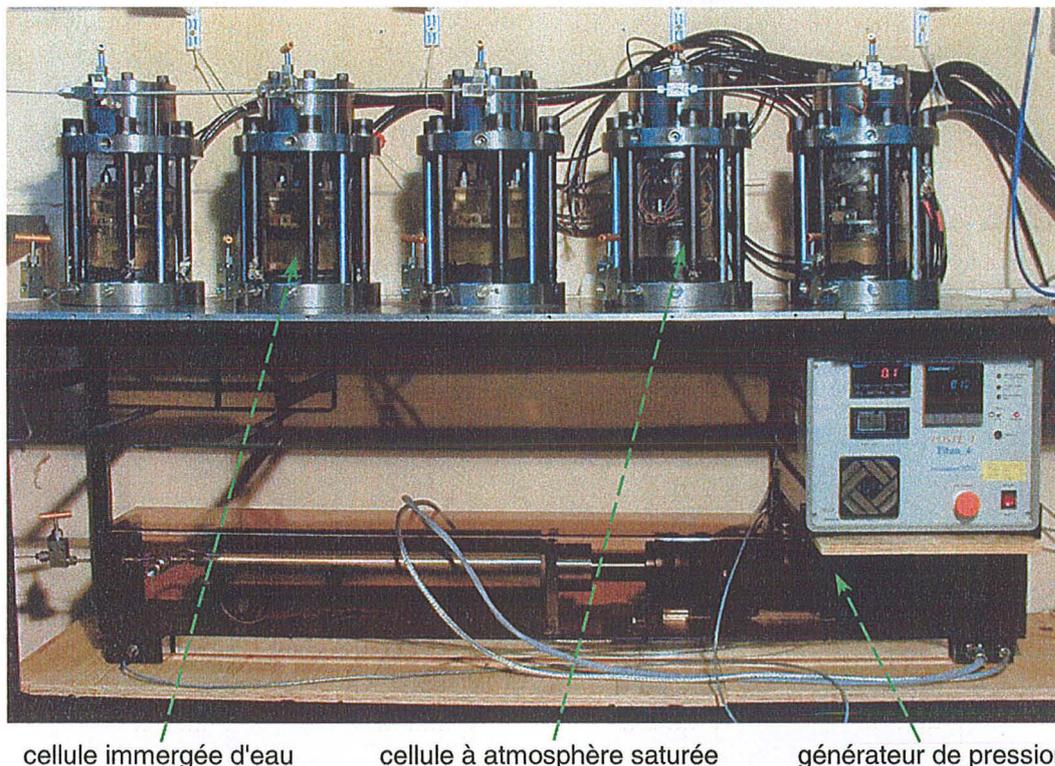
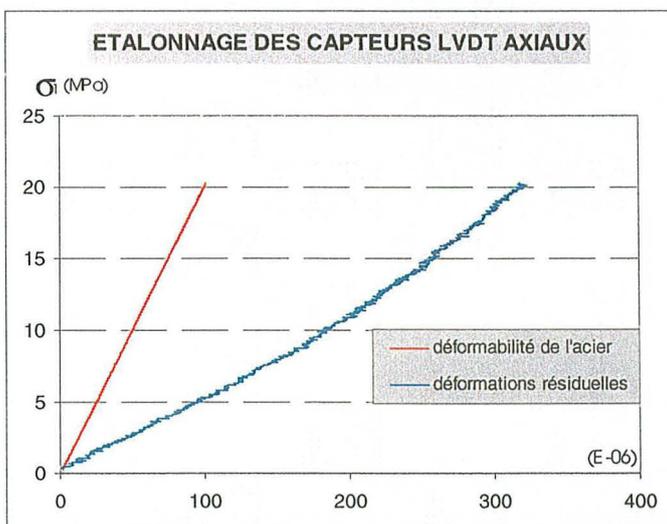


Figure 3 - Dispositif expérimental : cellules de fluage montées en série.

### 5.2.2.3 Remarques sur l'appareillage

Le collier de mesure des déformations radiales de fluage mis au point au laboratoire est performant. Cependant, certains essais réalisés au laboratoire n'ont pas été présentés dans ce rapport car le signal des capteurs LVDT's des colliers de mesure a été très perturbé et les informations concernant les déformations radiales étaient inutilisables. Ce problème est lié à la corrosion par l'eau des ressorts contenus dans ces capteurs radiaux. Il est donc primordial, dès lors que l'on se trouve en condition humide, d'utiliser un matériel neuf avant chaque essai de fluage.



Pour que les modules instantanés donnés par les LVDT's axiaux soient exacts, ces capteurs doivent être étalonnés afin de prendre en compte les déformations résiduelles dues au serrage des 2 interfaces correspondant au contact entre les deux faces de l'éprouvette et les cales d'acier inférieure (Fig. 1) et supérieure. Ces déformations résiduelles dépendent de la qualité de rectification des éprouvettes du matériau étudié. Afin de les approcher au mieux, on étalonne le système à l'aide d'une cale en acier rectifiée dont le module d'élasticité doit être pris en compte (Fig. 4).

Figure 4 - Courbes d'étalonnage des capteurs LVDT's axiaux.

### 5.2.3 Conditions d'essai

L'essai de fluage peut être réalisé soit en condition drainée, après dissipation complète de la pression interstitielle, soit en condition non drainée sur le matériau saturé, en compression uniaxiale ou triaxiale. Pour cette étude, les essais seront effectués sous chargement uniaxial et en condition drainée. Ils seront réalisés dans la salle climatisée du laboratoire du fait de la sensibilité des déformations de fluage et des systèmes de mesure à la température.

#### 5.2.3.1 Paliers de contrainte

Des échantillons soumis à des contraintes faibles par rapport à la résistance en compression uniaxiale à court terme vont rarement au-delà du fluage primaire, mais si la contrainte est proche de la résistance à la compression, un fluage accéléré se produit immédiatement, entraînant rapidement la rupture de l'éprouvette. Le choix de la contrainte est donc d'une importance considérable car chaque expérience occupe l'appareillage pendant un long intervalle de temps. Cette difficulté peut être en partie levée en réalisant des essais de fluage multi-paliers de contrainte (augmentation de la contrainte par intervalles de temps).

La réalisation de cette expérience par des paliers de contrainte déviatorique croissants permet d'apprécier (Cf. Fig. 2 en annexe) :

- le seuil de fluage (état de contrainte au-dessous duquel le fluage est négligeable),
- l'amplitude et les vitesses des déformations différées, qui augmentent en général avec le déviateur de contrainte,
- le seuil d'accélération du fluage qui caractérise la résistance à long terme des matériaux et qui est en général compris entre 50 et 70 % de la résistance en compression de courte durée.

On réalise des paliers de contrainte axiale au départ espacés puis plus rapprochés. Les pourcentages de contrainte indiqués sur les courbes de fluage situées en annexe sont rapportés à **22 MPa**, c'est-à-dire la résistance en compression uniaxiale déterminée à partir d'un essai de courte durée sur une éprouvette saturée (Cf. chapitre 4). La durée de chaque palier sera en général de 3 semaines. Une autre approche consiste à faire durer chaque palier de contrainte jusqu'à stabilisation des déformations différées; ainsi on peut déterminer la courbe limite du matériau étudié (Cf. Fig. 3 en annexe). Cependant, ce dernier résultat ne peut être obtenu qu'à partir d'essais de fluage sous contrainte constante pour lesquels un générateur de pression est nécessaire pour chaque éprouvette.

Concernant la vitesse de chargement des rampes entre les différents paliers, elle doit être justifiée par rapport aux essais à court terme. Cette vitesse est donc la même que celle utilisée au cours des essais de compression sur des éprouvettes saturées. Ce choix est nécessaire dans le cadre d'un couplage de la plasticité avec le fluage, couplage pour lequel on va considérer la plasticité instantanée comme un cas particulier du cadre général que représente la viscoplasticité.

#### 5.2.3.2 Conditions de saturation des échantillons

On essaie de faire varier les conditions hydriques des éprouvettes testées en attendant la réalisation d'essais de fluage à atmosphère contrôlée.

##### ➤ 1<sup>ère</sup> série d'essais

Les conditions expérimentales de chaque éprouvette de la première série d'essais (Fig. 5) sont les suivantes:

- Deux éprouvettes sont totalement immergées dans de l'eau (pression interstitielle nulle); leur degré de saturation est ainsi maximal. Les conditions hydriques sont donc celles des piliers actuellement inondés depuis l'arrêt des pompes d'exhaure et la remontée des eaux karstiques.
- Deux éprouvettes sont maintenues en atmosphère ambiante dans un premier temps puis immergées d'eau. On essaie de reproduire les conditions hydriques des piliers avant et après inondation des galeries, bien que l'humidité de l'atmosphère minière avant inondation soit bien supérieure à celle de notre salle d'essai climatisée. On espère par ailleurs observer une accélération de la vitesse de déformation et donc montrer l'importance du rôle de l'eau dans les phénomènes de fluage (déformations différées et résistance à long terme).
- La dernière éprouvette est maintenue en atmosphère ambiante pendant toute la durée de l'essai.

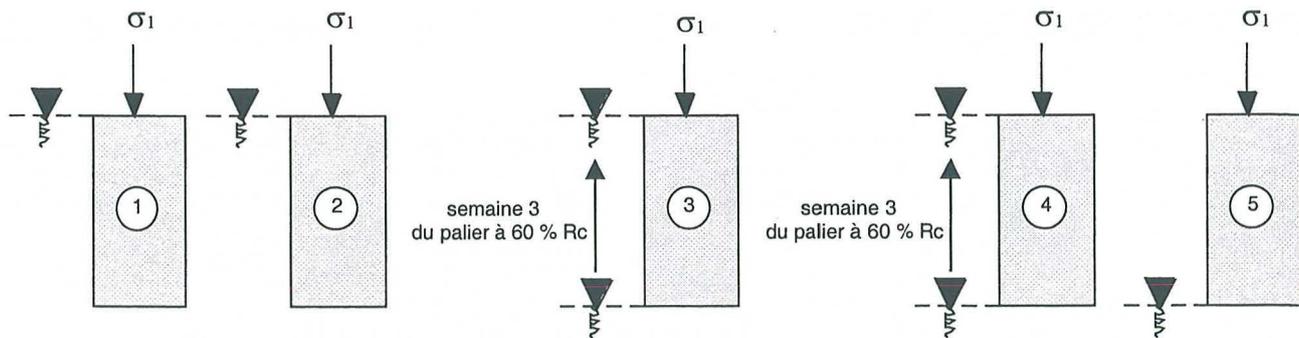


Figure 5 - Conditions de saturation des éprouvettes de la première série d'essais

Le choix du palier de contrainte et du moment pour lesquels se fera la mise en eau des éprouvettes 3 et 4 de cette première série d'essais est fonction de l'évolution des déformations de fluage. En effet, la donnée que l'on ne maîtrise pas précisément est le seuil d'accélération du fluage qui correspond en principe à la perte de linéarité des déformations radiales ou au seuil de dilatance, déterminé à partir d'un essai de compression de courte durée et qui peut varier de 50 à 70 % de la résistance au pic. L'immersion devra donc être effectuée d'une part avant d'atteindre ce seuil et d'autre part pendant le fluage secondaire si on veut observer une accélération induite de la vitesse de fluage.

### ➤ 2<sup>ème</sup> série d'essais

Une deuxième série d'essais de fluage a été menée dans les mêmes conditions hydriques que la première. Les 2 premières éprouvettes sont initialement à atmosphère ambiante puis immergées d'eau, et les 3 autres éprouvettes sont immergées dès le départ.

### ➤ 3<sup>ème</sup> série d'essais

Pour cette 3<sup>ème</sup> série, 5 éprouvettes ont également été testées. Les 3 premières sont immergées dans de l'eau dès le départ et les 2 suivantes sont exposées à une atmosphère à 100% d'humidité relative.

## 5.3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Les courbes de fluage ainsi que les chargements instantanés se trouvent en annexe. Les mesures des déformations radiales ne sont pas toujours correctes pour les raisons citées ci-dessous, et dans ce cas, les courbes expérimentales ne sont pas présentées.

### 5.3.1 Modules de déformation instantanés et résistances à long terme

Dans le tableau 1 sont représentés respectivement les modules axiaux des chargements instantanés, les modules radiaux, les coefficients de Poisson et les résistances à long terme. Ces résultats sont donnés en fonction des conditions hydriques imposées aux éprouvettes puis comparés avec les essais de compression à court terme réalisés sur des éprouvettes saturées. Sont donnés dans chaque cas la moyenne, l'écart type et le nombre d'essais réalisés pour chaque condition. Les cases vides correspondent aux cas où les données fournies par le collier de mesure ne sont pas exploitables.

Tableau 1 - Principaux résultats des essais de fluage, comparés aux essais monoaxiaux à court terme.

Conditions hydriques	Immersion complète	Atmosphère saturée	Atmosphère ambiante	Compression à court terme sur éprouvette saturée (A15 et A49)
Module axial $E_1$ (MPa)	8700 ± 1200 (8)	7800 ± 640 (2)	11400 ± 1700 (5)	8800 ± 1800 (2)
Module radial $E_2$ (MPa)	59100 ± 7100 (5)	-	109000 ± 25300 (4)	50000 ± 35000 (2)
Coefficient de Poisson	0.15 ± 0.03 (5)	-	0.11 ± 0.03 (4)	0.22 ± 0.12 (2)
Résistance à long terme (MPa)	15 (8)	13 (2)	-	19.4 ± 3.5 (2)

### ➤ Modules de déformation instantanés

Les modules axiaux et radiaux des éprouvettes saturées sont assez proches des modules instantanés obtenus à partir des compressions monoaxiales de courte durée, en tenant compte bien évidemment des inévitables hétérogénéités du matériau. Ce résultat n'est pas étonnant dans le sens où ces éprouvettes se trouvent dans les mêmes conditions d'humidité, à savoir saturées. En dépit d'un certain nombre d'essais échoués du point de vue de la mesure des déformations radiales, on peut conclure que le système de mesure des déformations, en particulier le collier de mesure des déformations radiales, est valable.

Dans le cas des éprouvettes exposées à l'atmosphère saturée d'humidité, les modules sont également très proches. Soumis à une telle atmosphère, les échantillons sont certainement totalement saturés. Pour se rapprocher des conditions hydriques *in situ* il faudrait réaliser des essais de fluage à atmosphère contrôlée, par exemple à 90 % d'humidité relative. Nous avons en effet noté dans le deuxième chapitre qu'à un tel niveau d'humidité le minerai de fer est loin d'être saturé, et on pourrait s'attendre dans ce cas à des résultats différents.

En ce qui concerne les autres éprouvettes exposées à l'atmosphère ambiante, assez sèche au demeurant, les modules sont plus importants. Ce résultat qui n'est pas étonnant traduit la grande sensibilité des propriétés mécaniques d'une roche au degré de saturation.

### ➤ Résistances à long terme

La résistance à long terme d'une roche peut être estimée de façon réaliste à partir d'essais de compression à court terme. De nombreux auteurs mettent en parallèle le seuil critique de propagation des fissures avec la résistance à long terme d'une roche. Ainsi, Aubertin *et al.* (2000) utilise une loi de croissance critique des fissures pour estimer le temps à la rupture. La limite d'initiation de l'endommagement détermine la résistance à long terme, que l'on peut approcher à partir du seuil de dilataance instantané. De même, Bieniawski (1967) considère que la contrainte pour laquelle la propagation instable des fissures démarre est donnée par le seuil de dilataance de la roche.

Pour le minerai de fer, les essais de compression uniaxiale (A15 et A49) sur des éprouvettes saturées donnent les résultats suivants : seuil de linéarité des déformations axiales ≈ 16.5 MPa, seuil de linéarité des déformations transversales ≈ 10 MPa, seuil de dilataance ≈ 14 MPa. Ces valeurs ne sont pas toujours évidentes à déterminer (dans le cas de la dilataance, la détermination est plus aisée) d'une part à cause de leur caractère subjectif et d'autre part à cause de la nature locale de la mesure des déformations par les jauges. La résistance en compression monoaxiale est en moyenne de 19.4 MPa.

La résistance à long terme des éprouvettes immergées et des éprouvettes exposées à une atmosphère à 100 % humide est en moyenne respectivement de 15 MPa et 13 MPa. Cette valeur est donc assez proche du seuil de dilataance instantané. Toutefois, il convient de remarquer que les paliers de fluage sont suffisamment espacés et la durée des paliers suffisamment courte (en moyenne 3 semaines) pour induire des erreurs dans la détermination de la résistance à long terme.

Concernant les éprouvettes initialement à atmosphère ambiante, leur immersion par de l'eau provoque une rupture très rapide si le niveau de contrainte est suffisamment élevé (Fig. 6). La rupture en chargement instantané de la

dernière éprouvette de la première série d'essais, exposée continuellement à un état d'humidité ambiante, s'est d'ailleurs produite à une contrainte de 33 MPa, valeur bien plus élevée que la résistance à court terme. Ces résultats dénotent l'importance fondamentale du rôle de l'eau dans les déformations de fluage et dans la résistance à court et à long terme d'une roche. Une roche est en effet plus résistante à l'état sec qu'à l'état saturé. Cette propriété est liée au phénomène de corrosion des fissures sous contrainte et au fait que la propagation des fissures est accélérée par la présence d'eau (lubrification des lèvres des fissures). La rupture des éprouvettes initialement à atmosphère ambiante a été rendue possible car la contrainte pour laquelle l'immersion a été faite est supérieure à la contrainte définissant le seuil du fluage secondaire permanent menant à plus ou moins long terme à la rupture.

Il serait en outre utile de réaliser des essais de fluage à différentes atmosphères afin de prendre en compte les phénomènes de succion dans le cadre des milieux partiellement saturés.

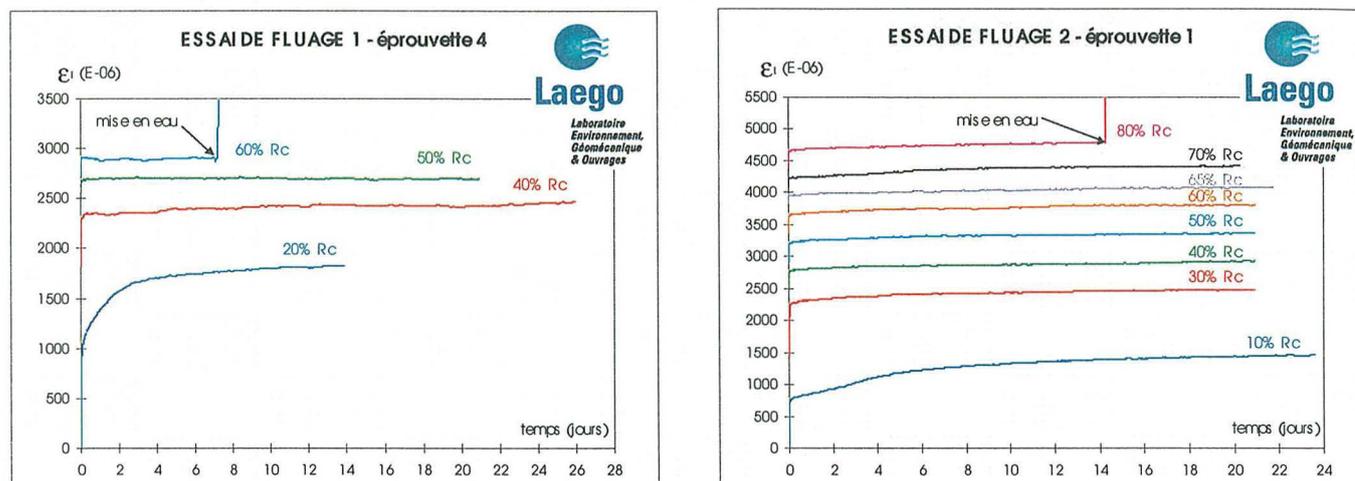


Figure 6 - Courbes de fluage sur des éprouvettes initialement à atmosphère ambiante puis immergées d'eau à 13.2 MPa (à gauche) et à 17.6 MPa (à droite). 100 % Rc = 22 MPa.

### 5.3.2 Déformations de fluage

#### ➤ Eprouvettes saturées

Les premières remarques concernent la détermination des seuils de fluage. Le seuil de fluage, au-dessous duquel il n'y a pas de déformations différées, est estimé à partir des courbes expérimentales à environ 2 MPa. Il n'est pas évident à déterminer précisément car les paliers ont été espacés pour les faibles contraintes. Le seuil de fluage secondaire (stationnaire ou à vitesse constante) est également très compliqué à déterminer. En effet, pour identifier précisément le seuil de fluage secondaire permanent, des paliers de contrainte assez long sont nécessaires. Dans certains de nos essais, le fluage semble permanent pour un niveau de contrainte donné sur la durée du palier, puis, au palier de contrainte suivant, redevient primaire. Le seuil de fluage secondaire permanent détermine le début de la phase de propagation stable des fissures.

Le seuil du fluage accéléré, quant à lui, détermine la limite de propagation instable des fissures. Une fois ce seuil atteint, la rupture de l'éprouvette se produit dans tous les cas très rapidement (quelques heures). On ne peut donc pas parler de seuil de fluage tertiaire tel qu'il est connu pour des matériaux tels que les métaux, les roches cristallines ou les roches salines.

Les déformations radiales montrent, dans le cas de la première éprouvette de la première série d'essais (Fig. 7) que le fluage à vitesse constante a lieu dès le premier palier à 4.4 MPa. On peut alors penser que le mécanisme d'ouverture des fissures est bien prépondérant dans les déformations de fluage. En effet, l'endommagement du matériau entraîne l'ouverture et le développement de microfissures et cela dès ce faible niveau de contrainte; les déformations de fluage radiales sont en effet plus importantes que les déformations axiales. La propagation stable de ces microfissures a lieu lorsque le seuil de fluage secondaire est atteint et ce seuil peut être différent selon qu'il est axial ou radial. Le moment où le développement des microfissures s'accélère définit le seuil d'accélération du fluage qui mène à la rupture des éprouvettes dès que les fissures ont pu se brancher provoquant ainsi la localisation des déformations.

Ces interprétations sont valables pour cette éprouvette et ne se reproduisent pas forcément pour les autres essais, surtout du fait de la grande hétérogénéité du matériau.

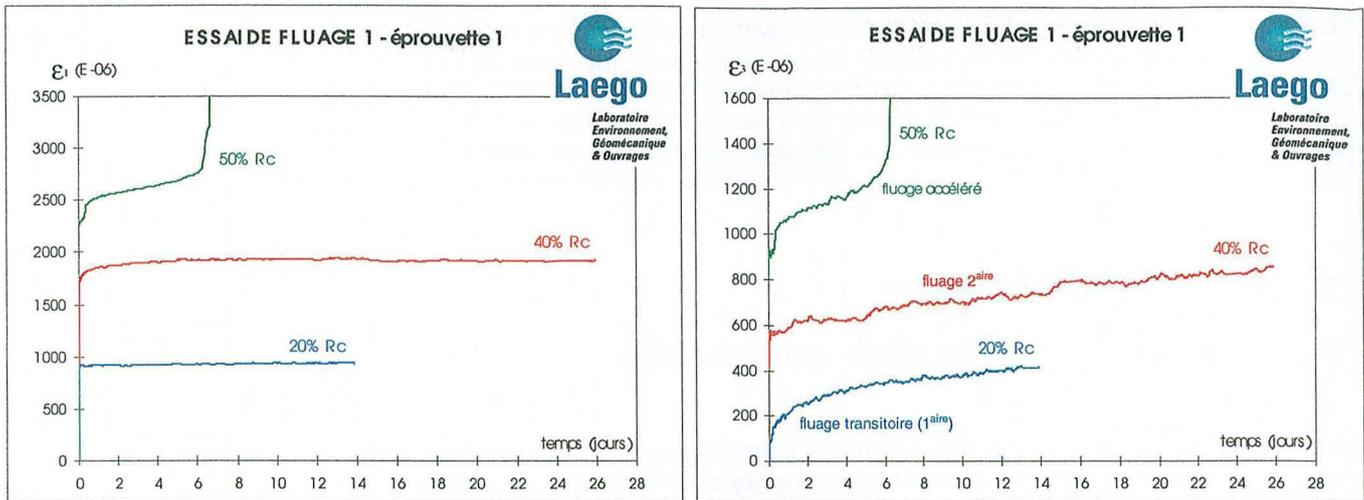


Figure 7 - Courbes de fluage obtenues à partir d'une éprouvette saturée (100 % Rc = 22 MPa).

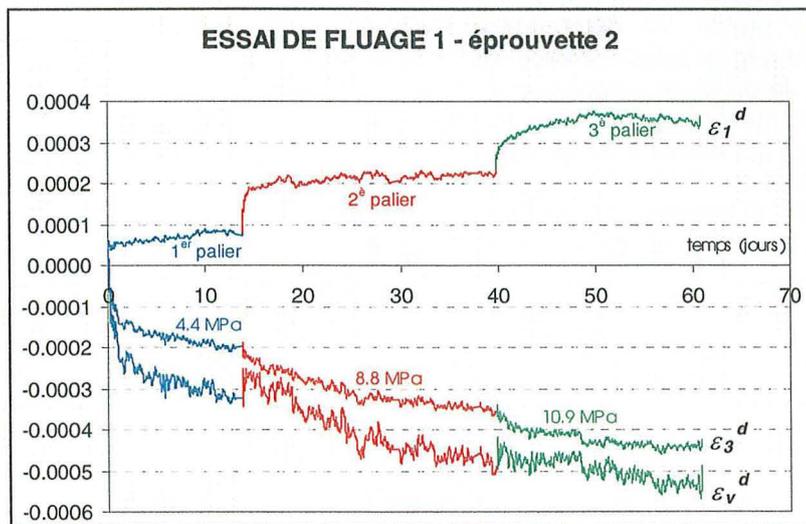


Figure 8 - Déformations différées obtenues à partir d'un essai de fluage multi-paliers sur une éprouvette saturée.

Sur la figure 8 sont représentées les déformations différées axiales, radiales et volumiques obtenues à partir de l'essai de fluage réalisé sur la deuxième éprouvette saturée de la 1<sup>ère</sup> série d'essais. L'information principale à en retenir est l'existence de **déformations volumiques différées** qui traduisent la **dilatance** du minéral de fer. Cette compressibilité volumique et cette dilatance sont des paramètres importants à prendre en compte dans la formulation de loi de fluage que nous allons proposer par la suite.

➤ **Eprouvettes à atmosphère ambiante**

Les déformations axiales et radiales sont en général perturbées par les variations d'humidité ambiante. Par ailleurs, les déformations radiales, comme on peut le constater sur la figure 9, deviennent rapidement négatives ce qui semble indiquer que le minéral de fer subit un retrait dans la direction radiale. En effet, à l'état initial, les éprouvettes sont saturées puis perdent leur humidité dans l'atmosphère ambiante expliquant ainsi ce retrait qui est possible du fait de la présence d'argiles dans l'espace interoolithique et dans les oolithes elles-mêmes. Le taux de déformation radiale (retrait) obtenu est en moyenne de 0.04 %, ce qui est très faible mais suffisant pour perturber fortement les déformations de fluage.

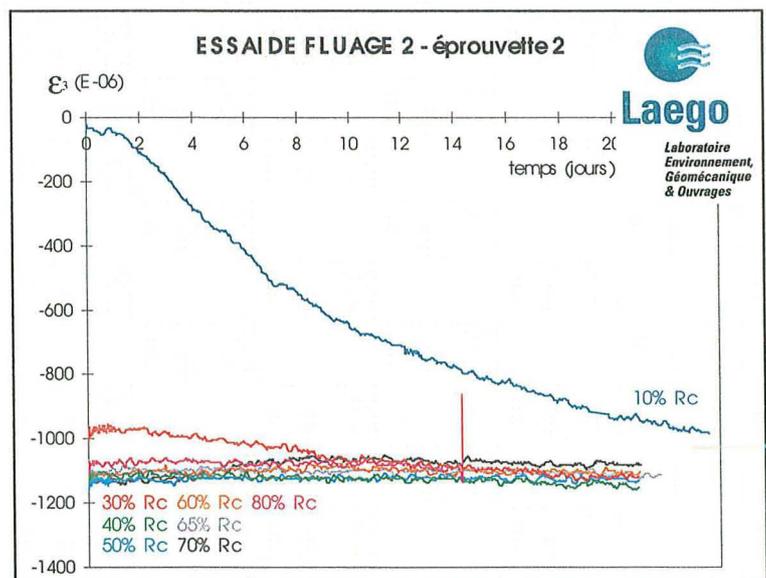


Figure 9 - Courbes de fluage radiales (éprouvette à atmosphère ambiante).

En outre, la mise en contact avec l'eau des systèmes de mesure provoque une perturbation des déformations axiales et radiales, certainement du fait d'une variation d'impédance des capteurs induite par ce contact. Même après immersion, les déformations des éprouvettes initialement à atmosphère ambiante sont très perturbées. Ces perturbations ont certainement pour origine la rouille accumulée au fond de la cellule et qui se dépose sur les capteurs au moment de l'immersion. **La stabilité des conditions d'essai**, et notamment **l'humidité**, est donc un paramètre fondamental déterminant la qualité de mesure des déformations de fluage.

## 5.4 MODELE DE FLUAGE

### 5.4.1 La plasticité dans le cadre viscoplastique

Le concept de la plasticité classique peut être considéré comme un cas particulier d'un cadre plus général qui est la **viscoplasticité** ou plutôt la **plasticité dépendante du temps** (Fig. 10 à droite). Ainsi, pour un état d'écoulement fixé, la vitesse d'écoulement est d'autant plus grande que l'état de contrainte est éloigné du centre X. Entre les 2 surfaces de charge extrêmes se situe donc le domaine de la viscoplasticité. La surface d'élasticité initiale la plus proche du centre est déterminée à partir d'une vitesse de chargement nulle (ou à partir d'essais de fluage). Dans le deuxième cas, vitesse de chargement très rapide, les déformations dépendantes du temps (déformations visqueuses) peuvent être considérées comme négligeables car elles n'ont pas le temps de se produire. On parle alors de **plasticité instantanée** et non plus de plasticité indépendante du temps. L'élasticité et la plasticité sont donc instantanées dans un concept classique, mais elles dépendent toutefois de la vitesse de chargement (ou de déformation). Ainsi, si un essai de compression est réalisé à différentes vitesses, très lente à très rapide, le résultat sur le comportement du matériau est représenté sur la figure 10 (à gauche). Elle montre que l'augmentation de la vitesse cause une augmentation des modules élastiques, du seuil d'écoulement, de la résistance à la rupture, tandis que la ductilité du matériau diminue. Ces phénomènes sont typiques pour de nombreux matériaux (Kraus 1980).

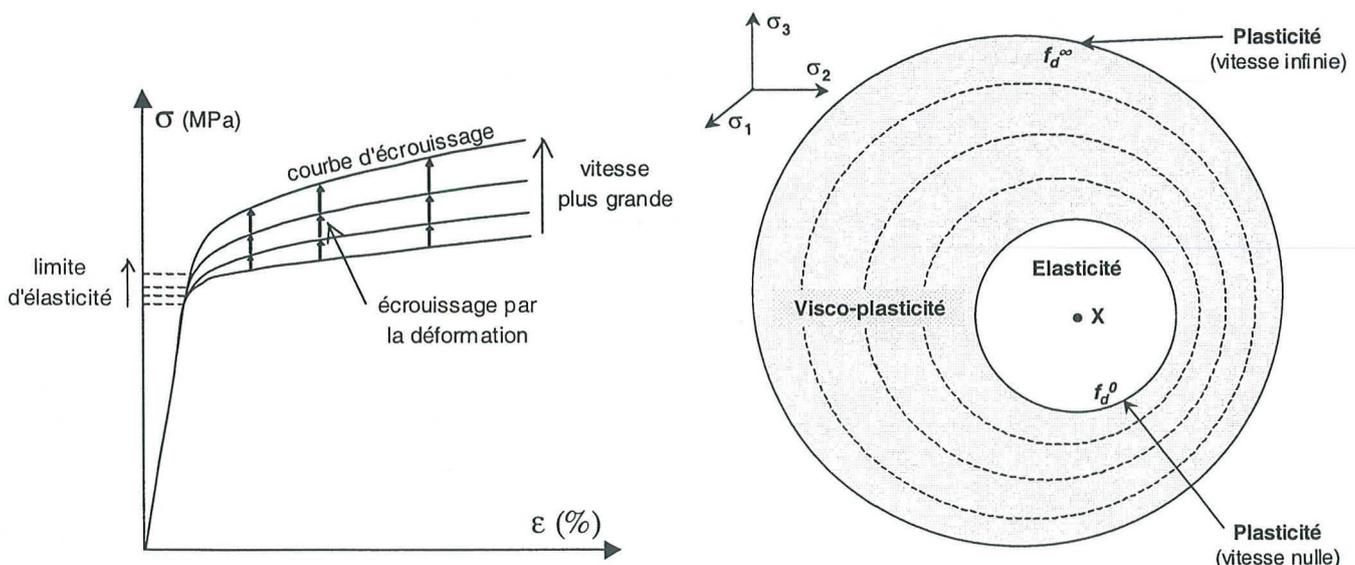


Figure 10 - à gauche : Influence de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique.  
- à droite : Surfaces équipotentielles de l'écoulement (d'après Lemaître et al. 1985).

### 5.4.2 La plasticité différée

#### 5.4.2.1 La modélisation en plasticité différée : Aspects phénoménologiques

Les déformations de fluage sont soit décrites par la théorie de **l'écrouissage par la déformation** (*Strain-Hardening*) dans laquelle la vitesse de fluage dépend de la déformation de fluage, soit par la théorie de **l'écrouissage par le temps** (*Time-Hardening*) pour laquelle la vitesse de fluage dépend explicitement du temps. Les lois de fluage basées sur le temps simulent moins bien les résultats expérimentaux. Le temps n'influence pas

les causes de contrainte ou de déformation et ne peut donc pas constituer une variable thermodynamique indépendante; ainsi on doit éviter dans les lois de fluage la dépendance explicite du temps (Haupt 1991).

La théorie du *Strain-Hardening* simule correctement les résultats expérimentaux (Rabotnov 1969), et ils sont mathématiquement préférables dans le sens où la variable temps n'apparaît pas explicitement dans la fonction vitesse de déformation. Par ailleurs, d'un point de vue micromécanique, avec cette théorie l'état du matériau n'est décrit que par sa structure interne; ce qui veut dire que le matériau ne se rappelle que de sa structure interne (et non pas du temps ou des contraintes). L'histoire de la déformation étant conservée dans cette structure interne, la déformation viscoplastique peut constituer une approximation raisonnable (Munson et Wawerik 1991 dans Moustachi 1995), bien que la déformation ne soit pas simplement reliée à la structure.

Pour conclure, cette approche du fluage par la théorie du *Strain-Hardening* est en accord avec l'approche que nous avons choisie pour décrire le comportement plastique indépendant du temps et dans laquelle la déformation plastique (et élastique) constitue également la variable d'état interne décrivant la structure du matériau.

Plusieurs lois de fluage plus ou moins élaborées ont ainsi vu le jour. On peut citer par exemple :

- La loi de Vyalov, couramment appliquée aux sols gelés.
- La loi de Rabotnov, basée sur le *Strain-Hardening*, et pour laquelle la déformation de fluage ne constitue pas la seule mesure de l'érouissage et que d'autres mécanismes peuvent y intervenir.
- La loi d'Eckardt, écrite à partir d'essais sur les sols gelés.
- La loi de Lemaître (Lemaître *et al.* 1985), qui exprime le fluage à partir de la théorie du *Strain-Hardening* et qui est basée sur des essais de fluage, d'érouissage et de relaxation. La formulation détaillée de la loi classique de Lemaître, dite "d'érouissage-viscosité", ainsi que celle de la loi de comportement différée tridimensionnelle qui en découle se trouvent en annexe.

Morlier (1964) utilise une loi proposée par Michelson (1917) à la suite d'essais de torsion pour décrire le fluage sur de longues durées et sous compression simple des roches minières avec serrage, tel le minerai de fer.

Toutes ces lois sont valables quand il s'agit de reproduire les essais de laboratoire, mais nous allons porter notre choix sur la **loi de Lemaître** pour plusieurs raisons. D'une part, cette loi est définie à partir des mécanismes physiques classiques de la plasticité (érouissage notamment). D'autre part, Lemaître propose une expression générale de sa loi de fluage en utilisant un formalisme similaire à celui de la plasticité instantanée (respect des règles thermodynamiques). L'utilisation de cette loi dans le cadre d'un couplage plasticité instantanée-plasticité différée est donc envisageable. De plus, nous cherchons une loi capable de reproduire les essais de fluage multi-paliers réalisés pour étudier le comportement différé du minerai de fer, et de ce point de vue la loi de Lemaître est adaptée, bien qu'elle ait ses propres limites qui seront discutées à la fin de ce chapitre.

Le fluage primaire de la plupart des métaux est très bien représenté par une loi de type Andrade (dans Lemaître *et al.* 1985) :

$$\sigma = A \times t^{1/q} \quad (A, q: \text{coefficients dépendant du matériau et de la température}) \quad (1)$$

La loi de Norton traduit la relation existant entre la vitesse de fluage secondaire et la contrainte (dans Kraus 1980) :

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \left( \frac{\sigma}{\lambda} \right)^N \quad (\lambda, N : \text{autres coefficients caractéristiques du matériau et de la température}) \quad (2)$$

Pour les grandes vitesses de fluage secondaire, l'exposant  $N$  a tendance à augmenter. Il existe également une loi d'évolution pour l'exposant  $N$  :

$$N = N_0 + \alpha(N_0 + 1)\sigma^{N_0 + 1} \quad (3)$$

Ainsi,  $N$  varie entre  $N_0$  pour une faible contrainte et l'infini pour une contrainte infinie; ce qui correspond bien aux observations expérimentales.

Il existe également dans le cadre du fluage une phase initiale sans déformations différées (contrainte trop faible) qui va délimiter par la suite le seuil d'élasticité (surface de charge initiale) dans le cadre de la viscoplasticité, et une phase de fluage accéléré (contrainte suffisamment élevée), appelée phase de fluage tertiaire dans le cas, notamment, des métaux. Cette dernière étape est caractérisée par une augmentation rapide de la vitesse du fluage conduisant à plus ou moins long terme à la rupture du matériau. Ce fluage "tertiaire", accéléré dans le cas des roches granulaires, ne sera pas traité dans le cadre de la viscoplasticité. Il pourra éventuellement être pris en compte via un couplage de la viscoplasticité avec l'endommagement (Lemaître 1985).

### 5.4.2.2 Formulation d'une loi de comportement différé

#### ➤ Hypothèse de partition des déformations

On se replace, comme au chapitre précédent traitant de la plasticité instantanée, dans le cadre de la partition de la déformation totale, à savoir :

$$\epsilon = \epsilon^e + \epsilon^{in} \quad (4)$$

$\epsilon^{in}$  étant la déformation inélastique, c'est-à-dire non réversible. Elle correspond à la déformation plastique instantanée et à la déformation viscoplastique (déformation de fluage) :

$$\epsilon^{in} = \epsilon^p + \epsilon^{vp} \quad (5)$$

Ainsi, en tenant compte du fait, comme nous l'avons vu précédemment, que le comportement élastique n'est pas influencé par les déformations viscoplastiques, l'hypothèse de partition des déformations devient :

$$\epsilon = \epsilon^e + \epsilon^p + \epsilon^{vp} \quad (6)$$

Toutefois, le terme viscosité est plutôt employé, par analogie avec la viscosité des fluides, pour décrire le fluage secondaire au cours duquel la vitesse d'écoulement est constante, ainsi on écrit plutôt :

$$\epsilon = \epsilon^e + \epsilon^p + \epsilon^d \quad (\epsilon^d : \text{déformation différée ou de fluage}) \quad (7)$$

La déformation plastique instantanée ne sera pas considérée présentement mais sera prise en compte dans le cadre du couplage plasticité-fluage. Quant à la déformation élastique instantanée, elle est déjà intégrée dans le modèle de comportement élasto-plastique à court terme.

On ne parlera donc pour l'instant que de la déformation de fluage, ou déformation différée. Le terme de déformation plastique sera réservé à la plasticité instantanée. La viscoplasticité est donc un cadre général, plus large, dans lequel la plasticité instantanée, ainsi que le fluage, sont des cas particuliers (chargement instantané ou déformation instantanée et seuil de plasticité instantané). Entre ces deux cas particuliers est situé le domaine où les deux mécanismes sont actifs simultanément ou couplés (Fig. 9).

Par ailleurs, les déformations différées ont lieu quelle que soit la nature de la déformation instantanée (élastique ou plastique); les déformations différées possédant leur propre limite, dite seuil de fluage, à ne pas confondre avec le seuil de plasticité instantanée. Ainsi, il est plus convenable d'utiliser le terme de couplage élastoplasticité-fluage. Les processus permettant ce fluage étant, dans le cas de notre matériau, bien entendu des processus plastiques, l'écriture de la loi de comportement différée sera basée sur les principes thermodynamiques de la plasticité.

#### ➤ Choix des variables thermodynamiques et potentiel de dissipation différé

Pour être en accord avec la plasticité à court terme, les variables thermodynamiques (ou variables indépendantes) sont :

- La variable d'état observable : la déformation totale  $\epsilon$ .
- La variable d'état interne décrivant l'état de la structure interne du matériau : la déformation plastique de fluage  $\epsilon^d$  et la variable d'écrouissage  $V_k$ .
- La variable thermodynamique associée à la déformation élastique : la contrainte  $\sigma$ .

On utilise alors comme variable interne une variable d'écrouissage isotrope  $r$  de nature scalaire. On choisit la distorsion plastique équivalente :

$$\gamma^p = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{e}}^p : \underline{\underline{e}}^p} \quad (8)$$

Dans ce cadre de la plasticité différée, on parle désormais de distorsion différée que l'on peut exprimer en termes de vitesse :

$$\dot{\gamma}^d = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}^d : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}^d}} \quad (9)$$

La notion de surface de charge est remplacée, dans l'espace des contraintes, par une famille de surfaces équipotentielles en chaque point desquelles la vitesse de déformation (ou la dissipation) est la même. Dans le cas d'un potentiel associé, la surface de potentiel de dissipation nul est le seuil de plasticité qui limite le domaine d'élasticité actuel et la surface de potentiel infini est celle pour laquelle les déformations instantanées deviennent négligeables. On définit alors le potentiel sous forme duale afin de généraliser à toutes les variables la notion de surfaces équipotentielles :

$$\varphi^*(\underline{\underline{\sigma}}, A_k) \quad (10)$$

$A_k$  est la variable thermodynamique associée à la variable d'écoulement. Ce potentiel différé doit également vérifier le second principe de la thermodynamique, c'est-à-dire assurer la non-négativité de la dissipation intrinsèque (inégalité de Clausius-Duhem). Pour cela, les propriétés dont il doit disposer sont les mêmes que celles du potentiel de la plasticité instantanée. Ce potentiel différé sera ainsi écrit par la suite :

$$\varphi^* = \Omega_d \quad (11)$$

Il exprime donc l'allure des surfaces équipotentielles dans l'espace des contraintes. Dans le cadre du couplage plasticité-fluage, et comme nous le verrons plus tard, ce potentiel fera appel dans l'espace des contraintes à l'hypothèse de normalité.

### ➤ Loi de comportement différée : généralisation de la loi de fluage tridimensionnelle de Lemaitre

#### - Formulation générale :

La loi de fluage que nous proposons sera une généralisation de la loi de fluage unidimensionnelle dite "d'écoulement-viscosité" de Lemaitre, loi fournissant une relation entre la vitesse de déformation différée et la contrainte. Le cadre général est celui d'un matériau isotrope avec un effet d'écoulement isotrope (présence du fluage primaire) et pour lequel **les déformations différées ne se font pas à volume constant**.

Un potentiel d'écoulement différé tridimensionnel est proposé par Lemaitre à partir de sa loi d'écoulement-viscosité. La formulation de ce potentiel se trouve en annexe. Il est exprimé sous forme multiplicative, plus facile à utiliser mathématiquement, et établi dans le cas particulier d'un acier pour lequel les déformations différées se font à volume constant. Nous allons nous baser sur l'expression de ce potentiel pour construire notre loi.

La prise en compte de l'écoulement isotrope nécessite l'introduction d'une variable interne de nature scalaire définissant l'état d'écoulement. Nous avons choisi la vitesse de distorsion différée (9). Une seule variable d'écoulement sera nécessaire pour modéliser le comportement différé du minerai de fer. Notons à titre indicatif que Hamami (2000) a adapté la loi de Lemaitre au cas du sel gemme en proposant un modèle "hybride" intégrant une double variable d'écoulement, sachant que la modélisation du comportement différé de cette roche ne donnait pas entière satisfaction avec une seule variable d'écoulement.

Nous écrivons le potentiel d'écoulement en fonction du tenseur des contraintes et de la variable d'état interne  $r$  qui joue le rôle de paramètre :

$$\varphi^* = \Omega_d = \Omega_d(\underline{\underline{\sigma}}, r) \quad (12)$$

Les hypothèses d'isotropie initiale et d'écoulement isotrope permettent de ne retenir que les invariants des contraintes. En négligeant l'influence du 3<sup>ème</sup> invariant, ce qui est justifié en partie par l'expérience (Lemaitre *et al.* 1985), on obtient :

$$\Omega_d = \Omega_d(p, q, r) \quad (13)$$

où on peut introduire une limite d'élasticité initiale :

$$\Omega_d = \Omega_d(p, q, r, k) \quad (14)$$

avec :

$$k = k(p, q) \quad (15)$$

La loi de normalité donne pour ce potentiel les équations suivantes :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \frac{\partial q}{\partial \underline{\sigma}} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} \frac{\partial p}{\partial \underline{\sigma}} \quad (16)$$

avec :

$$\frac{\partial p}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{1}{3} \underline{1} \quad \text{et} \quad \frac{\partial q}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{3s}{2q} \quad (17)$$

on a alors :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} 3 \frac{s}{2q} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} \frac{1}{3} \underline{1} \quad (18)$$

et en tenant compte du fait que :

$$\epsilon_v^d = tr \underline{\dot{\epsilon}}^d = \underline{\dot{\epsilon}}^d : \underline{1} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \quad (19)$$

la loi de normalité devient finalement :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} = \dot{\gamma}^d \frac{3s}{2q} + \epsilon_v^d \frac{1}{3} \underline{1} \quad (20)$$

avec :

$$r = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} = \dot{\gamma}^d \quad (21)$$

La **variable associée** à la **variable d'état interne** est donc la **contrainte déviatorique**  $q$ . La connaissance de ce potentiel définit complètement la loi de comportement différé avec écrouissage.

- Expression du potentiel différé de Lemaitre modifié :

Le potentiel originel de Lemaitre, écrit pour les aciers plastiquement incompressibles, nécessite d'être modifié pour le cas des géomatériaux plastiquement dilatants, cas du minerai de fer, ou contractants. La nature des déformations différées, à savoir la **présence de déformations volumiques irréversibles**, pour le minerai de fer, comme pour la plupart des géomatériaux, nécessite d'écrire le potentiel d'écoulement différé sous une autre forme. En effet, la direction d'écoulement plastique, qui est donnée par la normale au potentiel, dépend de la présence de ces déformations volumiques irréversibles. Celles-ci imposent, en général, un écoulement non associé, d'où d'ailleurs le choix du potentiel pour la plasticité instantanée.

La présence des déformations volumiques différées dilatantes dans le comportement du minerai de fer nécessite de prendre en compte, contrairement au potentiel originel de Lemaitre (voir annexe) qui ne dépend que du déviateur des contraintes et de la distorsion, la contrainte moyenne  $p$ . L'expression du potentiel initial de Lemaitre est la suivante (les crochets indiquent la partie positive) :

$$\Omega_d = \frac{K}{N+1} \left( \frac{q}{K} \right)^{N+1} \gamma^{d-\frac{N}{M}} \quad \text{avec} \quad \epsilon_v^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} = 0 \quad (22)$$

On peut préciser ce potentiel d'écoulement en analysant l'évolution du coefficient de dilatance qui donne la direction d'écoulement dans l'espace des contraintes. Dans le cas du fluage, ce coefficient peut s'écrire ainsi :

$$tg \delta = \frac{\partial \Omega_d / \partial p}{|\partial \Omega_d / \partial q|} = \frac{\epsilon_v^d}{\dot{\gamma}^d} \quad (23)$$

Ce coefficient est nul pour une déformation à volume constant, **positif** en cas de **contractance plastique** et **négatif** pour une **dilatance plastique** (compressions positives).

On considère à présent la limite d'élasticité au-dessous de laquelle il n'y a pas de fluage. On parle alors, à l'instar de la plasticité instantanée, d'une surface initiale de fluage dans l'espace des invariants de contrainte. Les essais de fluage dont nous disposons ont été réalisés en compression uniaxiale. A partir de là, nous ne connaissons que la

limite de fluage sur ce trajet. Cette limite est égale à environ 2 MPa, valeur obtenue à partir des essais de fluage sous contrainte monoaxiale. Ainsi, on définit :

$$q_0 = 2 \text{ MPa} \quad p_0 = \frac{2 \text{ MPa}}{3} \quad (24)$$

Afin de généraliser cette limite à tout l'espace des contraintes, on propose d'utiliser la pente de la surface initiale de la plasticité  $\alpha_0$  déterminée pour la loi de comportement instantanée. Il est clair que cette démarche constitue une approximation mais, cependant, elle est plus réaliste que la démarche qui consisterait à prendre la même valeur de  $q_0$  quelle que soit la valeur du premier invariant  $p$ . Pour construire proprement cette surface initiale de fluage, il faudrait réaliser des essais de fluage sous chargement triaxial et pour de nombreux confinements.

Ainsi, la limite de fluage peut s'écrire :

$$q = \alpha_0 (p - p_0) + q_0 \quad (25)$$

On propose alors l'expression suivante pour le potentiel d'écoulement différé :

$$\Omega_d = \frac{K}{N+1} \left( \frac{q - \alpha_0 (p - p_0) - q_0}{K} \right)^{N+1} \gamma^d - \frac{N}{M} \quad (26)$$

Cependant, cette généralisation impose la même valeur pour le coefficient de dilatance différé et la pente définissant la direction de la surface initiale de fluage. Des essais de fluage triaxiaux sont nécessaires pour la détermination de cette pente. Si ces 2 coefficients sont différents, il conviendra de proposer une autre expression pour le potentiel différé. Nous discuterons plus en détail de ce problème au chapitre suivant lorsque sera proposée l'implantation de la loi couplée plasticité-fluage. Notons au passage que le potentiel différé n'est pas associé avec la surface de charge plastique. Ainsi, la vitesse de distorsion différée et la vitesse de déformation volumique différée sont données respectivement par :

$$\dot{\gamma}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} = \left( \frac{q - \alpha_0 (p - p_0) - q_0}{K} \right)^N \gamma^d - \frac{N}{M} \quad (27)$$

$$\dot{\epsilon}_v^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} = \text{tg } \delta \times \left( \frac{q - \alpha_0 (p - p_0) - q_0}{K} \right)^N \gamma^d - \frac{N}{M} = \text{tg } \delta \times \dot{\gamma}^d \quad (28)$$

Avec  $\text{tg } \delta = -\alpha_0$

La loi d'érouissage-viscosité générale devient finalement à partir de la loi de normalité (17) :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \frac{3 \underline{s}}{2q} + \text{tg } \delta \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \frac{1}{3} \underline{1} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \left( \frac{3 \underline{s}}{2q} + \text{tg } \delta \frac{1}{3} \underline{1} \right) = \dot{\gamma}^d \left( \frac{3 \underline{s}}{2q} + \frac{\text{tg } \delta}{3} \underline{1} \right) \quad (29)$$

Notons que la direction d'écoulement principale donnée par le potentiel dépend finalement de l'état de contrainte, du coefficient de dilatance et de la vitesse d'évolution de la variable d'érouissage.

En posant comme conditions initiales  $\gamma^d = 0$  pour  $t = 0$ , cette loi peut s'exprimer sous forme intégrée et donner ainsi une relation entre la distorsion et la contrainte :

$$\gamma^d(t) = \left( \frac{N+M}{M} \int_0^t \left( \frac{q(\tau) - \alpha_0 (p(\tau) - p_0) - q_0}{K} \right)^N d\tau \right)^{\frac{M}{N+M}} \quad (30)$$

Cette loi d'érouissage-viscosité écrite sous forme multiplicative présente l'avantage d'être intégrable explicitement pour une contrainte constante (cas d'un essai de fluage). Ainsi, en posant :

$$a = \frac{M}{N+M} \quad (31)$$

l'expression de la distorsion plastique équivalente cumulée, ou distorsion différée, devient :

$$\gamma^d(t) = \left( \frac{q - \alpha_0 (p - p_0) - q_0}{K} \right)^{N \times a} \left( \frac{t}{a} \right)^a \quad (32)$$

De même, pour l'expression de la déformation, on obtient à partir de (27) et pour une contrainte constante :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^d(t) = \int_0^t \dot{\gamma}^d(\tau) \left( \frac{3 \underline{s}}{2q} + \frac{\text{tg } \delta}{3} \underline{1} \right) d\tau = \int_0^t \left( \frac{q - \alpha_0 (p - p_0) - q_0}{K \times \gamma^{d1/M}(\tau)} \right)^N \left( \frac{3 \underline{s}}{2q} + \frac{\text{tg } \delta}{3} \underline{1} \right) d\tau \quad (33)$$

### 5.4.3 Détermination des paramètres et validation de la loi de fluage

La loi sera paramétrée à partir des essais de fluage réalisés sur des éprouvettes saturées et dont la mesure des déformations radiales a été obtenue de manière satisfaisante. Il s'agit des 2 premières éprouvettes de la première série d'essais et de la deuxième éprouvette de la troisième série d'essais.

#### ➤ Coefficient de dilatance différé

Afin de déterminer la direction d'écoulement à partir du coefficient de dilatance, il est nécessaire d'étudier l'évolution de ce coefficient en fonction de l'état de contrainte. Pour cela, en se basant sur la définition (23) du coefficient de dilatance, il suffit d'effectuer une régression sur un graphe représentant la distorsion différée en fonction de la déformation volumique différée (Fig. 11).

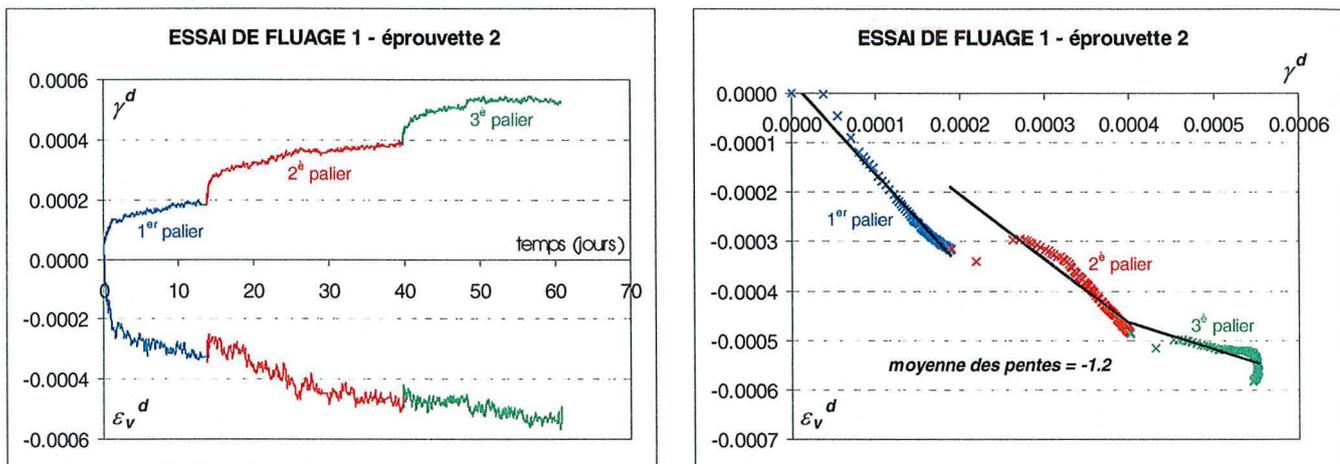


Figure 11 - à gauche : Evolution dans le temps de la déformation volumique différée et de la distorsion différée.  
- à droite : Détermination du coefficient de dilatance différé.

Le coefficient de dilatance moyen obtenu à partir des différents paliers de cet essai de fluage est de -1.2 (Tab. 2). Si on réalise une moyenne sur les 3 essais de fluage considérés, il devient égal à -1.1. Ce coefficient de dilatance différé est donc assez proche du coefficient de dilatance de la plasticité instantanée. Ce résultat justifie donc le choix du concept pour le modèle de fluage; dans le cas de géomatériaux comme le minerai de fer, les mécanismes plastiques classiques sont à l'origine du fluage. Une valeur moyenne de ces 2 coefficients sera considérée par la suite, notamment dans le cadre du couplage de la plasticité au fluage :

$$tg \delta = \beta = -1.2 \quad (34)$$

#### ➤ Identification des coefficients de la loi par optimisation non linéaire

Nous avons utilisé une méthode numérique d'identification des paramètres disponible dans le logiciel *Mathematica*. Elle est basée sur le principe de l'optimisation non linéaire. En effet, la méthode classique, consistant à rechercher la meilleure régression possible par la méthode des moindres carrés linéaires (minimisation de l'écart entre les valeurs expérimentales et des valeurs calculées obtenues par un modèle) d'une liste de données, s'emploie lorsque l'expression est linéaire en fonction de ses coefficients. Dans notre cas, le modèle n'est pas linéaire et la méthode d'optimisation non linéaire proposée permet de réaliser cette régression par les moindres carrés.

L'estimation des paramètres du modèle est réalisée de façon à minimiser la fonction  $\chi^2$  donnée par la somme des résidus carrés  $\sum_i \epsilon_i^2$ . La méthode d'optimisation utilisée est itérative, ainsi, des valeurs de départ du ou des paramètres recherchés sont nécessaires. Il faut faire attention au choix des valeurs de départ car l'estimation du paramètre obtenue par la fonction d'optimisation non linéaire peut représenter un minimum local dans la fonction carrée. La fonction à minimiser étant une somme de carrés, la fonction d'optimisation du logiciel utilise la Méthode *Levenberg-Marquardt*.

Les essais de fluage étant réalisés avec la technique des paliers de contrainte, il n'est donc pas possible de déterminer les coefficients directement par la formule (32). Si nous avons disposé d'essais de fluage classiques sous contrainte constante (chaque éprouvette est soumise à une contrainte unique donnée), la détermination des coefficients aurait été très aisée. Cependant, il y a des intérêts pratiques à réaliser des essais de fluage multi-paliers :

- À partir d'un même essai, et donc d'une même éprouvette, on obtient des informations relatives à plusieurs contraintes. On diminue ainsi le nombre d'essais nécessaires à l'évaluation des paramètres et l'appareillage nécessaire est moins conséquent.
- La durée des essais est plus courte dans le sens où le fluage secondaire est atteint plus rapidement que sous charge constante.

Dans le cas du fluage sous charge variable, notre loi tridimensionnelle de fluage généralisée s'exprime pour chaque palier en termes d'incrément de contrainte :

• pour  $0 < t \leq T_1$   $q = q_1$  et  $p = p_1 \rightarrow$  contrainte(1) =  $q_1 + tg \delta (p_1 - p_0) - q_0$

$$\gamma^d(t) = \left\langle \frac{\text{contrainte}(1)}{K} \right\rangle^{N \times a} \left( \frac{t}{a} \right)^a$$

• pour  $T_1 < t \leq T_2$   $q = q_2$  et  $p = p_2 \rightarrow$  contrainte(2) =  $[q_2 + tg \delta (p_2 - p_0) - q_0] - \text{contrainte}(1)$

$$\gamma^d(t) = \left\langle \frac{\text{contrainte}(1)}{K} \right\rangle^{N \times a} \left( \frac{T_1}{a} \right)^a + \left\langle \frac{\text{contrainte}(2)}{K} \right\rangle^{N \times a} \left( \frac{t - T_1}{a} \right)^a$$

• pour  $T_2 < t$   $q = q_3$  et  $p = p_3 \rightarrow$  contrainte(3) =  $[q_3 + tg \delta (p_3 - p_0) - q_0] - [\text{contrainte}(2) + \text{contrainte}(1)]$

$$\gamma^d(t) = \left\langle \frac{\text{contrainte}(1)}{K} \right\rangle^{N \times a} \left( \frac{T_1}{a} \right)^a + \left\langle \frac{\text{contrainte}(2)}{K} \right\rangle^{N \times a} \left( \frac{T_2 - T_1}{a} \right)^a + \left\langle \frac{\text{contrainte}(3)}{K} \right\rangle^{N \times a} \left( \frac{t - T_2}{a} \right)^a$$

C'est donc à partir de cet ensemble d'équations que seront déterminés les coefficients de la loi de fluage par la méthode d'optimisation non linéaire. On compare la courbe expérimentale (lissée) de la variable d'écroissage, fonction donnée du temps, à la courbe obtenue à partir des formules précédentes ainsi paramétrées (Fig. 12).

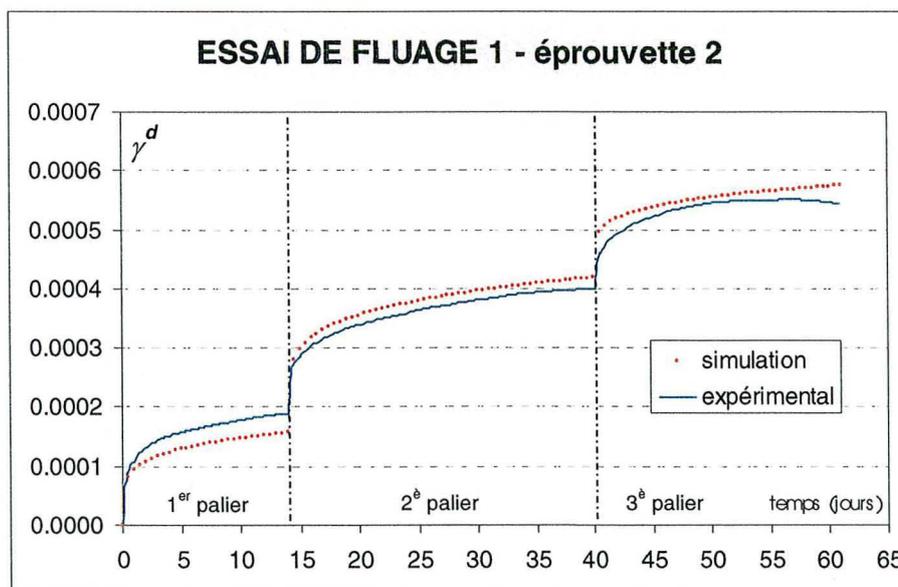


Figure 12 - Comparaison de la variable d'écroissage expérimentale avec la simulation du modèle (les chargements instantanés ne sont pas représentés).

On constate donc que la simulation reproduit bien la courbe expérimentale même si le nombre de paliers est relativement élevé. Les changements successifs de contrainte sont également bien reproduits. Par ailleurs, il est clair que des essais à contrainte constante auraient été d'une part plus faciles à paramétrer et à simuler et d'autre part plus réalistes dans le sens où les piliers de minerai ne sont pas soumis à des variations de contrainte (sauf lorsqu'une partie du pilier vient à s'effondrer, reportant ainsi la charge sur le reste du pilier encore debout) mais nous avons vu que leur rapport prix/performance est moins intéressant.

Dans le tableau suivant sont représentés tous les paramètres de la loi de fluage tridimensionnelle généralisée obtenus à partir de ces 3 éprouvettes saturées du minerai de fer.

Tableau 2 - Coefficients de la loi de fluage tridimensionnelle généralisée pour les 3 éprouvettes saturées.

Coefficient	Eprouvette 1 Série de fluage 1	Eprouvette 2 Série de fluage 1	Eprouvette 5 Série de fluage 2	Moyenne
Coef. de dilatace $tg \delta$	-1.6	-1.2	-0.4	-1.1 ± 0.6
$K(MPa. jour)$	63000	2500000	283000	950000 ± 1350000
$N$	6.1	3.5	6.4	5.3 ± 1.6
$M$	0.95	0.83	0.9	0.9 ± 0.1
$a$	0.135	0.192	0.123	0.15 ± 0.04

Il est difficile de conclure dès à présent sur l'homogénéité des valeurs des coefficients. Les valeurs sont assez dispersées et il faudrait pour améliorer cela paramétrer un plus grand nombre d'essais. Intéressons nous désormais aux déformations de fluage axiales et radiales. A partir de la formule (33), on déduit l'expression des déformations axiales et radiales :

$$\varepsilon_{11}^d(t) = \left(1 + \frac{tg \delta}{3}\right) \gamma^d(t) \tag{35}$$

$$\varepsilon_{22}^d(t) = \left(-\frac{1}{2} + \frac{tg \delta}{3}\right) \gamma^d(t) \tag{36}$$

La simulation des courbes expérimentales de fluage axiales et radiales (Fig. 14) est de qualité et ce malgré les incréments successifs de contrainte. Ce résultat montre donc la capacité du modèle pour simuler les déformations différées, les variations de contrainte et la dilatace du matériau, et permet ainsi sa validation. Nous allons cependant voir que les limites de ce modèle sont réelles, surtout dans le cadre de la simulation d'un pilier.

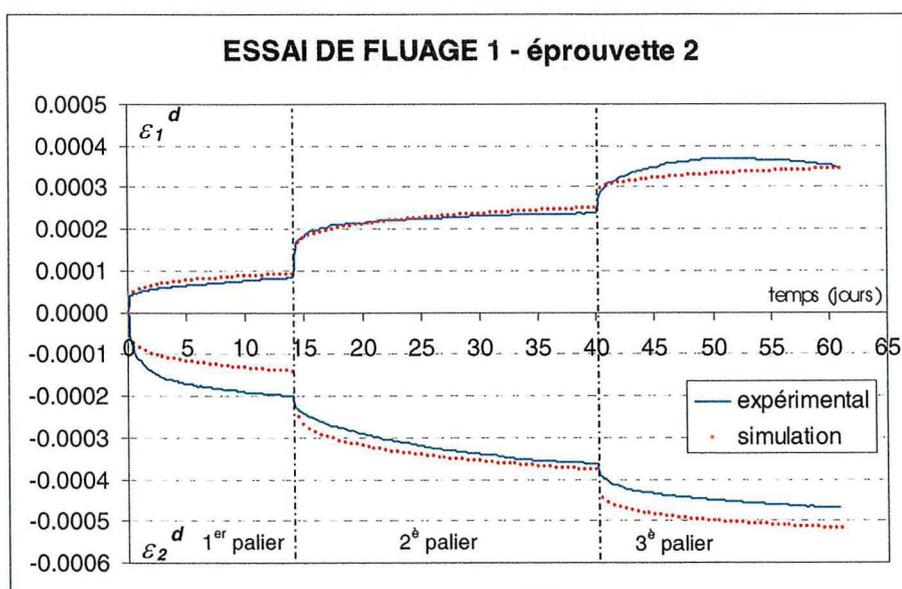


Figure 13 - Comparaison des déformations de fluage (axiales et radiales) expérimentales avec la simulation du modèle (les chargements instantanés ne sont pas représentés).

➤ Limites de la loi de Lemaitre

La loi de Lemaitre reproduit correctement les épisodes transitoires du fluage multi-paliers mais trouve des difficultés à simuler le fluage secondaire. Voyons ce problème de plus près. Sur la figure 14 est représentée la simulation d'un essai de fluage (2<sup>ème</sup> éprouvette de la troisième série d'essais) mais les coefficients de la loi n'ont été ajustés que sur les 4 premiers paliers. Indépendamment de la loi de fluage, on peut constater dans un premier temps que le comportement du minerai de fer, et comme celui de la plupart des géomatériaux, n'a rien de "mathématique" puisque les paliers ne sont pas réguliers. En ce terme on entend que les déformations de fluage pour chaque palier de contrainte n'ont pas toujours la même allure et ne présentent pas toujours l'évolution souhaitée par la loi de Lemaitre. Avec cet essai de fluage, la loi a d'ailleurs été paramétrée que sur les 4 premiers paliers pour cette raison, au-delà les paliers présentent des allures très différentes. En outre, les paramètres auraient pu être ajustés de manière à reproduire globalement tous les paliers mais ceci au détriment des premiers paliers si bien reproduits autrement.

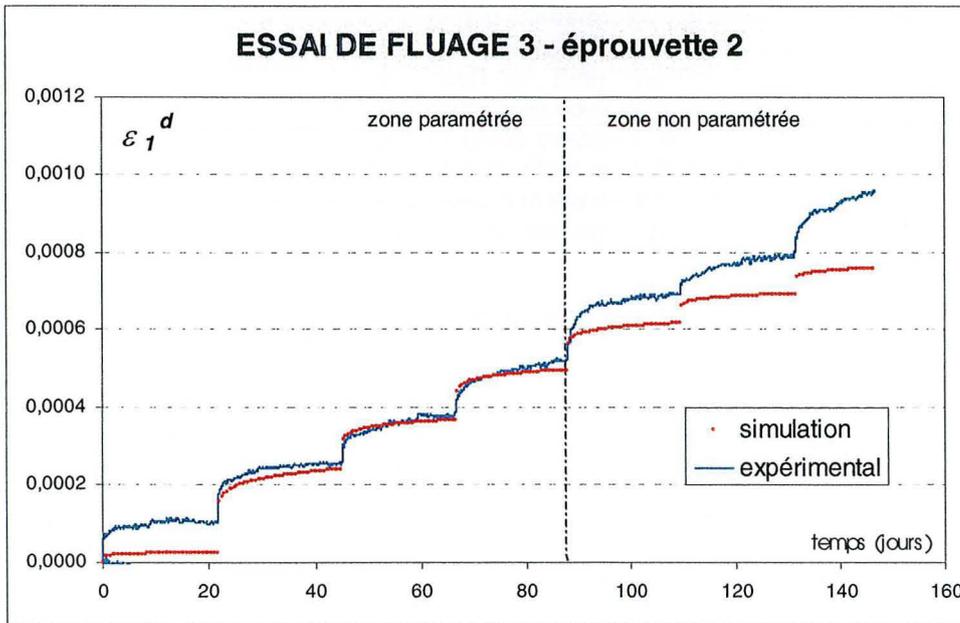


Figure 14 - Simulation d'un essai de fluage avec paramétrage de la loi sur les 4 premiers paliers seulement.

La qualité d'une simulation dépend clairement du nombre de paliers ajustés pour la détermination des coefficients de la loi. Pour expliquer cela, nous avons représenté de nouveau sur la figure 15 la simulation de la déformation axiale obtenue à partir de la 2<sup>ème</sup> éprouvette de la 1<sup>ère</sup> série d'essais.

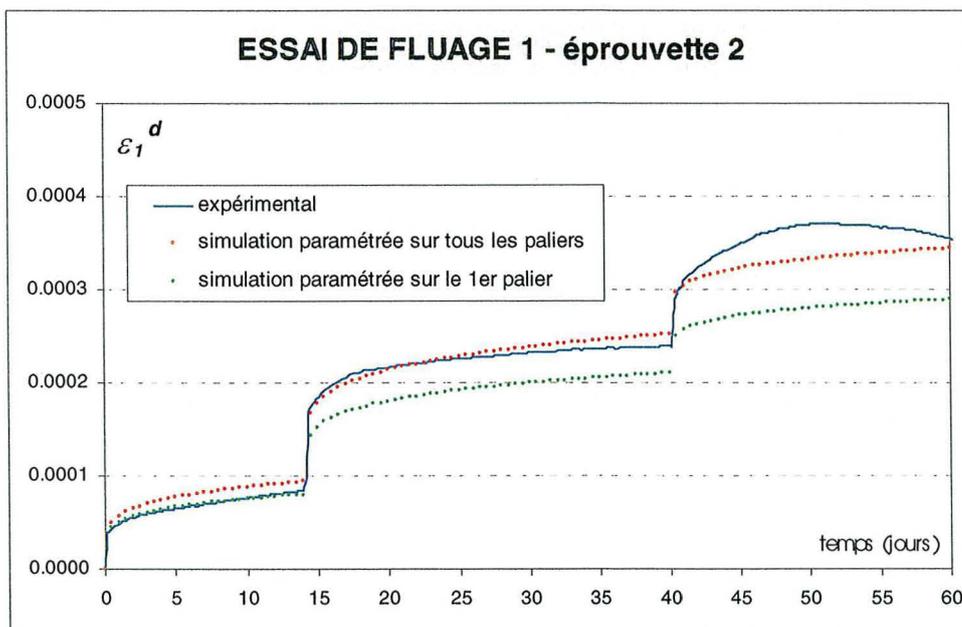


Figure 15 - Simulations d'un essai de fluage en fonction du nombre de paliers paramétrés.

Si les coefficients sont ajustés sur tous les paliers, la simulation reproduit dans l'ensemble correctement la courbe expérimentale. Mais imaginons maintenant que nous ne disposons que du 1<sup>er</sup> palier de contrainte pour cet essai de fluage. La simulation reproduit évidemment de façon quasi parfaite ce 1<sup>er</sup> palier sur lequel les coefficients ont été uniquement ajustés. Par contre, la prévision par la loi de fluage du comportement de la roche pour des niveaux de contrainte plus élevés devient alors problématique et s'écarte invariablement de la courbe expérimentale.

La loi de Lemaitre reproduit mal le fluage secondaire dans le sens où la fonction puissance tend à s'amortir dans le temps ce qui est en désaccord avec l'idée que l'on se fait du fluage 2<sup>aire</sup> (vitesse de fluage constante dans le temps). Le problème se résume en fait à une durée insuffisante des paliers de fluage, qui de toute façon seront toujours trop courts dans le cadre de l'expérimentation de laboratoire. Nous avons représenté sur la figure suivante le premier palier de l'essai précédent (Fig. 16). La simulation a été réalisée avec des paramètres ajustés sur ce 1<sup>er</sup> palier d'une durée d'environ 2 semaines, puis la simulation est poursuivie, toujours avec ces paramètres, sur 1000 jours. La partie de la courbe sur laquelle les paramètres ont été ajustés est très bien simulée par la loi. Par contre, il n'est pas garanti que la prédiction de la loi soit réaliste à plus long terme.

Ainsi, si la loi de Lemaitre sous-estime les déformations différées secondaires, elle peut au contraire sur-estimer les déformations différées primaires si le palier en fluage primaire est trop court. Dans un cas la loi s'amortit trop vite et dans l'autre cas elle ne s'amortit pas suffisamment vite. Dans tous les cas, des essais de fluage conduits sur une durée beaucoup plus longue sont nécessaires si on veut reproduire au mieux le fluage du minerai de fer constituant les piliers, et une modification de la loi de Lemaitre devra être envisagée. Des essais de fluage sous contrainte constante, et non plus des essais de fluage multi-paliers, seraient alors très utiles et d'autant plus que la détermination des paramètres de la loi de fluage est plus aisée avec ce type d'essais. Il s'agira alors de réaliser ces essais dans une gamme de contraintes cohérente avec celle qui s'exerce sur les piliers de minerai de fer.

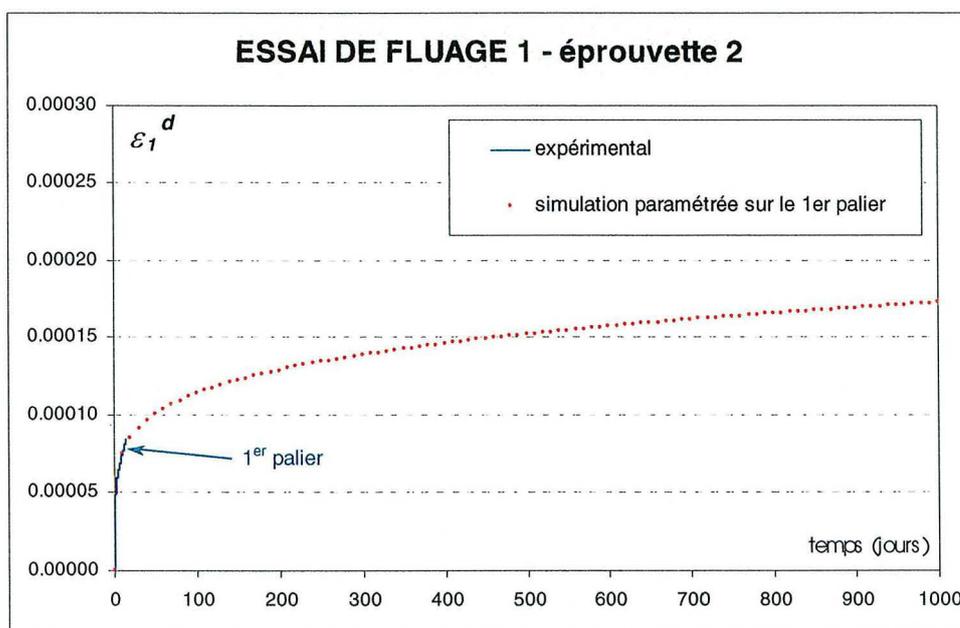


Figure 16 - Simulation d'un palier de fluage sur une durée plus longue que le palier expérimental.

## 5.5 COUPLAGE ELASTOPLASTICITE-FLUAGE

### ➤ Expression mathématique de la loi couplée

Nous avons dit précédemment que la plasticité dépendante du temps est un cadre général dans lequel la plasticité instantanée, ainsi que le fluage, est un cas particulier. Entre ces 2 cas se trouve la région où les 2 mécanismes sont simultanément actifs. Il y a donc clairement 2 échelles de temps différentes. Cependant, d'après de nombreuses expériences sur divers matériaux, les 2 déformations s'influencent mutuellement et sont donc couplées (Lemaitre 1985).

La plasticité et le fluage étant l'expression d'un même processus physique, leur couplage nécessite de considérer le problème différemment en sortant du cadre restreint de la plasticité symbolisé par la règle d'érouissage. Celle-ci impose en effet une distorsion plastique unique pour chaque état de contrainte. Le point de départ de l'écriture de la loi couplée reste toutefois la condition de consistance de la plasticité instantanée, exprimée en termes de vitesse.

En tenant compte de l'hypothèse de partition des déformations inélastiques en déformations plastiques et différées (37), les équations générales de la plasticité instantanée couplée à la plasticité différée se mettent alors sous la forme suivante ( $g_d$  est le potentiel plastique) :

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{in} &= \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p + \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^d \\ \gamma &= \gamma^p + \gamma^d \end{aligned} \quad (37)$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{in} = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3s}{2q} (\gamma^d + \lambda) + \frac{1}{3} (\gamma^d \times tg \delta + \lambda \beta) \quad (38)$$

$$\gamma = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial q} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} = \lambda + \gamma^d \quad (39)$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{in} = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial p} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} = \lambda \beta + \gamma^d \times tg \delta \quad (40)$$

Ainsi, l'écoulement induit par la déformation plastique instantanée influence la vitesse de fluage et vice-versa. La règle de consistance peut s'écrire en termes de vitesse et de distorsion totale  $\gamma$  :

$$\dot{f}_d(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \dot{\gamma} = 0 \quad (41)$$

La loi d'élasticité linéaire peut également s'exprimer en termes de vitesse :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\underline{C}}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{el} \quad (42)$$

En tenant compte de l'hypothèse de partition (43), on obtient finalement :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{el} = \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{in} \quad (43)$$

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\underline{C}}} : (\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{in}) \quad (44)$$

La normalité de la règle de consistance s'écrit finalement (en y injectant les lois de normalité) :

$$\dot{f}_d(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \left( \lambda \frac{\partial g_d}{\partial q} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \right) = 0 \quad (45)$$

ou en tenant compte de la loi d'élasticité isotherme :

$$\dot{f}_d(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{C}}} : (\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{in}) + \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \left( \lambda \frac{\partial g_d}{\partial q} + \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \right) = 0 \quad (46)$$

L'expression du multiplicateur plastique est donc déterminée par la condition de consistance de la plasticité instantanée exprimée en termes de vitesse :

$$\lambda = \frac{-\frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} - \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial \Omega_d}{\partial q}}{\frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial g_d}{\partial q}} = \frac{\frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{C}}} : \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} - \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} - \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{C}}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}}{\frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial g_d}{\partial q} - \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{C}}} : \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}}} \quad (47)$$

On constate donc que le multiplicateur plastique dépend bien de la vitesse de déformation de fluage grâce au terme

$$\frac{\partial \Omega_d}{\partial q}$$

A partir de là, on peut, comme c'est le cas pour la plasticité instantanée, utiliser des opérateurs assurant automatiquement la nullité de ce multiplicateur plastique dans les cas suivants :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{domaine d'élasticité instantanée : } f_d < 0 \\ \text{décharge élastique : } \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} < 0 \\ \text{contrainte constante : } \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} = 0 \end{array} \right.$$

Le multiplicateur plastique s'écrit alors dans ces conditions :

$$\lambda = -H(f_d) \frac{\left( \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\dot{\sigma}} \right) + \tilde{H} \left( - \left( \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\dot{\sigma}} \right) \right) \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial \Omega_d}{\partial q}}{\frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial g_d}{\partial q}} = -H(f_d) \frac{\left( - \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\underline{C}} : \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} + \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} \right) + \tilde{H} \left( - \left( \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\dot{\sigma}} \right) \right) \frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial \Omega_d}{\partial q}}{\frac{\partial f_d}{\partial \gamma} \frac{\partial g_d}{\partial q} - \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\underline{C}} : \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\sigma}}} \quad (48)$$

Il satisfait ainsi toutes les conditions précédentes, et dans le cas d'une contrainte constante, seule la vitesse de déformation différée est active. Pour une vitesse de chargement élevée, la déformation de fluage devient négligeable et seule la plasticité reste active.

➤ **Cadre phénoménologique**

La prise en compte du comportement différé dans une loi couplée nécessite d'introduire le paramètre temps comme une donnée du problème puisqu'il sera utilisé dans les calculs. En outre, dans le cas de la plasticité instantanée, la distorsion plastique est conservée dans la **règle d'écroissage** alors que dans le cas de la plasticité différée, il n'y a pas de règle d'écroissage. Il faut donc conserver l'histoire des déformations et pour cela il suffit de connaître en chaque point la valeur actuelle de la distorsion différée, calculée à partir d'une intégration de l'expression de la vitesse de distorsion différée (30).

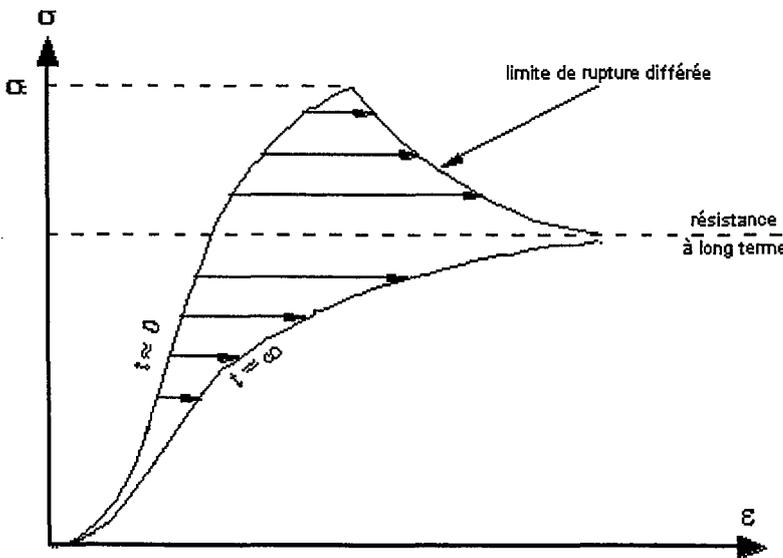
La règle d'écroissage instantanée impose une seule valeur de distorsion pour un état de contrainte donné. Ainsi, la surface de charge au pic est définie par une distorsion maximale et unique, quel que soit le chemin de contrainte parcouru. Lors de l'écriture de la règle d'écroissage instantanée, nous avons admis cette hypothèse afin de ne pas surcharger le modèle avec un autre paramètre, alors que le pic n'est pas toujours atteint avec la même valeur de distorsion pour les différents essais triaxiaux.

On cherche également un critère en terme de distorsion pour notre loi couplée, alors la solution consiste à considérer la valeur critique de la distorsion. Pour cela, on compare la valeur de la distorsion atteinte au pic pour les essais de fluage uniaxiaux (juste avant le seuil de fluage accéléré) à celle atteinte au pic au cours des essais à court terme (A15 et A49) :

**Distorsion instantanée** moyenne au pic = 0.0005

**Distorsion différée** moyenne au pic = 0.0008

La différence peut être considérée comme faible car d'une part près du pic la localisation des déformations rend les mesures des jauges peu fiables, et d'autre part il faut tenir compte des hétérogénéités de la roche. Notre hypothèse peut dès lors être considérée comme justifiée. Ainsi, dans le cadre d'un calcul purement différé, le pic peut être raisonnablement détecté pour une valeur de la distorsion différée égale à la distorsion au pic de la plasticité instantanée. Par contre, dans le cadre du couplage plasticité-fluage le pic sera détecté, en accord avec la loi élasto-plastique proposée (Cf. chapitre 4), lorsque l'état de contrainte se situe au-dessus de l'enveloppe de rupture. A cet instant, la valeur de la distorsion au pic diffère selon le chemin de contrainte parcouru. Les détails de ce couplage plasticité-fluage, résolu sous forme algorithmique, seront donnés avec le principe d'implantation dans le logiciel de simulation numérique au prochain chapitre.



On aboutit finalement au concept de la **limite de rupture différée** (Fig. 17), c'est-à-dire que la rupture est atteinte pour une valeur du déviateur des contraintes inférieure à celle nécessaire dans le cadre de la plasticité instantanée. Cette rupture différée sera d'autant plus rapide qu'il existe une importante histoire des déformations de fluage. En deçà de la limite définissant la résistance à long terme, la rupture différée n'est en théorie jamais atteinte. Nous verrons au chapitre 6, dans le cadre du couplage du fluage à la plasticité, que la limite de rupture différée sera atteinte pour un état de contrainte d'autant plus faible que la distorsion différée cumulée est grande.

Figure 17 - Courbes limites classiques pour le fluage.

## 5.6 CONCLUSIONS

L'objet de ce chapitre a été d'étudier le comportement différé associé au fluage du minerai de fer formant les piliers abandonnés. Cette étude fait suite à la caractérisation mécanique du comportement à court terme des roches de la formation ferrière, proposée au chapitre précédent. Analyser le fluage est indispensable si on veut apporter une solution cohérente et réaliste aux effondrements miniers qui se produisent actuellement en Lorraine. Les contraintes qui s'exercent sur les piliers ne sont en effet pas suffisantes pour les expliquer si on reste dans le cadre d'une analyse à court terme.

Pour étudier les propriétés de fluage du minerai de fer, nous avons réalisé plusieurs séries d'essais de fluage. Il s'agit d'essais de fluage réalisés sous chargement monoaxial et conduits selon le principe des paliers successifs de contrainte. Les éprouvettes testées ont été soumises à différentes conditions hydriques afin de caractériser l'influence de l'eau sur le comportement à long terme du minerai de fer. Ces essais de fluage ont servi de base à l'écriture d'un modèle de comportement rhéologique à long terme pour le minerai de fer.

Les essais de fluage ont montré l'importance de l'eau sur le comportement à long terme du minerai de fer. Le phénomène de propagation de fissures est, en effet, accéléré par la présence d'eau puisque la mise en eau d'éprouvettes initialement à atmosphère ambiante provoque la rupture rapide de la roche. Ces essais ont en outre montré la succession des différents processus physiques qui se produisent au cours du fluage, à savoir le développement, l'ouverture, la propagation stable et la propagation instable des fissures. L'endommagement du matériau entraîne le déclenchement de ces processus plastiques. Par ailleurs, la rupture différée du minerai de fer en condition saturée a eu lieu, dans certains cas, pour une contrainte égale à seulement 50 % de la résistance instantanée en compression simple. Dans tous les cas, la rupture des éprouvettes est précédée par une accélération brutale des déformations de fluage, et donc sans phase de fluage tertiaire.

Ces essais de fluage représentent une première étape dans la compréhension du comportement différé du minerai de fer. D'autres séries d'essais sont prévues prochainement au laboratoire sur le minerai de fer. Elles permettront dans un premier temps de généraliser les informations recueillies jusqu'à présent à un plus grand nombre d'éprouvettes du minerai de fer. Par ailleurs, au cours de ces prochaines séries, une nouvelle cellule de fluage, mise au point au laboratoire, sera utilisée pour la réalisation d'essais de fluage en compression monoaxiale sous humidité contrôlée. Les informations qui en découleront seront très importantes car elles donneront une vision plus réaliste de l'inondation des galeries sur la stabilité à long terme des piliers de minerai soumis à l'atmosphère humide régnant dans les galeries.

Le deuxième point de ce chapitre a consisté en la proposition d'une loi de comportement différée et à son association à la loi élasto-plastique déjà établie pour le minerai de fer. La loi de fluage adoptée considère un écrouissage isotrope et consiste en la généralisation de la loi d'écrouissage-viscosité tridimensionnelle de Lemaître-Chaboche. Cette loi, écrite pour les aciers plastiquement incompressibles, a été adaptée au cas des matériaux plastiquement dilatants comme le minerai de fer. La détermination des 4 paramètres la caractérisant a été effectuée à partir des essais de fluage multi-paliers. La loi, ainsi paramétrée, a ensuite été vérifiée à partir de la simulation de ces mêmes essais de fluage. On constate une bonne corrélation entre la théorie et les courbes expérimentales puisque les déformations de fluage ainsi que la dilatance du matériau sont correctement reproduites. Les incréments de contrainte successifs sont également bien simulés. Mais ce résultat n'a pas servi à cacher les limites de cette loi qui existent et qui ont été soulignées. En effet, la loi de Lemaître est une loi assez générale dans le sens où elle peut s'adapter à tous les types d'essais de fluage, de relaxation et d'écrouissage, mais elle trouve ses limites dans certains cas. Le fluage primaire peut être très bien reproduit si la durée des paliers est suffisamment longue. Pour le fluage secondaire permanent, le problème est plus complexe car les essais de laboratoire seront toujours trop courts. Une modification de la loi de Lemaître devra donc être envisagée.

Finalement, dans le but de tenir compte de l'influence mutuelle entre la plasticité différée et la plasticité instantanée, les deux lois (élasto-plastique et fluage) ont été couplées à partir d'une expression particulière de la condition de consistance et du multiplicateur de la plasticité instantanée. Le cadre phénoménologique de ce couplage a été présenté dans ce chapitre mais la méthode de résolution sous la forme d'un algorithme sera développée au chapitre suivant dans la partie concernant l'implantation de la loi de fluage dans le code de calcul numérique.

# CHAPITRE 6

## Modélisations

### 6.1 INTRODUCTION

Toutes les études expérimentales menées sur les roches de la formation ferrifère, qu'il s'agisse des essais hydromécaniques ou des essais de fluage, ont servi de base à l'écriture d'un modèle de comportement rhéologique à court et à long terme, dans un cadre couplé. Ce modèle rhéologique est une première étape dans l'étude du comportement des chambres et piliers. L'implantation de ce modèle dans un code numérique représente l'étape suivante et la simulation de cas réels peut permettre une meilleure compréhension du rôle et de l'importance de chaque mécanisme dans les instabilités des mines de fer abandonnées. C'est donc l'objet de ce chapitre.

Il existe différentes approches possibles pour modéliser les mines de fer abandonnées : l'approche continue (le massif rocheux est considéré comme un milieu continu sans fractures), l'approche discontinue (qui considère l'influence de la fracturation sur le comportement hydraulique et mécanique) et l'approche d'un milieu continu équivalent (on imagine un matériau continu fictif ayant les mêmes propriétés mécaniques et hydrauliques que le milieu discontinu). Parmi ces approches possibles, nous allons considérer pour nos simulations celle du milieu continu à grande échelle. Les simulations seront réalisées à partir du code de calcul numérique *FLAC 2D* (Itasca<sup>®</sup>) dont le LaEGO a une licence de développement.

Nous allons présenter des cas heuristiques pour montrer l'influence de différents phénomènes sur le comportement mécanique de ces ouvrages formés de chambres et piliers. Nous proposons donc d'effectuer une démarche méthodologique qui consiste à modéliser dans un premier temps un ensemble chambre-pilier dont les propriétés mécaniques sont celles déterminées au laboratoire sur les échantillons de référence que nous avons considérés comme étant sains (prélevés au cœur des piliers). Puis, au cours des simulations suivantes, on propose de compliquer progressivement le modèle afin d'extrapoler au mieux les résultats de laboratoire à l'étude du comportement des roches *in situ* et d'avoir ainsi une image plus réaliste de la stabilité des chambres et piliers à court et à long terme. On va donc tenir compte successivement de l'effet d'échelle, du vieillissement des roches, des conditions d'exploitation (superposition de piliers, variation du taux de défrètement), du comportement différé du minerai de fer et du couplage hydromécanique.

Pour une première approche du problème et dans un souci de simplification nécessaire à la compréhension de l'influence de chacun de ces mécanismes, les simulations seront réalisées avec une géométrie bidimensionnelle, en déformation plane.

## 6.2 IMPLANTATION DES LOIS DE COMPORTEMENT

**FLAC** (Fast Lagrangian Analysis of Continua) est un logiciel de simulation numérique utilisant la méthode explicite des différences finies, à 2 ou 3 dimensions (Itasca Consulting Group Inc. 1998). Les matériaux sont représentés par des éléments ou zones, qui forment une grille. Celle-ci est ajustée par l'utilisateur à la forme de l'objet à modéliser. Chaque élément se comporte selon une loi contrainte-déformation donnée, linéaire ou non, en réponse aux forces appliquées et aux conditions aux limites. Le matériau peut céder ou fluer et la grille se déformera en conséquence (en mode grandes déformations).

FLAC utilise par défaut le schéma explicite pour la méthode des différences finies (le schéma implicite est également disponible). Le schéma explicite est un schéma numérique conditionnellement stable qui ne nécessite que la connaissance des données antérieures au point de calcul. Le grand avantage de la méthode explicite est qu'il n'est pas imposé au modèle de converger vers l'équilibre à chaque cycle de calcul, car il n'y a pas un jeu d'équations linéaires à résoudre simultanément comme c'est le cas dans les codes implicites. Cependant, le désavantage de la méthode explicite est qu'elle impose un pas de temps (ou de calcul) plus faible, et donc un nombre plus élevé de pas de calcul est nécessaire. La méthode explicite est mieux adaptée pour les systèmes se comportant "mal" (non linéaire, grandes déformations, instabilité physique).

Le principe général de l'implantation des lois de comportement est basé sur le fait que les déformations sont calculées par le code tandis qu'il appartient au programmeur de déterminer les nouvelles contraintes à partir des anciennes selon la loi contrainte-déformation adoptée. Ainsi, la loi pour la plasticité instantanée et la loi de fluage seront implantées dans le code de calcul suivant ce principe. Dans tous les cas, le langage de programmation utilisée correspond à un langage propre au logiciel et nommé *FISH* (abréviation de *FLACish*).

### 6.2.1 Loi de comportement élasto-plastique

#### 6.2.1.1 Surfaces de charge et de transition

L'implantation numérique de la loi de comportement est basée sur la méthode de projection des contraintes sur les surfaces de charge, méthode utilisée par Itasca pour les modèles élasto-plastiques, et en s'inspirant plus particulièrement de l'implantation du modèle de Drucker-Prager proposée en exemple et suivant l'implantation d'une version antérieure du modèle déjà disponible (Souley 2000).

La fonction de charge déviatorique pour le mécanisme de cisaillement s'exprime ainsi dans le plan de Mohr, en considérant la convention de signe (compressions négatives) utilisée dans le code :

$$f_d(\sigma_n, \tau) = \sqrt{3} \tau g(\vartheta) + \sigma_n \alpha - 2C\sqrt{\alpha} - k(\alpha - \alpha_0) = 0 \quad (1)$$

avec  $\sigma_n = -p$  et  $\tau = \frac{q}{\sqrt{3}}$   $\sigma_n$  : contrainte normale moyenne  $\tau$  : contrainte de cisaillement

On peut encore écrire cette fonction ainsi :

$$f_d(\sigma_n, \tau) = \tau + q_\alpha \sigma_n - k_\alpha = 0 \quad \text{avec} \quad q_\alpha = \frac{\alpha}{\sqrt{3} g(\vartheta)} \quad k_\alpha = \frac{2C\sqrt{\alpha} + k(\alpha - \alpha_0)}{\sqrt{3} g(\vartheta)} \quad (2)$$

Dans ce même plan de Mohr, l'expression du potentiel plastique est la suivante :

$$g_d = \tau\sqrt{3} - \beta\sigma_n \quad (3)$$

Pour décrire le comportement fragile du matériau dans le domaine des tractions, nous avons choisi d'imposer un "cut-off". Ainsi, la surface de charge dans le domaine des tractions correspond à l'enveloppe ultime (ou de rupture), dont une expression est notamment proposée par FLAC pour le modèle de Drucker-Prager :

$$f_t(\sigma_n) = \sigma_n - \sigma^t \quad \text{avec} \quad \sigma^t : \text{résistance en traction} \quad (4)$$

En considérant une loi d'écoulement associée pour la rupture en traction, le potentiel plastique en traction peut s'écrire ainsi :

$$g_t = \sigma_n \quad (5)$$

Par ailleurs, en accord avec l'expression de la surface de charge déviatorique, la résistance en traction ne peut pas dépasser la valeur suivante :

$$\sigma_{\max}^t = \frac{k_\alpha}{q_\alpha} \tag{6}$$

La surface de charge composite A-B-C-D correspondant à l'union de toutes les surfaces de charge est représentée sur la figure 1. Les points B et C sont singuliers et on définit les 2 surfaces de transition  $h_1$  et  $h_2$  délimitant les domaines suivants : rupture en cisaillement, rupture fragile et rupture en traction.

Ainsi, la surface de transition  $h_1$  est la bissectrice du domaine (extérieur au domaine élastique) délimité par les normales à  $f_d=0$  et  $f_t=0$ . L'expression de cette bissectrice est donnée par :

$$h_1(\sigma_n, \tau) = \tau - \tau^p - \alpha^p (\sigma_n - \sigma^t) \quad \text{avec} \quad \tau^p = k_\alpha - q_\alpha \times \sigma^t \quad \text{et} \quad \alpha^p = \sqrt{1 - q_\alpha^2} - q_\alpha \tag{7}$$

Des valeurs négatives de  $h_1$  correspondent donc à une rupture en traction alors que des valeurs positives correspondent à une rupture fragile. De même, la surface de transition  $h_2$  est la bissectrice du domaine délimité par la zone de rupture fragile et la zone d'écroutissage (ou zone de cisaillement). On définit cette bissectrice ainsi :

$$h_2(\sigma_n, \tau) = \tau - \tau^p - \alpha^p (\sigma_n - \sigma_n^d) \tag{8}$$

avec :

$$\alpha^p = \frac{1 - \frac{q_{\alpha_m}}{1 + \sqrt{1 + q_{\alpha_m} \times q_{\alpha_m}}} \times \frac{q_\alpha}{1 + \sqrt{1 + q_\alpha^2}}}{\frac{q_{\alpha_m}}{1 + \sqrt{1 + q_{\alpha_m} \times q_{\alpha_m}}} + \frac{q_\alpha}{1 + \sqrt{1 + q_\alpha^2}}} \quad \tau^p = \frac{q_\alpha \times k_{\alpha_m} - q_{\alpha_m} \times k_\alpha}{q_\alpha - q_{\alpha_m}} \quad \sigma_n^d = \frac{k_\alpha - k_{\alpha_m}}{q_\alpha - q_{\alpha_m}} \tag{9}$$

Ainsi, des valeurs positives de  $h_2$  correspondent à un cisaillement alors que des valeurs négatives correspondent à une rupture fragile. Cette surface  $h_2$  n'est pas fixe dans l'espace des contraintes mais évolue en fonction de la valeur de la pente  $\alpha$ . Par conséquent,  $h'_2$  représente la valeur ultime de  $h_2$ , une fois que le pic est atteint (enveloppe de rupture positive).

Le domaine de **rupture en traction** est donc délimité par : D-C- $h_{1+}$

Le domaine de **rupture fragile**, quant à lui, est délimité par :  $h_{2-}$ -B-C- $h_{1+}$

Et le domaine d'**écroutissage** est délimité par : A-B- $h_{2+}$

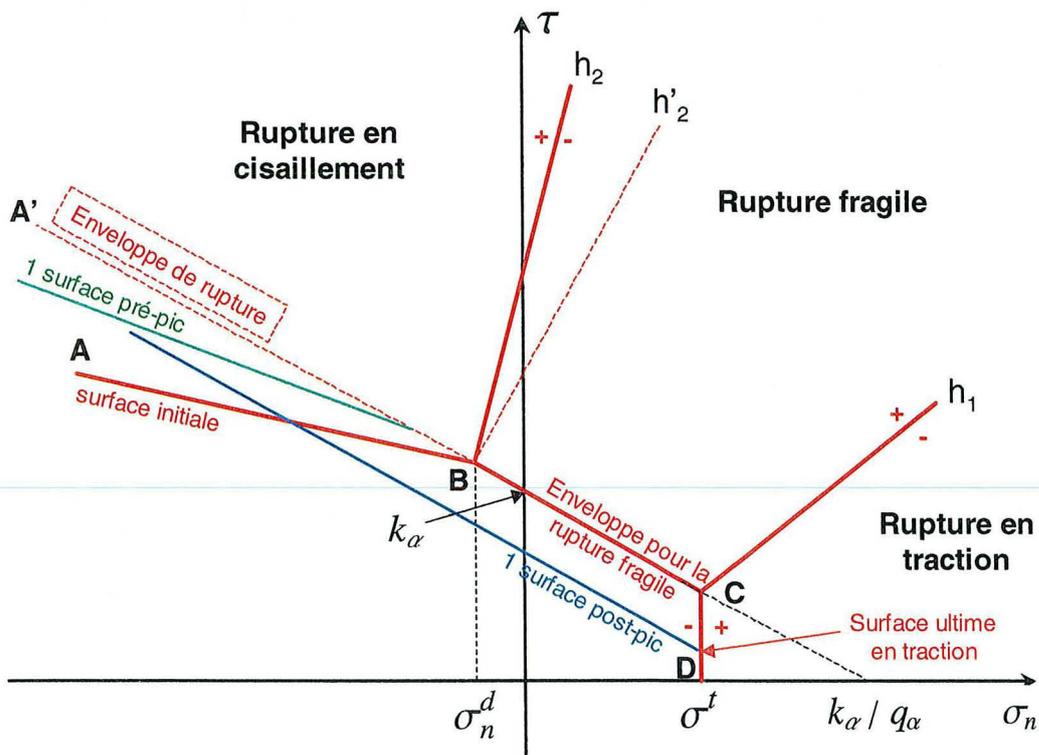


Figure 1 - Représentation des différentes surfaces (charge, composite, transition) dans le plan de Mohr.

La surface sur laquelle est projeté l'état de contrainte dépend du domaine dans lequel elle se situe :

- Domaine D-C-h<sub>1-</sub> : l'état de contrainte est projeté sur la surface D-C (i.e.  $f_t = 0$ )
- Domaine h<sub>2-</sub>-B-C-h<sub>1+</sub> : l'état de contrainte est projeté sur la surface (A')-B-C (i.e.  $f_m(C_0, \alpha_m) = 0$ )
- Domaine A-B-h<sub>2+</sub> :
  - l'état de contrainte est projeté sur la surface courante A-B ( $f_d(C_0, \alpha) = 0$ ) pendant l'écroutissage tant que le pic n'est pas atteint, le point B (intersection entre la surface de charge courante et l'enveloppe de rupture) étant variable du fait de l'augmentation du frottement.
  - le pic est détecté lorsque l'enveloppe de rupture A'-B-(C) > 0 (i.e.  $f_m(C_0, \alpha_m) > 0$ ); à cet instant  $\alpha_m = \alpha_r$  et la surface courante au pic est donnée par  $f_d(C_0, \alpha_r) = 0$ .
  - l'état de contrainte est projeté sur la surface courante A-B ( $f_d(C, \alpha_r) = 0$ ) en post-pic, c'est-à-dire pendant le radoucissement.

### 6.2.1.2 Principe de l'implantation

Le principe d'implantation consiste à écrire les lois sous forme incrémentale. Nous allons procéder d'une manière similaire pour l'implantation de la surface de charge en traction et de la surface de charge en cisaillement que nous allons présenter dans les lignes qui suivent.

L'hypothèse de partition de la déformation totale en déformation élastique et en déformation plastique permet d'écrire sous forme incrémentale :

$$\Delta\gamma = \Delta\gamma^e + \Delta\gamma^p \quad \Delta\varepsilon_v = \Delta\varepsilon_v^e + \Delta\varepsilon_v^p \quad (10)$$

La normalité de la loi d'écoulement plastique s'exprime, dans le plan de Mohr, sous forme incrémentale:

$$\Delta\gamma^p = \frac{\lambda^d}{\sqrt{3}} \frac{\partial g_d}{\partial \tau} \quad \Delta\varepsilon_v^p = -\lambda^d \frac{\partial g_d}{\partial \sigma_n} \quad (11)$$

Et après dérivation partielle, on obtient :

$$\Delta\gamma^p = \lambda^d \quad \Delta\varepsilon_v^p = \lambda^d \beta \quad (12)$$

On exprime la loi de Hooke en fonction des invariants de contrainte et de déformation et sous forme incrémentale:

$$\Delta\tau = G\sqrt{3} \Delta\gamma^e \quad \Delta\sigma_n = -K \times \Delta\varepsilon_v^e \quad (13)$$

A partir de là, en injectant dans (13) les lois d'écoulement (11) on obtient les expressions suivantes pour les incréments des invariants de contrainte :

$$\Delta\sigma_n = K(\lambda^d \beta - \Delta\varepsilon_v) \quad \Delta\tau = G\sqrt{3} (\Delta\gamma - \lambda^d) \quad (14)$$

En notant <sup>N</sup> les nouvelles contraintes et <sup>O</sup> les anciennes, on peut écrire :

$$\tau^N = \tau^O + \Delta\tau \quad \sigma_n^N = \sigma_n^O + \Delta\sigma_n \quad (15)$$

Puis, en considérant l'estimation élastique, notée I, obtenue en ajoutant aux anciennes contraintes les incréments élastiques calculés avec les incréments de déformation totale donnés par le logiciel :

$$\tau^I = \tau^O + G\sqrt{3} \Delta\gamma \quad \sigma_n^I = \sigma_n^O - K \times \Delta\varepsilon_v \quad (16)$$

les nouvelles contraintes s'expriment alors ainsi :

$$\tau^N = \tau^I - \lambda^d G\sqrt{3} \quad \sigma_n^N = \sigma_n^I + \lambda^d K\beta \quad (17)$$

Finalement, afin de respecter la règle de consistence, on injecte les équations (16) dans l'expression de la fonction de charge déviatorique (2) et on obtient l'expression suivante pour le multiplicateur plastique :

$$\lambda^d = \frac{f_d(\sigma_n^I, \tau^I)}{G\sqrt{3} - q_\alpha K\beta} \quad (18)$$

A partir de là, les nouvelles contraintes déviatoriques peuvent être estimées en multipliant les estimations élastiques correspondantes par  $\tau^N / \tau^I$  et les nouvelles contraintes s'expriment ainsi :

$$\sigma_{ij}^N = (\sigma_{ij}^I - \sigma_n^I \underline{1}) \frac{\tau^N}{\tau^I} + \sigma_n^N \underline{1} \tag{19}$$

Dans le cas de l'écroissage positif, les incréments de la distorsion plastique et du paramètre d'écroissage sont :

$$\begin{aligned} \Delta\gamma^p &= \lambda^d \\ \Delta\alpha &= \alpha(\alpha_m - \alpha) \Delta\gamma^p \end{aligned} \tag{20}$$

Et dans le cas de l'écroissage négatif, en considérant la valeur au pic de la cohésion apparente (Ch. 4 éq. 34) :

$$\begin{aligned} \Delta\gamma^p &= \lambda^d \\ \Delta C_{ap} &= -g C_{ap} \Delta\gamma^p \sqrt{1 - \frac{\alpha_r}{\alpha_m}} \quad \Delta C = \frac{g(\theta) \Delta C_{ap} - k(\alpha_r - \alpha_0)}{2\sqrt{\alpha_r}} \end{aligned} \tag{21}$$

L'algorithme du programme d'implantation est schématisé sur la figure 2.

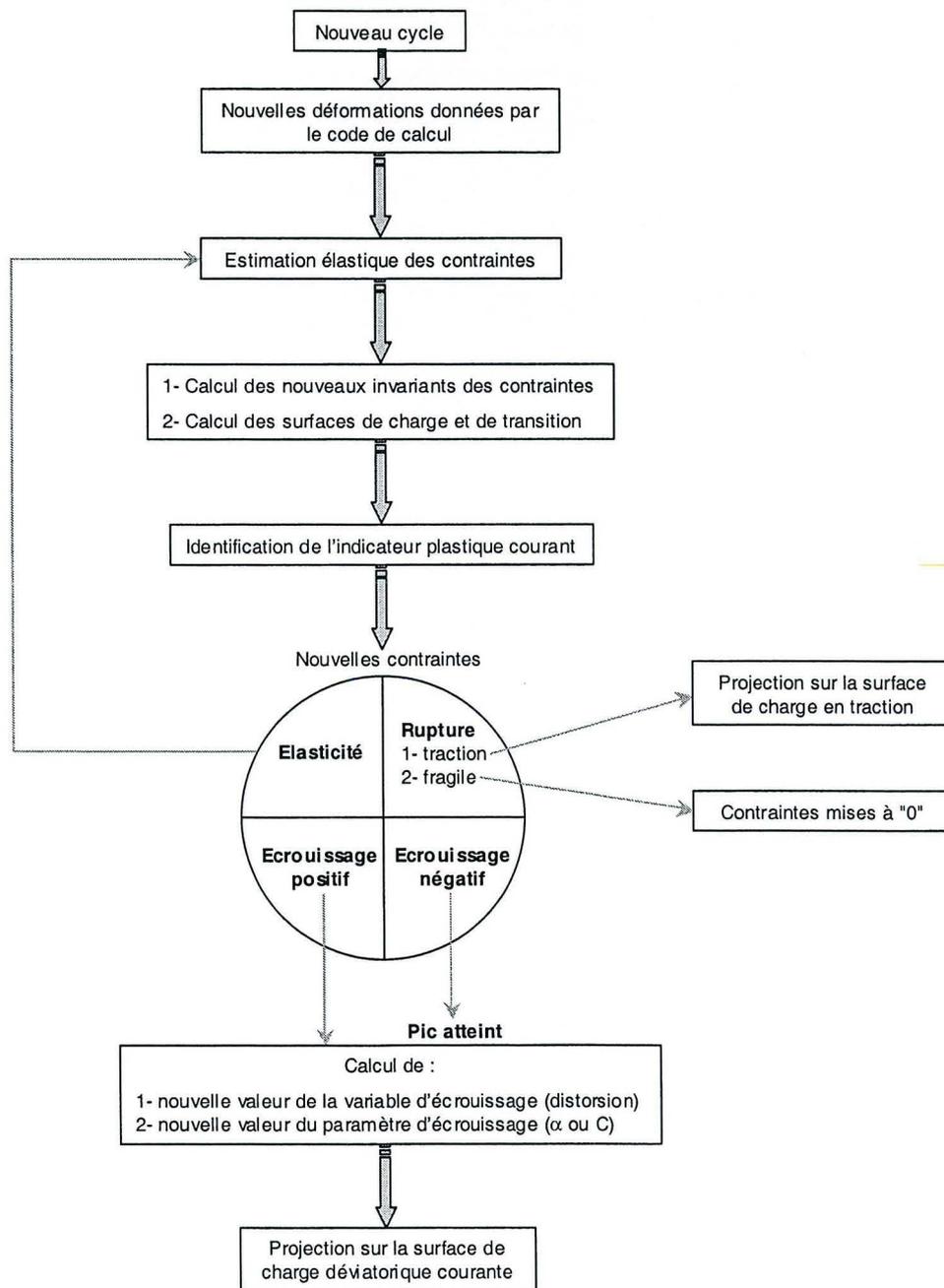


Figure 2 - Algorithme d'implantation de la loi élasto-plastique dans le code FLAC.

### 6.2.1.3 Validation de l'implantation

Afin de valider l'implantation de la loi de comportement élasto-plastique, une simulation numérique avec le code de calcul est réalisée sur une éprouvette dont la géométrie est la même que celle de l'éprouvette de laboratoire (Fig. 3). Un essai d'extension latérale (sans couplage hydromécanique), avec une pression de confinement initiale de 25 MPa, est simulé et le résultat est comparé (Fig. 4) à une solution analytique du problème obtenue à partir d'un logiciel développé au laboratoire (*Zadaw*). On constate sur la Figure 4 que la solution analytique est assez proche de la simulation numérique, ce qui permet de valider l'implantation.

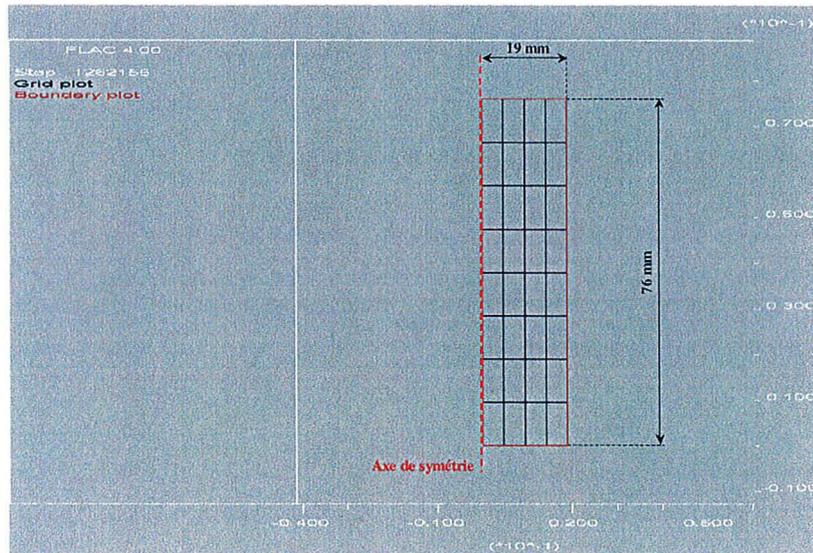


Figure 3 - Géométrie de l'éprouvette sur laquelle est réalisée la simulation pour la validation de l'implantation de la loi de plasticité instantanée.

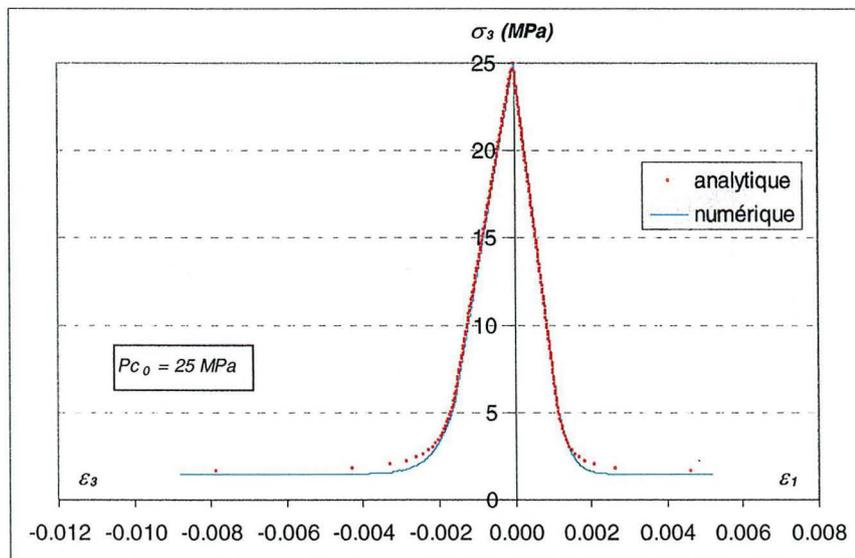


Figure 4 - Comparaison entre les solutions numérique et analytique d'un essai d'extension latérale.

## 6.2.2 Loi de fluage

### 6.2.2.1 Principe de l'implantation

L'implantation est basée sur le principe de la discrétisation dans le temps des contraintes et des déformations et s'inspire de la théorie d'implantation de la loi de fluage de type puissance proposée dans *FLAC*.

L'expression de la loi d'écoulement différée, dans le plan de Mohr, donne:

$$\frac{\partial \Omega_d}{\partial q} = \left\langle \frac{\tau \sqrt{3} - \alpha_0 (\sigma_0 - \sigma) - \tau_0 \sqrt{3}}{K} \right\rangle^N \gamma^d - \frac{N}{M} = \dot{\gamma}^d \quad (22)$$

Sous contrainte constante, cette expression s'intègre sous la forme suivante :

$$\gamma^d = \left\langle \frac{\tau \sqrt{3} - \alpha_0 (\sigma_0 - \sigma) - \tau_0 \sqrt{3}}{K} \right\rangle^{N a} \left( \frac{t}{a} \right)^a \quad (23)$$

La loi de fluage utilise un pas de temps  $\Delta t$  qui représente le temps réel, alors que pour les analyses statiques le pas de temps est une quantité artificielle. Le temps de calcul correspond donc au temps réel dans les simulations de fluage. Sur un pas de temps  $\Delta t$ , nous pouvons réécrire l'équation (23) ainsi :

$$\gamma^d = \left( \left\langle \frac{\tau \sqrt{3} - \alpha_0 (\sigma_0 - \sigma) - \tau_0 \sqrt{3}}{K} \right\rangle^N \frac{\Delta t}{a} + (\gamma_0^d)^{\frac{1}{a}} \right)^a \quad \text{avec } \gamma_0^d : \text{distorsion différée ancienne} \quad (24)$$

Et la forme incrémentale :

$$\Delta \gamma^d = \gamma^d - \gamma_0^d \quad (25)$$

FLAC permet à l'utilisateur de choisir le pas de temps mais pas de façon arbitraire car le pas de temps peut influencer sur la réponse du système. Celui-ci doit être en équilibre mécanique pendant la simulation de fluage, ainsi les variations de contrainte dépendantes du temps produites par la loi de fluage doivent être modérées par rapport aux variations de contraintes dépendantes de la déformation. Ainsi, le pas de temps doit être suffisamment faible pour assurer l'équilibre mécanique (un nombre suffisant de "pas de temps mécaniques" étant réalisés entre 2 pas de temps).

L'équation (24) est juste si l'état de contrainte est constant, ce qui est le cas au cours d'un essai de fluage. Pour des pas de temps faibles, on peut considérer que la contrainte est constante et donc utiliser l'équation (24) pour déterminer la distorsion différée. Toutefois, il convient pour une meilleure précision des calculs de réaliser une moyenne entre la contrainte de l'ancien pas et l'estimation élastique du nouveau pas pour la détermination de la distorsion actuelle. Par ailleurs, pour les temps de fluage très faibles, la vitesse de distorsion est très grande et impose d'utiliser pour les simulations des pas de temps très courts, le pas de temps pouvant être élargi par la suite.

L'hypothèse de partition de la déformation totale en déformation élastique et en déformation différée permet toujours d'écrire sous forme incrémentale :

$$\Delta \gamma = \Delta \gamma^e + \Delta \gamma^d \quad \Delta \varepsilon_v = \Delta \varepsilon_v^e + \Delta \varepsilon_v^d \quad (26)$$

Sous contrainte déviatorique, le fluage est bien entendu actif. La vitesse de la contrainte déviatorique peut alors s'exprimer en fonction de la déformation déviatorique totale, de la déformation déviatorique différée et en fonction de la loi d'élasticité linéaire :

$$\Delta s_{ij} = 2G(\dot{\varepsilon}_{ij} - \dot{\varepsilon}_{ij}^d) \Delta t \quad (27)$$

Quant à la vitesse de déformation déviatorique différée, elle s'exprime sous la forme suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^d = \dot{\gamma}_{\dot{\varepsilon}q}^d \left( \frac{3s_{ij}}{2q} \right) \quad (28)$$

Dans notre loi de Lemaitre modifiée, pour la composante volumique de la contrainte, les effets visqueux sont toujours présents, ainsi :

$$\Delta \sigma_n = K(\Delta \varepsilon_v^d - \Delta \varepsilon_v) \quad \text{avec } \Delta \varepsilon_v^d = \dot{\gamma}_{\dot{\varepsilon}q}^d \times tg \delta \times \Delta t \quad (29)$$

Les incréments de déformation volumique totale sont calculés par le code numérique. Et finalement, le nouveau tenseur total est donné par la somme de la part isotrope et la part déviatorique :

$$\sigma_{ij}^N = s_{ij}^N + \sigma_n^N \underline{\underline{1}} \quad \text{avec } s_{ij}^N = s_{ij}^O + \Delta s_{ij} \quad \text{et } \sigma_n^N = \sigma_n^O + \Delta \sigma_n \quad (30)$$

Notons que la surface initiale de fluage, définissant dans l'espace des contraintes le seuil en dessous duquel le fluage n'est pas actif, n'est pas entraînée avec l'augmentation de la distorsion différée. On considère donc qu'il n'y a pas de phénomène d'écrouissage dans le comportement différé.

L'algorithme d'implantation est schématisé sur la figure 5.

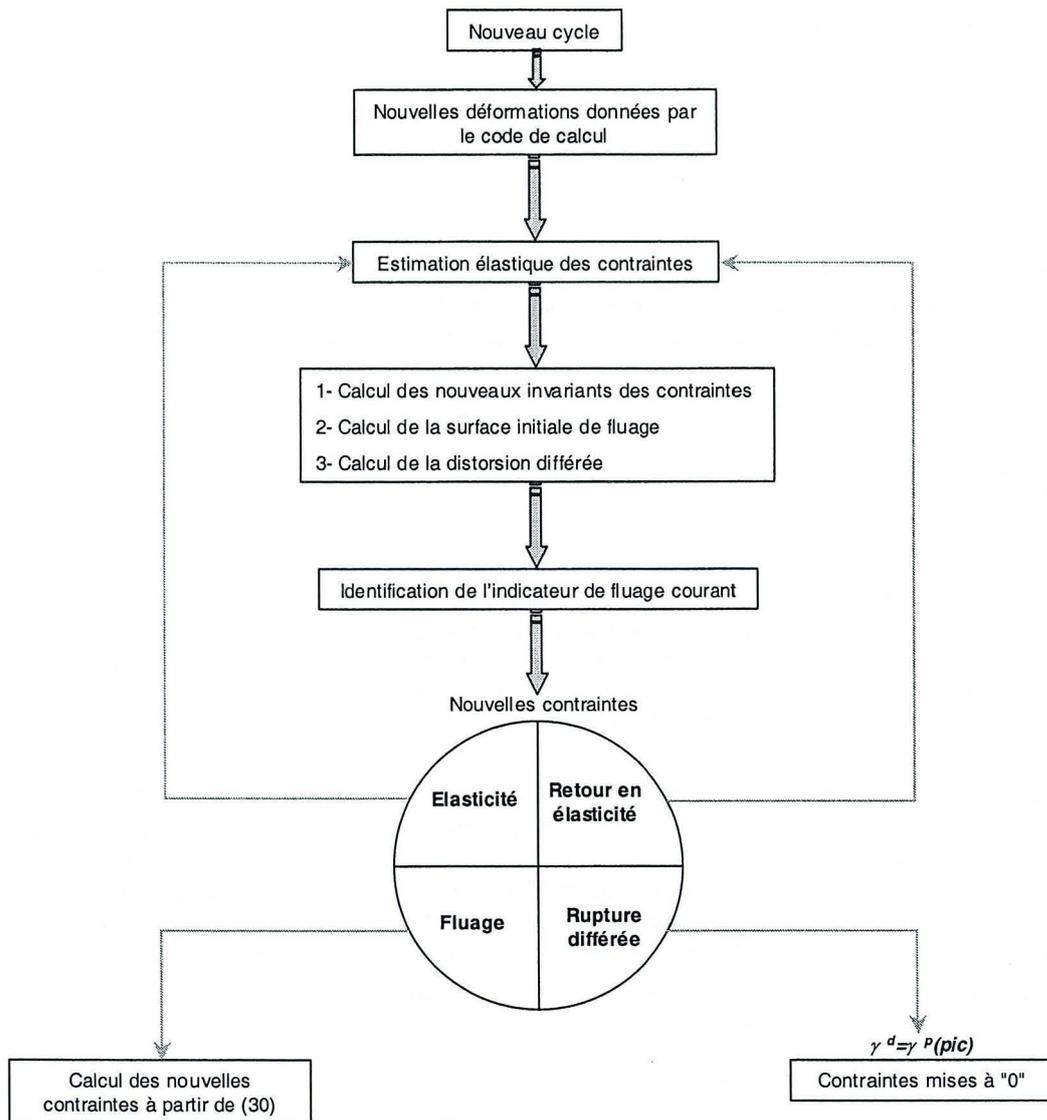


Figure 5 - Algorithme d'implantation de la loi de fluage dans le code FLAC.

### 6.2.2.2 Validation de l'implantation

Pour valider l'implantation de la loi de fluage, on réalise sur une éprouvette la simulation numérique d'un essai de fluage dont une solution analytique existe (Fig. 6). Il s'agit d'un essai de fluage monoaxial sous une contrainte de 10 MPa pendant une durée de 20 jours. Les paramètres de la loi de fluage affectés à cette simulation sont ceux qui seront utilisés par la suite dans les modélisations de chambres et piliers et qui représentent une moyenne des paramètres déterminés à partir des différents essais de fluage.

Comme précédemment, les courbes numériques ajustent parfaitement la solution analytique, que ce soit pour la déformation axiale, radiale ou la distorsion différée.

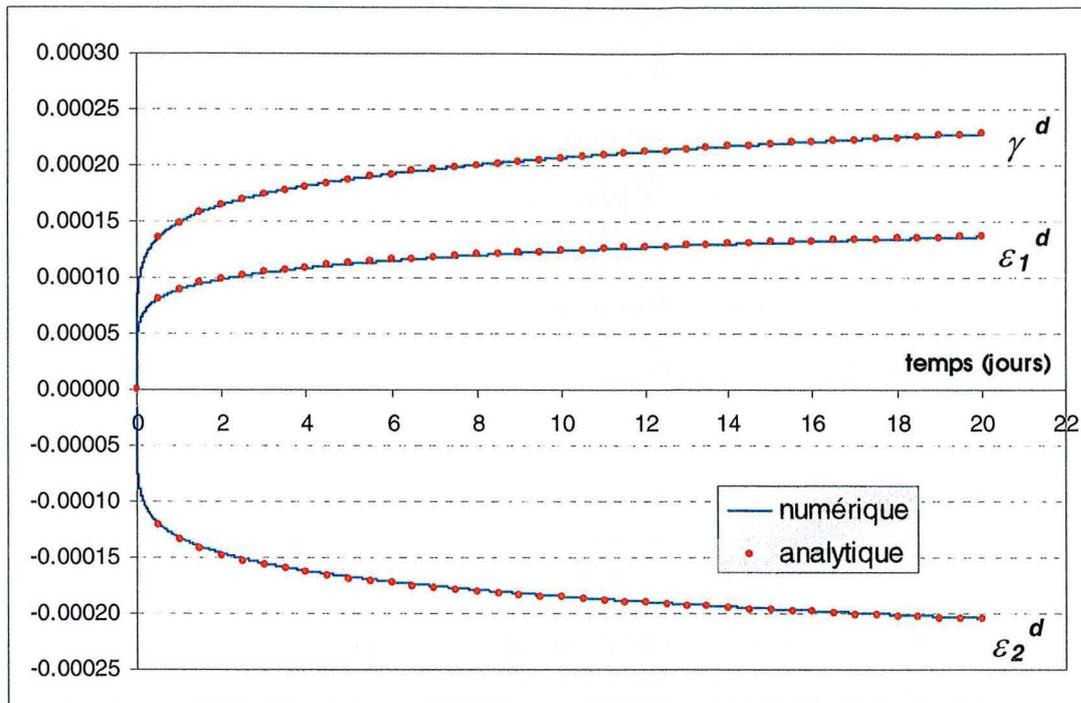


Figure 6 - Comparaison entre les solutions numérique et analytique d'un essai de fluage.

## 6.2.3 Loi couplée fluage-plasticité

### 6.2.3.1 Principe de l'implantation

Afin de rendre compte des déformations instantanées (élastique et plastique) pendant le chargement en même temps que des déformations différées, on propose la décomposition suivante du tenseur des déformations totales :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}^e + \underline{\underline{\epsilon}}^p + \underline{\underline{\epsilon}}^d \quad (31)$$

Cette partition du tenseur des déformations est proposée par de nombreux auteurs (Borja *et al.* 1985, Bruhns *et al.* 1994). Lemaitre et Chaboche (1988) ont montré dans le cadre des matériaux standard généralisés que cette décomposition s'interprète de façon satisfaisante dans le cadre de la thermodynamique.

Pour l'implantation dans le code de calcul, nous procédons toujours de la même manière, c'est-à-dire en écrivant les lois plastique et de fluage sous forme incrémentale. Ainsi :

$$\Delta\gamma = \Delta\gamma^e + \Delta\gamma^p + \Delta\gamma^d \quad \Delta\epsilon_v = \Delta\epsilon_v^e + \Delta\epsilon_v^p + \Delta\epsilon_v^d \quad (32)$$

$$\Delta\sigma_n = K(\lambda^d \beta - \Delta\epsilon_v + \Delta\epsilon_v^d) \quad \Delta\tau = G\sqrt{3}(\Delta\gamma - \lambda^d - \Delta\gamma^d) \quad (33)$$

Les nouvelles contraintes s'expriment finalement ainsi :

$$\tau^N = \tau^I - \lambda^d G\sqrt{3} - \Delta\gamma^d G\sqrt{3} \quad \sigma_n^N = \sigma_n^I + \lambda^d K\beta + \Delta\gamma^d K\beta \quad (34)$$

en considérant, comme nous l'avons signalé précédemment, que le coefficient de dilatance différé est égal au coefficient de dilatance de la plasticité instantanée (Ch. 5 éq. 34).

En considérant la condition de consistance de la plasticité instantanée et l'expression des nouvelles contraintes, on détermine le multiplicateur plastique :

$$\lambda^d = \frac{f_d(\sigma_n^I, \tau^I) + \Delta\gamma^d(q_\alpha K\beta - G\sqrt{3})}{G\sqrt{3} - q_\alpha K\beta} = \frac{f_d(\sigma_n^I, \tau^I)}{G\sqrt{3} - q_\alpha K\beta} - \Delta\gamma^d \quad (35)$$

Les conditions assurant la nullité de ce multiplicateur plastique, par exemple en décharge élastique ou en fluage, restent toujours valables (Ch. 5 éq. 48).

Nous rappelons l'expression du potentiel différé (Ch. 5 éq. 26) :

$$\Omega_d = \frac{K}{N+1} \left\{ \frac{q - \alpha_0(p - p_0) - q_0}{K} \right\}^{N+1} \gamma^d - \frac{N}{M}$$

L'effet d'un chargement à vitesse quasi-nulle est représenté sur la figure 10 (Ch. 5). Dans ce cas particulier, la cohésion au pic devient bien plus faible que dans le cas de la plasticité instantanée. La résistance à court terme post-pic peut être plus faible que la résistance à long terme (définie par la cohésion à long terme) dans certaines conditions de chargement, par exemple pour un chargement triaxial à faible confinement. Ce phénomène a été étudié par Nguyen et Rousset (1987).

On propose alors de réécrire le potentiel différé en considérant que le critère initial de la loi élasto-plastique correspond au seuil initial de fluage, et pour cela, il faut définir de nouvelles valeurs pour la cohésion initiale  $C$  et donc pour le paramètre  $k$ , respectivement  $C_0$  et  $k_0$  :

$$\Omega_d = \frac{K}{N+1} \left\{ \frac{f_0(p, q)}{K} \right\}^{N+1} \gamma^d - \frac{N}{M} \tag{36}$$

Avec :

$$f_0(p, q) = qg(\vartheta) - p\alpha_0 - 2C_0\sqrt{\alpha_0} = 0 \tag{37}$$

Par cette démarche nous considérons donc que les processus plastique et "visqueux" sont déclenchés au-dessus du même seuil, ce qui reste toujours en accord avec l'hypothèse formulée précédemment, à savoir que la plasticité et le fluage sont l'expression d'un même processus physique, les échelles de temps étant simplement différentes. La plasticité étant déclenchée plus tôt, les déformations plastiques sont sur-estimées, sans pour autant modifier le seuil de rupture, mais légèrement si le chargement est très rapide. La surface initiale de fluage, qui correspond donc au seuil initial de la loi élasto-plastique n'est pas entraînée (écrouie) pendant l'écrouissage; elle est calculée une seule fois avec la valeur initiale du paramètre d'écrouissage  $\alpha_0$ .

Tchipey Piepi (1995) a procédé d'une manière similaire pour traduire le comportement viscoplastique des argiles raides. Il modélise le comportement élasto-plastique instantané et visqueux de ces matériaux grâce au critère de Tresca (plasticité parfaite sans écrouissage) défini par une cohésion à la rupture et au modèle visqueux de Bingham défini par une viscosité constante, respectivement. Dans son cas, le seuil initial de fluage s'exprime sous la forme du critère de Tresca avec une cohésion à la rupture différée différente, et plus faible, de la cohésion à la rupture instantanée.

Dans notre cas, la présence de l'écrouissage positif et négatif complique le problème. Il faut dans un premier temps prévoir le cas où la variable d'écrouissage et donc le paramètre d'écrouissage  $\alpha$  évoluent, tandis que la plasticité est inactive, c'est-à-dire pendant le fluage et pendant les décharges élastiques. Pour cela, nous proposons une réduction du paramètre  $k$  telle que le point représentatif de l'état de contrainte actuel reste sur la surface de charge courante (respect de la condition de consistance), malgré l'augmentation du paramètre d'écrouissage (Fig. 7).

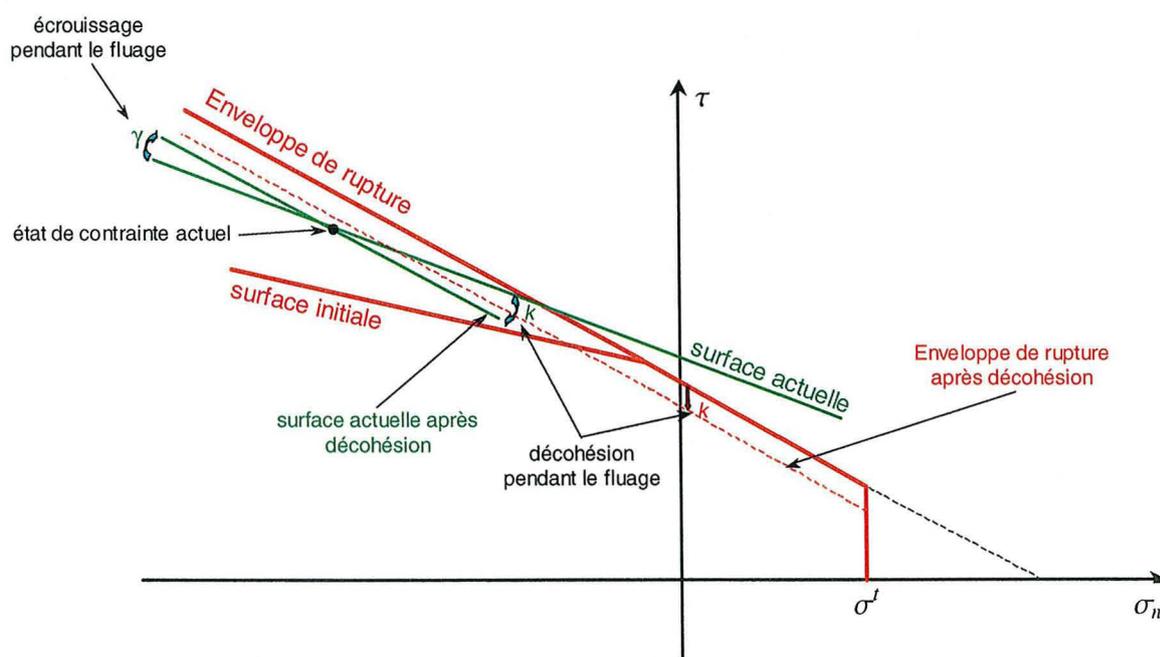


Figure 7 - Réduction des forces de cohésion et de l'enveloppe de rupture pendant le fluage.

On justifie physiquement cette réduction par le fait que le fluage, de par les mécanismes mis en jeu (développement de micro-fissures aux limites des grains), induit une diminution des forces de cohésion au sein de la roche. Ainsi, si le paramètre  $k$  diminue, il en va de même pour l'enveloppe de rupture (Ch. 4 éq. 15) : le pic sera atteint pour une contrainte d'autant plus faible que la déformation de fluage sera importante. En post-pic, si la contrainte est constante, la rupture intervient rapidement.

Ce principe de réduction du paramètre  $k$  sera également adopté pendant un chargement. Le seuil final sera d'autant plus abaissé que l'écroûissage induit par le processus de fluage pendant un chargement sera important. Pour déterminer la valeur de la réduction dans cette condition de chargement (avant ou après le pic), on considère la distorsion supplémentaire induite par le fluage : à un incrément de cette distorsion correspond un décrétement du paramètre  $k$  tel que le point représentatif de l'état de contrainte actuel reste sur la surface de charge. Il est clair que cette démarche (réduction du paramètre  $k$ ) n'est pas parfaite dans sa forme actuelle. Elle demande de plus à être vérifiée expérimentalement par la réalisation d'essais de compression à différentes vitesses de chargement, et une loi d'évolution de ce paramètre devra être proposée (fonction donnée de la distorsion différée).

### 6.2.3.2 Validation de l'implantation de la loi couplée plasticité-fluage

La validation de la loi couplée fluage-plasticité nécessite effectivement la simulation d'essais de compression à différentes vitesses de chargement. Bien que de tels essais n'aient pas été réalisés, nous présentons sur la figure 8 leur simulation à partir de la loi couplée implantée dans le code de calcul ainsi que la comparaison avec la loi élasto-plastique instantanée.

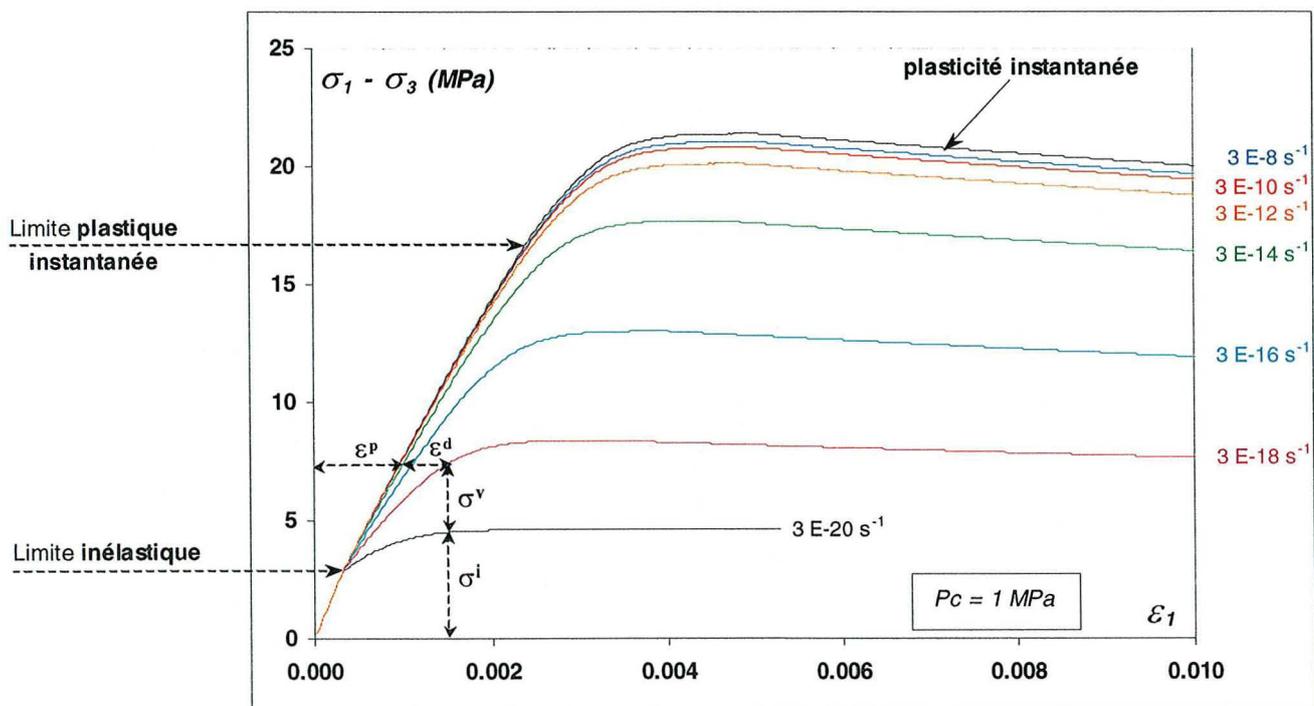


Figure 8 - Courbes d'écroûissage à différentes vitesses obtenues par simulation numérique à partir de la superposition de la loi élasto-plastique et de la loi de fluage (essai triaxial à  $P_c = 1 \text{ MPa}$  sur le minerai de fer).

L'effet de la combinaison de la plasticité au fluage est bien illustré sur cette figure. Pour une vitesse de chargement importante ( $3 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ), la courbe limite est donnée suivant la courbe de la plasticité instantanée. Dans le cas où la vitesse est très faible ( $3 \cdot 10^{-20} \text{ s}^{-1}$ ), la courbe limite est alors donnée par la contrainte interne ( $\sigma^i$  : contrainte interne,  $\sigma^v$  : contrainte visqueuse). La détermination exacte de la courbe limite inférieure nécessite la réalisation d'un essai de compression à très faible vitesse de chargement. Elle correspond au critère initial de fluage  $f_0(p, q)$  choisi pour le minerai de fer (37).

Pour une vitesse de chargement importante, la déformation différée ( $\epsilon^d$ ) est négligeable par rapport à la déformation plastique ( $\epsilon^p$ ), mais elle devient de plus en plus importante avec l'augmentation de cette vitesse. La limite de plasticité classique est donnée par la courbe de chargement instantanée; elle est bien plus élevée que la

limite de fluage ou limite inélastique, et elle est d'autant plus faible que la vitesse de chargement l'est elle-même. La **limite de plasticité** est donc une notion relative, à employer pour le comportement à court terme, et dans le cadre du couplage plasticité-fluage il convient alors de parler de **limite inélastique**. L'intérêt d'associer le fluage à la plasticité à partir d'une loi couplée est que la loi élasto-plastique instantanée apporte la courbe limite supérieure "à ne pas franchir". Pendant un chargement, le fluage prend "sa part" de déformation inélastique et laisse le "reste" à la plasticité en assurant la condition de consistance.

La résistance au pic est d'autant plus grande que la vitesse de chargement est importante. Cette diminution des forces de cohésion, liée au effets du fluage, correspond à une baisse de la surface au pic et justifie le choix de réduction du paramètre  $k$  (Fig. 7) dans le cas du fluage (contrainte constante). La figure 9 illustre parfaitement cette perte de cohésion de la roche dans la phase post-pic où le palier résiduel tend à diminuer avec la vitesse de chargement. Pour une vitesse infiniment faible, le palier résiduel est donné par le seuil initial de fluage (critère initial  $f_0$ ). Dans cette phase post-pic, si l'état de contrainte devient constant le programme d'implantation de la loi couplée plasticité-fluage prévoit la rupture (mise à "0" de toutes les composantes de la contrainte) étant donné que le pic de résistance est franchi et qu'il n'y a plus d'écroûissage positif ni de déformations de fluage possibles.

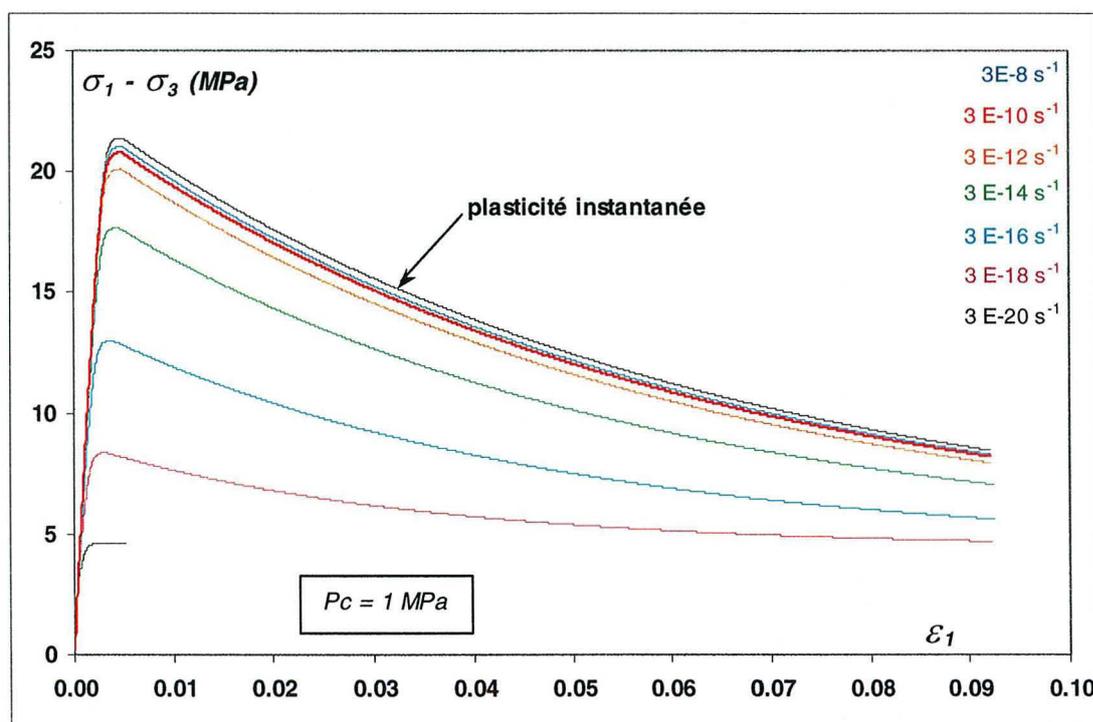


Figure 9 - Phase post-pic des courbes d'écroûissage à différentes vitesses.

## 6.3 SIMULATIONS

### 6.3.1 Présentation du modèle de base

Le modèle choisi est configuré en déformations planes (respect de la géométrie des chambres) et est représenté sur la figure 10. Il correspond à un pilier et à une chambre de 10 mètres de large. Le "taux de défruitement" en 2D est donc de  $\tau = 50\%$ .

On considère un recouvrement de 200 mètres au-dessus de l'ensemble toit-chambre-pilier. On considère dans un premier temps un seul niveau exploité, correspondant à la couche grise. Le toit et le mur de la galerie de grise correspondent à un niveau intercalaire marneux. Quelques simulations seront réalisées avec un modèle à 2 couches exploitées : la grise et la rouge. Dans tous les cas, les paramètres des couches minéralisées et des intercalaires seront ceux déterminés au laboratoire respectivement sur la couche grise et sur l'intercalaire formant le toit de la couche grise. Les différentes couches minéralisées, ainsi que les intercalaires, ont des épaisseurs variables; nous avons donc choisi une valeur moyenne de 5 mètres pour chaque couche afin de simplifier le problème.

Le maillage est constitué de 1800 (24×75) zones pour le modèle à un seul pilier et de 2400 (24×100) zones pour le modèle à 2 piliers superposés (figure 11). Il est le plus concentré dans les zones sensibles telles que les bords du pilier, du toit et du mur et au niveau des points singuliers que représentent les coins.

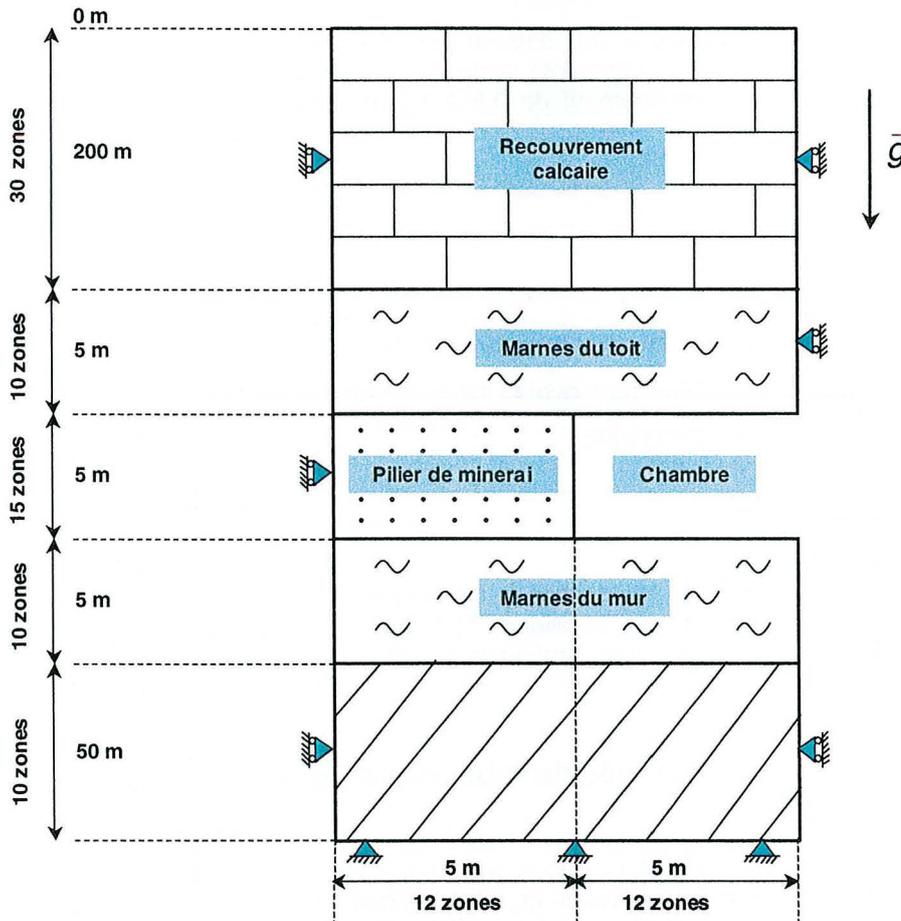


Figure 10 - Géométrie du modèle général utilisé pour les simulations.

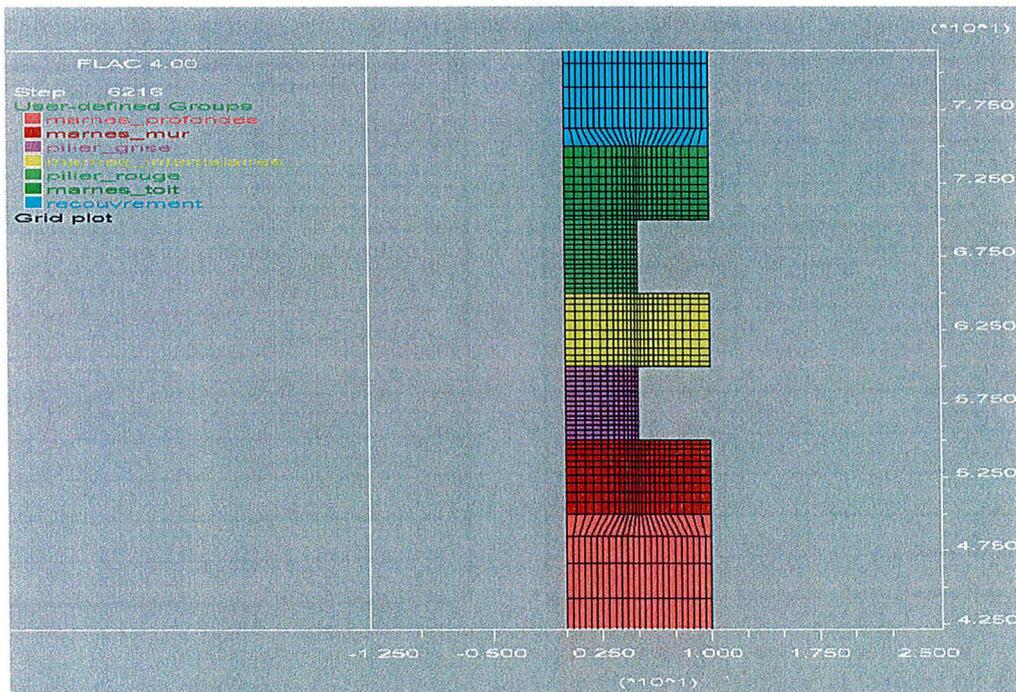


Figure 11 - Maillage pour le modèle à 2 couches exploitées.

### ➤ Initialisation de l'état de contrainte

L'état de contrainte vertical initial correspond aux poids des terres et est donné par :

$$\sigma_v = \sigma_{yy} = \rho g h \quad \rho : \text{masse volumique} \quad g : \text{accélération de la pesanteur} \quad h : \text{profondeur}$$

L'état de contrainte horizontal, quant à lui, dépend de l'histoire géologique régionale. On choisit pour nos simulations un rapport de 0.5 entre la contrainte verticale et la contrainte horizontale. Ce choix, arbitraire car le rapport du déviateur naturel est certainement de 0.8 à 1, est justifié par le fait qu'il correspond à un cas plus défavorable. Ainsi :

$$\sigma_h = \sigma_{xx} = \sigma_{zz} = \delta \times \rho g h \quad \delta : \text{déviateur naturel des contraintes}$$

$$\delta = 0.5$$

Chaque simulation sera ainsi menée :

- **initialisation** de l'état de contrainte "naturel"
- attente de **l'équilibre** (contraintes initiales – forces gravitationnelles)
- **excavation** de la chambre.

### ➤ Conditions aux limites

La base du modèle est fixée dans les 2 directions à une distance suffisamment grande pour ne pas influencer sur les déformations et les contraintes au niveau du pilier et du toit. Par contre, les extrémités droite et gauche ne sont fixées que dans la direction x dans le but de simuler des axes de symétrie et réduire ainsi le nombre de zones du modèle.

## 6.3.2 1<sup>ère</sup> configuration : propriétés du laboratoire pour les roches

Dans un premier temps, on ne considère aucun effet d'échelle ni de géométrie. Les propriétés mécaniques affectées aux matériaux du modèle (minéral et intercalaires) sont celles déterminées au laboratoire, sans modifications, et sont listées dans les tableaux suivants (Tab. 1).

Tableau 1 - à gauche : Paramètres du modèle pour le minéral de fer sain et sans effet d'échelle  
- à droite : Paramètres du modèle pour les marnes saines et sans effet d'échelle.

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G (MPa)$	3600
Module de compressibilité	$K (MPa)$	6300
Densité	$d$	0.0028
Coefficient de dilatance	$\beta = tg \delta$	-1.2
Facteur de géométrie	$R_s$	1
Surface au pic	$\alpha_m$	1.79
Surface initiale	$\alpha_0$	0.63
Cohésion	$C (MPa)$	7.6
Résistance en traction	$R_t (MPa)$	0.7
	$a$	2000
	$g$	1000
	$k (MPa)$	-11.6

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G (MPa)$	5600
Module de compressibilité	$K (MPa)$	5900
Densité	$d$	0.0025
Coefficient de dilatance	$\beta = tg \delta$	-0.8
Facteur de géométrie	$R_s$	1
Surface au pic	$\alpha_m$	2.05
Surface initiale	$\alpha_0$	1.33
Cohésion	$C (MPa)$	7.23
Résistance en traction	$R_t (MPa)$	1
	$a$	1000
	$g$	300
	$k (MPa)$	-15.5

Observons dans un premier temps l'état de contrainte dans le modèle. Les isovaleurs de la contrainte verticale sont représentées sur la figure 12. Sans excavation, l'état initial de contrainte, induit par le poids des terres à 200 m de profondeur, correspond à une contrainte verticale de 5 MPa, et une contrainte horizontale deux fois moindre. Une

fois l'excavation réalisée et l'équilibre atteint, cette même contrainte devient égale à 8.9 MPa au sommet du pilier (au niveau de l'axe de symétrie). Cette valeur est à rapprocher de celle donnée par la théorie des aires tributaires qui prévoit une contrainte de 10.5 MPa pour un taux de défrèvement de 50%. A cet endroit, les contraintes horizontales sont de 3.8 MPa ( $\sigma_{zz}$ ) et de 3.7 MPa ( $\sigma_{xx}$ ), valeurs bien plus élevées que les contraintes horizontales initiales. La redistribution de la contrainte verticale après excavation et à mi-hauteur du pilier est représentée sur la figure 13. Les valeurs sont assez homogènes et comprises entre 9.4 et 10.9 MPa. Au toit de la chambre et au centre, l'état de contrainte est le suivant :  $\sigma_{zz} = 1.4$  MPa,  $\sigma_{xx} = -0.5$  MPa et  $\sigma_{zz} \approx 0$  MPa. Il n'est pas étonnant de constater à cet endroit une contrainte de traction horizontale (la contrainte verticale y étant nulle).

Pour des valeurs aussi faibles des contraintes dans le modèle, le mécanisme de plasticité instantanée n'est pas déclenché. Le comportement des roches est toujours élastique. On constate bien entendu des contraintes très élevées au niveau des singularités que représentent les zones proches des coins. A ces endroits, le seuil de plasticité est franchi.

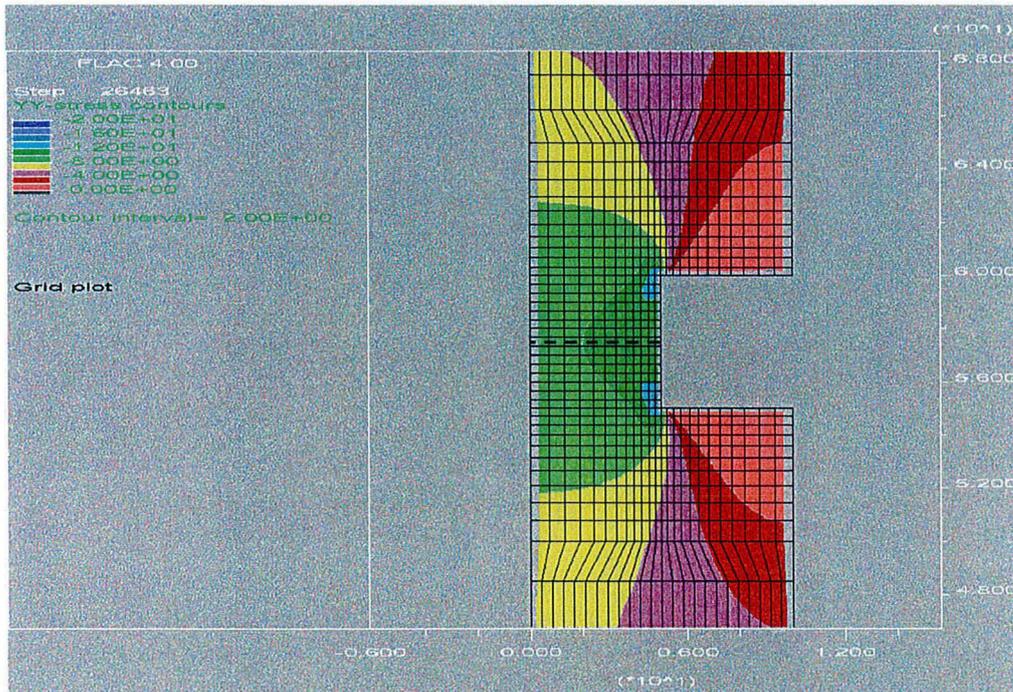


Figure 12 - Isovaleurs de la contrainte verticale dans le modèle (recouvrement de 200 m).

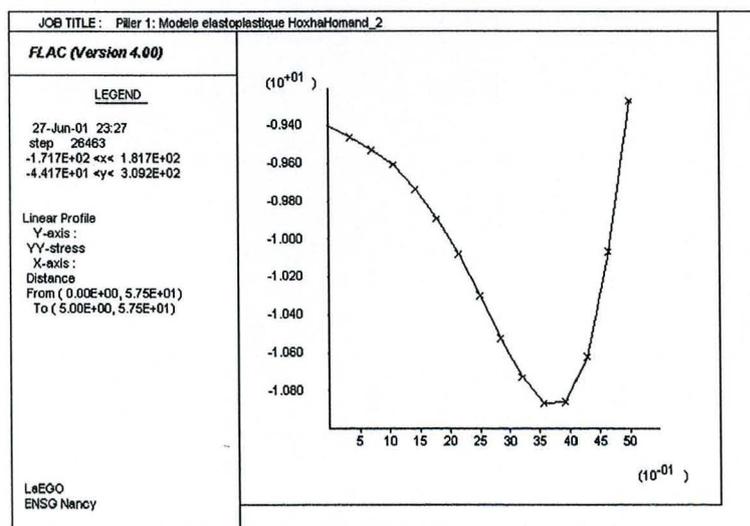


Figure 13 - Profil de la contrainte verticale à mi-hauteur du pilier (du centre au bord).

Sur les figures 14 et 15 sont représentées respectivement les valeurs du déviateur des contraintes  $q$  et de la contrainte moyenne  $p$  dans le modèle. On constate, en se rapportant aux caractéristiques des différents seuils de la

loi de comportement pour les roches saines, que l'état de contrainte en chaque zone se situe en dessous du seuil initial de plasticité.

Par ailleurs, on constate en observant l'allure de la distribution des contraintes dans le modèle une symétrie par rapport à un axe qui traverserait le pilier à mi-hauteur. Ainsi, si la profondeur de l'ouvrage est grande, comme c'est le cas dans nos modèles (200 m), le maillage peut encore être réduit en plaçant un troisième axe de symétrie à ce niveau.

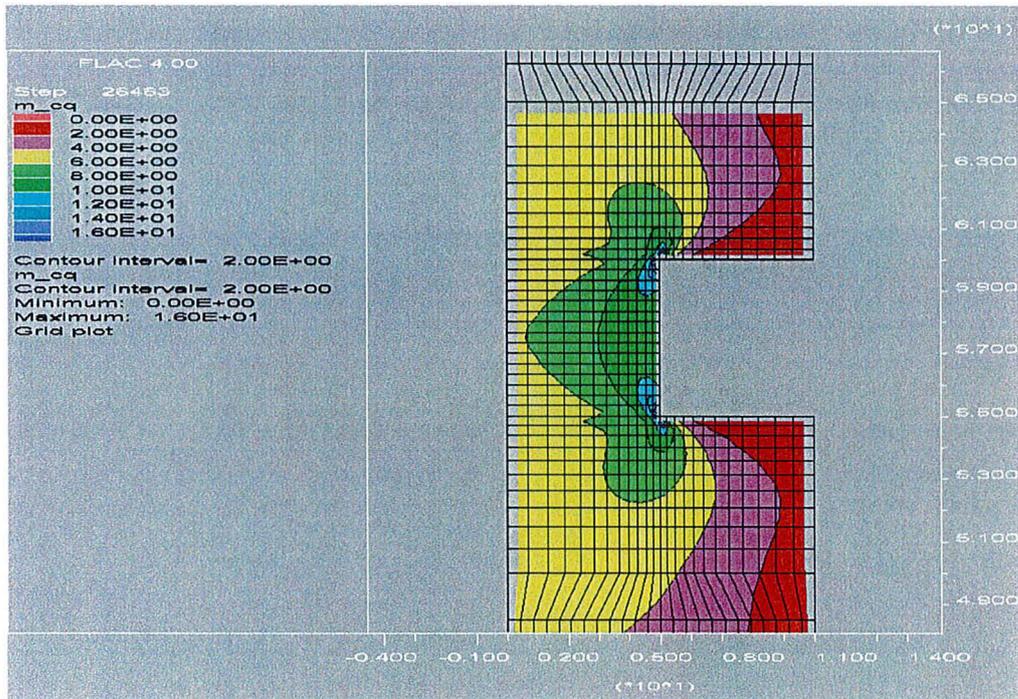


Figure 14 - Isovaleurs du déviateur des contraintes q dans le modèle.

Intéressons-nous désormais brièvement aux déplacements dans le modèle (Fig. 16). Le déplacement maximal se produit au toit de la chambre et près du centre. A ce niveau, le vecteur de déplacement est vertical et a pour valeur 8 mm. Au niveau du pilier, les déplacements maximaux se situent près du bord et les vecteurs de déplacement sont orientés vers la chambre, exprimant ainsi une zone de cisaillement.

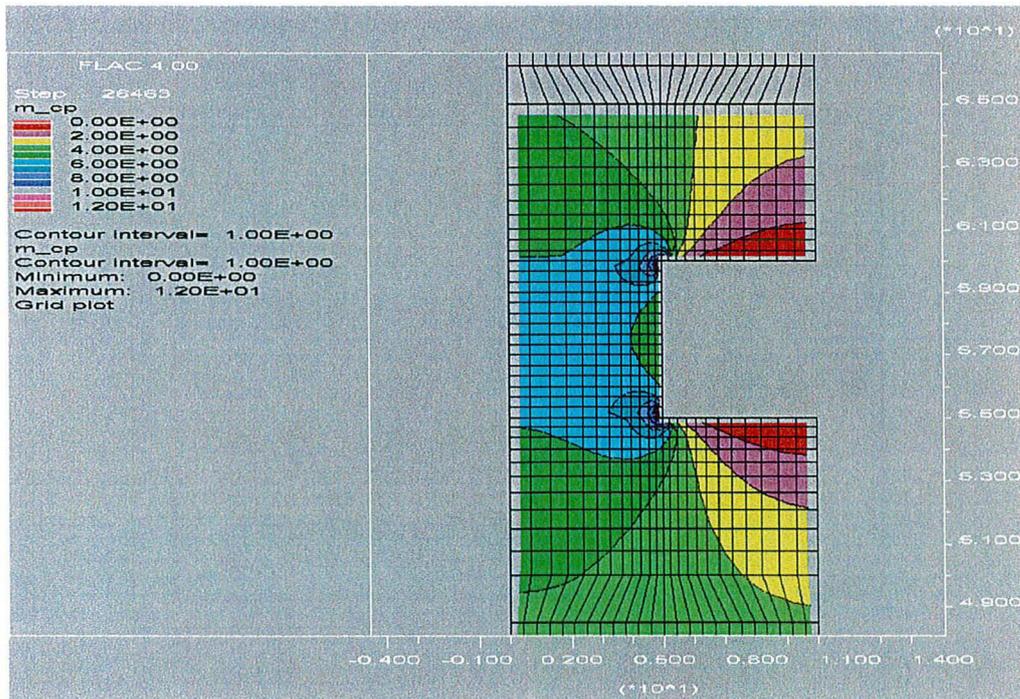


Figure 15 - Isovaleurs de la contrainte moyenne dans le modèle.

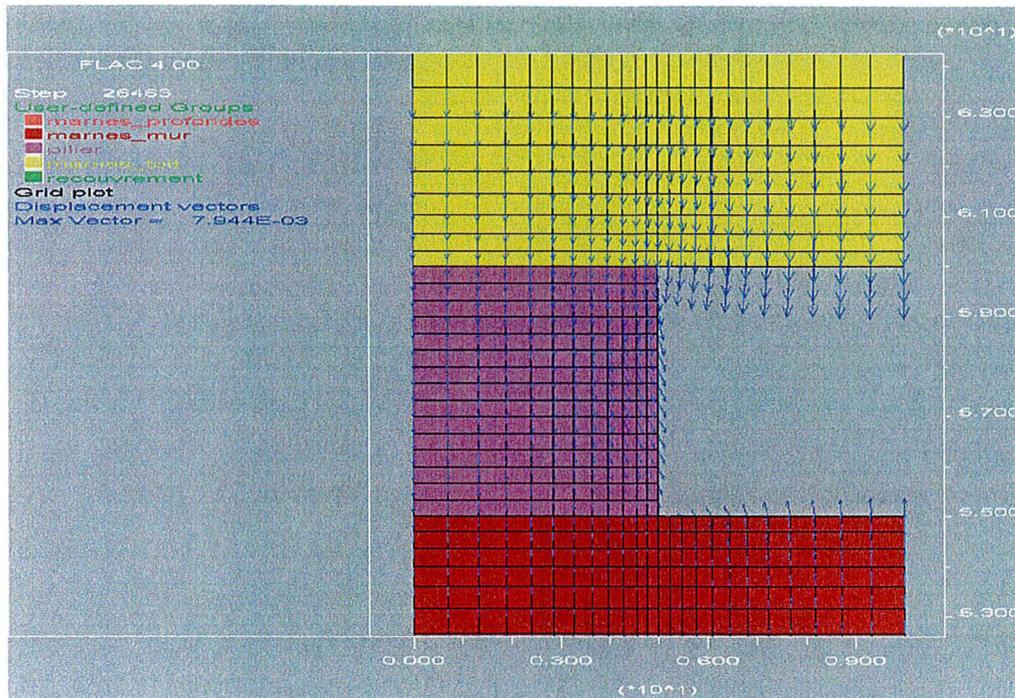


Figure 16 - Vecteurs de déplacement dans le modèle après équilibre.

### 6.3.3 2<sup>ème</sup> configuration : prise en compte de l'effet d'échelle

Pour cette 2<sup>o</sup> configuration du modèle, on considère désormais l'effet d'échelle (effet de surface et de volume) et de géométrie (effet de l'élanement) existant entre les éprouvettes de laboratoire et les roches *in situ*. Prendre en compte l'effet d'échelle consiste à extrapoler les résultats de laboratoire à l'étude d'une stabilité *in situ*. Ces phénomènes ont largement été étudiés dans la littérature (Pineau A. 1975, Pineau J.L. 1978, Tincelin 1975, Vigouroux 1975) et dont on trouvera une synthèse en **annexe**. Il faut cependant garder à l'esprit qu'il est difficile de tenir compte de l'effet d'échelle sur des roches aussi hétérogènes que celle de la formation ferrifère lorraine.

En tenant compte de toutes les remarques de l'annexe, on présente l'approche suivante. Considérant d'une part la faible sous-estimation de la résistance du fait de l'élanement plus grand de l'éprouvette de laboratoire par rapport au pilier (2 contre 0.5) et du fait de l'effet de surface, et d'autre part de la forte sur-estimation due à l'effet de volume; on propose une diminution de 30 % de la résistance de la roche. Ainsi, pour prendre en compte cette diminution dans la loi de comportement, on abaisse la résistance au pic obtenue pour chaque essai hydromécanique de 30 %. On part évidemment de l'hypothèse que l'effet d'échelle sur une éprouvette de laboratoire est le même quel que soit le confinement. Cette hypothèse est discutable, mais en l'absence d'étude sur l'effet d'échelle en conditions triaxiales nous avons pris le parti de l'adopter. Cette réduction des résistances va donc modifier les différents seuils de la loi de comportement et donc les paramètres dont les nouvelles valeurs pour le minerai de fer sont représentées dans le tableau 2 (à gauche). La modification des paramètres du modèle du fait de l'effet d'échelle ne concerne donc que les paramètres définissant les seuils. Les autres paramètres, notamment les propriétés élastiques (module de Young, coefficient de Poisson), ne sont pas changés. On applique également cette réduction des résistances aux intercalaires marneux (Tab. 2 à droite).

Après l'excavation et l'équilibre, et malgré la baisse des seuils, il n'y a pas de zones plastifiées dans le modèle. L'état de contrainte (contraintes principales,  $p$ ,  $q$ ) est inchangé par rapport à la simulation précédente bien que l'effet d'échelle ait été pris en compte et les différents seuils abaissés. De même, les déplacements restent identiques. A mi-hauteur du pilier, le déplacement horizontal est maximal pour une valeur de 1.2 mm. La figure 17 représente la déformation fortement amplifiée de la grille. Les déplacements verticaux au toit de la chambre correspondent aux déplacements les plus importants dans le modèle. La valeur maximale de 8 mm est atteinte au centre de la chambre.

Tableau 2 - à gauche : Paramètres du modèle pour le minerai de fer sain et avec un effet d'échelle.  
 - à droite : Paramètres du modèle pour les marnes saines et avec un effet d'échelle.

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G (MPa)$	3600
Module de compressibilité	$K (MPa)$	6300
Densité	$d$	0.0028
Coefficient de dilatance	$\beta = tg \delta$	-1.2
Facteur de géométrie	$R_s$	1
Surface au pic	$\alpha_m$	1.45
Surface initiale	$\alpha_0$	0.23
Cohésion	$C (MPa)$	10.3
Résistance en traction	$R_t (MPa)$	0.7
	$a$	2000
	$g$	1000
	$k (MPa)$	-15.3

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G (MPa)$	5600
Module de compressibilité	$K (MPa)$	5900
Densité	$d$	0.0025
Coefficient de dilatance	$\beta = tg \delta$	-0.8
Facteur de géométrie	$R_s$	1
Surface au pic	$\alpha_m$	1.53
Surface initiale	$\alpha_0$	1.03
Cohésion	$C (MPa)$	5.9
Résistance en traction	$R_t (MPa)$	1
	$a$	1000
	$g$	300
	$k (MPa)$	-11.6

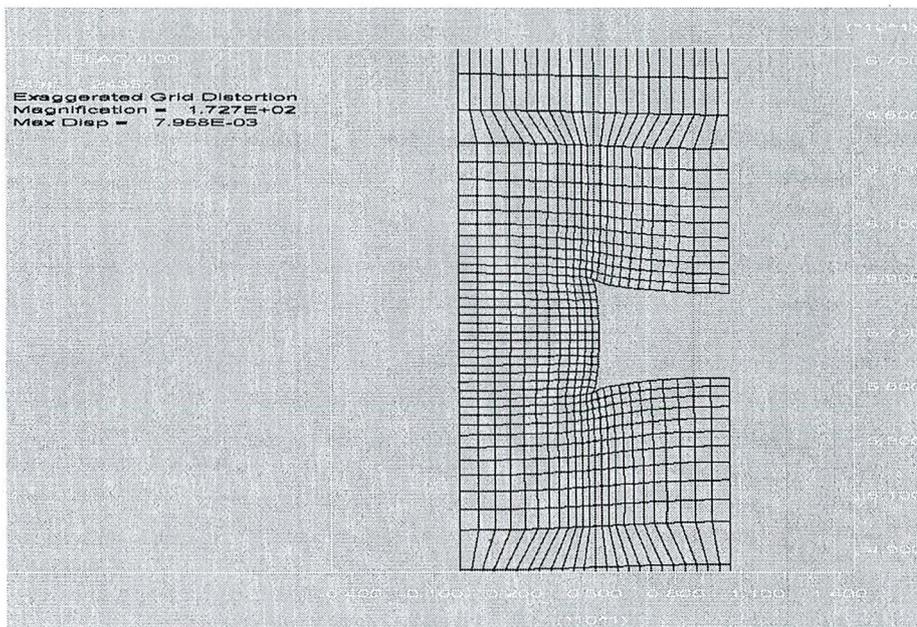


Figure 17 - Déformation fortement amplifiée de la grille.

L'allure du pilier déformé traduit des gradients dans les contraintes, ainsi que nous pouvons le constater sur la figure 18 qui représente les isovaleurs de la contrainte horizontale  $x$  dans le pilier. En observant ces isovaleurs, on constate en effet ces gradients avec des valeurs maximales de la contrainte à la base, au sommet et au centre du pilier. La contrainte horizontale dans la direction  $z$  (Fig. 19) reste élevée au bord du pilier et proche des conditions initiales ce qui se traduit par une contrainte moyenne importante.

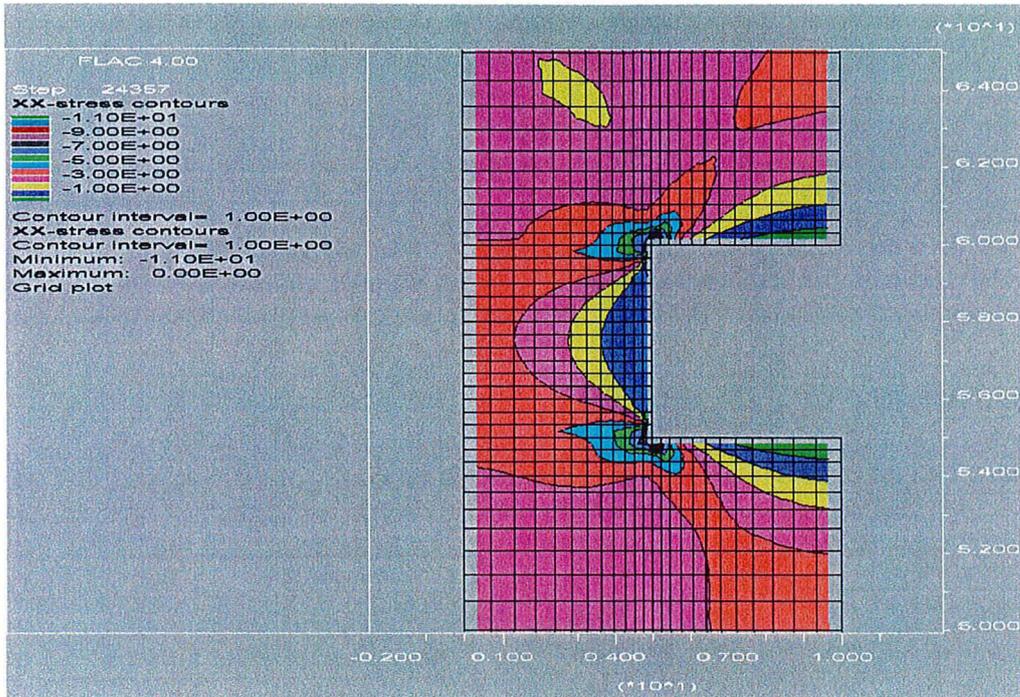


Figure 18 - Isovaleurs de la contrainte horizontale x dans le pilier, au toit et au mur.

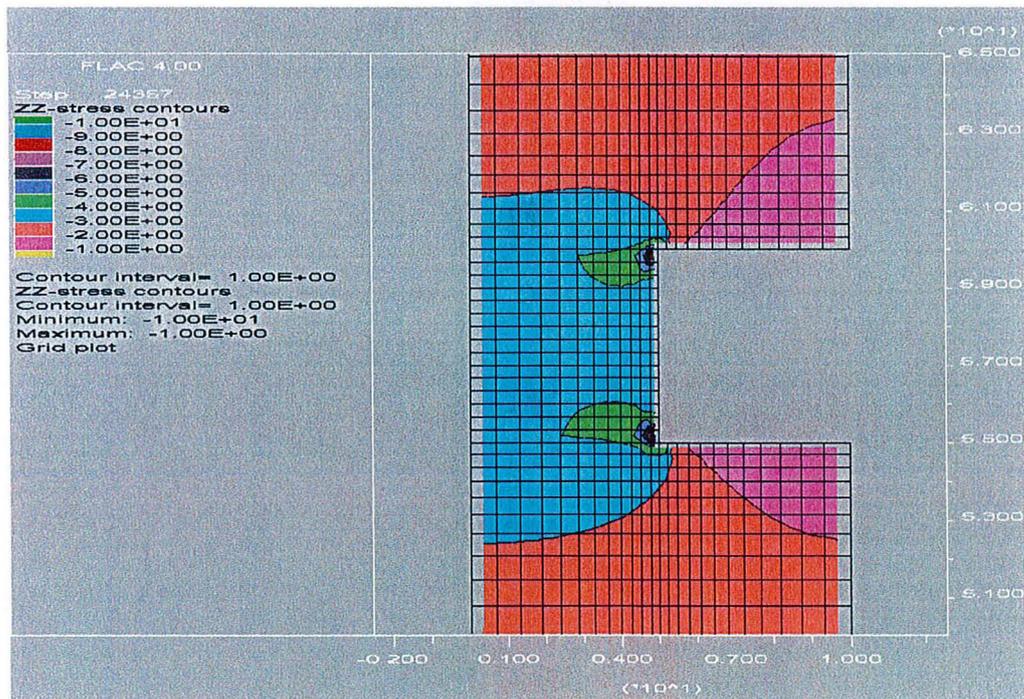


Figure 19 - Isovaleurs de la contrainte horizontale z dans le pilier, au toit et au mur.

### 6.3.4 3<sup>ème</sup> configuration : prise en compte du vieillissement des roches

Le problème est progressivement compliqué en rajoutant d'autres phénomènes. Nous tenons donc compte pour cette 3<sup>ème</sup> configuration, en plus de l'effet d'échelle, du vieillissement des roches. Ce vieillissement a été démontré et quantifié mécaniquement pour le minerai de fer et les paramètres déterminés à partir d'essais mécaniques sur du minerai de fer vieilli. Ces essais ont montré que le vieillissement a pour effet de réduire les seuils (linéarité, résistance au pic), traduisant ainsi la diminution de la cohésion, sans pour autant induire une modification des paramètres élastiques. Les modules élastiques restent en effet pratiquement constants, ainsi que nous l'avons constaté au chapitre 4. Par ailleurs, afin de tenir compte de l'effet d'échelle pour le minerai de fer vieilli, nous avons

appliqué comme précédemment une réduction de 30 % des résistances au pic et les nouveaux paramètres du minerai de fer vieilli avec un effet d'échelle sont représentés dans le tableau 3 (à gauche).

Quant aux intercalaires marneux, bien qu'aucune caractérisation mécanique n'ait été menée sur des roches altérées, on peut raisonnablement penser à un effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques. Le vieillissement des intercalaires marneux se traduit par un délitement et par des transformations minéralogiques (oxydation de la pyrite et néoformation de minéraux) qui induisent des micro-fissures du fait du volume plus important des minéraux néoformés. Les marnes sont souvent plus argileuses à la base des couches, et donc au toit des galeries, et y sont donc plus sujettes au délitement. Pour traduire cette altération en terme de loi de comportement, on propose, par une approximation raisonnable vis-à-vis du minerai de fer et en l'absence d'essais mécaniques sur des marnes vieilles, d'abaisser les différents seuils de la loi de comportement des marnes saines (avec effet d'échelle) d'autant que le seuil final a été abaissé au passage entre l'état sain du minerai de fer et l'état vieilli (sans effet d'échelle). Les nouveaux paramètres des marnes vieilles et avec l'effet d'échelle sont présentés dans le tableau 3 (à droite).

Tableau 3 - à gauche : Paramètres du modèle pour le minerai de fer vieilli et avec effet d'échelle.  
- à droite : Paramètres du modèle pour les marnes vieilles et avec effet d'échelle.

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G$ (MPa)	3600
Module de compressibilité	$K$ (MPa)	6300
Densité	$d$	0.0028
Coefficient de dilatance	$\beta = tg \delta$	-1.2
Facteur de géométrie	$R_s$	1
Surface au pic	$\alpha_m$	1.24
Surface initiale	$\alpha_0$	1.19
Cohésion	$C$ (MPa)	1.65
Résistance en traction	$R_t$ (MPa)	0.7
	$a$	2000
	$g$	1000
	$k$ (MPa)	9.3

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G$ (MPa)	5600
Module de compressibilité	$K$ (MPa)	5900
Densité	$d$	0.0025
Coefficient de dilatance	$\beta = tg \delta$	-0.8
Facteur de géométrie	$R_s$	1
Surface au pic	$\alpha_m$	1.53
Surface initiale	$\alpha_0$	1.03
Cohésion	$C$ (MPa)	4.14
Résistance en traction	$R_t$ (MPa)	1
	$a$	1000
	$g$	300
	$k$ (MPa)	-4.5

Les sondages horizontaux réalisés dans certains piliers exposés à l'atmosphère minière et dont l'état d'altération est ultime, ont montré que la zone vieillie s'étend au moins jusqu'à 2 mètres de profondeur (longueur des sondages). Ainsi, dans l'attente de sondages plus profonds, on applique les caractéristiques des roches vieilles sur une épaisseur de 2 m pour le pilier et pour le toit et le mur de la chambre (Fig. 20).

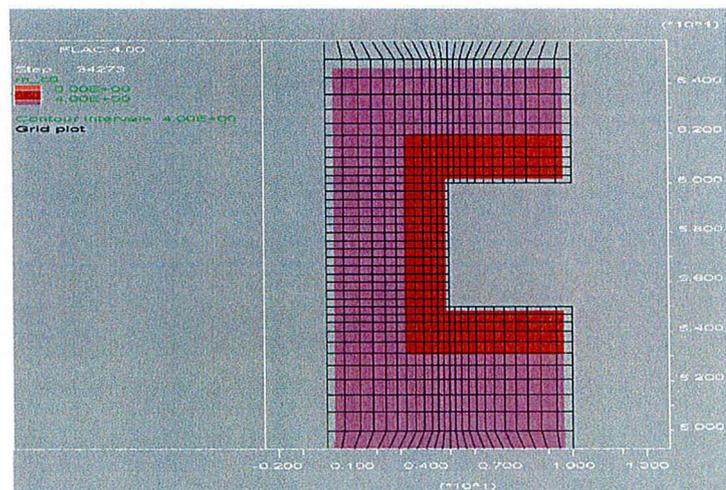


Figure 20 - Etendue de la zone vieillie dans le modèle (pilier de grise, toit et mur).

Malgré l'intégration des effets du vieillissement sur une profondeur de 2 mètres dans le pilier et au toit et au mur de la chambre, l'état de contrainte et l'état de déformation dans le pilier (profils et isovaleurs), au toit et au mur restent inchangés. Cependant, on observe le développement de zones plastifiées sur la figure 21 représentant les isovaleurs de la distorsion plastique. Ces zones plastifiées s'étendent dans les parties du pilier où les contraintes sont les plus élevées. Le paramètre d'érouissage  $\alpha$  a atteint dans une de ces zones la valeur de 1.22 et n'est plus très éloignée du pic (1.24). Il est donc probable que ces zones pourraient sous l'action d'une contrainte

supplémentaire franchir le pic, étant donné que la loi de comportement du minerai vieilli prévoit très peu d'écroûssage positif. Bien entendu, la proportion de ces zones plastifiées n'est pas très importante mais cela ne sous-entend pas que le vieillissement des roches n'a pas une influence fondamentale sur la stabilité mécanique puisqu'il ne s'agit seulement pour l'instant d'une simulation à court terme.

Une deuxième simulation avec ce modèle a été réalisée mais en considérant cette fois un pilier entièrement vieilli. Toutefois, l'état de contrainte et l'état de déformation restent inchangés. De même, l'étendue de la zone plastifiée n'a pas évolué.

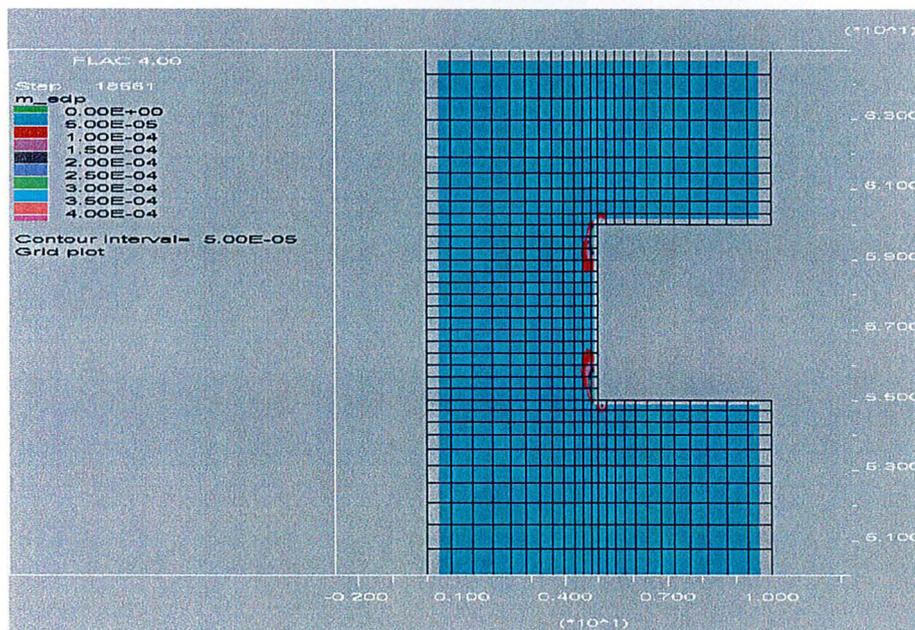


Figure 21 - Isovaleurs de la distorsion plastique dans le modèle.

### 6.3.5 4<sup>ème</sup> configuration : superposition de 2 piliers

#### ➤ Taux de défrètement de 50 %

Par rapport à la simulation précédente, on modélise désormais, en plus de l'effet du vieillissement, une superposition de 2 piliers. Le pilier inférieur correspond toujours à la couche grise tandis que le pilier supérieur correspond à la couche rouge. La hauteur du recouvrement (au-dessus du pilier de "rouge") reste la même, c'est-à-dire 200 mètres.

Les propriétés mécaniques affectées au pilier de "rouge" sont celles du minerai de fer de la couche grise, caractérisé au laboratoire. Quelques essais mécaniques (essais triaxiaux classiques) réalisés au laboratoire sur ce faciès du minerai (Homand 1997) ainsi que les informations d'une base de données sur les propriétés mécaniques des roches de la formation ferrifère (Tab.2 Ch. 1) ne montrent pas de différence significative dans le comportement mécanique. Par ailleurs, au cours de l'étude sur le vieillissement du minerai de fer, principalement axée sur la couche grise, quelques analyses sur des échantillons de "rouge" ont montré les mêmes phénomènes de transformations minéralogiques d'origine anthropique. Pour ces raisons, la loi de comportement (y compris les paramètres de la loi) du minerai de la couche rouge sera celle déterminée pour la couche grise et les modifications apportées afin de tenir compte de l'effet d'échelle et du vieillissement seront les mêmes. Le modèle à piliers superposés et zones vieilles est représenté sur la figure 22.

Les isovaleurs de la contrainte verticale sont représentées sur la figure 23. L'état de contrainte verticale est toujours homogène dans le pilier, à la différence près que les contraintes sont légèrement plus élevées dans le pilier inférieur. Comme pour le modèle à un pilier, on observe des zones plastifiées dans les coins, ce qui n'a rien d'étonnant vu les contraintes élevées autour de ces points singuliers. Finalement, les modèles avec roches vieilles et à piliers superposés ou non, ne montrent aucun indice d'instabilité de l'ouvrage. Bien sûr cette conclusion est provisoire étant donné qu'il s'agit pour l'instant d'une simulation à court terme n'intégrant pas les effets différés associés au fluage.

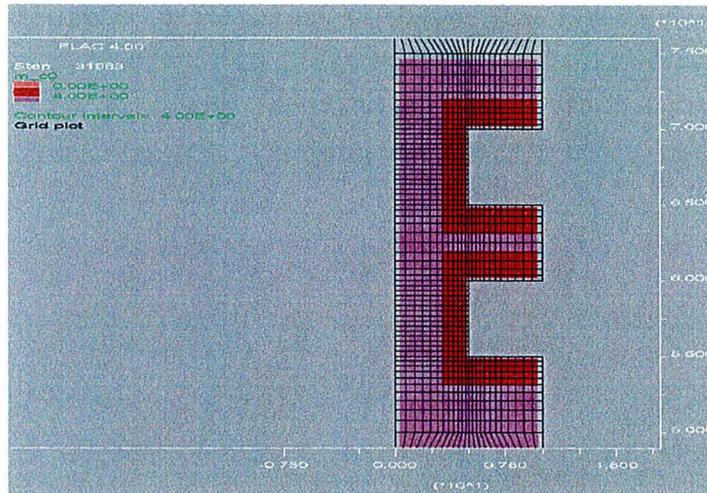


Figure 22 - Etendue de la zone vieillie dans le modèle à 2 piliers superposés.

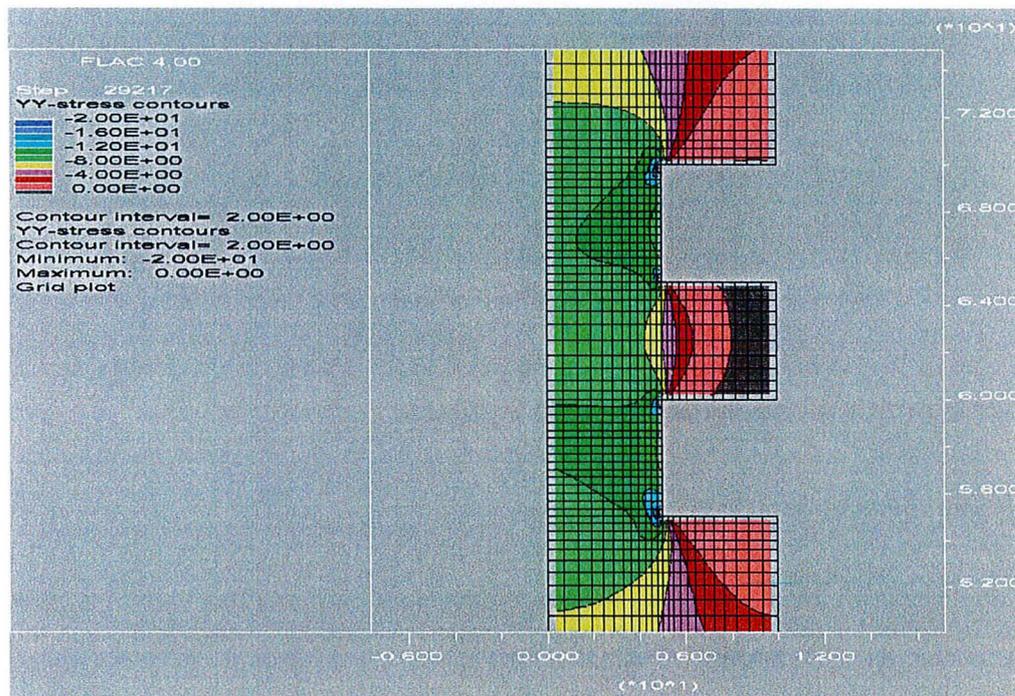


Figure 23 - Isovaleurs de la contrainte verticale dans le modèle à 2 piliers superposés.

Les déplacements, représentés sur la figure 24, sont maximaux au toit de la chambre supérieure (jusqu'à 1.2 cm). Le pilier inférieur ainsi que les marnes du mur inférieur se comportent sensiblement de la même manière que pour le modèle à un seul pilier.

Le profil des déplacements horizontaux au bord du pilier inférieur est symétrique par rapport au profil du pilier supérieur (Fig. 25 à gauche). Le déplacement maximal, au centre des piliers, a pour valeur 1.4 mm, c'est-à-dire un peu plus que pour le modèle à un seul pilier (1.2 mm). Les déplacements verticaux sont beaucoup plus importants pour le toit supérieur (Fig. 25 à droite), avec une valeur maximale de 12 mm au centre de la chambre.

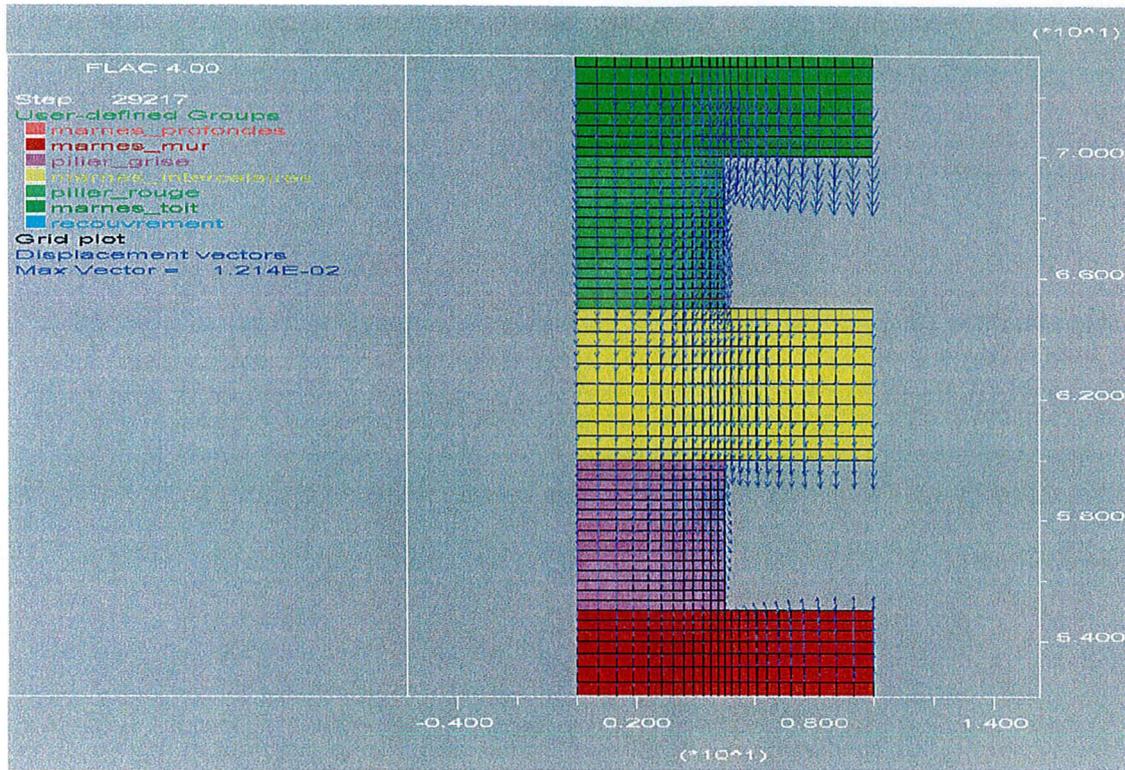


Figure 24 - Vecteurs de déplacement dans le modèle à 2 piliers superposés après équilibre.

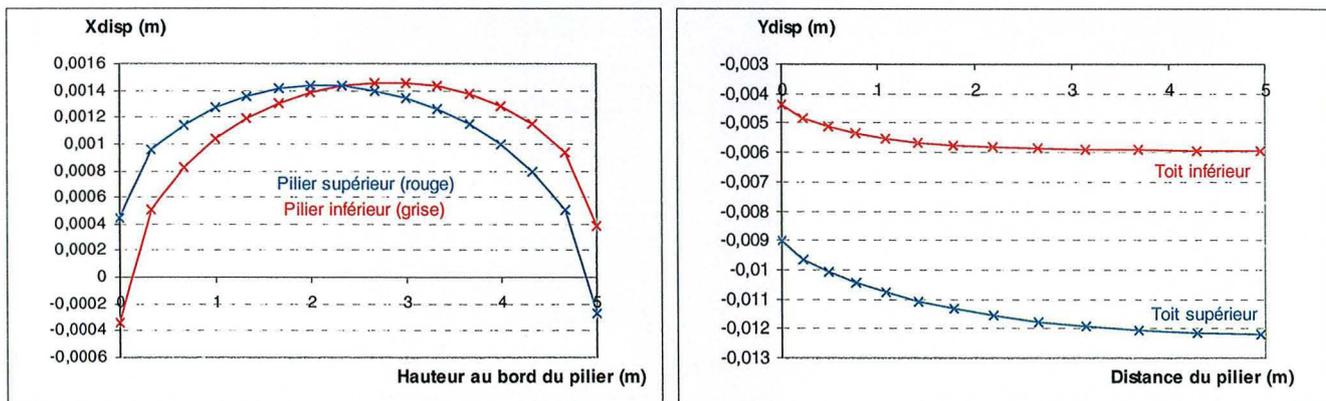


Figure 25 - à gauche : Profil du déplacement horizontal au bord des piliers (de la base au sommet).  
- à droite : Profil du déplacement vertical au toit des chambres (du bord de pilier à l'axe de symétrie).

➤ **Taux de défrètement de 66 %**

Dans un deuxième temps, afin de simuler une réduction du taux de défrètement à partir de ce modèle, une contrainte supplémentaire est ajoutée dans le modèle précédent.

Afin de calculer cette contrainte additionnelle, nous avons considéré la méthode des aires tributaires. Cette méthode permet de calculer la contrainte s'exerçant sur un pilier en fonction du poids exercé par le recouvrement et du taux de défrètement, selon l'expression suivante :

$$\sigma_p = \frac{\rho g h}{1 - \tau} \quad \sigma_p : \text{charge sur le pilier} \quad \tau : \text{taux de défrètement} \tag{38}$$

Le taux de défrètement en 2D est donné par :

$$\tau = \frac{1}{1 + \frac{L_p}{L_g}} \quad L_p : \text{largeur du pilier} \quad L_g : \text{largeur de la chambre} \tag{39}$$

Si on considère désormais une largeur de 20 m pour la chambre (le pilier reste à 10 m), le taux de défrètement devient égal à 66.6 %. La contrainte s'exerçant jusqu'à présent sur le pilier de grise, en tenant compte de la méthode des aires tributaires, est de 10.6 MPa. Désormais, avec le nouveau taux de défrètement de 66.6 %, cette contrainte devient égale à 15.84 MPa. La contrainte exercée par le poids des terres se trouve donc majorée de 2.64 MPa. Afin de simuler cette charge supplémentaire une hauteur supplémentaire de recouvrement de 107 mètres est ajoutée; ce qui correspond finalement à un recouvrement total de 307 mètres.

La contrainte verticale initiale est donc majorée alors que les contraintes horizontales initiales ne sont évidemment pas modifiées. Les isovaleurs de la contrainte verticale sont représentées sur la figure 26. On constate une grande hétérogénéité dans ces isovaleurs et cette hétérogénéité ne peut s'expliquer que par la présence de zones en radoucissement ou ayant rompu fragilement dans la partie vieillie des piliers. La chute importante des contraintes induite par la rupture fragile se répercute sur le reste des piliers non fragilisés dans lesquels les contraintes verticales augmentent encore et deviennent donc beaucoup plus élevées que précédemment (Fig. 27).

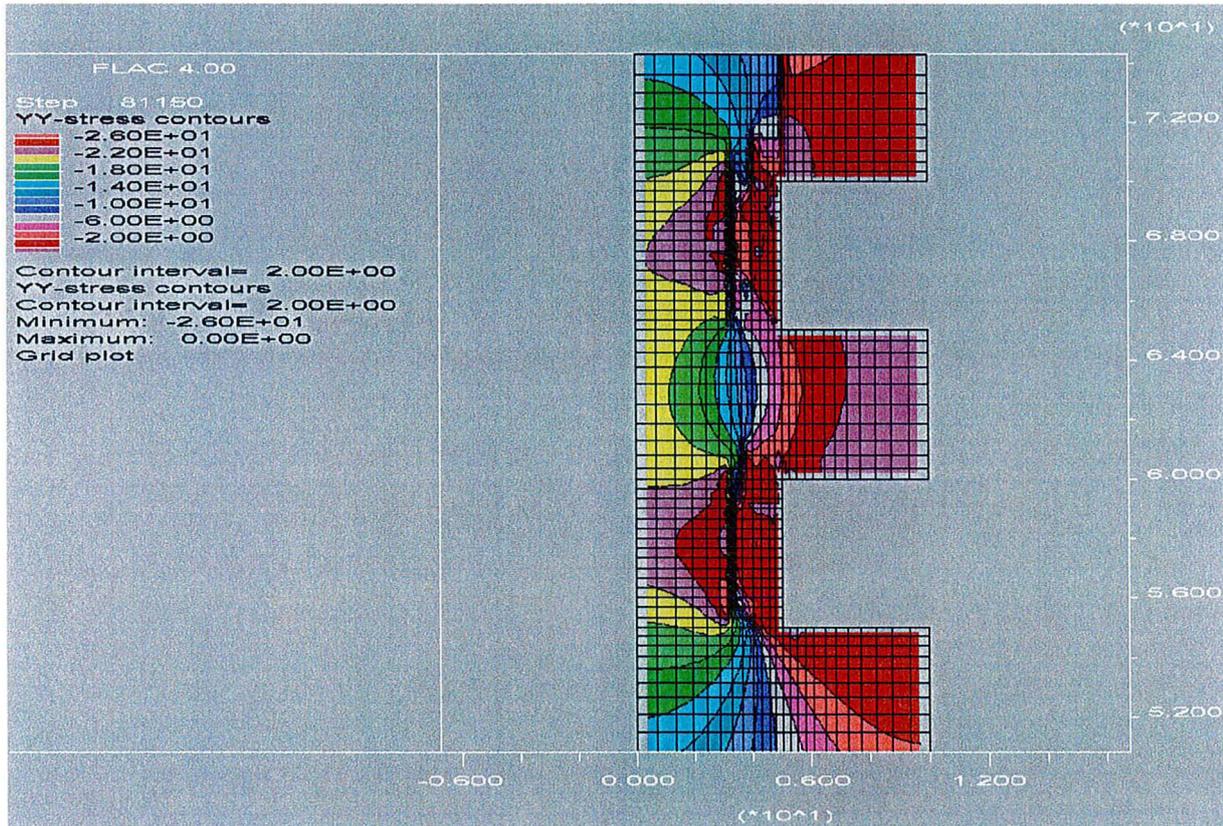


Figure 26 - Isovaleurs de la contrainte verticale dans le modèle à 2 piliers superposés ( $\tau = 66\%$ ).

Dans la partie saine du pilier les contraintes verticales atteignent 24 MPa et dans la partie vieillie qui a rompu, ces mêmes contraintes sont quasiment nulles. A partir de ce nouvel état de contrainte dans les piliers, on doit s'attendre à une proportion de zones plastiques beaucoup plus importante que précédemment. En effet, on constate sur la figure 27 que les 2 piliers sont entièrement plastifiés. La distorsion plastique n'est pas nulle dans la partie vieillie et effondrée du pilier ce qui indique que la rupture fragile y a été précédée par un faible écrouissage positif. Dans la partie saine du pilier, là où il n'y a pas eu de rupture, la distorsion actuelle est encore assez éloignée de la distorsion au pic (environ 0.0025).

Sur la figure 28 est représentée la valeur de l'indicateur de plasticité dans le modèle. On constate que la rupture fragile s'est produite dans l'ensemble des zones vieillies et également au toit de la couche rouge, près du pilier, c'est-à-dire là où les contraintes cisailantes sont les plus élevées. L'origine de la rupture du toit de la couche rouge pourrait provenir de l'effondrement de la partie vieillie du pilier de rouge sous-jacent qui ne supporte ainsi plus les contraintes. Le toit de la couche grise reste intact. Une grande proportion des zones saines du pilier est effectivement en plasticité et il reste quelques zones en élasticité.

Les paramètres qui expliquent, dans le cadre de cette simulation, la rupture de certaines parties du pilier sont donc les suivants : une contrainte verticale supplémentaire (du fait d'un taux de défrètement plus important), un vieillissement dans la partie extérieure du pilier et des contraintes horizontales faibles près du bord des piliers.

L'explication finale réside dans une combinaison de ces 3 paramètres mais le vieillissement d'une partie des piliers est le facteur déterminant dans cette instabilité.

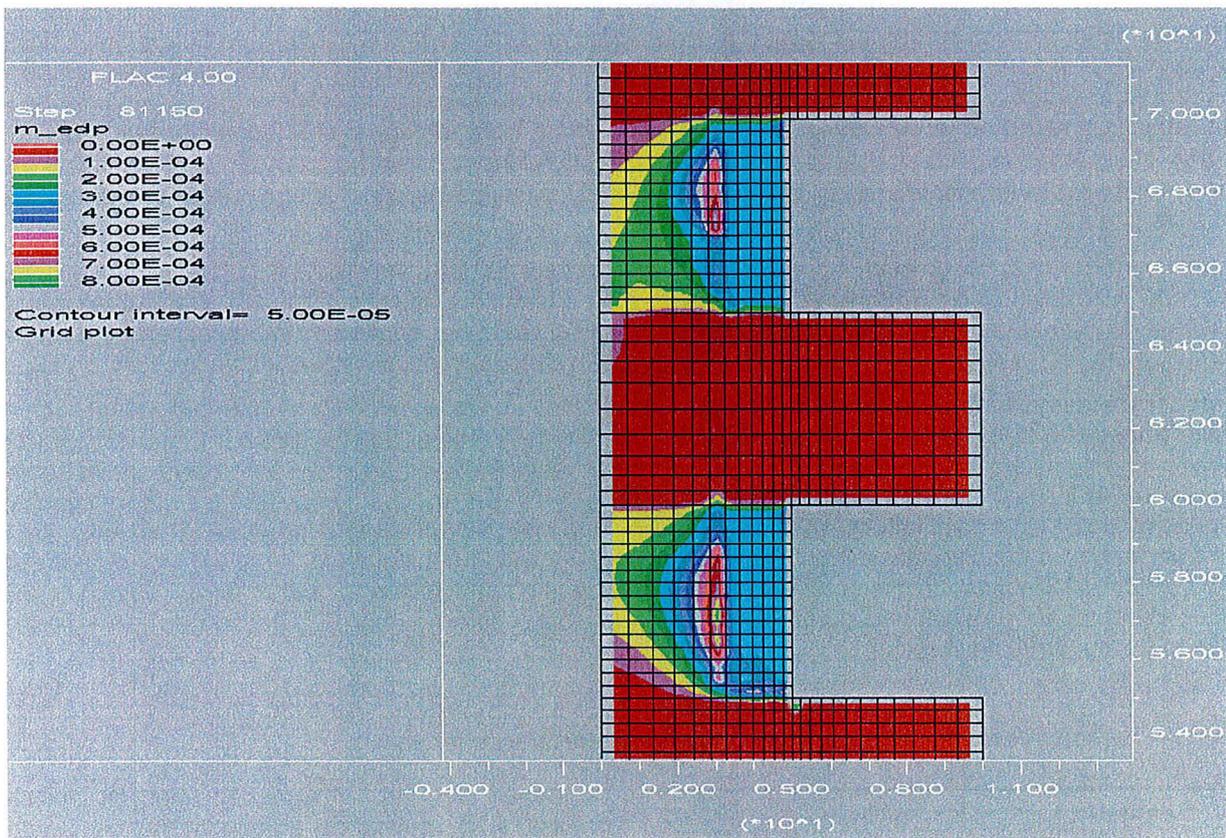


Figure 27 - Isovaleurs de la distorsion plastique dans le modèle à 2 piliers superposés ( $\tau = 66\%$ ).

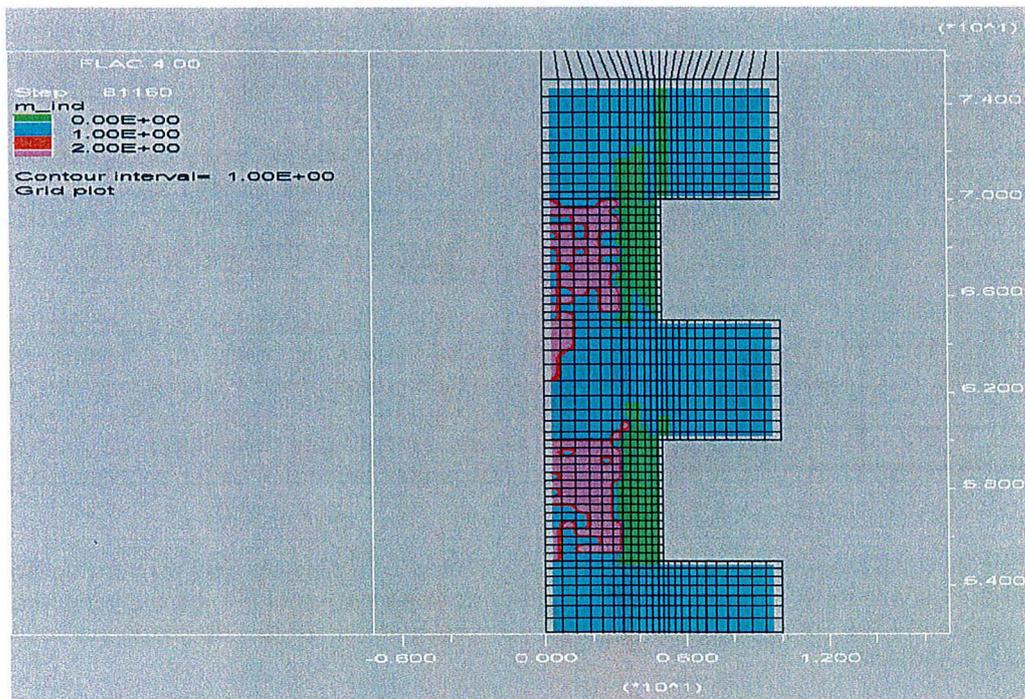


Figure 28 - Isovaleurs de l'indicateur de plasticité dans le modèle (bleu : élastique; vert : rupture fragile; violet: écrouissage positif).

### 6.3.6 5<sup>ème</sup> configuration : prise en compte du comportement différé du minerai de fer

Pour cette simulation (modèle à un pilier), nous tenons compte du comportement différé du minerai de fer, sans faire appel à la loi couplée plasticité-fluage. Précisons toutefois que l'absence d'essais de fluage, pour l'instant, sur du minerai vieilli ne nous permet pas de prendre en compte l'effet du vieillissement sur les déformations différées et surtout sur la résistance à long terme. Mais il est clair que le vieillissement va modifier les paramètres de la loi de fluage, amplifier les déformations différées et réduire, comme c'est le cas pour le comportement instantané, les différents seuils (seuil initial de fluage, seuil de rupture). Rappelons encore une fois (Cf. §4.6) **qu'on ne modélise pas la cinétique du vieillissement** : à l'état actuel, nous n'y avons pas accès. On considère "seulement" l'état final des roches vieilles.

Dans des conditions de fluage seul, il n'est pas possible de tenir compte de l'effet d'échelle puisque la loi de fluage ne possède pas de seuil de rupture à réduire. On pourrait en tenir compte autrement, par exemple en modifiant les coefficients de la loi de fluage, mais on ne saurait le quantifier. La rupture différée (fluage accéléré) n'est pas prise en compte dans l'écriture de la loi de fluage alors qu'elle l'est dans la loi couplée plasticité-fluage.

On propose alors la démarche suivante. Au cours de la simulation, l'excavation de la chambre est réalisée dans un premier temps avec la loi élasto-plastique intégrant les effets d'échelle et de vieillissement, puis on applique la loi de fluage une fois seulement l'équilibre élasto-plastique atteint. Dans ce cas, on obtient indirectement une association de la loi instantanée et du fluage. Ce "couplage" sera réel en ce qui concerne les déformations qui sont des variables d'état lagrangiennes et qui se cumuleront donc même si on change la nature du modèle. Cependant, il ne s'agira pas d'un couplage plasticité-fluage en terme de distorsion puisque les 2 lois ont leur propre distorsion, plastique et différée, qui est définie comme une propriété de zone particulière à chaque modèle. Ainsi, la distorsion plastique instantanée ne s'ajoutera pas à la distorsion plastique différée pour la détection du pic représentant la résistance à long terme de la roche.

Tableau 4 - Paramètres du modèle pour la loi de fluage du minerai de fer sain.

Paramètre	Symbole	Valeur
Module de cisaillement	$G$ (MPa)	3600
Module de compressibilité	$K$ (MPa)	6300
Densité	$d$	0.0028
Coefficient de résistance	$K_{cr}$ (MPa.jour)	950000
Exposant d'érouissage	$M$	0.89
Exposant de viscosité	$N$	5.33
Coefficient de dilatance différé	$\beta = tg \delta$	-1.2
Distorsion au pic -minerai sain-	$\gamma^{pic}$	0.0025
Distorsion au pic -minerai vieilli-	$\gamma^{pic}$	0.001
Surface initiale	$\alpha_0$	0.63
Résistance en traction	$R_t$ (MPa)	0.7
	$q_0$	2
	$p_0$	0.67

Le modèle de fluage intègre, en effet, un indicateur qui précise si la résistance à long terme de la roche est atteinte. Cet indicateur est mis à vrai si la distorsion de fluage est égale à la distorsion au pic atteinte au cours d'un essai à court terme puisque nous avons vu que ces deux valeurs sont voisines (Cf. §5.5). A cet instant les contraintes sont mises à zéro pour simuler la rupture du matériau. La distorsion au pic pour du minerai sain est de 0.0025 et de 0.001 pour du minerai vieilli. Ces valeurs ont été déterminées à partir des règles d'érouissage positives lorsque  $\alpha = 0.995 \alpha_m$  car l'expression sous forme exponentielle de ces fonctions induit le fait que le "frottement" courant n'est jamais parfaitement égal au "frottement" au pic quelle que soit la valeur de la distorsion.

Ce "couplage" plasticité-fluage indirect est pour l'instant suffisant dans le sens où, comme nous l'avons vu précédemment, malgré la présence de l'effet d'échelle et du vieillissement, l'étendue des zones plastiques est assez limitée. Les paramètres du modèle pour la loi de fluage pour le minerai de fer sont listés dans le tableau 4.

Sur la figure 29 sont représentées les isovaleurs de  $f_0$  (37) : elles sont plus élevées au bord du pilier. Dans toutes les zones du pilier, les valeurs sont positives et l'indicateur de fluage est égal à 1, ce qui indique que le fluage est actif, bien que les contraintes horizontales soient assez élevées. En effet, le seuil de fluage est très bas comparé au seuil de plasticité instantanée.

Si on observe les isovaleurs de la distorsion différée dans le pilier (Fig. 30), on constate qu'elle est plus élevée au bord du pilier où la valeur de  $f_0$  (36), déterminant l'état de contrainte intervenant dans la loi de fluage, est la plus grande. On observe également des distorsions différées qui augmentent continuellement avec le temps de simulation, en accord avec la loi de fluage adoptée. Pour les différents temps de simulation (1 mois, 1 an et 10 ans), les mêmes intervalles de distorsion correspondent toujours aux mêmes couleurs.

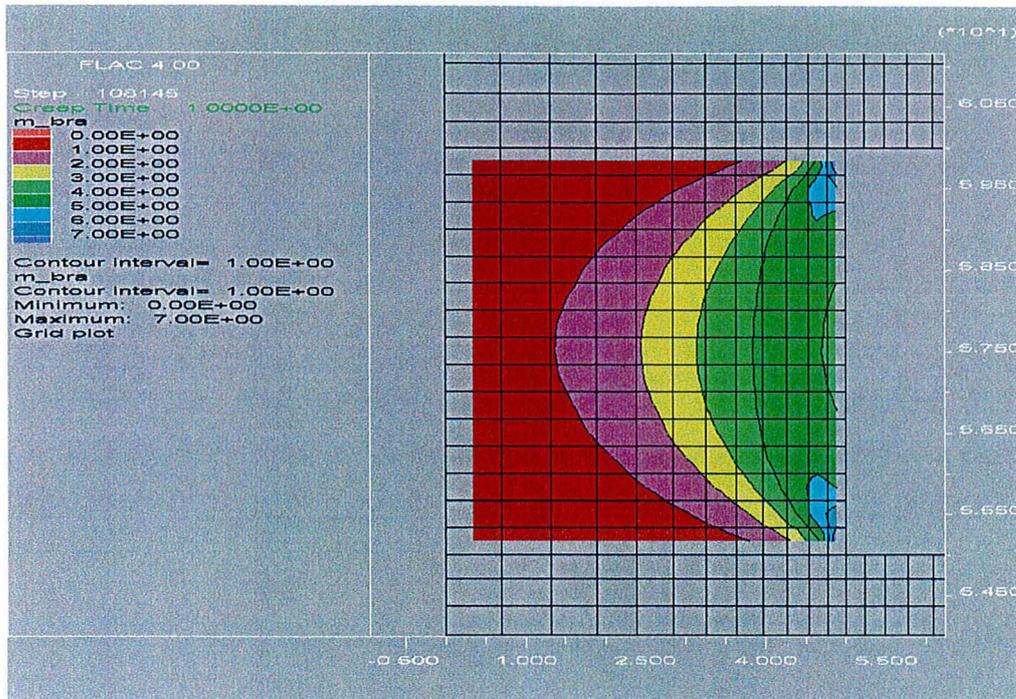


Figure 29 - Isovaleurs de  $f_0$  (en MPa) dans le pilier après 1 jour.

Cependant, même après 10 ans de simulation (et même après 50 ans), aucune zone, même dans la partie vieillie, n'a encore atteint la rupture différée qui, rappelons le, est déterminée par la distorsion au pic de la distorsion plastique instantanée. Il est alors utile de revenir sur les limites actuelles de la loi de Lemaitre, même modifiée. En effet, les distorsions et les déformations différées sont sous-estimées pour les contraintes élevées puisqu'elles s'amortissent, certes très lentement, dans le temps. Par opposition, pour les faibles contraintes, les déformations peuvent être surestimées dans le sens où elles ne s'amortissent pas suffisamment vite pour simuler le fluage primaire. Dans tous les cas, la solution consisterait à paramétrer la loi sur des essais de fluage conduits sur des temps bien plus longs que ceux de nos essais à charge variable (environ 3 semaines). Il sera alors possible d'envisager une prévision plus réaliste du comportement des piliers à très long terme. Ainsi, compte tenu de la durée courte des essais de fluage en laboratoire, il ne nous a pas paru raisonnable de présenter les calculs pour des temps de fluage très longs (50 et 100 ans).

Les paramètres de la loi de fluage sont, en l'absence d'essais de fluage sur du minerai vieilli, ceux déterminés pour le minerai de fer sain. Afin de prendre en compte les effets du vieillissement sur le comportement à long terme, on peut raisonnablement supposer une diminution du seuil initial de fluage qui est déjà assez faible (environ 2 MPa en compression monoaxiale). De plus, les effets du vieillissement vont collaborer avec les effets du fluage et donner ainsi une plus grande influence au paramètre temps. Ainsi, il est clair que les paramètres seraient différents sur une roche altérée, et différents dans le sens d'une augmentation de la viscosité (paramètre  $N$  plus important), et les déformations de fluage plus importantes pour un même état de contrainte.

Dans le cadre d'une première approche de la modélisation du phénomène de vieillissement, on peut imaginer la partition des déformations suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{in} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^p + \underline{\underline{\varepsilon}}^d \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{\varepsilon}}^d = \underline{\underline{\varepsilon}}^{fl} + \underline{\underline{\varepsilon}}^v \quad (40)$$

avec  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  = déformation élastique;  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{in}$  = déformation inélastique;  $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$  = déformation plastique;  $\underline{\underline{\varepsilon}}^d$  = déformation à long terme (différée);  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{fl}$  = déformation de fluage;  $\underline{\underline{\varepsilon}}^v$  = déformation de vieillissement.

Cependant, la quantification exacte d'un potentiel de vieillissement sera très compliquée. Peut-être que le moyen le plus simple de quantifier ce potentiel est de proposer un couplage plasticité-vieillissement en réalisant des essais de fluage sur du minerai de fer vieilli. On peut imaginer pour l'instant un multiplicateur de vieillissement :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{in} = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} + \lambda' \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (41)$$

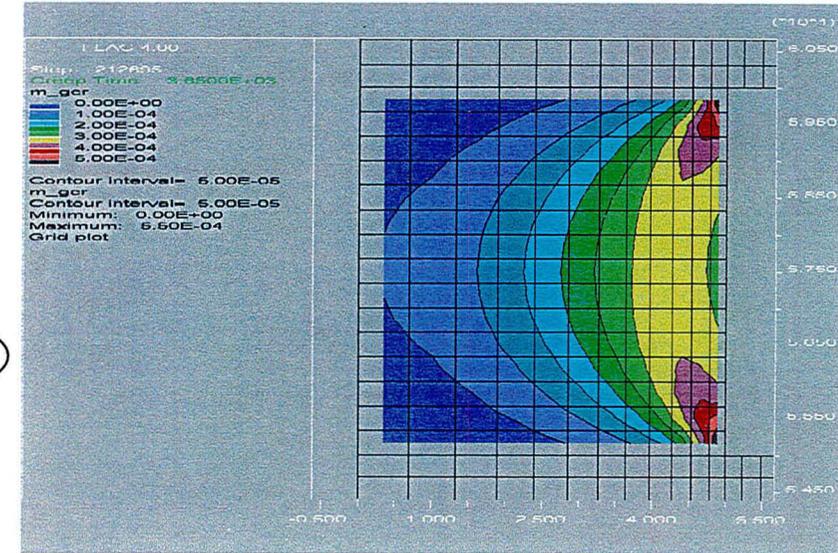
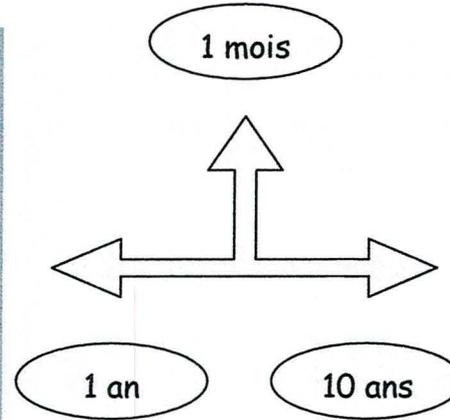
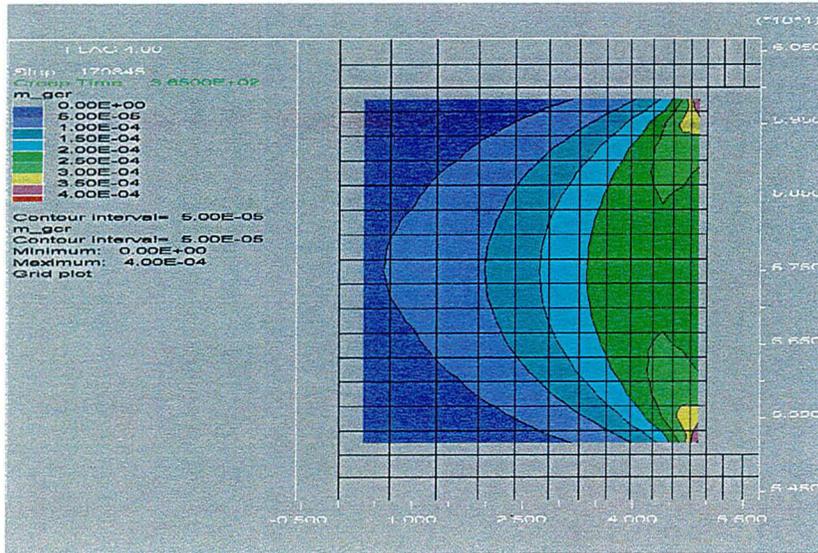
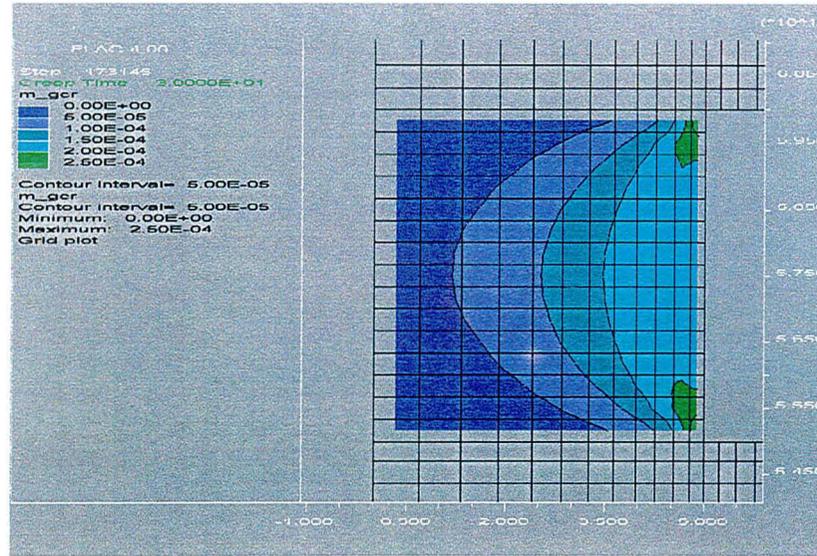


Figure 30 - Isovaleurs de la distorsion de fluage dans le pilier (prise en compte de l'effet d'échelle et du vieillissement dans le calcul instantané initial).

Sur la figure 31 est représenté en fonction du temps le profil du déplacement horizontal au bord du pilier. Le déplacement final (fluage + élasto-plasticité) atteint après 50 ans la valeur de 2.5 mm. Les déplacements horizontaux à mi-hauteur (2.66 m) et à la base du pilier (0.66 m) sont représentés en fonction du temps sur la figure 32. Ces courbes reproduisent bien l'allure de la loi de Lemaitre (fonction puissance).

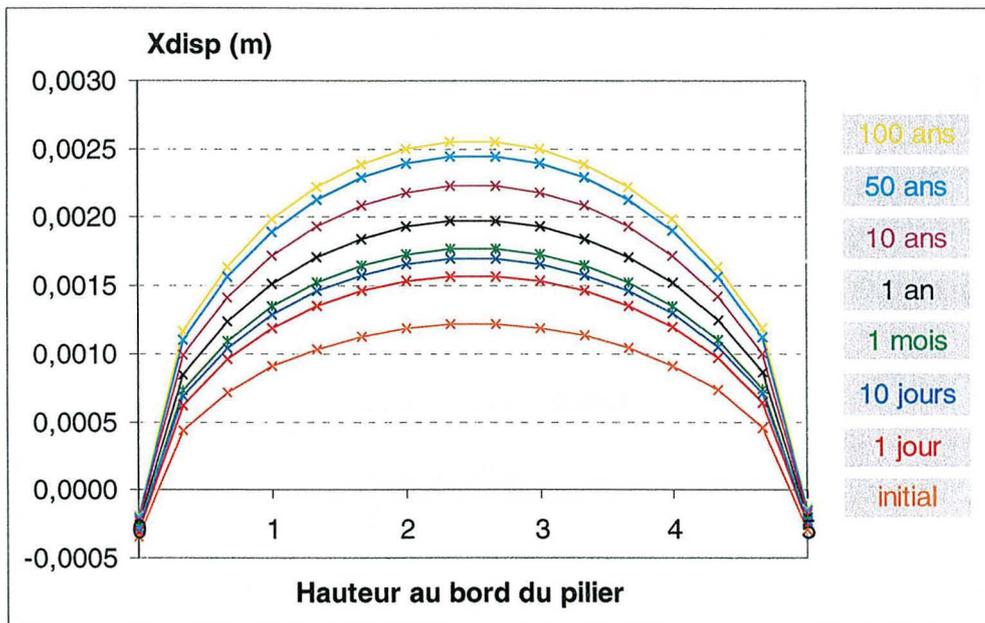


Figure 31 - Profil du déplacement horizontal au bord du pilier (de la base au sommet) en fonction du temps de fluage.

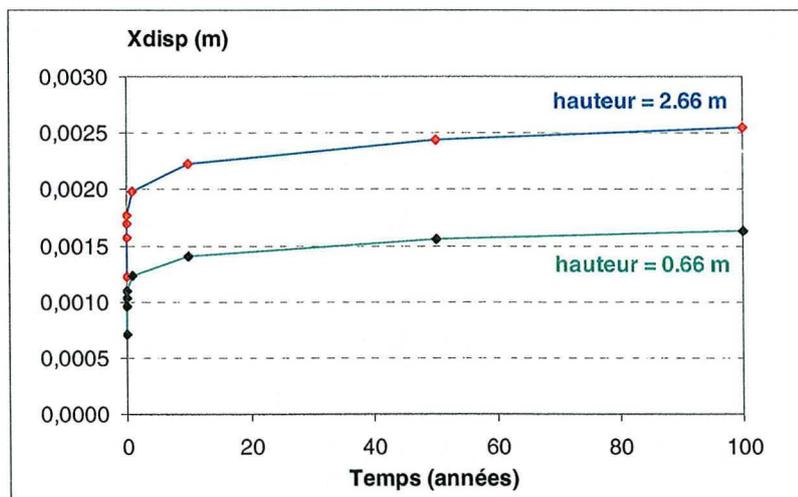


Figure 32 - Déplacement horizontal au bord du pilier en fonction du temps de fluage à 2 hauteurs différentes.

Lorsque l'on observe le profil du déplacement vertical au toit de la chambre, on constate que le déplacement vertical induit par le fluage du pilier est faible, même après 100 ans de simulation, par rapport au déplacement initial (Fig. 33). En effet, le déplacement total au centre de la chambre est de 8.2 mm alors que le déplacement initial était de 8 mm. Comme précédemment, le déplacement vertical en fonction du temps du toit (Fig. 34) reproduit l'allure de la loi de Lemaitre.

Les simulations réalisées avec la loi couplée plasticité-fluage n'ont pas montré de différences significatives par rapport à la simulation précédente. La seule différence est liée à des valeurs de distorsion légèrement plus élevées pour un même temps de simulation du fait que le seuil inélastique est plus bas dans la loi couplée et toutes les zones du piliers sont donc en domaine inélastique. L'excavation peut être considérée comme instantanée pour la loi couplée, ainsi lorsque l'équilibre est atteint et que le fluage s'installe dans le pilier, la distorsion inélastique est initialement assez faible.

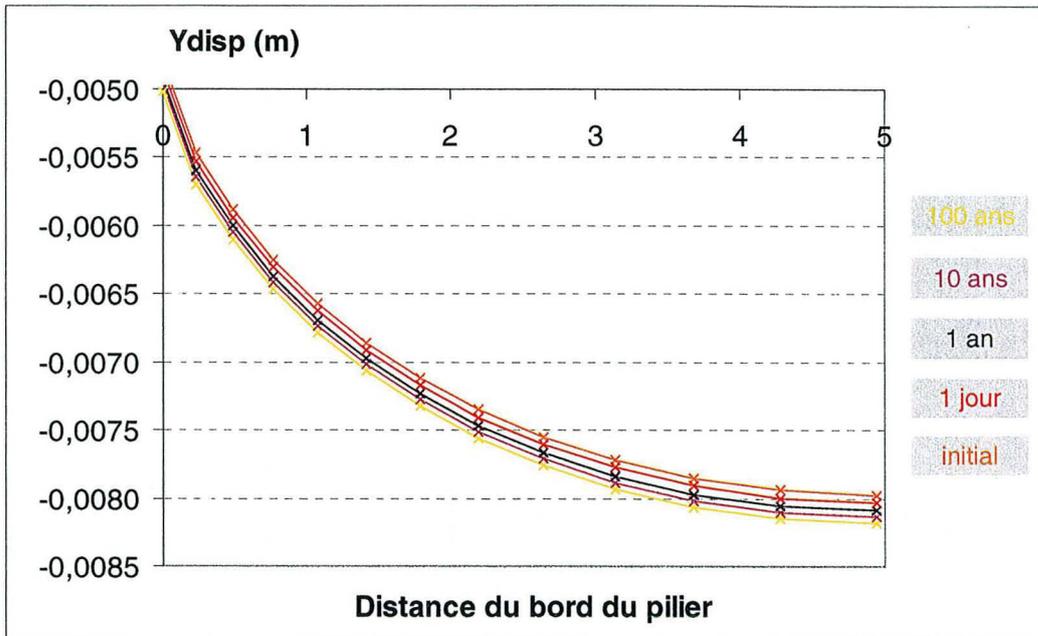


Figure 33 - Profil du déplacement vertical au toit de la chambre (du bord du pilier au centre de la chambre) en fonction du temps de fluage.

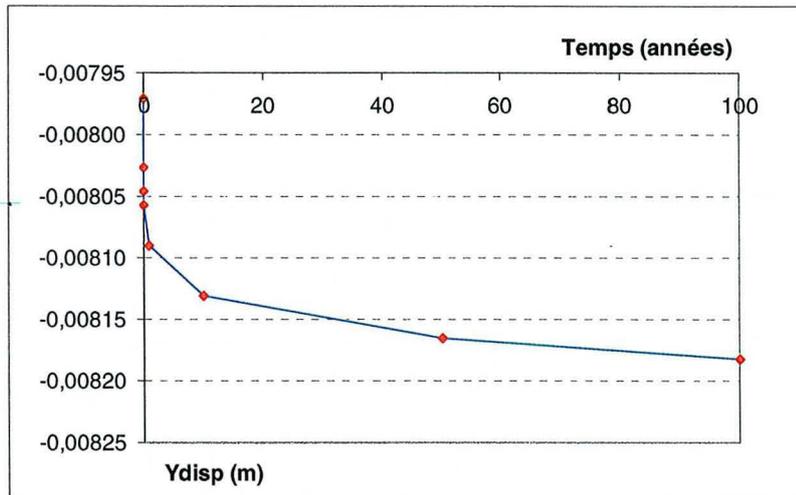


Figure 34 - Déplacement vertical en fonction du temps de fluage au toit de la chambre (au centre de la galerie).

A présent, nous proposons une nouvelle simulation dans les mêmes conditions que la précédente, mais avec une distorsion au pic inférieure à la précédente dans la partie vieillie du pic afin de simuler la ruine du pilier. Cette distorsion a été arbitrairement choisie égale à 0.00025, ce qui correspond à  $\alpha = 0.9765 \alpha_m$ , c'est-à-dire une surface de charge encore assez proche de l'enveloppe de rupture pour la plasticité instantanée.

Sur la figure 35 sont représentées les valeurs de l'indicateur de fluage à différents temps de simulation. On constate ainsi qu'après 1 an de fluage certaines zones du pilier, celles où les contraintes sont les plus élevées, ont atteint la distorsion au pic. Et à partir de 10 ans, une grande proportion de la partie vieillie du pilier est en phase de rupture différée. Le reste du pilier est toujours en fluage. Les zones de la partie vieillie du pilier qui n'ont pas atteint la rupture sont revenues en élasticité du fait de la chute progressive des contraintes dans les zones rompues où  $f_0$  (36) y atteint sa valeur minimale négative (Fig. 36). Ce relâchement des contraintes dans la partie vieillie du pilier, justifié par le fait que la roche perd sa cohésion en s'effondrant totalement dans le cas d'une rupture différée, se répercute dans le reste du pilier (sain) dont les contraintes sont revues à la hausse. Cette hausse s'accompagne donc d'une augmentation de la surface de fluage et se traduit par des distorsions différées plus importantes.

En effet, on constate sur la figure 37 que la distorsion de fluage dans la partie saine du pilier est beaucoup plus importante que dans le cas précédent (Fig. 30). Dans les zones rompues du pilier, le distorsion n'évolue plus et reste égale à la distorsion au pic (0.00025). La valeur de la distorsion dépendant de l'état de contrainte, chaque rupture d'une zone de la partie vieillie du pilier se traduit par une augmentation de l'état de contrainte dans le reste

du pilier et donc par une distorsion qui "redémarre" en accord avec la loi de Lemaitre. L'utilisation d'une loi de type "Lemaitre", reproduisant bien les variations de contraintes, trouve alors dans ce cas son intérêt.

Les contraintes déviatoriques sont plus importantes au bord du pilier, c'est-à-dire là où la roche est vieillie et donc moins résistante. Plus la contrainte déviatorique est importante, plus la distorsion différée est grande, pour un même temps de simulation. De plus, si la roche est vieillie, le seuil de rupture différé est atteint plus rapidement. Ainsi, les effets différés du fluage se combinent aux effets du vieillissement pour provoquer la ruine d'une partie du pilier. Les effets du vieillissement ne peuvent pas pour l'instant être considérés comme des effets différés dans le sens où le vieillissement n'a pas été réellement couplé au fluage. En effet, le vieillissement n'a été pris en compte que dans la loi instantanée via l'introduction de paramètres déterminés sur des roches vieillies à partir des essais à court terme. Des essais de fluage sur du minerai vieilli permettront un vrai couplage fluage-vieillissement et l'effet du vieillissement sur les déformations à long terme sera ainsi plus important. Par contre, la rupture différée des zones vieillies est obtenue pour un temps plus court étant donné que les propriétés mécaniques (résistance au pic) des zones vieillies sont minimales dès le temps de fluage zéro. Dans tous les cas, il ne faut donc pas tenir compte du temps correspondant à la rupture du pilier au cours des simulations.

En attendant les essais de fluage sur le minerai de fer vieilli, dans la démarche méthodologique que nous avons proposée afin de séparer chaque phénomène et de montrer leur influence, la combinaison du vieillissement "instantané" avec le fluage est suffisante pour démontrer la ruine d'une partie du pilier, dans les conditions précises suivantes : déformations planes, recouvrement de 200 m, 10 m de largeur pour le pilier et la chambre, pilier vieilli jusqu'à 2 m de profondeur. Les fractures ainsi induites dans ces zones rompues peuvent favoriser un vieillissement accéléré des zones du pilier encore saines. Finalement, les contraintes libérées au bord du pilier se répercutent en son "cœur" encore intact et s'ajoutent au vieillissement favorisé par ces nouvelles fractures pour expliquer une ruine progressive possible du reste du pilier encore debout.

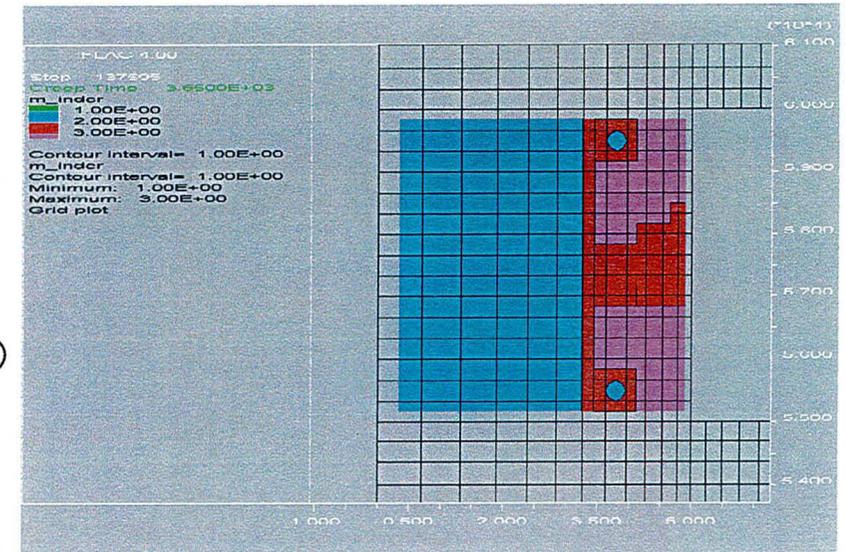
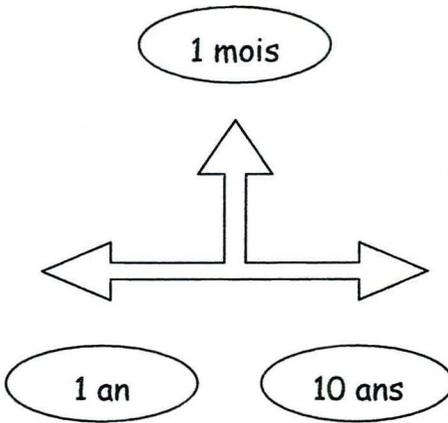
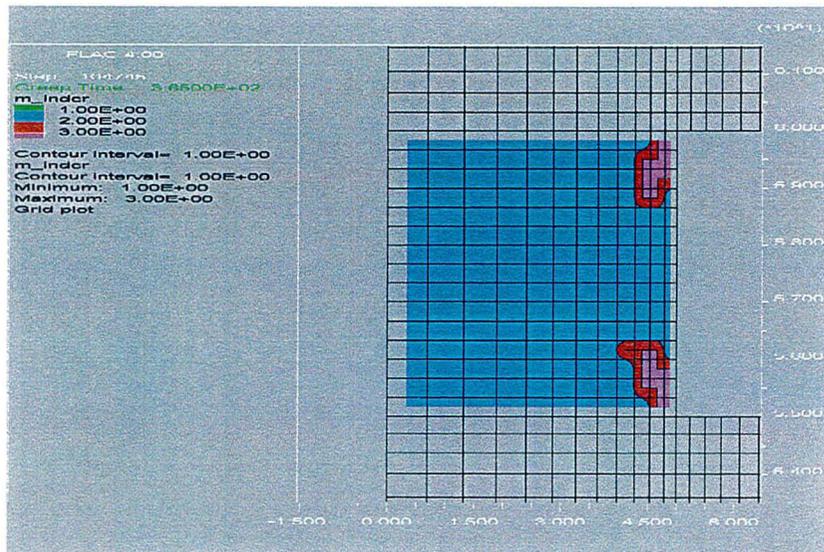
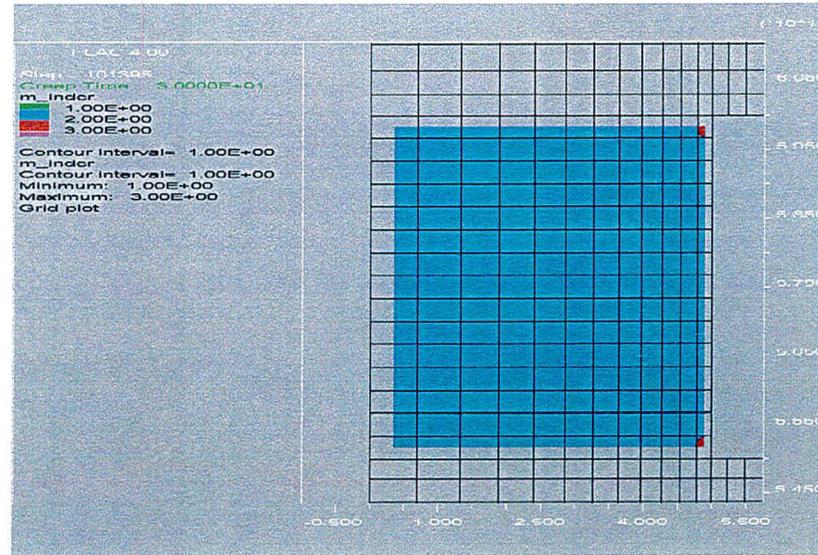


Figure 35 - Isovaleurs de l'indicateur de fluage dans le pilier (bleu : fluage; rouge : élastique mais fluage dans le passé; violet : phase de rupture post-pic ).

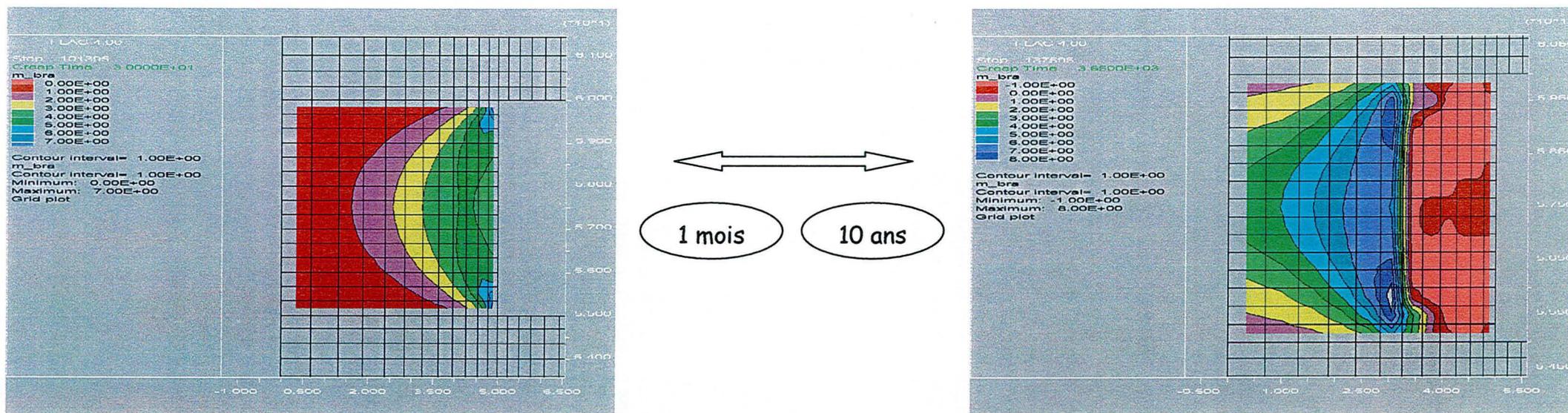


Figure 36 - Isovaleurs de  $f_0$  (en MPa) dans le pilier à 2 temps de simulation différents.

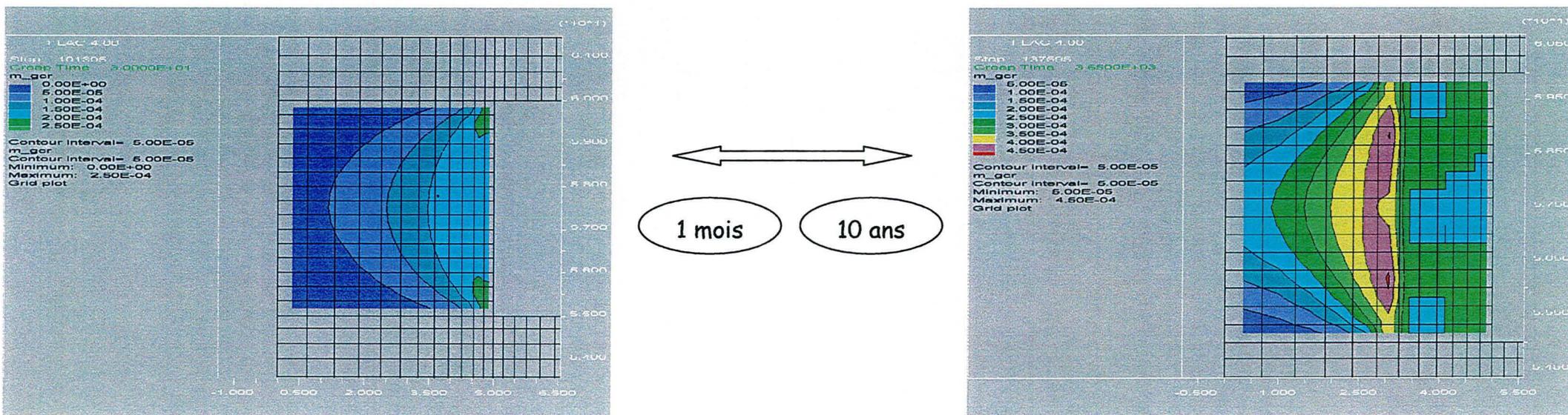


Figure 37 - Isovaleurs de la distorsion de fluage dans le pilier à 2 temps de simulation différents.

## 6.4 CONCLUSIONS

Les lois constitutives (plasticité instantanée et différée) du modèle de comportement général à court et à long terme ont été implantées dans un code de calcul numérique afin de permettre la simulation de cas réels et d'avoir ainsi une meilleure compréhension du rôle et de l'importance de chaque mécanisme dans les instabilités des mines de fer abandonnées. Les simulations ont été réalisées à partir d'un code de calcul disponible sur le marché, *FLAC* (Fast Lagrangian Analysis of Continua), utilisant, par défaut, la méthode explicite des différences finies, à 2 ou 3 dimensions. Dans un souci de simplification, tous les modèles ont été configurés avec une géométrie en 2 dimensions.

Une approche méthodologique a été adoptée pour comprendre au mieux le comportement mécanique de ces ouvrages formés de chambres et piliers. Cette démarche a consisté à modéliser dans un premier temps un ensemble chambre-pilier dont les propriétés mécaniques sont celles déterminées au laboratoire sur les échantillons de référence considérés comme étant sains. Puis, au cours des simulations suivantes, nous avons progressivement compliqué le modèle afin d'extrapoler au mieux les résultats de laboratoire à l'étude du comportement des roches *in situ*. On a ainsi tenu compte successivement de l'effet d'échelle, du vieillissement des roches, des conditions d'exploitation (superposition de piliers, variation du taux de défrètement) et du comportement différé du minerai de fer. Par ailleurs, nous avons considéré le milieu comme étant continu à grande échelle et n'avons pas pris en compte la présence probable de fractures.

Dans tous les cas de figure (dans le cadre de la configuration en déformations planes), la proportion de ces zones plastifiées reste très faible dans le modèle où aucune zone n'a rompu et ce malgré la prise en compte de l'effet d'échelle, du vieillissement et de la superposition de 2 piliers. Cette faible proportion de zones plastiques ne sous-entend pas que le vieillissement des roches n'a pas une influence fondamentale sur la stabilité mécanique, puisqu'il s'agit dans ce cas d'une simulation à court terme.

Lorsqu'on augmente le taux de défrètement à 66 % (initialement à 50 %) dans le modèle à 2 piliers superposés, la majeure partie du minerai de fer formant ces piliers a franchi le seuil de plasticité tandis que les zones vieilles ont pratiquement toutes rompu fragilement, ainsi que le toit du pilier supérieur. L'explication de la rupture d'une partie du pilier réside dans une combinaison des facteurs suivants : une contrainte verticale supplémentaire (du fait de l'augmentation du taux de défrètement), un vieillissement dans les parties extérieures des piliers (réduction des propriétés mécaniques) et des contraintes horizontales faibles près du bord des piliers, sachant que le vieillissement est le facteur déterminant.

Le dernier paramètre pris en compte dans les simulations a été le comportement différé du minerai de fer. La rupture différée est considérée comme atteinte lorsque la valeur de la distorsion différée devient égale à la distorsion au pic de la plasticité instantanée. Ainsi, tout le pilier a franchi le seuil initial de fluage mais même après 10 ans, et dans la partie vieillie du pilier, aucune zone n'a atteint la limite de rupture différée. Une seconde simulation a été réalisée dans ces conditions mais en abaissant la distorsion au pic pour le minerai de fer vieilli. On a alors observé qu'après 1 an certaines zones du pilier, celles où les contraintes sont les plus élevées, ont atteint la distorsion au pic. Et à partir de 10 ans, une grande proportion de la partie vieillie du pilier a atteint la rupture différée. Le reste du pilier, qui est toujours en fluage, voit alors les contraintes verticales qui s'exercent sur lui augmenter ce qui induit une augmentation de la distorsion différée. Il ne faut cependant pas tenir compte du temps à la rupture étant donné que les propriétés mécaniques des zones vieilles sont minimales dès le temps de fluage zéro. En outre, si on se replace dans le cas réel des roches *in situ*, les fractures induites dans les zones rompues peuvent favoriser un vieillissement accéléré des zones du pilier encore saines et expliquer une ruine progressive possible du reste du pilier encore debout et soumis à des contraintes plus importantes qu'initialement.

Cependant, le vieillissement n'a pour l'instant été pris en compte que dans la loi instantanée par l'introduction de paramètres mécaniques déterminés sur des roches vieilles, des essais à contrainte constante sur du minerai vieilli seraient nécessaires pour tenir compte de l'influence réelle du vieillissement sur les déformations différées et donc sur le comportement à long terme des piliers. Finalement, les limites de la loi de Lemaitre pour notre problème ont été soulignées. Il s'impose alors de réaliser des essais de fluage sous charge constante (et non plus des essais de fluage multi-paliers de contrainte) et sur des durées de temps beaucoup plus longues pour paramétrer au mieux la loi.

## CONCLUSIONS GENERALES

Des effondrements miniers se produisent en Lorraine au-dessus d'anciennes exploitations formées de chambres et piliers, les stots de protection. Le drame est que ces stots, censés protéger les zones sensibles, sont toujours occupés aujourd'hui par des infrastructures et, surtout, par des habitations humaines. Ces stots sont abandonnés depuis près de 100 ans pour certains et l'arrêt des exploitations a entraîné la fin des pompes d'exhaure et donc la remontée des eaux karstiques, ennoyant ainsi les galeries. Un important programme de recherche a alors été mis en place pour résoudre les problèmes qui se posent en regard de la sécurité en surface et donc de l'aménagement du territoire. Ce programme est intitulé GISOS (Groupement de recherche sur l'impact et la Sécurité des Ouvrages Souterrains) et c'est dans ce cadre que le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé.

Afin d'apporter une solution à ces effondrements miniers, nous avons adopté la démarche consistant en une étude expérimentale des caractéristiques mécaniques, physiques et minéralogiques des roches de la formation ferrifère. Un modèle de comportement rhéologique à court et à long terme a été proposé. Le travail a concerné successivement les points suivants :

- Etude des **caractéristiques physiques** des différentes roches étudiées.
- **Caractérisation mécanique** des roches de la formation ferrifère par des essais de laboratoire.
- Proposition d'un **modèle de comportement couplé hydromécanique**.
- Réalisation **d'essais de gonflement** sur les marnes intercalaires.
- Réalisation **d'essais de fluage** sur le minerai de fer.
- Proposition d'un **modèle de fluage**.
- Etude du **vieillissement des piliers** exposés à l'atmosphère minière.
- Implantation des lois de comportement dans un code de calcul numérique.
- Simulation de cas réels (chambres et piliers).

Toutes les études ont été basées sur le **minerai de fer de la couche grise** ainsi que sur les intercalaires marneux formant le toit des galeries exploitées de cette couche.

Le minerai de fer de la couche grise est une roche très poreuse, plus de 30 % pour le faciès le plus ferrifère, et il n'y a pas de porosité occluse. La perméabilité à l'eau est assez importante pour le faciès ferrifère du minerai et un peu moins pour le faciès carbonaté et les marnes. Ainsi la ferri-arénite du minerai de fer est une roche chimiquement très réactive. Les isothermes d'adsorption-désorption d'eau ont montré que ces roches sont loin d'être saturées même exposées à une atmosphère très humide telle que celle régnant dans les galeries abandonnées. Cette information montre la nécessité de prendre en compte les pressions capillaires, et donc le degré de saturation, afin de comprendre au mieux le comportement mécanique des roches dans les conditions hydriques *in situ*.

Le vieillissement du minerai de fer constituant les piliers et exposé à l'atmosphère minière a été caractérisé à partir de l'étude des évolutions minéralogiques induites par son exploitation. La caractéristique principale de ce vieillissement d'origine anthropique est la dégradation physico-chimique de la roche. Cette dégradation correspond à une oxydation importante des carbonates de fer du ciment inter-oolithique puis à une néoformation d'oxyhydroxydes de fer déposés à la surface des oolithes sous la forme d'une croûte à structure alvéolaire. Des analyses bactériologiques réalisées sur du minerai de fer, prélevé sur différents piliers abandonnés, ont montré la présence de bactéries chimiolithotrophes. Ces bactéries jouent un rôle très important dans les processus d'oxydation des minéraux ferrifères tels que les carbonates de fer (sidérite). Les analyses bactériologiques sont encore en cours. **Toutes ces transformations minéralogiques et micro-structurales sont donc d'origine anthropique** et se traduisent par une **perte de la cohésion** inter-oolithique et intra-oolithique et donc par une **dégradation des propriétés mécaniques**. A partir de là, on peut réellement parler de **vieillissement** des piliers de minerai de fer et ce vieillissement est un paramètre fondamental à prendre en compte dans l'étude des mécanismes d'effondrement.

Tous ces phénomènes, qui concernent l'état actuel du minerai de fer, sont progressifs et évoluent donc constamment dans le temps.

Les intercalaires marneux sont exposés à des phénomènes de gonflement puisqu'ils sont soumis *in situ* à des variations des conditions hydriques. Ces marnes sont riches en pyrite, un minéral réduit du fer, qui possède un potentiel d'oxydation important. Cette oxydation se traduit généralement par la néoformation de nouveaux minéraux et par un gonflement du matériau. Quelques observations réalisées au MEB ont effectivement montré des traces d'altération de ce minéral. Deux types d'essais de laboratoire ont été réalisés afin d'étudier les propriétés de gonflement de ces roches : essais de gonflement à volume constant et essai de gonflement de type Huder-Amberg. La principale information obtenue à partir de ce dernier essai concerne la présence de phénomènes de gonflement dont l'origine est probablement liée à une transformation de la pyrite par oxydation.

Les essais mécaniques ont permis d'identifier la présence d'un seul mécanisme de plasticité actif ; le mécanisme déviatorique lié au cisaillement de la matrice rocheuse. Sous chargement triaxial, nous avons également identifié la présence d'un endommagement de type isotrope pour le minerai de fer et de type transverse pour les marnes intercalaires. En outre, le couplage hydromécanique est actif. A partir de ces résultats expérimentaux une loi élasto-plastique, basée sur une généralisation du modèle classique de Mohr-Coulomb, a été proposée. Elle intègre 2 règles d'écrouissage, l'une positive pour décrire le comportement pré-pic par l'augmentation des forces internes de frottement et de cohésion au cours de l'écrouissage, et l'autre négative pour décrire le comportement post-pic par la diminution des forces internes de cohésion pendant le radoucissement. La simulation d'essais de laboratoire a permis de valider le modèle en pré- et post-pic.

Le vieillissement du minerai de fer se traduit à l'échelle macroscopique par une réduction des différents seuils caractéristiques de la fonction de charge, à savoir le seuil initial de plasticité et surtout le seuil de rupture. Les propriétés élastiques ne sont pas altérées. D'un point de vue phénoménologique, la roche a perdu une grande partie de sa cohésion en vieillissant et les forces de frottement restent les seules à jouer encore un rôle pendant un chargement. Par ailleurs, le fait que le faciès carbonaté du minerai de fer n'est pas altéré par le vieillissement d'un point de vue minéralogique et également mécanique démontre que le paramètre déterminant du vieillissement du minerai de fer est bien la nature ferrifère du faciès. Viennent ensuite les conditions physico-chimiques et hydriques locales et le temps d'exposition à l'atmosphère minière

Les essais de fluage monoaxiaux multi-paliers de contrainte, réalisés sur le minerai de fer, ont montré l'importance de l'eau sur la résistance à long terme et sur les déformations différées. Par ailleurs, la rupture différée du minerai de fer en condition saturée a eu lieu, dans certains cas, pour une contrainte égale à seulement 11 MPa, c'est à 50 % de la résistance instantanée en compression simple. Dans tous les cas, la rupture des éprouvettes est précédée par une accélération brutale des déformations de fluage, et donc sans phase de fluage tertiaire.

Une loi de comportement différée a été proposée pour le minerai de fer. Cette loi considère un écrouissage isotrope et consiste en la généralisation de la loi d'écrouissage-viscosité tridimensionnelle de Lemaitre-Chaboche au cas des matériaux plastiquement dilatants comme le minerai de fer. La loi de fluage a été vérifiée à partir de la simulation de ces mêmes essais de fluage. On constate une bonne corrélation entre la théorie et les courbes expérimentales puisque les déformations de fluage ainsi que la dilatance du matériau sont correctement reproduites. Les incréments de contrainte successifs sont également bien simulés. Une modification de la loi de Lemaitre devra donc cependant être envisagée dans le futur afin de s'affranchir des limites actuelles de la loi de Lemaitre. Finalement, dans le but de tenir compte de l'influence mutuelle entre la plasticité différée et la plasticité instantanée, la loi de fluage a été couplée à la loi élasto-plastique.

Tous les résultats expérimentaux ont donc été traduits par **des lois de comportement** dans un cadre couplé. Ces lois ont été validées puis implantées dans un **code de calcul numérique**, *FLAC 2D* (Itasca<sup>®</sup>), dont le LaEGO a une licence de développement. Les simulations réalisées ont suivi une démarche méthodologique afin de montrer l'influence de différents mécanismes et paramètres sur le comportement mécanique du modèle formé d'une chambre et d'un pilier. Parmi les différentes approches possibles pour modéliser les mines de fer abandonnées, nous avons considéré celle du milieu continu à grande échelle avec une géométrie bidimensionnelle, en déformation plane. Dans ces conditions, les différentes simulations ont montré que l'augmentation du taux de défrèvement, le vieillissement, ainsi que les effets différés sont les paramètres qui déterminent la stabilité à court ou à long terme de l'ensemble pilier-chambre.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ABOUSCHOOK M.** (1984). Contribution à l'étude quantitative du gonflement des sols argileux. Application à des sols intacts de la zone urbaine du Caire. Thèse: I.N.P.L., Nancy, 153p.
- Actes des journées scientifiques CNRS / ANDRA** (1999). *Etude du Gard Rhodanien*. EDP Sciences, 223p.
- AUBERTIN M., LI L. and SIMON R.** (2000). *A multiaxial stress criterion for short- and long- term strength of isotropic rock media*. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. 37: 1169-1193.
- BAUDU S.** (1998). *Etude d'un couverture capillaire dynamique pour le recouvrement des matériaux issus de l'extraction et du traitement des minerais d'uranium*. Thèse : I.N.P.L., Nancy.
- BLAKE R.L., HESSEVICK R.E., Zoltai T. and Finger L.W.** (1966). *Refinement of the hematite structure*. American Mineralogist. 51:123-129.
- BIENIAWSKI Z.T.** (1967). *Mechanism of brittle fracture of rock, Parts I, II, III*. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. 4: 395-430.
- BORJA R.I. and KAVAZANJIAN E.** (1985). *A constitutive model for the stress-strain-time behaviour of "wet" clays*. Géotechnique. Vol. 35 n° 3: 283-298.
- BOURBIE T., COUSSY O. and ZINSZNER B.** (1986). *Acoustique des milieux poreux*. Ed. Technip.
- BRUHNS O.T. and ROTT U.** (1994). *A viscoplastic model with a smooth transition to describe rate-independent plasticity*. Int. J. of Plasticity. Vol. 10, n° 4: 347-362.
- BUBENICEK L.** (1961). *Recherches sur la constitution et la répartition des minerais de fer dans l'Aalénien de Lorraine*. Sci. Terre, Nancy 8: 5-204.
- BUBENICEK L.** (1970). *Géologie du gisement de fer de Lorraine*. Tome 1. Thèse : Faculté des sciences, Nancy. 146p.
- BURCHARD E.F.** (1916). *Iron ore in Cass, Marion, Morris, and Cherokee Counties, Texas, in F.L. Ransome and H.S. Gale, geologist in charge, contributions to economic geology*. U.S. Geol. Survey Bull. 620 : 69-109.
- BURKHALTER R.M.** (1995). *Ooidal ironstones and ferruginous microbialites: origin and relation to sequence stratigraphy (Aalenian and Bajocian, Swiss Jura mountains)*. Sedimentology. 42: 57-74.
- CHAVANE G.** (2001). *Réalisation d'une base de données à partir d'essais mécaniques sur le minerai de fer lorrain*. Rapport de stage INERIS-LaEGO.
- CHIARELLI A.S. and SHAO J.F.** (2001). *Modélisation élastoplastique couplée à l'endommagement anisotrope induit par les argillites*. Revue française de Génie Civil. A paraître.
- CHIARELLI A.S., KONDO D. et SHAO J.F.** (1997). *Rapport de synthèse sur les siltites du Gard*. Commande ANDRA n° 00221456M du 30/05/97, 69p.
- COJAN I. et RENARD M.** (1997). *Sédimentologie*. Enseignement des Sciences de la Terre. Ed. Masson. 418p.
- Comité Français de Mécanique des Roches** (2000). *Manuel de Mécanique des Roches*. Les Presses de l'Ecole des Mines. Paris. 265p.
- CORBETT C.M. and INGLEDEW W.J.** (1987). *Is Fe<sup>3+</sup>/2+ cycling an intermediate in sulphur oxidation by Fe<sup>2+</sup> grown Thiobacillus ferrooxidans ?* FEMS microbiology. 41:1-6.
- COUSSY O., LASSABATERE T.** (1994). *Comportement mécanique des milieux poreux partiellement saturés*. Ecole de Mécanique des Milieux Poreux. C.F.M.R., mai-juin 1994, Aussois.
- DAGALLIER G. et DEMASSIEUX L.** (1992). *Contrôle de la teneur en Na des eaux des mines de fer de Lorraine*. C.R. Acad. Sci. Paris, t. 314, série II, p. 967-974.
- DAGALLIER G.** (1997). *Analyse des carottes des sondages SN1, SN2, SN3 réalisés dans la formation ferrifère aalénienne à Joeuf (54)*. Rapport d'étude : E.N.S.G - I.N.P.L., Nancy.
- DEER W.A., HOWIE R.A. and ZUSSMAN J.** (1962). *An Introduction to the Rock Forming Minerals*. Ed. Longmans. 528p.

- FERNANDEZ A., CHAUVEL J.J. and MORO M.C.** (1998). *Comparative study of the lower Ordovician ironstones of the Iberian massif (Zamora, Spain) and of the armorican massif (Central Brittany, France)*. Journal of Sedimentary Research. 68 : 53-62.
- FERRIS F.G., TAZAKI, K. and FYFE W.S.** (1989). *Iron oxides in acid mine drainage environments and their association with bacteria*. Chem.Geology 16: 149-152.
- FINE J., TINCELIN E. et VOUILLE G.** (1974). *Détermination de la stabilité des édifices souterrains, galeries, tunnels, piliers, grandes cavités*. R.I.M. Février 1974.
- GRGIC D., HOMAND F.** (1999). *Caractérisation physique du minerai de fer de la couche grise (sondages de Joef)*. Etude de la porosité. Rapport GISOS RS 11/99. Nancy. 17p.
- GRGIC D., HOMAND F. and DAGALLIER G.** (2001). *Ageing of Lorraine (France) abandoned iron mines*. Proc. ISRM in-tern. symp. Eurock'01, Espoo, Finland, 3-7 July 2001. Rotterdam: Balkema. To be published.
- GRGIC D., JOYEUX A. and HOMAND F.** (2000). *Etude du vieillissement du minerai de fer*. Rapport GISOS LG.FH.SOS.PSI.RPRE.00.0073. Nancy. 33p.
- GUEGUEN Y., PALCIAUSKAS V.** (1992). *Introduction à la physique des roches*. Hermann, éditeurs des sciences et des arts, 299p.
- HAMAMI M.** (2000). *Proposition d'une loi "hybride" modélisant l'écroûissage du sel gemme*. Can. Geotech. J. 37: 898-908.
- HAUPT M.** (1991). *A constitutive law for rock salt based on creep and relaxation tests*. Rock. Mech. and Rock. Eng. 24: 179-206.
- HELAL H., HOMAND-ETIENNE F. and JOSIEN J.P.** (1988). *Validity of uniaxial compression tests for indirect determination of long term strength of rocks*. Int. J. Min. Geol. Eng. 6: 249-257.
- HERVE D.** (1980). *Etude de l'acquisition d'une teneur en sulfates par les eaux stockées dans les mines de fer de Lorraine*. Thèse: I.N.P.L., Nancy, 80p.
- HILLEL D.** (1988). *L'eau et le sol - Principes et processus physiques*. Collection Pedasup 5, 288p.
- HOMAND F.** (1997). *Caractérisation géomécanique des sondages de Joef*. Rapport GISOS RS 26/97. Nancy. 36p.
- HOXHA D., GRGIC D., HOMAND F. and SOULEY M.** (2001). *A coupled H-M constitutive model to study stability of Lorraine abandoned iron mines*. U.S. Rock Mechanics Symp. 200. A paraître.
- Hunter, Elizabeth A.** (2000). *Geochemical analysis of interstratified 7 Å berthierine and 14 Å chamosite within Raasay Ironstone, Isle of Raasay, Inner Hebrides, Scotland* : Unpublished senior thesis, MIDDLEBURY College, Department of Geology, Middlebury, VT, 05753, 56p.
- ITASCA Consulting Group Inc.** (1998). *Flac Lagrangian Analysis of Continua in 2 Dimensions. User's Manual*.
- JOSIEN J.P. et DEJEAN M.** (1977). *Influence de la dispersion des caractéristiques mécaniques des terrains sur la stabilité à long terme des excavations souterraines par petits piliers*. 6<sup>ème</sup> conférence intern. sur les pressions de terrains. Banff 1977.
- JOYEUX A.** (2000). *Le vieillissement du minerai de fer*. DEA : I.N.P.L., Nancy.
- KLEINMANN R. L. P.** (1998). *Coal mine Drainage Prediction and pollution Prevention in Pennsylvania. Chap. 15. Bactericidal Control of Acidic Drainage*. The Pennsylvania Department of Environmental Protection, oct. 98, 6p.
- KLUTE A. and DIRKSEN C.** (1986). *Hydraulic conductivity and diffusivity: laboratory methods*. Soil science Society of America. Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods, pp. 687-734
- KONHAUSER K.O.** (1998). *Diversity of bacterial iron mineralization*. Earth Science Reviews 43: 91-121.
- KRAUS H.** (1980). *Creep analysis*. Wiley-Interscience. 250p.
- LABASSE H.** (1973). *Les pressions de terrain dans les carrières souterraines, coups de toit et coups de charge*. R.I.M. Avril 1973.
- LEMAITRE J. et CHABOCHE J.L.** (1985). *Mécanique des matériaux solides*. Paris: Dunod. 532p.
- LOEF J.J.** (2000). *Composition and genesis of rattlestones from Dutch soils as shown by Mössbauer spectroscopy, INAA and XRD*. Netherlands Journal of Geosciences 79 (1): 59-71.
- MICHELSON** (1917). *The laws of elasto-viscous flow*. J. Geol. 25: 405-410.

- MOREAU D.** (2001). *Etude des couplages thermo-hydro-mécaniques dans les roches*. DEA: I.N.P.L., Nancy, 75p.
- MORLIER P.J.** (1964). *Etude expérimentale de la déformation des roches*. Thèse : Faculté des Sciences de l'Université De Paris.
- MOUSTACHI O.E.K.** (1995). *Etude du comportement d'échantillons de schiste lors d'essais de compression et de fluage avec suivi ultrasonique ou acoustique*. Thèse : Univ. Catholique, Louvain.
- MUSTIN C.** (1992). *Approche physico-chimique et modélisation de l'oxydation bactérienne de la pyrite de Thiobacillus ferrooxidans : rôle déterminant de la phase minérale*. Thèse : Univ. Nancy I.
- NGUYEN M.D. and ROUSSET G.** (1987). *Influence of instantaneous failure on time-dependant behavior of underground galleries*. 28<sup>th</sup> U.S. Symp. On Rock Mech. Univ. of Arizona. pp. 663-673.
- NUNZI F.** (1993). *Relations structure/fonction de la rusticyanine chez Thiobacillus ferrooxydans : du fermentier au cristal*. Thèse: I.N.P.L., Université de Provence.
- OLLION C.** (1998). *Etude de la porosité d'une siltite et d'un granite par porosimétrie au mercure et isothermes d'adsorption point par point. Evolution au cours d'essais mécaniques*. DEA: I.N.P.L., Nancy. 41p.
- PERZYNA P.** (1966). *Fundamental problems in viscoplasticity*. Advances in Applied Mechanics, vol. 9.
- PINEAU A.** (1979). *Effet d'échelle et structures mécaniques du minerai de fer lorrain*. Thèse : I.N.P.L., Nancy.
- PINEAU J.L.** (1978). *Contribution à la caractérisation géomécanique des roches. Application au minerai de fer lorrain*. Thèse : I.N.P.L., Nancy. 252p.
- RABOTNOV Yu. N.** (1969). *Creep problems in structural members*. North Holland Publ. Company: 176-266.
- RAKOTONDRATSIMA L.Y.G.** (1995). *Mécanismes de gonflement et d'altération des schistes carton*. Thèse: I.N.P.L., Nancy, 234p.
- Reviews In Mineralogy** (1988). Mineralogical Society of America, volume 019, pp. 169.
- ROBERT A., SAÏTTA A., COLOMB. A., CRISTIA. L., DARDARD. B., ABOUT N. and LEBISSONNAIS H.** (1997). *Modélisation numérique des effets du gonflement dans les ouvrages souterrains*. Tunnels et ouvrages souterrains 143: 301-306.
- ROSE A. W. and CRAVOTTA C. A.** (1998). *Coal mine Drainage Prediction and pollution Prevention in Pennsylvania. Chap. 1. Geochemistry of Coal Mine Drainage*. The Pennsylvania Department of Environmental Protection, oct. 98, 22p.
- SCHMITT L.** (1990). *Les argilites en forage pétrolier - Réactions à l'hydratation et tests de caractérisation*. DEA: I.N.P.L., Nancy, 145p.
- SCHREFLER P., DELAGE P.** (2001). *Mécanique et Ingénierie des Matériaux. Géomécanique environnementale risques naturels et patrimoine*. Hermes Science Europe Ltd. p. 241-249.
- SENKAYI A.L., DIXON J.B. and HOSSNER L.R.** (1986). *Todorokite, goethite and hematite: alteration products of siderite in East Texas lignite overburden*. Soil Science 142: 36-42.
- SHAO J.F. and HENRY J.P.** (1991). *Modélisation du comportement d'une craie blanche très poreuse et validation*. Revue française de géotechnique. 43: 35-46.
- SKANDAJI H.** (1996). *Déformabilité des sols argileux non saturés: étude expérimentale et application à la modélisation*. Thèse: I.N.P.L., Nancy, 300p.
- SOULEY M., HOMAND F. et HOXHA D.** (2000). *Développement de lois de comportement et implantation dans les codes FLAC<sup>2D</sup> et FLAC<sup>3D</sup>*. Rapport GISOS LG.MS.SOS.PSI.RPCA.00.0472.A. Nancy. 61p.
- SURATMAN I.** (1985). *Contribution à l'étude de la cinétique et de la stabilisation du gonflement des argiles*. Thèse: I.N.S.A., Lyon, 240p.
- TABANI P.** (1999). *Transfert hydrique dans des sols déformables*. Thèse: I.N.P.L., Nancy, 173p.
- TCHIYEP PIEPI G.** (1995). *Comportement viscoplastique avec rupture des argiles raides. Application aux ouvrages souterrains*. Thèse: Ecole Nat. Ponts et Chaussées, Paris, 155p.
- TEYSSEN T.** (1989). *A depositional model for the liassic Minette ironstones (Luxembourg and France), in comparison with other phanerozoic ooidal ironstones*. Spec. Publ. geol. Soc. London 46: 79-92.
- THORAVAL A.** (1999). *Etudes réalisées dans le cadre du GISOS et cofinancées par les fonds du CIADT pour 1999-2001*. Rapport INERIS-DRS-00-23744/RN01. Nancy. 61p.

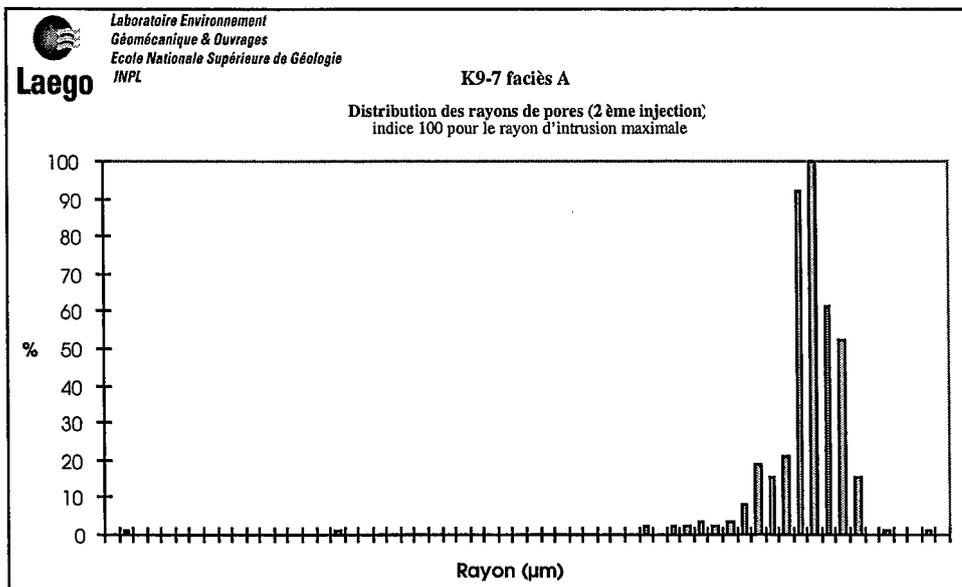
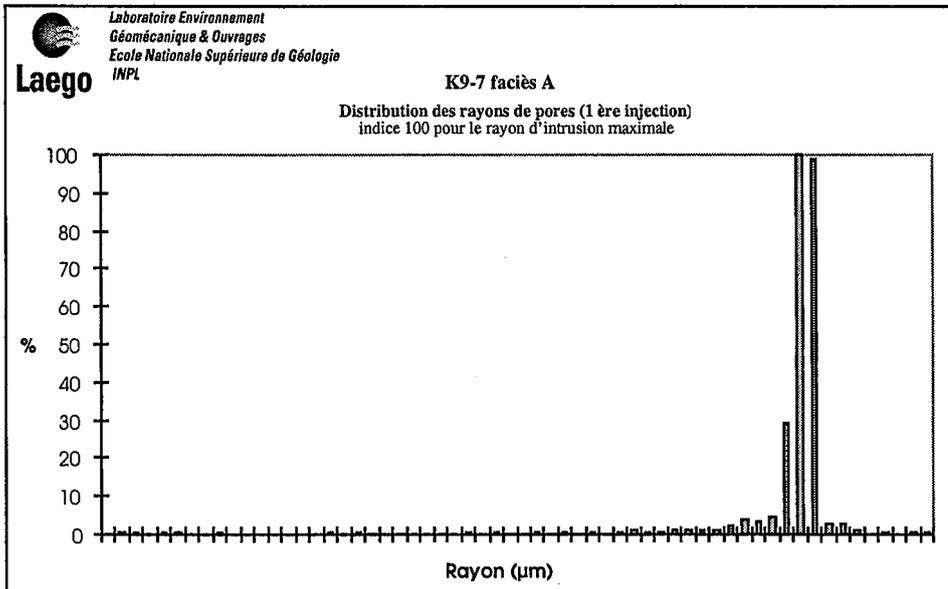
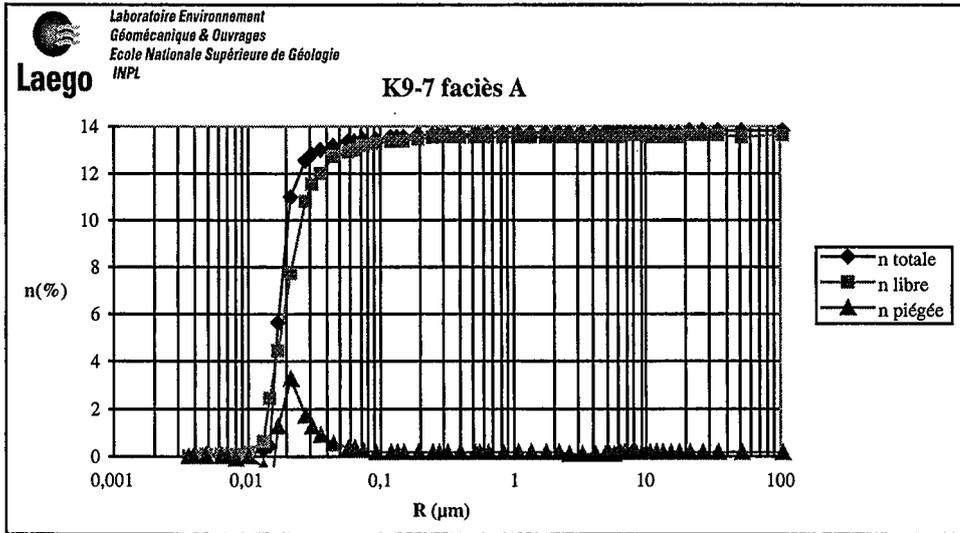
- THOREL L.** (1994). *Plasticité et endommagement des roches ductiles - Application au sel gemme*. Thèse: Ecole Nat. Ponts et Chaussées, Paris, 274p.
- TINCELIN E.** (1975). *La détermination des caractéristiques mécaniques des massifs rocheux à partir des essais en laboratoire*. Annales des Mines.
- TINCELIN E., FINE J. et VOUILLE G.** (1972). *Confrontation entre les calculs prévisionnels par éléments finis et le comportement réel des exploitations minières par petits piliers*. 5<sup>ème</sup> conférence intern. sur les pressions de terrains. Londres 1972.
- TINCELIN E. et SINOUP.** (1962). *Effondrements brutaux et généralisés, coups de toit*. R.I.M. Février 1962.
- TODD J. and REDDICK K.** (1997). *Groundwater Pollution Primer. Acid Mine Drainage*. Civil Engineering Dept., Virginia Tech, 5p.
- TONIAZZO V.** (1998). *Approche des mécanismes d'oxydation de la pyrite par Thiobacillus ferrooxidans grâce à la modélisation morpho-chimique de la surface minérale: rôle fondamental des phases superficielles oxydées*. Thèse: Univ. Henri-Poincaré, Nancy 1, 228p.
- VELDE B.** (1989). *Phyllosilicate formation in berthierine peloids and iron oolites*. Spec. Publ. geol. Soc. London 46: 3-8.
- VIGOUROUX A.** (1975). *Etude du comportement mécanique de minerai de fer de Lorraine en fonction de la géométrie des éprouvettes d'essai*. DEA: I.N.P.L., Nancy.
- VINKLER F., PIGUET J.P.** (1994). *Analysis of the long term stability of an ancient room and abandoned pillar mine. Impact of the water level raise*. Proc. Int. FLAC symp. On num. modeling in geomech., Sept. 1994, Minneapolis, Minnesota (USA).
- VOUILLE G., TIJANI S.M. and GRENIER F.** (1984). *Experimental determination of the rheological behavior of terzane rock salt*. 1<sup>st</sup> conf. on the mech. behavior of salt. Pennsylvania State Univ. Nov. 9-11: 407-420.
- YAMADA S.E., SCHATZ J.F., ABOU SAYED A., and JONES A.H.** (1981). *Elasto plastic behavior of porous rocks under undrained condition*. Int. J. rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr. 18: 177-179.
- ZHANG C., VALI H., ROMANEK C.S., ROH Y., SEARS S.K. and PHELPS T.J.** (date non connue). *Chemical and morphological characterization of siderite formed by iron-reducing bacteria*. Lunar and Planetary Science XXX.

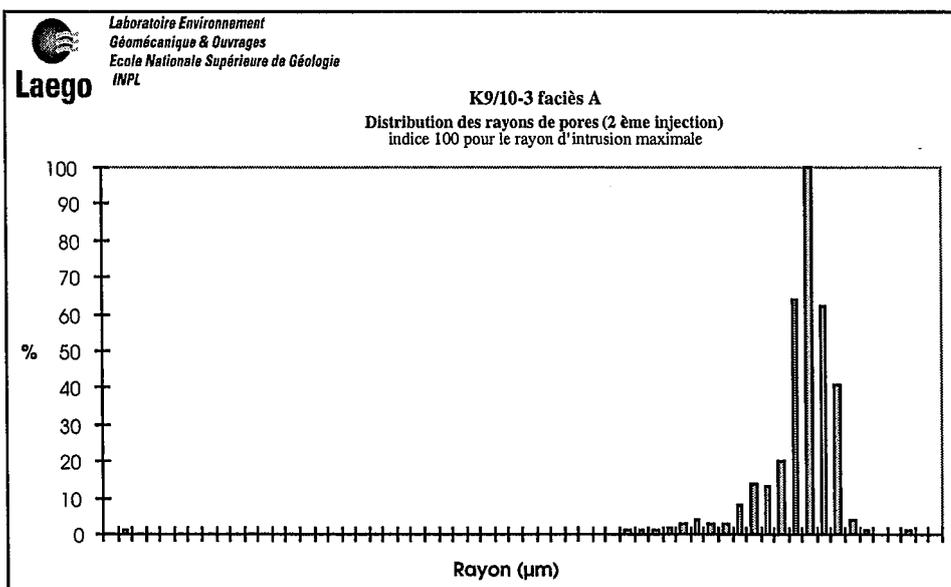
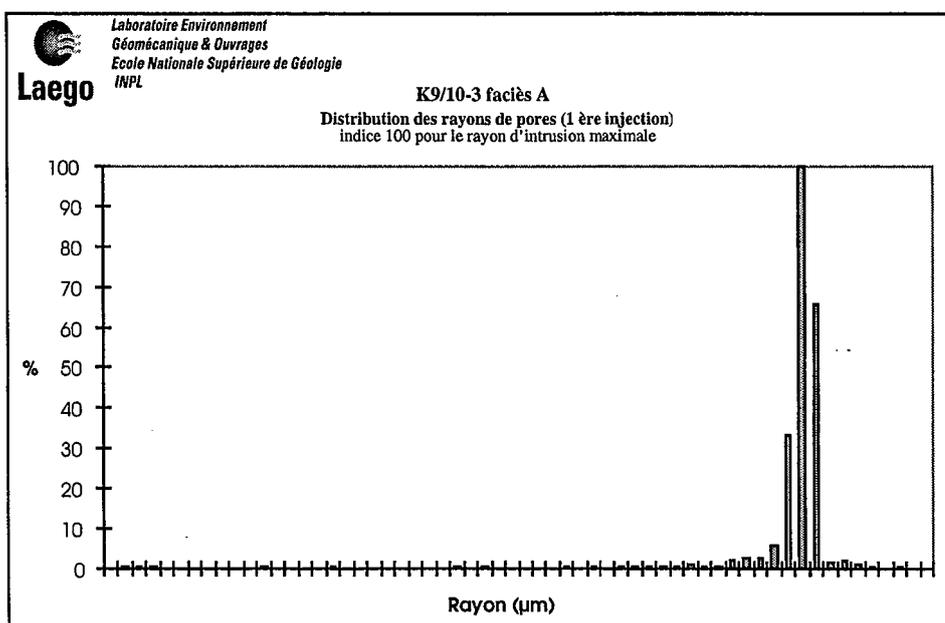
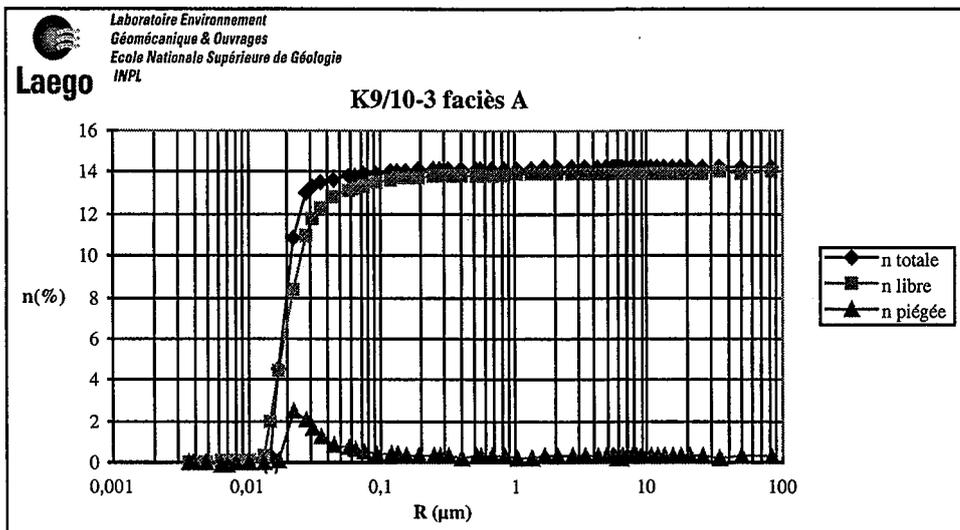
**ANNEXES**

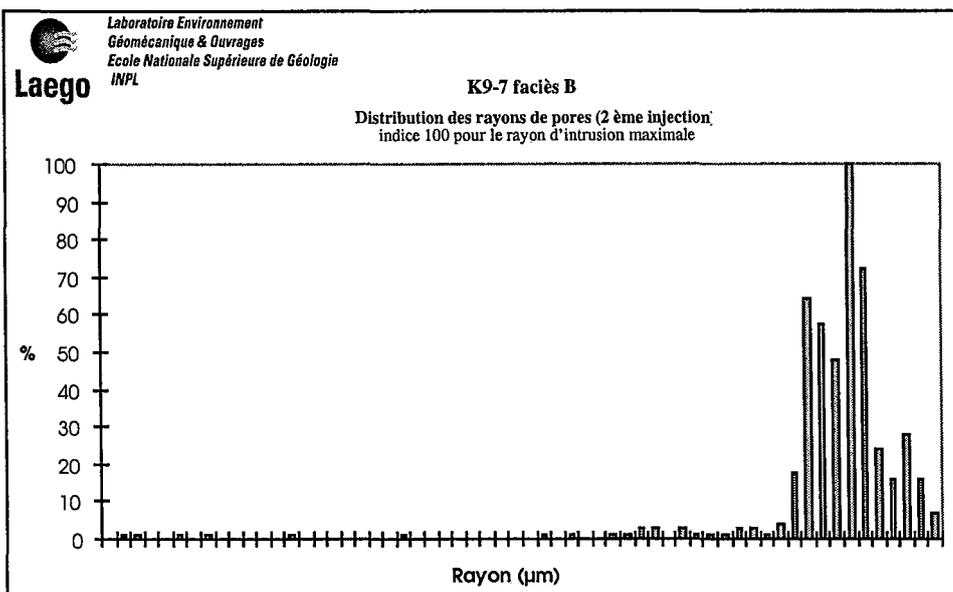
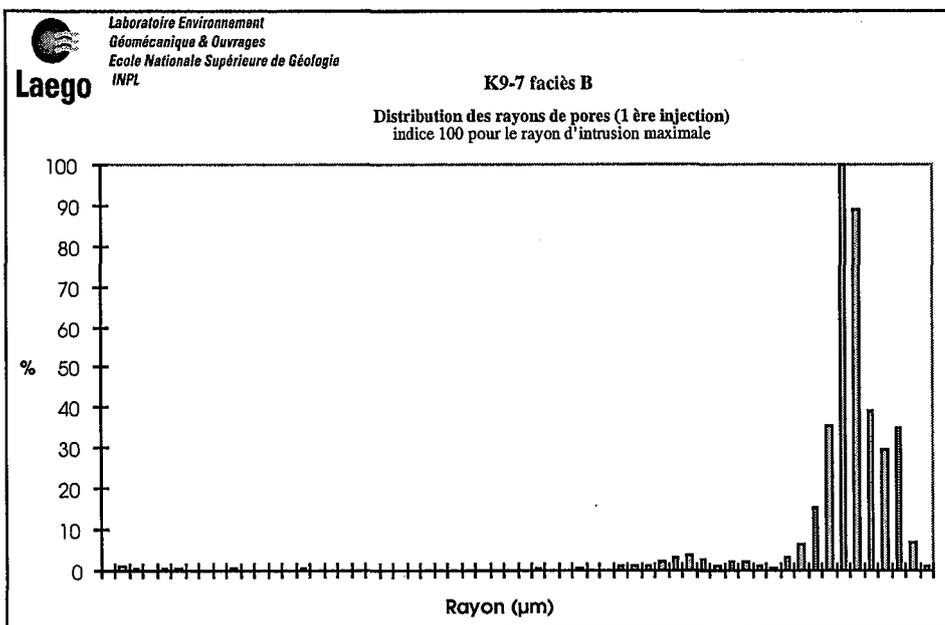
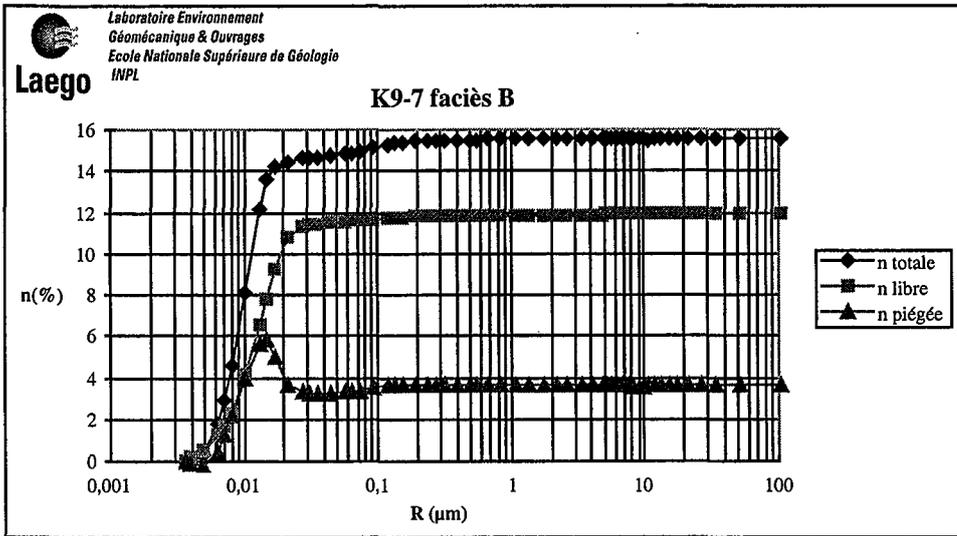
## **ANNEXE - CHAPITRE 2**

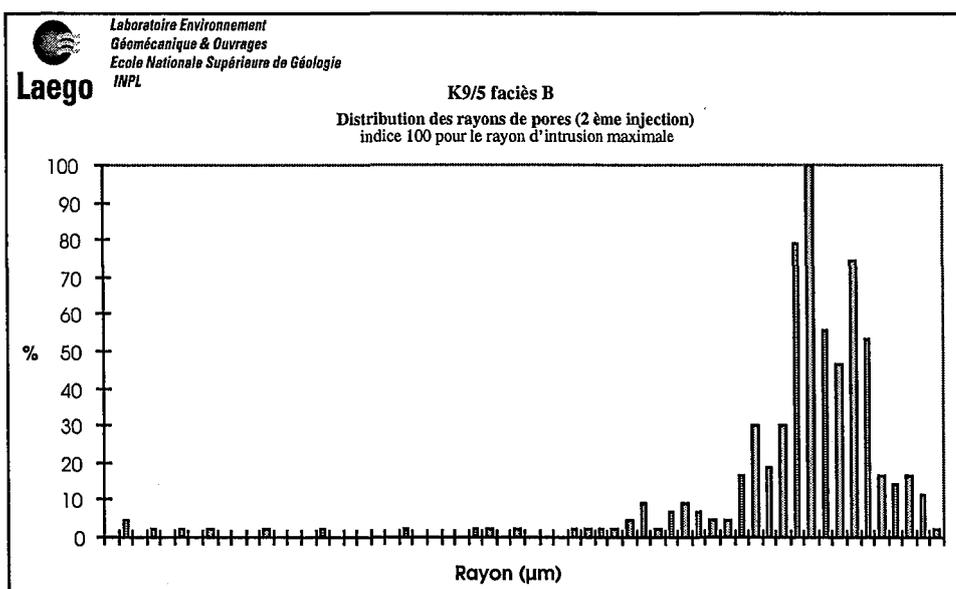
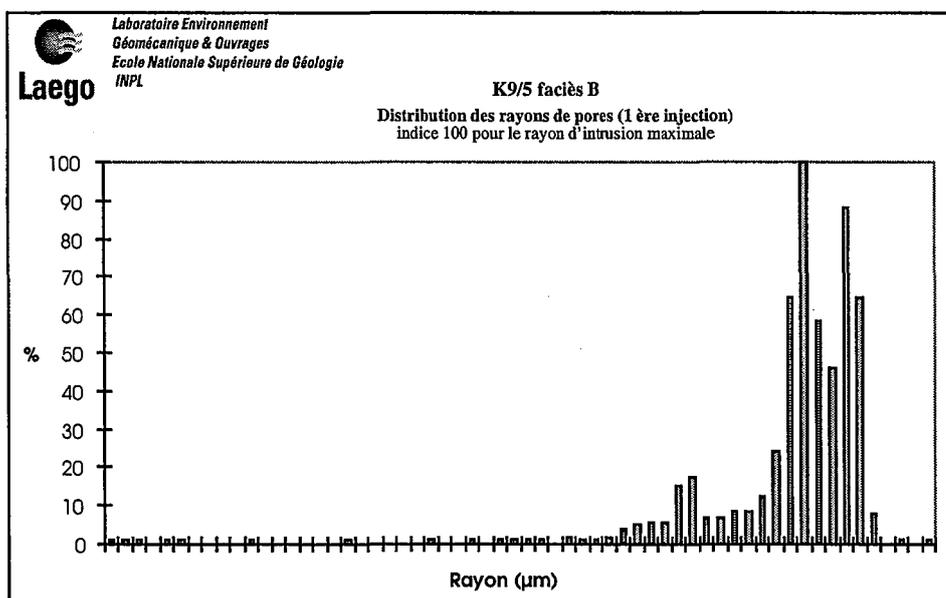
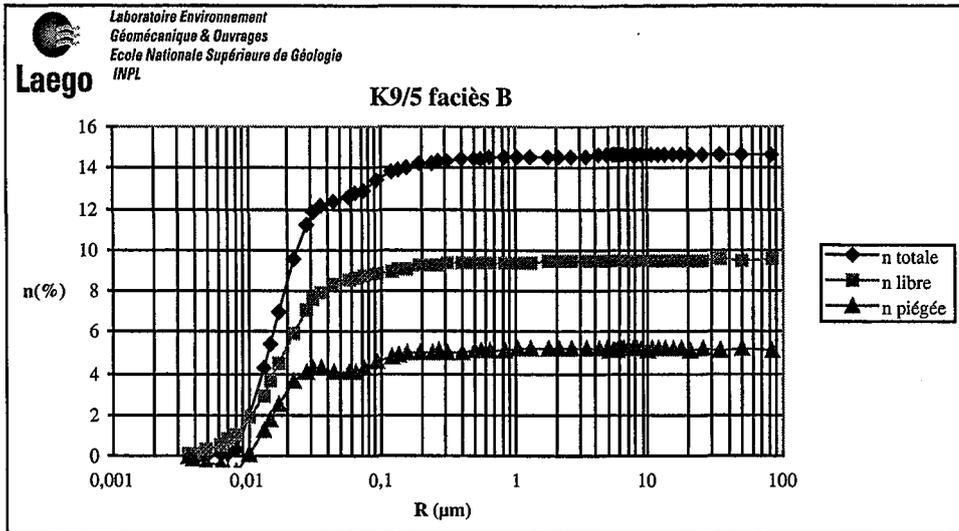
Courbes porosimétriques (au mercure)

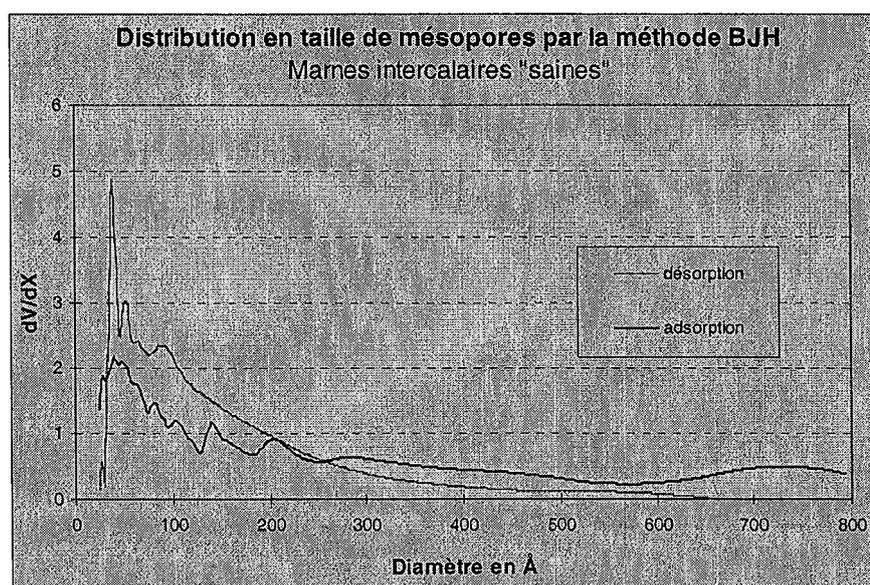
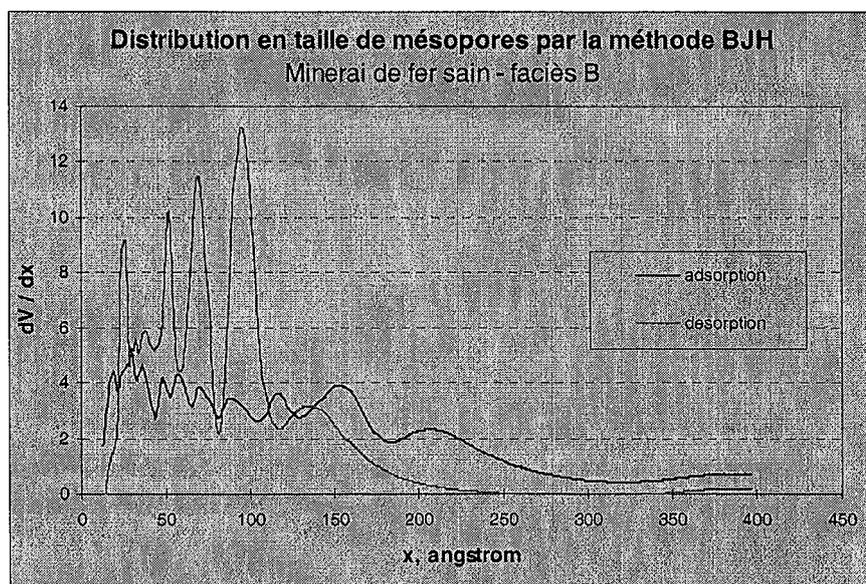
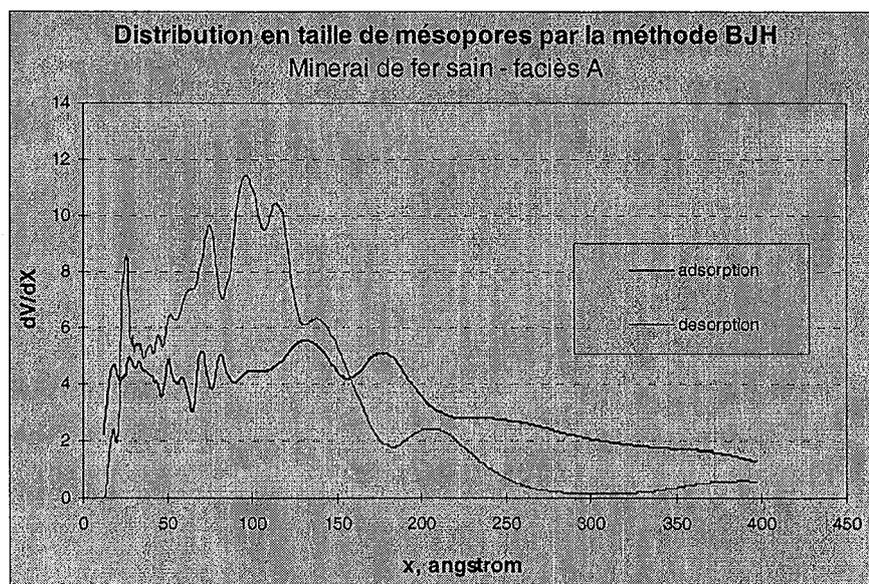
Isothermes d'adsorption-désorption (à l'azote)

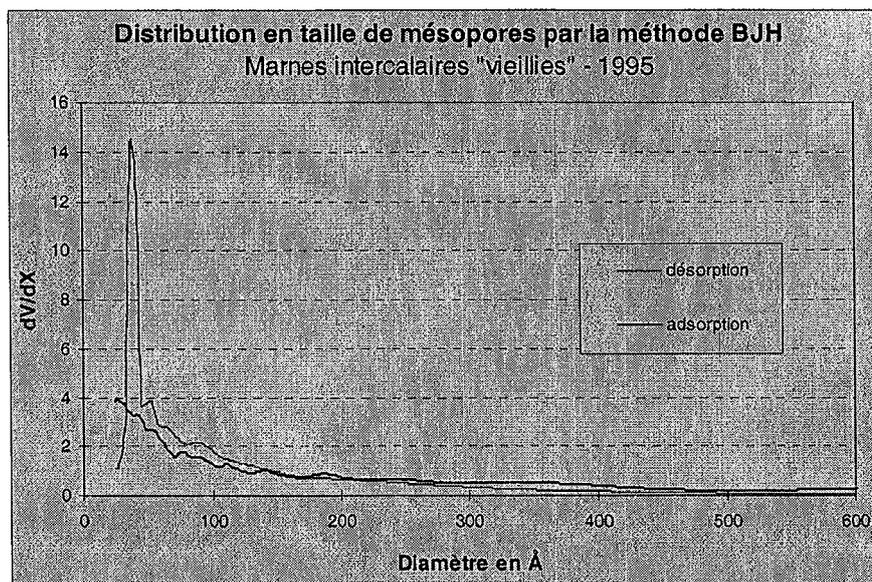
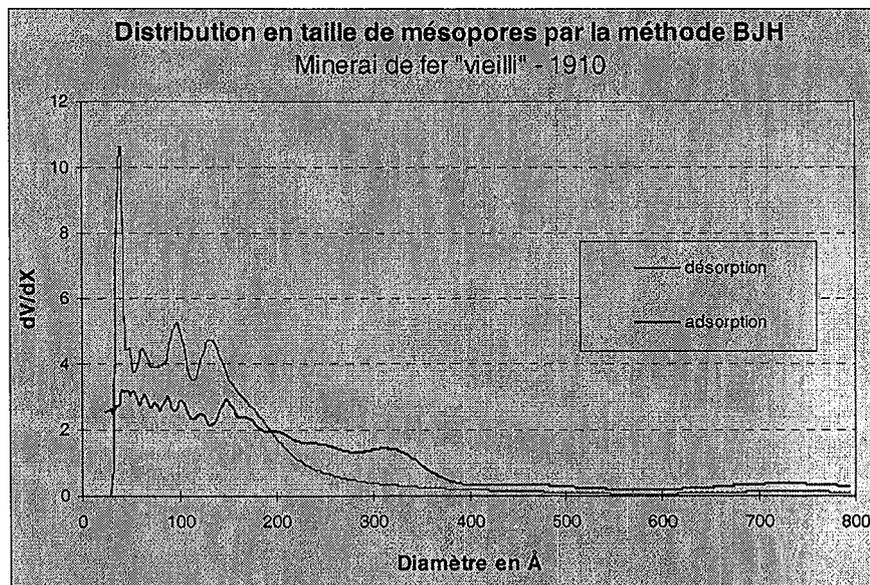
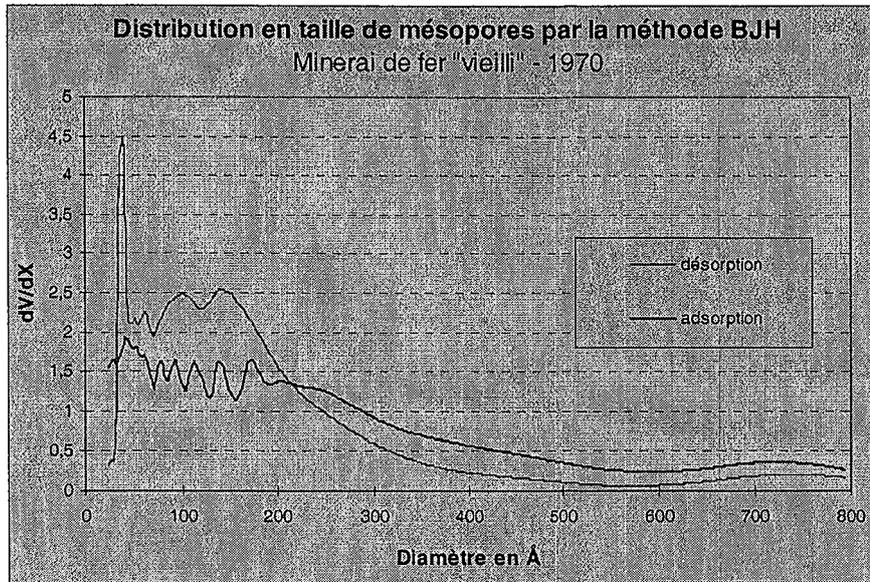












## **ANNEXE - CHAPITRE 3**

Eléments de minéralogie du minerai de fer

Diffractogrammes (rayons X)

Méthodes d'analyse de l'activité microbienne, des solides et des solutions

Résultats des analyses de microbiologie

Caractéristiques physico-chimiques des argiles

Les différents mécanismes de gonflement

# Éléments de minéralogie du minerai de fer

## ➤ Goethite

La **goethite** appartient à la classe chimique des hydroxydes et dont la formule chimique est : **Fe<sup>+++</sup>O(OH)**.

Sa formule empirique est : **Fe<sup>3+</sup>O(OH)**.

Sa masse moléculaire est de **88.85 g.mol<sup>-1</sup>** (62.85% Fe, 36.01% O, 1.13%).

Sa densité est comprise entre **3.3 et 4.3** (moyenne 3.8).

Les raies de diffraction caractéristiques sont par intensité ( $I/I_0$ ) : **4.18 (1) 2.69 (0.3) 2.452 (0.25)**

La goethite présente des quantités variables d'eau adsorbée, et aussi d'autres substances adsorbées telles que : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, BaO, SiO<sub>2</sub>, etc...

Elle se forme en cristaux prismatiques (rares) plus ou moins lamellaires, ou aplatis, allongés, groupés en touffes radiées, ou en agrégats capillaires veloutés. La goethite est le plus souvent massive à structure fibreuse radiée plus ou moins visible, parfois colonnaire ou en nodules compacts, fibreux ou concrétionnés (Atlas Minéralogique du BRGM).

La goethite est un minéral très commun qui se forme dans des conditions oxydantes. Elle est le constituant principal des minerais de fer et des latérites et est banale dans les zones d'altération des gisements de fer.

Les minéraux associés à la goethite sont des oxydes et des hydroxydes de fer, cuivre et minéraux de la zone d'oxydation. La goethite est également parfois appelée **Limonite**. La limonite n'est pas un vrai minéral mais un mélange d'hydroxydes de fer. La plupart des limonites sont formées de goethite et possèdent également des propriétés de pseudomorphisme vis à vis d'autres minéraux comme la pyrite (elle peut remplacer un cristal de pyrite dont elle garde la forme). La limonite est en général amorphe alors que la goethite forme des microcristaux.

## ➤ Hématite

L'**hématite** appartient à la classe chimique des oxydes (groupe de l'hématite) et sa formule chimique est : **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**.

Sa formule empirique est : **Fe<sub>2</sub><sup>3+</sup>O<sub>3</sub>**.

Sa masse moléculaire est de **159.69 g.mol<sup>-1</sup>** (69.94% Fe, 30.06% O).

Sa densité est de **5.3**.

Les raies de diffraction caractéristiques sont par intensité ( $I/I_0$ ) : **2.69 (1) 1.69 (0.6) 2.51 (0.5)**

L'hématite est relativement pure mais peut contenir de petites quantités de Fe, Mn, Al et Ti sous forme d'inclusions formant des impuretés.

L'hématite se forme en cristaux tabulaires épais à fins, souvent à croissance parallèle ou en rosettes, en rhomboèdres pseudo-cubiques, en pseudomorphoses de magnétite. L'hématite se trouve également en masses compactes, granulaires, colonnaires, fibreuses, rayonnées, réniformes à cassure lisse, parfois oolithiques (Atlas Minéralogique du BRGM). La forme cristalline est très fréquente. La cristallisation se fait parfois sous forme de tablettes hexagonales groupées en **rosettes** ("spécularite", "oligiste") ayant un aspect caractéristique de fleurs.

L'hématite est plus fréquente dans les régions tropicales et tempérées. C'est un minéral très commun et généralement un produit d'altération (ou un minéral hérité de certaines roches) d'autres minéraux riches en fer (magnétite, **sidérite**, pyrite) dans les sols et dans les dépôts de fer (Blake *et al.* 1966). Son apparition peut être attribuée, mais pas limitée, à une altération intense dans des environnements oxydants et normaux.

L'hématite est un des principaux minerais de fer. Les gisements d'hématite sont nombreux et leur mode de formation varié (magmatique, hydrothermal, métamorphique et sédimentaire). Les minerais de fer de type oolithique contiennent généralement de l'hématite, de la **chamosite**, de la limonite et de la **sidérite**. L'hématite, conjointement à d'autres oxydes de fer, remplace les **carbonates de fer** dans le minerai (U.S.G.S. 1976).

L'hématite peut également exister sous une forme déshydratée de la **goethite** et de la lépidocrocite. Ces derniers peuvent se changer en hématite sous des conditions sèches. L'hématite, en fine texture, joue un rôle important d'agent cimentant dans les agrégats de sols.

#### ➤ Sidérite

La **sidérite** fait partie du groupe de la calcite (classe chimique des carbonates de fer) et sa formule chimique est :  $\text{Fe}^{++}\text{CO}_3$

Sa formule empirique est :  $\text{Fe}^{2+}(\text{CO}_3)$ .

Sa densité est de **3.96**.

Les raies de diffraction caractéristiques sont par intensité ( $I/I_0$ ) : **2.79 (1) 1.734 (0.8) 3.59 (0.6)**

La sidérite peut renfermer les impuretés suivantes en traces : Zn, Co, Ca, Mg et Mn.

La sidérite est un minéral carbonaté faisant partie du groupe de la calcite qui inclue la calcite, la dolomite, la sidérite, l'ankérite et la magnésite. La sidérite se forme fréquemment en cristaux rhomboédriques à faces courbes, aussi en agrégats grenus et nodules fibro-radiés (Atlas Minéralogique du BRGM).

La sidérite est isostructurale avec la calcite, mais seule une solution solide limitée existe entre les deux espèces (jusqu'à 12% de CaO avec). Par contre, elle forme des séries complètes avec la magnésite et la rhodochrosite (deux autres membres du groupe de la calcite).

La sidérite est un minéral très fréquent et son origine est souvent hydrothermale. Elle se rencontre également souvent dans les dépôts d'origine sédimentaire tels les calcaires, les dolomies et parfois le minerai de fer. Dans les roches sédimentaires, la sidérite se rencontre en particulier dans des concrétions diagénétiques formées dans des environnements pauvres en sulfates (ions  $\text{SO}_4^{2-}$ ).

La sidérite est sensible à l'altération supergène se caractérisant par une transformation superficielle en oxydes de fer (par exemple limonite).

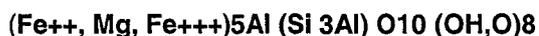
#### ➤ Chlorites

Il s'agit d'un terme désignant un groupe de silicates de magnésium, fer et aluminium dont les principales variétés sont le clinocllore, la pennine, la ripidolite la brunsvigite et la chamosite. Elles se rencontrent fréquemment en agrégats foliacés, vermiculaires, ou écailleux, en masses compactes, finement cristallines avec cristaux hexagonaux à cryptocristallines (Atlas Minéralogique du BRGM). La couleur est habituellement vert foncé, parfois gris verdâtre à noir, ou lavande (variétés chromifères). C'est un minéral très répandu dans les roches métamorphiques, les roches sédimentaires ou les roches éruptives altérées.

Toutes les chlorites contiennent de l'Aluminium en substitution de la Silice dans les feuilletés tétraédriques. Les chlorites riches en fer se nomment entre autres la chamosite ou la thuringite.

#### ➤ Chamosite

La **Chamosite** est un minéral du groupe des chlorites (classe chimique : phyllosilicates) de formule chimique:



Sa formule empirique est :  $\text{Fe}_3^{2+} \text{Mg}_{1.5} \text{Al Fe}_{0.5}^{3+} \text{Si}_3 \text{Al O}_{16}(\text{OH})_2$ .

Masse moléculaire = **660.15 g.mol<sup>-1</sup>** (5.52% Mg, 8.17% Al, 29.6% Fe, 12.76% Si, 0.31% H, 43.63% O).

Sa densité est comprise entre **3 et 3.4** (moyenne 3.2).

Les raies de diffraction caractéristiques sont par intensité ( $I/I_0$ ) : **3.52 (1) 7.05 (1) 2.52 (0.9)**

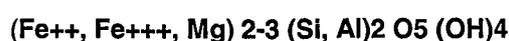
Les impuretés suivantes se trouvent en traces : Mn, Ca, Na et K (Deer *et al.* 1962).

La **chamosite** est une chlorite de type ferrifère. Elle se rencontre principalement dans des environnements de type dépôts de fer métamorphiques où elle se trouve sous forme d'accrétions de type oolithique ou spherulitique. Elle est parfois désignée à tort par le terme **thuringite**. On trouve fréquemment dans la littérature une confusion entre la chamosite et la **berthiérine**. On utilise en effet souvent le nom de chamosite pour désigner la berthiérine.

Le minerai de fer oolithique dont la diagénèse est récente contient de la berthiérine alors que le minerai de fer oolithique de type métamorphique (ou ayant subi une diagénèse tardive) contient de la chamosite. Cependant on rencontre également de la chamosite dans les sédiments marins récents.

### ➤ Berthiérine

La **Berthiérine** est un minéral du groupe des kaolinite-serpentine (classe chimique : phyllosilicates) et de formule chimique :



Sa densité est comprise entre **3.03 et 3.06**.

Les raies de diffraction caractéristiques sont par intensité ( $I/I_0$ ) : **2.53 (1) 3.55 (1) 7.12 (1)**

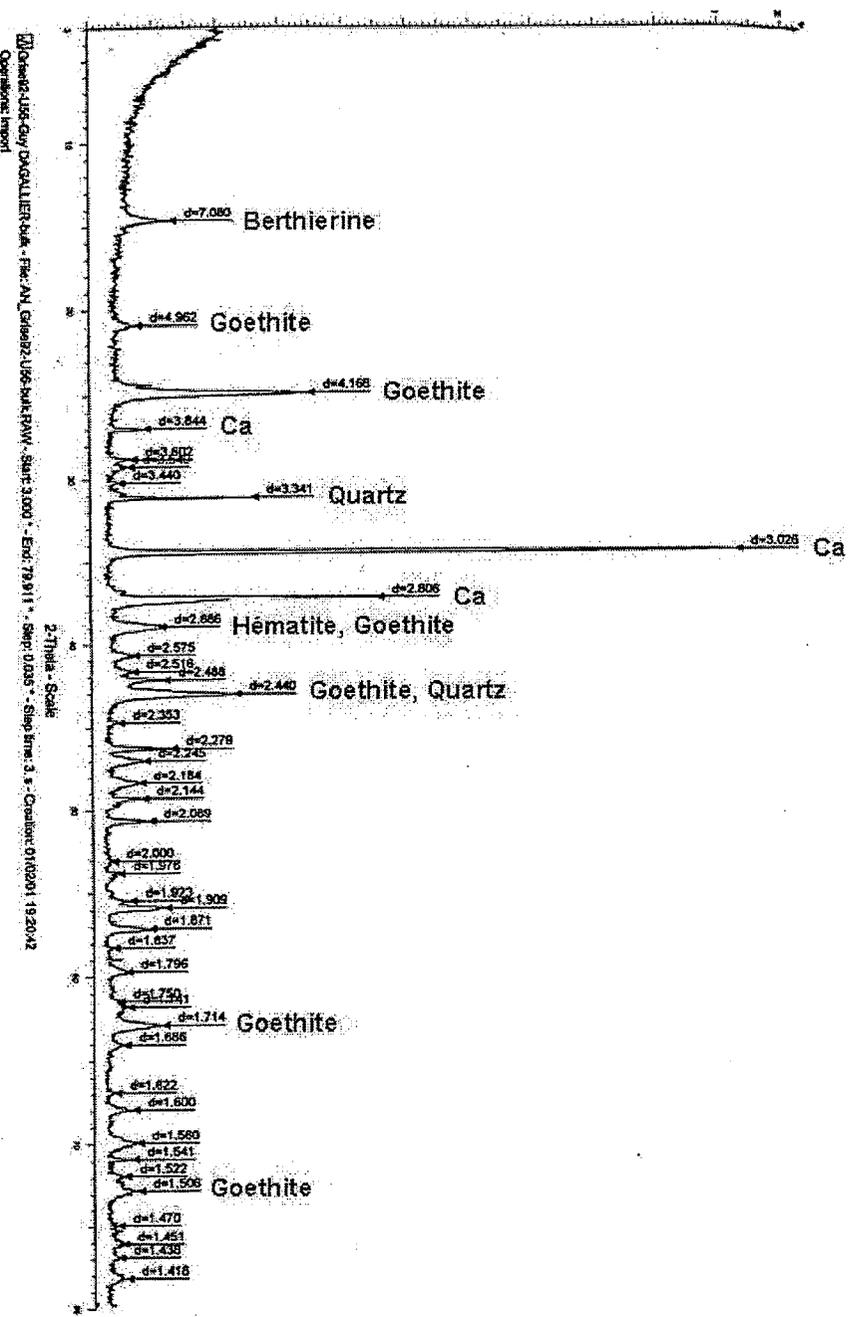
Les impuretés suivantes se trouvent en traces : Ti, Mn et Ca (Reviews in Mineralogy 1988).

Comme nous l'avons vu précédemment, la berthiérine est souvent confondue avec la chamosite, mais il ne s'agit pas d'une chlorite. Sa composition chimique est pourtant la même que celle de la chamosite, d'où cette confusion fréquente.

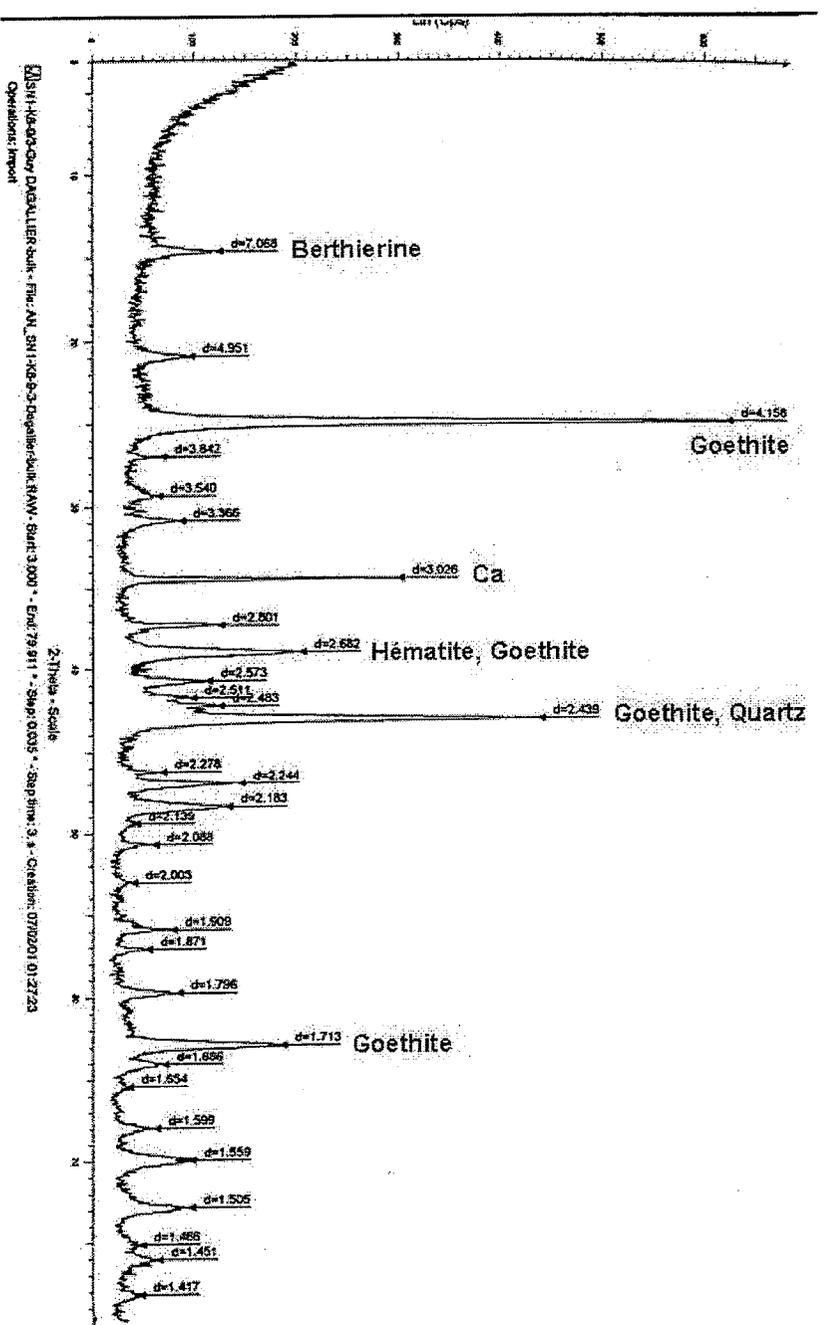
La berthiérine est un des principaux constituants des minerais de fer dont la diagénèse est récente. Dans certains cas la berthiérine est le constituant principal de ces roches. Par exemple, c'est le cas du minerai de fer de Raasay (Ecosse) dont les oolithes ferrugineuses ainsi que le ciment inter-oolithique sont composés en majorité de berthiérine qui représente 55 à 67 % de la roche, alors que dans un gisement voisin la proportion de berthiérine (dans des interstratifiés) par rapport à la chamosite varie considérablement (Hunter, Elizabeth A. 2000). La berthiérine se distingue pratiquement de la chamosite par 2 raies de diffraction caractéristiques pour chaque minéral : 7 Å pour la berthiérine et 14 Å pour la chamosite. Certains travaux ont montré une augmentation du pourcentage de niveaux à 14 Å dans la structure du minéral chloritique avec le gradient géothermal (Hunter, Elizabeth A. 2000).

Il existe des minéraux associés à la chamosite : aegirine, allanite, calcite, microcline, etc...

# Diffractogrammes (rayons X)



Analyse diffractométrique - - grise 92 (Tressange)



Analyse diffractométrique - - Joef SN1-K8-9/3

# Méthodes d'analyse de l'activité microbienne, des solides et des solutions

## MICROBIOLOGIE

Les incubations sont réalisées en flacons sérum de 125 ml contenant environ 2 g d'échantillon humide et 25 ml d'eau de percolation préalablement filtrée et stérilisée. Les flacons sont :

- soit fermés et dégazés à l'azote pour mesurer l'activité des microorganismes anaérobies,
- soit ouverts (bouchons poreux) pour mesurer l'activité des microorganismes aérobies.

Les flacons sont placés à l'obscurité et à 24 °C, sans agitation.

Pour les cultures anaérobies, des prélèvements de gaz sont effectués afin de mesurer le dégagement de CO<sub>2</sub> durant les incubations. La teneur en CO<sub>2</sub> est déterminée par spectrométrie infrarouge à 2325,6 cm<sup>-1</sup>.

Pour chaque essai, des témoins stériles (sans activité microbienne) sont réalisés. Ces témoins sont obtenus par autoclavage deux fois à 120 °C pendant 20 mn, à 48 heures d'intervalle.

Après incubation aérobie ou anaérobie (2 mois à 24 °C), les solutions sont analysées par ICP.

En parallèle, des étalements sur boîtes de Pétri (Milieu Nutrient Broth 1g/l et Bushnell-Haas Broth) ont permis de dénombrer les microflores (autotrophes ou hétérotrophes) présentes. Les résultats sont exprimés en Unités Formant une Colonie ou UFC.

## ANALYSES DES SOLIDES PAR ICP

Ces analyses sont réalisées par fusion ( méthode perle au borate). Le protocole est le suivant : 100 mg d'échantillon finement broyé sont mis en solution par fusion dans un fondant composé d'un mélange de métaborate et tétraborate de lithium, dans un four à haute fréquence et à température voisine de 1000°C. La perle obtenue est dissoute dans une solution concentrée d'acide nitrique (1 %). Les solutions sont ensuite analysées par ICP-AES (Jobin Yvon Ultrace 238).

## ANALYSES DES SOLUTIONS PAR ICP

Les solutions d'eau de mine et en équilibre avec les boues (eau de constitution) ont été centrifugées (5000 g), filtrées et acidifiées avant d'être analysées par ICP pour déterminer les différents concentrations en éléments majeurs suivant : Fe, Si, Al, Mg, Ca, K, Na, et éléments traces: Cr, Zn, Cd, Pb, Ni, Co, Cu.

# Résultats des analyses de microbiologie

Tableau 1 - Analyses ICP des boues de mine par fusion et dissolution acide (exprimées en mg/g).

	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	MgO	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>4</sub>	PO <sub>4</sub>	Cr	Zn	Cd	Pb	Ni	Co	Cu
<b>Boue</b>	410	63	9.85	137	47.2	0.58	2.08	3.78	13.2	0.139	0.30	0.06	0.08	0.10	0.05	0.04
	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Na	K									
	286.7	29.4	5.94	98	25	0.43	1.73									

Tableau 2 - Analyses ICP eau de percolation et en équilibre avec la boue (exprimées en mg/l).

	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Na	K	Ba	SO <sub>4</sub>	PO <sub>4</sub>	Mo	Cr	Zn	Cd	Pb	Ni	Co	Cu
<b>Eau toit</b>	<i>l.d</i>	4.43	5.8	16.1	0.128	171	5.3	0.41	53	0.08	0.016	<i>l.d</i>	0.007	<i>l.d</i>	<i>l.d</i>	0.002	<i>l.d</i>	0.047
<b>Eau boue</b>	0.39	5.71	21.5	53.9	0.28	8.32	3.62	0.04	105	n.d	0.029	<i>l.d</i>	0.005	<i>l.d</i>	<i>l.d</i>	0.004	<i>l.d</i>	0.051

*l.d* : non détectable, *n.d* : non déterminé

Tableau 3 - Analyses ICP des solutions après 2 mois d'incubation aérobie (exprimées en mg/l)

Echantillons	Fe	Si	Mg	Ca	Al	Na
T2	6.57	12.26	2.09	42.05	2.11	695.93
2	3.36	6.24	1.28	16.29	1.01	349.08
T3	10.62	11.03	2.77	33.78	3.18	769.60
3	7.58	9.10	1.98	27.12	2.44	653.85
T4	10.67	10.67	3.31	44.91	3.06	1023.15
4	6.52	8.35	2.33	21.35	1.96	678.94
T5	10.23	6.21	2.25	28.56	2.78	347.54
5	15.04	12.00	3.08	20.76	4.03	915.41
T6	26.22	13.73	3.73	21.84	6.04	808.18
6	3.36	7.02	1.90	12.06	0.96	386.74
T7	2.88	4.92	1.46	7.31	0.84	304.25
7	6.60	6.50	1.40	16.92	2.32	307.48

Tx : Témoin autoclavé de l'échantillon x

Tableau 4 - Dosage du CO<sub>2</sub> dans les incubations anaérobies (exprimées en vpm).

<b>Echantillons</b>	<b>t=0</b>	<b>t=11j</b>	<b>t=30j</b>	<b>Témoins</b>	<b>t=0</b>	<b>t=11j</b>	<b>t=30j</b>
2	43	729	943	T2	0	129	943
3	86	1157	1457	T3	0	86	857
4	43	643	686	T4	0	86	729
5	86	1457	1843	T5	0	86	1500
6	86	386	471	T6	0	43	643
7	43	1157	1543	T7	0	43	1329

Correspondance :

Ech2 : A12 Grise 1950A ; Ech3 : A12 Grise 1950B ; Ech4 : Grise 1910A; Ech5 : Grise 1992 A; Ech 6 : Grise 1910B; Ech 7 : Grise1992B U56.

# Caractéristiques physico-chimiques des argiles

Les propriétés d'hydratation et d'expansion des minéraux argileux sont liées la plupart du temps à leurs caractéristiques électriques et à l'existence de cations échangeables.

Ainsi, le comportement physico-chimique en présence d'eau pour des espèces argileuses de composition chimique et de structure assez proches voir même identiques peut varier suivant l'importance et la répartition des charges électriques et la nature des cations échangeables.

## 1- LES CHARGES ELECTRIQUES DES MINERAUX DES ARGILES

### Les charges électriques de surface

La structure des argiles est une idéalisation (Hillel 1988) et d'une manière générale, certaines substitutions, ou remplacements isomorphiques, de  $\text{Si}^{4+}$  par  $\text{Al}^{3+}$  ou  $\text{Fe}^{3+}$  ont lieu dans les couches tétraédriques et on trouve des substitutions d' $\text{Al}^{3+}$  par  $\text{Mg}^{2+}$  dans les couches octaédriques. Lorsque ces substitutions cationiques ne respectent pas les valences, il apparaît un excès de charge négative à la surface du feuillet.

Le déficit de charge ainsi créé est compensé par l'existence de cations appelés cations compensateurs, situés dans l'espace interfoliaire ou dans les cavités hexagonales ( $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ...). Ces cations compensateurs peuvent être échangeables ou non.

Les charges de surface ont donc pour origine:

- les remplacements isomorphiques dans le réseau :

Cette charge superficielle est indépendante du pH et ne dépend que du taux de substitution.

- la formation d'acides ou bases faibles par hydratation des cations superficiels :

Cette charge dépend du pH.

### Les charges électriques de bordure

Lorsqu'un cristal est brisé, les valences situées dans le plan de rupture ne sont plus saturées et des éléments de charge opposée viennent balancer ce déséquilibre. Au niveau des couches tétraédriques, une molécule d'eau peut s'hydrolyser et les ions  $\text{H}^+$  et  $\text{OH}^-$  se fixent alors sur les liaisons non satisfaites.

Ces charges de bordure ont donc pour origine l'hydratation des liaisons insatisfaites à la suite de ruptures.

### Les charges électriques des extrémités des couches

Une autre source de charges non équilibrées sur les minéraux argileux est la neutralisation incomplète de charges des atomes aux extrémités des couches (Hillel 1988).

## 2- LES FORCES DE COHESION ET LES LIAISONS INTERFOLIAIRES

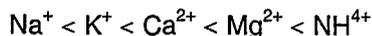
### Les forces d'attraction Van der Waals

Ce sont des forces d'attraction faibles entre des molécules ou des groupes polaires, les pôles de signes contraires s'attirant mutuellement.

### Les forces de répulsion et d'attraction électrostatiques

Ces forces, plus importantes, interviennent entre les faces chargées négativement des feuillets et les cations interfoliaires ainsi qu'entre deux particules d'argile floculées bord à face. Entre deux faces négatives, des forces de répulsion contrebalancent l'attraction.

L'intensité des forces de liaison électrostatiques entre la cation et le feuillet dépend de la nature des cations interfoliaires. L'ordre croissant est le suivant (Schmitt 1990) :



Cet ordre est toutefois loin d'être rigoureux et inamovible et est soumis à l'influence de nombreux autres facteurs.

### Les liaisons hydrogènes

Elles apparaissent entre les protons des groupements hydroxydes et les oxygènes de la surface basale. La fixation des molécules d'eau par les surfaces des feuillets est permise par ces ponts hydrogènes ainsi que par des forces de Van der Waals.

La liaison la plus stable se présente dans le cas des chlorites. Dans les montmorillonites, les substitutions se font dans les couches octaédriques, ce qui, en raison de leur éloignement, ne permet qu'une relative faiblesse à cette liaison. Chez les minéraux du type kaolinite, les liaisons hydrogènes entre les groupes OH et les oxygènes produisent une assez importante stabilité.

## 3- LA CAPACITE D'ECHANGE CATIONIQUE (CEC)

### Définition

Les charges électriques (négatives) des minéraux argileux sont équilibrées extérieurement par les ions échangeables (des cations pour la plupart contenus dans l'électrolyte baignant le matériau) qui se concentrent près de la surface extérieure de la particule et occasionnellement pénètrent dans l'espace interlamellaire. Ces cations ne font pas partie intégrante de la structure en couche et peuvent être remplacés, ou échangés, par d'autres cations. La particule d'argile présente donc une charge nette négative. Leurs propriétés électriques et géométriques peuvent être utilisées dans les phénomènes de floculation et de dispersion des particules d'argiles.

Il faut différencier les ions attirés en surface des ions des substitutions isomorphes qui sont venus remplacer dans le cristal lui-même des ions de valence généralement inférieure.

La CEC est, avec la capacité d'hydratation et de gonflement, une des propriétés fondamentales des matériaux argileux. Elle se traduit par le fait qu'une argile, dans une solution d'électrolyte, met en solution ses propres cations et fixe à leur place des cations en provenance de la solution. La CEC, qui est la quantité de cations adsorbés sur la surface des particules du matériau par unité de masse de matériau dans des conditions de neutralité chimique, d'une argile dépend de la structure propre du minéral et est donc, à une température donnée, une constante pour l'argile. Elle s'exprime en meq/g d'argile (Tab. 1).

Tableau 1 - Valeurs de la CEC pour les différentes familles d'argiles.

kaolinites	3 à 5 meq / 100 g
illites	10 à 40 meq / 100 g
chlorites	30 à 60 meq / 100 g
smectites	80 à 120 meq / 100g

Les cations les plus fréquemment rencontrés sont, dans l'ordre d'abondance relative dans les argiles naturelles [10]:  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{H}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Na}^+$ .

### Origine de la CEC

La fixation et l'échange de cations peut avoir 3 causes:

- les liaisons non satisfaites dues aux charges négatives situées sur les bords des cristaux tétraédriques ou octaédriques.
- les substitutions isomorphiques dans les tétraèdres ou les octaèdres de base, résultant d'un déséquilibre de charges dans les structures élémentaires.
- les hydrogènes des  $\text{OH}^-$  superficiels des minéraux qui peuvent être remplacés par des cations libres.

## Facteurs influençant les échanges cationiques

- La nature des ions :

La fixation sélective est due principalement à l'énergie d'hydratation (proportionnelle au rapport de la charge sur le rayon du cation). Des cations à faible énergie d'hydratation ( $K^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $Cs^+$ ) provoquent une déshydratation de l'espace interfoliaire et son resserrement. Ils sont alors fixés plus solidement que les cations à forte énergie d'hydratation ( $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$  et  $Sr^{2+}$ ) qui produisent une expansion (Tab. 2).

Tableau 2 - Caractéristiques des principaux cations.

Ion	Masse atomique	Rayon ionique (Angström)	Energie d'hydratation (kcal/gm ion)	Molécules d'eau adsorbées
$Na^+$	23	0,97	114	8,6
$K^+$	39,1	1,33	94	4,2
$NH_4^+$	18	1,43	87	4,4
$Mg^{2+}$	24,3	0,66	490	14
$Ca^{2+}$	40	0,99	410	10 à 12
$Ba^{2+}$	137,3	1,34	346	4
$Al^{3+}$	27	0,51	1149	-
$Fe^{3+}$	55,8	0,64	-	-

Ainsi, pour les illites, l'adsorption sélective d'ions  $K^+$  sur les sites interfoliaires périphériques permet un resserrement des feuillets en périphérie et l'obtention d'une structure globalement plus stable.

- La charge des feuillets :

La charge des feuillets du minéral influe sur le degré de fixation du cation interfoliaire par les forces électrostatiques. Ainsi, la plus grande sélectivité des illites pour le potassium par rapport aux montmorillonites est expliqué, d'une part, par le fait que la charge négative des feuillets d'illite est une fois et demi supérieure à celle dans les montmorillonites et, d'autre part, par le fait que la charge négative des feuillets d'illite est localisé dans les couches tétraédriques.

### Conséquences de la CEC

Les phénomènes d'échanges cationiques ont une importance considérable dans les problèmes d'hydratation et d'expansion des argiles:

- Les cations échangés (alcalins et alcalino-terreux, généralement) fixent des molécules d'eau et ce, en nombre d'autant plus important que leur énergie d'hydratation et leur pouvoir de remplaçabilité est faible.

- La présence de solutés dans l'espace interfoliaire et interparticulaire des argiles permet le développement de forces de pression dites "osmotiques".

## 4- LA THEORIE DE LA DOUBLE COUCHE

### Définitions

Le caractère dipolaire de la molécule d'eau lui confère la propriété d'être par l'intermédiaire de ses pôles positifs attirée à la surface négative des minéraux argileux. Ce phénomène d'hydratation s'explique par la théorie de la double couche.

Le feuillet argileux constitue une surface chargée négativement. Gouy et Chapman, à l'origine de la théorie, pensaient qu'en raison de l'agitation thermique, la deuxième armature ionique est assimilable à une couche diffuse dans laquelle anions et cations sont en équilibre sous l'action du champ électrostatique. Il se constitue alors une "atmosphère" ionique de plus en plus diffuse à mesure que l'on s'éloigne de la particule (Fig. 1).

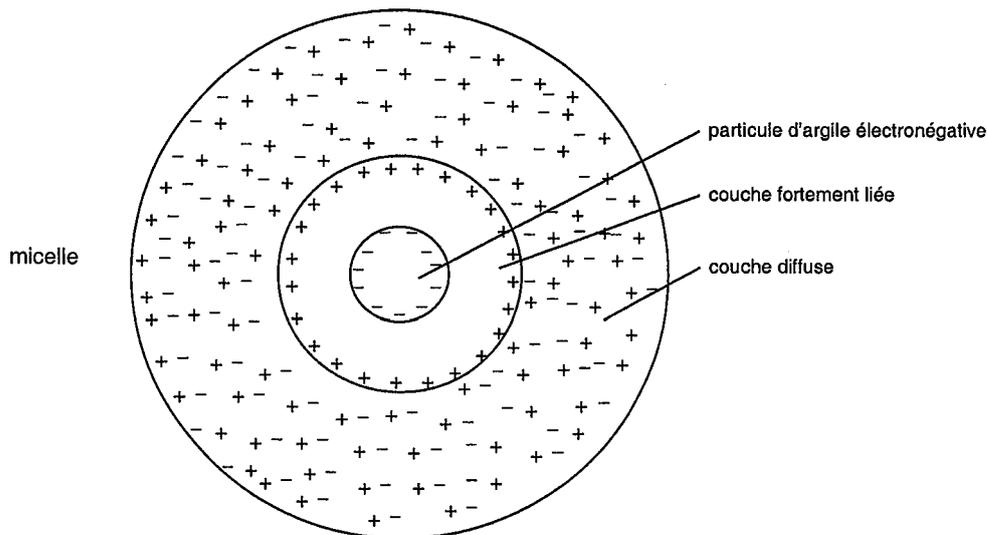


Figure 1 - Schéma de la double couche autour d'une particule d'argile.

Le déficit de charge à la surface des particules argileuses permet la fixation des cations et l'orientation des molécules polaires telle que la molécule d'eau. Ainsi, autour de chaque particule se forme une double couche électrostatique avec les ions échangeables; l'ensemble portant le nom de micelle. Elle se compose de l'intérieur vers l'extérieur :

- d'une couche liée (couche de Stern), adsorbée à la surface des particules argileuses.
- d'une couche d'eau libre dans laquelle la distribution est diffuse.

Cette distribution est schématisée sur la figure 2. Celle-ci résulte d'un équilibre entre deux causes opposées: l'attraction (électrostatique) de Coulomb de la particule d'argile et le mouvement Brownien (cinétique) des molécules liquides qui provoque la diffusion des cations vers l'extérieur c'est à dire vers la solution intermicellaire. Alors que les cations sont adsorbés positivement sur les particules d'argile, les anions eux sont repoussés, ou adsorbés négativement et chassés de la micelle vers la solution intermicellaire.

L'eau liée ne possède pas les mêmes caractéristiques de structure, de densité et de viscosité que l'eau liquide. Son existence et son comportement sont d'autre part très fortement influencés par le milieu électrolytique environnant. De nombreux auteurs distinguent entre l'"eau liée" et l'"eau diffuse" une couche intermédiaire dite d'"eau faiblement liée". Le passage de l'eau liée à l'eau libre (intermicellaire) est graduel et accompagné d'une décroissance de la rigidité des couches. L'ensemble constitué par la surface négative du minéral, l'eau rigide adsorbée en surface, et la couche externe, allant jusqu'à l'eau libre est appelé "**double couche**".

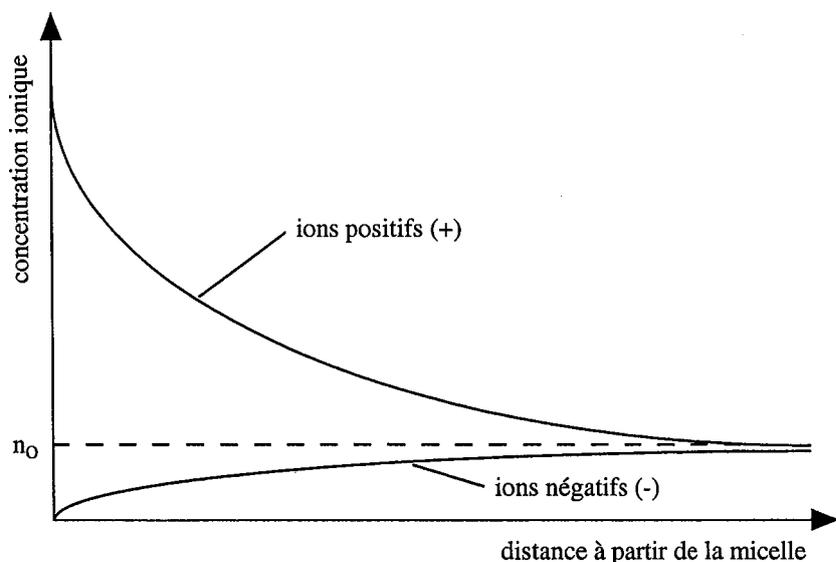


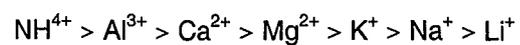
Figure 2 - Distribution des ions positifs et négatifs en solution en fonction de la distance par rapport à la surface de la micelle d'argile chargée négativement (Hillel 1988).  $n_0$  est ici la concentration ionique de la solution en dehors de la double couche électrique.

**Lien entre la double couche et la CEC**

L'attraction d'un cation vers une micelle argileuse chargée négativement croît généralement avec la valence du cation. Donc, les cations monovalents sont remplacés plus facilement que les cations bi- ou trivalents.

Les cations fortement hydratés, qui tendent à être plus éloignés de la surface, sont aussi plus facilement remplacés que les cations moins hydratés.

L'ordre de substitution des cations dans les réactions d'échange est en général le suivant (Jenny, 1932):



# Les différents mécanismes de gonflement

## 1- LES MECANISMES D'HYDRATATION A L'ECHELLE DES PARTICULES D'ARGILE

### ➤ L'adsorption d'eau

L'existence d'un déficit de charge et la présence de sites actifs sur les particules argileuses sont à l'origine de l'**adsorption des molécules d'eau**. La distribution des molécules d'eau et des ions dissous au contact des particules est à l'origine du concept de la **double couche diffuse**.

Au cours de l'imbibition d'un matériau sec, les molécules d'eau se fixent en premier lieu sur les **sites hydrophiles** représentés par les **cations compensateurs**, les **groupes hydroxydes** ou les **cations de bords de feuillets**.

Les phénomènes d'adsorption de l'eau sont fortement dépendants de la nature des particules argileuses. Ainsi, le nombre de sites actifs et la surface totale développée des minéraux sont des paramètres prépondérants dans le mécanisme d'adsorption de l'eau. Par exemple, certains minéraux argileux dont les **liaisons interfoliaires** (smectites ou certaines chlorites) possèdent la particularité d'adsorber des couches monomoléculaires d'eau entre les feuillets (liaisons interfeuillets très faibles) provoquant une augmentation de la distance interfoliaire. On parle alors d'adsorption interfoliaire et ce mécanisme est à l'origine du **gonflement interfoliaire ou intraparticulaire**. En dehors de ce cas, qui définit les argiles dites gonflantes, le gonflement est **interparticulaire**, c'est à dire que l'eau ne pénètre pas à l'intérieur des particules d'argile. Il est à noter que dans ce dernier cas, la part de gonflement due à l'adsorption pourra être réduite. Ceci est le cas notamment pour les illites et les kaolinites.

### ➤ L'hydratation par capillarité

Ce mécanisme est complémentaire de l'adsorption. Il peut toutefois être réduit dans les matériaux argileux fortement compactés. Il est responsable du remplissage des pores. L'eau mise en contact avec le réseau poreux est adsorbée par **capillarité**.

### ➤ L'hydratation par osmose

C'est le concept le plus souvent invoqué pour les phénomènes de gonflement à l'échelle des particules. Il repose sur la différence de concentration entre l'eau proche des particules argileuses et celle située dans les pores plus larges. La **pression osmotique** générée par cette différence de concentration provoque la migration des molécules d'eau jusqu'à **équilibre des concentrations**.

Il semble admis que seuls l'hydratation des sites hydrophiles et le phénomène de d'adsorption multi-couches soient effectifs dans les processus de gonflement. Les phénomènes capillaires sont évidemment liés au domaine désaturé et débutent à partir du point d'entrée d'air, mais ils n'ont pas d'effet sur les variations de volume.

## 2- LE POTENTIEL OSMOTIQUE

### ➤ Définition

Il est lié à la présence de **solutés** dans l'**eau interstitielle**. Il est défini comme étant le travail à fournir pour transformer une eau pure libre située à un niveau de référence en une eau ayant une concentration donnée en soluté. La mise en contact de deux solutions de concentrations ioniques différentes par l'intermédiaire d'une membrane semi-perméable provoque un déplacement de l'eau de la solution la plus concentrée vers la moins concentrée. Les **phénomènes osmotiques** sont à la base des **échanges d'eau dans le milieu naturel**.

### ➤ Notion de succion

C'est une notion essentielle en physique des milieux poreux. Elle est utilisée habituellement en laboratoire pour décrire l'état énergétique de l'eau interstitielle. Nous allons donc nous intéresser à la pression (capillaire) négative, encore appelée "succion", et son influence sur la variation de volume des matériaux partiellement saturés. Quand l'eau d'un matériau se trouve à une pression hydrostatique plus élevée que celle de l'atmosphère, son potentiel de pression est considéré comme positif. Quand elle est à une pression inférieure à l'atmosphère (une sous-pression appelée tension ou succion), le potentiel de pression est considéré comme négatif. Donc, l'eau au dessous d'une surface d'eau libre est à un potentiel de pression positif, tandis que l'eau au niveau de cette surface est à un potentiel de pression nul, et l'eau qui est maintenue dans un tube capillaire au-dessus de cette surface est caractérisée par un potentiel de pression négatif.

La notion de succion totale dans les matériaux argileux est définie par :

$$\psi_t = \psi_m + \psi_\pi$$

$\psi_t$  : succion totale.

$\psi_m$  : succion matricielle. Elle est définie comme étant la capacité de rétention d'eau à l'intérieur de la matrice solide du matériau. Elle fait intervenir l'effet de l'adsorption par les particules du matériau et les forces capillaires. Elle est reliée à la pression de pore d'eau négative dans le matériau :

$$\psi_m = u_a - u_w$$

$u_w$ : pression d'eau,  $u_a$ : pression d'air

$\psi_\pi$  : succion osmotique. Elle est définie comme étant la capacité de rétention d'eau par les sels présents sous forme dissoute dans l'eau interstitielle. Elle est due à la différence de concentration en sel dans différents points de la matrice du matériau. Dans le cas où la concentration de sel est faible, cette composante peut être négligée et la succion totale sera donnée directement par la succion matricielle. Le potentiel osmotique diminue quand le degré de saturation augmente.

## 2- LES MECANISMES DE GONFLEMENT

### ➤ Le gonflement interfoliaire ou intraparticulaire

Ce phénomène affecte uniquement les **minéraux gonflants**. La structure primaire de ces minéraux permet à l'eau d'entrer entre les feuillets (énergie de liaison faible). Lorsque les feuillets d'un minéral argileux sont dilatables, il est considéré comme un minéral gonflant, telle que la montmorillonite, alors que les autres feuillets sont appelés des feuillets d'argile stable.

Dans le cas des minéraux gonflants (montmorillonite) **les cations compensateurs** créent des liaisons ioniques entre les feuillets mais trop faibles pour que les molécules d'eau ne puissent s'y immiscer et les écarter. La distance interfoliaire est donc variable et fonction du degré d'hydratation des cations compensateurs. Les cations compensateurs se trouvent à l'état hydraté mobiles entre les plans des feuillets. Ces cations se présentent ainsi en excellente position pour l'échange, lorsque des solutions salines seront placées au contact du matériau argileux. Les cations compensateurs vont donc s'identifier aux **cations échangeables**. C'est ce qui fait que l'ensemble des propriétés physiques et chimiques des montmorillonites est très différent de celui des autres minéraux argileux.

### ➤ Le gonflement interparticulaire

#### Aspect mécanique

Tout déchargement mécanique aboutit à une variation de volume pour la plupart des matériaux. La relaxation des contraintes s'effectue en deux phases :

- une phase instantanée qui est la réponse immédiate à la libération de l'énergie de déformation.
- une phase secondaire fonction du temps (sur plusieurs centaines d'années) et qui dépend du temps de relaxation, de l'évolution de la désintégration des liens interparticulaires, de la quantité d'énergie de déformation latente du matériau, du mécanisme d'altération et du réarrangement des particules.

D'un point de vue mécanique, le gonflement est le résultat d'une redistribution des contraintes au sein du matériau. Il est par conséquent lié à l'historique des contraintes subies par le matériau et donc à son histoire géologique. Ce raisonnement n'est valable que si l'on considère un matériau normalement consolidé. On peut dire que l'état d'équilibre d'un matériau chargé est le résultat à la fois des interactions particules argileuses-eau et de l'histoire géologique.

Il existe cependant une approche plus détaillée de l'état de contrainte dans un matériau argileux, symbolisée par la relation suivante :

$$\sigma = \sigma_i' + R - A + u_p$$

$\sigma$  : contrainte totale

$\sigma_i'$  : contrainte interparticulaire

$R$  : contrainte due aux forces de répulsion entre les particules

$A$  : contrainte due aux forces d'attraction entre les particules

$u_p$  : pression de l'eau dans les pores

Cette relation a l'avantage de faire apparaître les interactions entre les particules argileuses. Les forces de répulsion sont dues aux phénomènes osmotiques engendrés par l'existence de la double couche diffuse jouant le rôle de membrane semi-perméable entre le milieu interparticulaire et l'eau des pores. L'attraction interparticulaire est due aux forces électriques et de Van der Waals.

En faisant apparaître les interactions entre les particules, on constate que lors d'une modification de la contrainte totale appliquée, ce n'est plus seulement la variation de la pression interstitielle qui est responsable du gonflement. Il s'y ajouterait une redistribution des forces attractives et répulsives, dont la différence si elle est positive serait responsable du gonflement.

### Aspect physico-chimique

C'est un mécanisme commun à toutes les espèces argileuses. L'ensemble des charges électriques de la double couche, à savoir la particule d'argile, les ions adsorbés et l'eau crée au voisinage de la particule un champ électrique. Les cations sont attirés à la surface des particules par le champ électrique; par contre, l'eau peut circuler dans le milieu. Le champ électrique agit donc comme une membrane semi-perméable laissant passer l'eau mais pas les ions. Si la concentration de l'eau dite libre circulant dans le matériau est inférieure à la concentration de l'eau de la double couche, il s'en suit une pression osmotique de répulsion entre les particules, s'exprimant par un gonflement (équation de Van't Hoff).

La théorie de la double couche reste évidemment limitée, en raison des hypothèses faites sur le milieu (pas d'interaction entre les ions, particules infinies et parallèles...). On peut dire que la théorie de la double couche est applicable quand le moiteur du gonflement est la pression de répulsion osmotique c'est à dire quand on a affaire à des matériaux sursaturés en cations en présence d'une eau de circulation à faible concentration ionique. Dans les autres cas, ce modèle n'est pas suffisant, il faut alors étudier le gonflement à partir d'autres caractéristiques que les propriétés physico-chimiques, à savoir, comme nous venons de le voir, les propriétés mécaniques.

### Le phénomène de répulsion osmotique

Deux particules munies de leur double couches électrostatiques subissent une répulsion mutuelle que les forces d'attraction de Van der Waals ne peuvent pas compenser si l'électrolyte a une faible concentration. Le bilan de ces forces entraîne une répulsion jusqu'à une distance telle que l'équilibre s'établisse. Cette force de répulsion dépend de la concentration ionique du fluide interstitiel qui est à l'origine de la pression osmotique.

A l'équilibre,  $p + s = 0$  ( $p$  : force de répulsion,  $s$  : succion osmotique). Une variation de  $(p+s)$  entraîne une déformation volumique des particules d'argile.

Ainsi, quand des matériaux argileux confinés parviennent à absorber de l'eau, **des pressions de gonflement**, liées à la différence de pression osmotique existant entre la double couche et la solution extérieure (Alymore *et al.* 1959), se développent. En fonction de leur état d'hydratation et de la composition de leurs cations échangeables, les particules d'argile peuvent soit flocculer, soit se disperser (Jenny *et al.* 1935). La dispersion se produit généralement avec des cations monovalents et fortement hydratés (le sodium, par exemple). Inversement, la floculation a lieu dans des solutions très concentrées et/ou en présence de cations bi- ou trivalents (par exemple,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ) quand la double couche est comprimée de sorte que l'effet de répulsion est affaibli et que deux micelles peuvent se rapprocher plus près l'une de l'autre. Ainsi, les forces d'attraction à faible rayon d'action (Van der Waals) entrent en jeu et relient les micelles en flocons.

## ➤ L'exfoliation

Dans certains matériaux stratifiés et fortement consolidés, le gonflement qui résulte de l'ouverture de plans de schistosité est caractérisé par un débit en feuillets. C'est le cas des schistes, et notamment des schistes carton (Rakontondratsima 1995).

Ce gonflement qui est la première phase d'altération des schistes carton sains est complètement différent de celui des argiles gonflantes. Il n'est pas attribué à la présence des minéraux argileux, ni aux déchargements. En effet, il fait appel à des ruptures de liens entre les feuillets (exfoliation du matériau) qui dépendent surtout de la succion initiale appliquée, de la succion finale, de la contrainte appliquée et de l'intensité des liens interparticulaires qui est d'autant plus élevée que le % de  $\text{CaCO}_3$  est important.

Lors du séchage, des micro-fissures se forment par la rupture des liens interparticulaires qui sont dues aux pressions capillaires. Ces micro-fissures sont d'autant plus denses que la succion appliquée est élevée, que le séchage est fort. Elles sont ouvertes lors de la resaturation du matériau. L'apport d'eau crée un gonflement dû à la fixation d'eau liée entre les feuillets qui ont tendance à se repousser. La pression capillaire dans les poches d'air emprisonné, après saturation, peut augmenter la pression de gonflement. Le gonflement dépend alors de l'état de l'échantillon avant saturation.

Ce type de gonflement est réduit par application de la contrainte qui diminue les vides entre les feuillets. Cependant la contrainte appliquée n'empêche pas l'ouverture des fissures si la teneur en eau avant saturation est inférieure à celle qui correspond à la limite d'altérabilité.

## 2- LES PARAMETRES INFLUANCANT LE GONFLEMENT

### La teneur en eau initiale

Cette influence est très controversée dans l'étude de la pression de gonflement (Skandaji 1996). On peut dire toutefois que les pressions de gonflement augmentent quand la teneur en eau initiale diminue. L'influence de la teneur en eau initiale dépend des caractéristiques du matériau et des conditions de l'essai.

### Le chimisme de l'eau

Pour des argiles à forte salinité, le pourcentage de gonflement est plus important pour les échantillons saturés avec de l'eau distillée (concentration ionique quasi-nulle) que pour ceux saturés avec la solution saline. Cette différence s'explique par l'intervention d'un processus osmotique : l'existence d'un gradient de concentration entre la solution entrant dans le réseau poreux et la solution interstitielle peut-être responsable, si le matériau se comporte comme une membrane semi-perméable parfaite, de la migration de l'eau depuis la solution la moins concentrée vers la plus concentrée.

On distingue 3 états qui viennent se superposer au gonflement uniquement lié à l'imbibition :

- soit la solution interstitielle est plus concentrée que la solution mise en contact : la migration de l'eau sous l'effet du gradient osmotique s'effectue vers la solution interstitielle.
- soit il n'existe pas de gradient de concentration et il n'y a pas de transferts hydriques liés au processus osmotique.
- soit la solution mise en contact est plus concentrée que la solution interstitielle et l'eau interstitielle migre depuis le matériau vers la solution mise en contact.

Ainsi, le gonflement des échantillons saturés avec une solution ayant la même concentration que l'eau du matériau est due à la succion matricielle car la succion osmotique est maintenue constante. Pour des matériaux à forte salinité, la succion totale mesurée par le psychromètre est presque égale à la succion osmotique. La succion matricielle est faible donc le matériau gonfle peu ou pas. Par contre, pour les matériaux à faible concentration de sel, la succion initiale totale mesurée correspond pratiquement à la succion matricielle. La succion osmotique est faible. Dans ce cas, le matériau présente un potentiel de gonflement important. Cependant, il n'est pas possible de quantifier précisément l'influence du potentiel total ou du terme osmotique sur le gonflement:

### La nature et la concentration des cations

L'observation d'échanges ioniques entre l'argile et la solution externe montre que l'interface n'est pas strictement semi-perméable. Ce n'est qu'une semi-perméabilité apparente due à la différence de vitesse de diffusion entre l'eau et les cations. Les échanges ne sont donc pas seulement dus aux gradients de concentrations globales mais aussi au déséquilibre des potentiels partiels de chaque espèce en solution. Ainsi, la suppression des phénomènes osmotiques par l'utilisation d'une eau équilibrée nécessite donc la prise en compte des concentrations partielles des différents ions. Les cations auront des influences variables selon leur facilité de mise en solution, leur valence, leur facilité d'échange, leur taille, qui se feront sentir à différents niveaux :

- Energie d'hydratation
- Formation de la double couche
- Phénomènes osmotiques
- Forces de liaison interfoliaire

L'aptitude au gonflement est donc corrélée avec la CEC. D'autre part, l'amplitude du gonflement d'un matériau varie suivant la nature des cations fixés sur les minéraux argileux qu'il contient (Suratman 1985). Na et Li donnent à l'argile de fortes propriétés gonflantes. K peut donner des propriétés semblables à celles de Na et Li pourvu que le déficit en charge du minéral argileux soit situé dans la couche octaédrique. Si le déficit se situe dans la couche tétraédrique, le potassium donnera les plus faibles propriétés gonflantes. Ca et Mg donnent des valeurs intermédiaires.

### La composition minéralogique

Ce facteur est très important pour déterminer le gonflement d'un matériau. Les propriétés gonflantes seront d'autant plus marquées que le pourcentage d'éléments argileux actifs sera élevé. Par ailleurs, deux matériaux formés des mêmes argiles gonflantes et ayant les mêmes densités et teneur en eau, mais différant par la quantité de matériaux non gonflants contenus, ont des caractéristiques très différentes.

### La structure du matériau

Un matériau intact à configuration dispersée présentera des caractéristiques de gonflement plus importantes qu'un matériau remanié à configuration floculée. Par ailleurs, une cimentation naturelle des particules argileuses aura pour effet de réduire l'amplitude du gonflement.

L'amplitude du gonflement lié au déchargement pour les argiles sur-consolidées décroît avec la densité des liens diagénétiques (liens interparticulaires) initiaux dans le matériau. Ces liens freinent leur expansion. Par ailleurs, la texture des matériaux argileux joue un rôle dans le gonflement. Par exemple, aucun gonflement, ou retrait, significatif n'a été constaté dans la couche inférieure des siltites du Gard. Cette différence est attribuée à la texture particulière des siltites du Gard, plus précisément, à la position des minéraux argileux au sein de la matrice carbonatée et siliceuse. Cette disposition empêche les minéraux argileux (interstratifiés illite-smectite) d'exprimer pleinement leurs propriétés (Actes des journées scientifiques CNRS / ANDRA 1999). Et l'importance des composantes non-argileuses dans ces siltites du Gard confère une résistance élevée au matériau et une déformabilité réduite (Chiarelli *et al.* 1997)].

### La température

La température joue un rôle important sur le potentiel d'absorption par son action sur la mise en solution des ions, les phénomènes d'échanges et sur la pression de vapeur saturante. La température intervient pour accélérer les échanges d'ions, et ainsi augmenter les capacités d'échange cationiques (Suratman 1985).

### La présence de l'air

La présence de l'air dans un échantillon influence la valeur de la tension de l'eau interstitielle et donc le gonflement. Par ailleurs, pendant la saturation, le volume d'air décroît dans l'échantillon; l'air peut s'échapper de l'échantillon, se dissoudre dans l'eau, ou être comprimé par les forces capillaires. L'air, là où il est comprimé, tend à élargir les vides, et par conséquent contribue au gonflement. L'air peut par exemple être comprimé, sous une pression de 6 atmosphères, dans un pore de 0,5  $\mu\text{m}$ ; ce qui donne une idée de l'importance de l'air dans le gonflement.

## **ANNEXE - CHAPITRE 4**

Quelques rappels sur la plasticité

Liste de tous les essais mécaniques (Tableau)

Courbes d'essai

## Quelques rappels sur la plasticité

Avant de proposer un modèle de comportement pour les roches que nous venons de caractériser mécaniquement, il sera question dans les lignes qui vont suivre d'un bref rappel des principes généraux de la plasticité instantanée, sachant que les raisonnements thermodynamiques qui se trouvent en amont sont considérés comme acquis.

### ➤ Notion de surface de charge

La notion de surface de charge implique les deux conditions suivantes au cours de l'écoulement plastique :

- l'état de contrainte est situé sur la surface de charge :

$$f(\underline{\sigma}, \gamma_{\text{éq}}^p) = 0$$

- l'état de contrainte ne peut sortir de la surface de charge :

$$f(\underline{\sigma}, \gamma_{\text{éq}}^p) > 0 \text{ est impossible}$$

L'écoulement plastique se produit donc en respectant ces deux conditions simultanément. Le critère de charge-décharge s'écrit ainsi :

$$f < 0 \rightarrow \text{comportement élastique}$$

$$f = 0 \text{ et } df = 0 \rightarrow \text{écoulement plastique}$$

$$f = 0 \text{ et } df < 0 \rightarrow \text{décharge élastique}$$

On choisit classiquement une variable interne de nature scalaire (variable d'écrouissage isotrope) pour décrire l'évolution de la surface de charge déviatorique, par exemple la distorsion plastique équivalente :

$$V_k = \gamma_{\text{éq}}^p = \sqrt{\frac{2}{3} e_{ij}^p e_{ij}^p} \quad (1)$$

### ➤ Condition de consistance

Le critère de charge-décharge au cours de l'écoulement continu implique donc :

$$df_d(\underline{\sigma}, \gamma_{\text{éq}}^p) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\sigma}} : d\underline{\sigma} + \frac{\partial f_d}{\partial \gamma_{\text{éq}}^p} d\gamma_{\text{éq}}^p = 0 \quad (2)$$

C'est la condition de consistance. Elle exprime le fait que le point représentatif de l'état actuel reste donc bien sur la surface de charge.

### ➤ Potentiel de dissipation : plasticité non associée

L'emploi d'un potentiel de dissipation fournissant les lois d'évolution de la déformation plastique et des variables internes, conduit au schéma de la plasticité associée (on confond la surface de charge avec une surface équipotentielle). Le cas plus général concerne la plasticité non associée. Ce mécanisme n'entre pas dans le formalisme des matériaux dits "standard généralisés".

Ce schéma nécessite donc l'emploi de 3 potentiels :

- l'énergie libre
- la surface de charge
- une surface potentielle donnant la direction de l'écoulement dans l'espace des variables forces généralisées

L'hypothèse de normalité généralisée s'écrit donc :

$$d\underline{\underline{\varepsilon}}^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (3)$$

$$d\gamma_{\text{éq}}^p = \lambda \frac{\partial g_d}{\partial q} \quad (4)$$

La règle de normalité généralisée fournit la loi d'écoulement et l'évolution des variables internes, où :

- $\lambda$  est le multiplicateur de la plasticité indépendante du temps. Il est nul quand il n'y a pas d'écoulement.
- $g_d$  est le potentiel plastique non associé.

Ce concept de la plasticité non associée, bien que ne satisfaisant pas exactement aux hypothèses des matériaux standard généralisés, permet de vérifier a priori le second principe de la thermodynamique. L'inégalité de Clausius-Duhem devient donc :

$$\Phi = \left( \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\sigma}} + \frac{\partial g_d}{\partial \gamma_{\text{éq}}^p} \gamma_{\text{éq}}^p \right) \lambda \geq 0 \quad \Phi = \text{puissance spécifique de dissipation} \quad (5)$$

Pour assurer cette condition, il suffit que le potentiel plastique soit convexe, positif dès qu'il y a écoulement et contienne l'origine; c'est à dire :

$$g_d \geq f_d = 0 \quad \text{et} \quad g_d(0, 0) = 0 \quad (6)$$

On démontre alors que :

$$\Phi \geq \lambda \times g_d \geq 0 \quad (7)$$

### ➤ Expression du multiplicateur plastique

En utilisant la condition de consistance et l'hypothèse de normalité généralisée, la loi d'élasticité linéaire (loi de Hooke) s'exprime ainsi :

$$d\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\underline{C}}} : d\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{el}} = \underline{\underline{\underline{C}}} : (d\underline{\underline{\varepsilon}} - d\underline{\underline{\varepsilon}}^p) \quad \underline{\underline{\underline{C}}}: \text{tenseur d'ordre 4} \quad (8)$$

où les composantes du tenseur de 4<sup>è</sup> ordre sont les coefficients d'élasticité isotherme.

La règle de consistance s'écrit alors :

$$df_d(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) = \frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : d\underline{\underline{\sigma}} + \frac{\partial f_d}{\partial \gamma^p} d\gamma^p = 0 \quad (9)$$

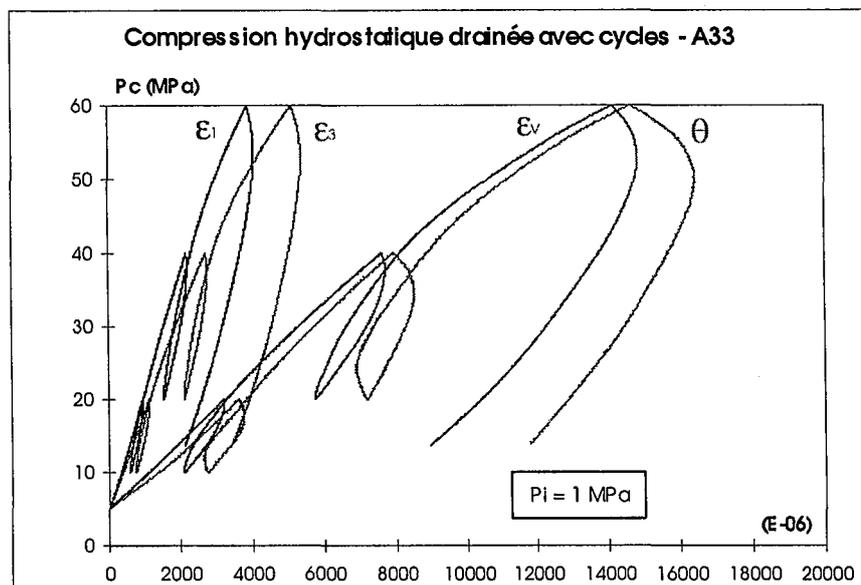
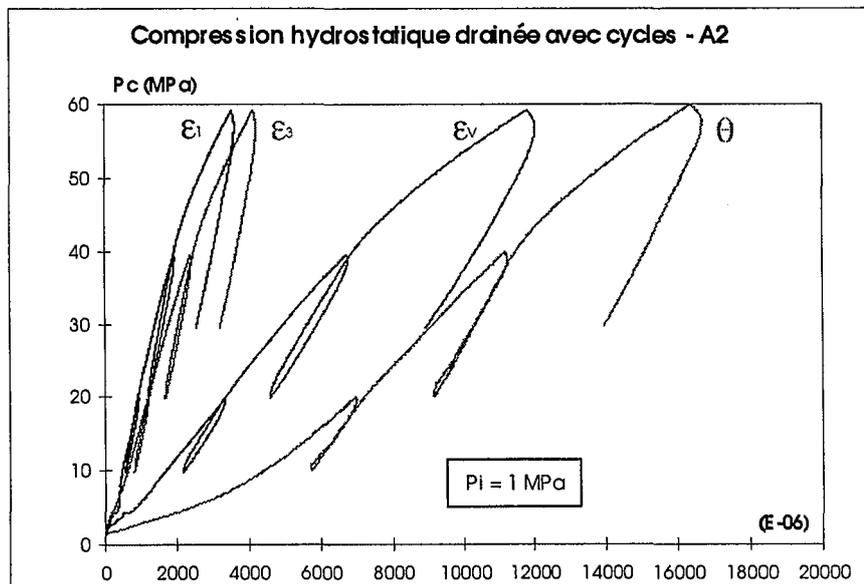
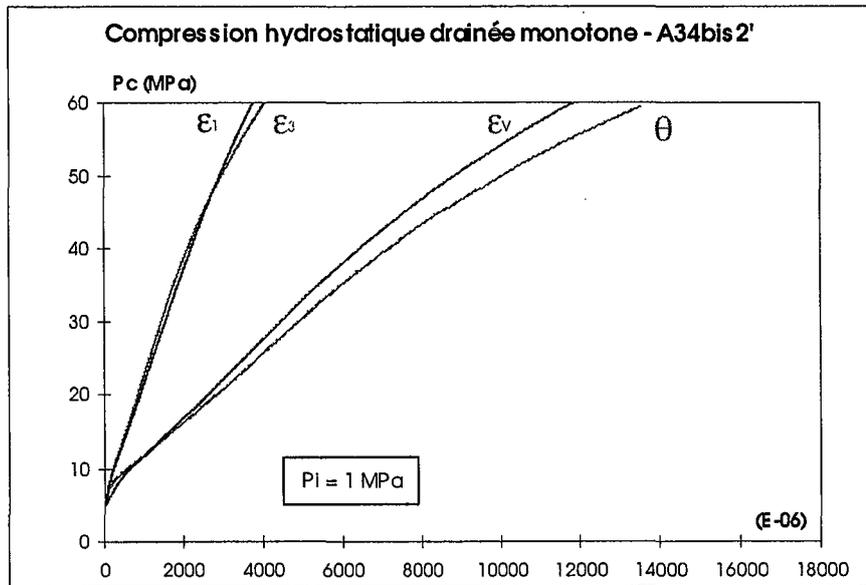
Et l'expression du multiplicateur de la plasticité instantanée par rapport à cette règle de consistance devient alors :

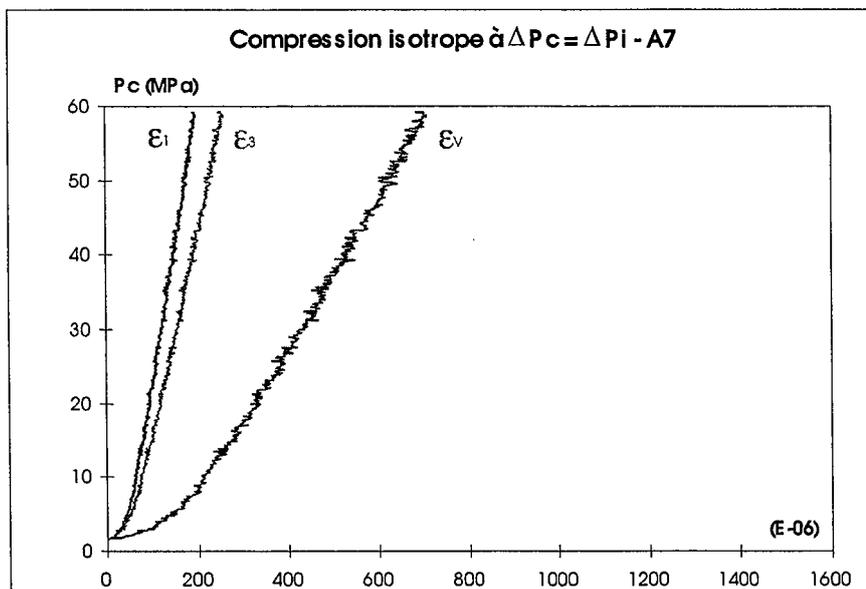
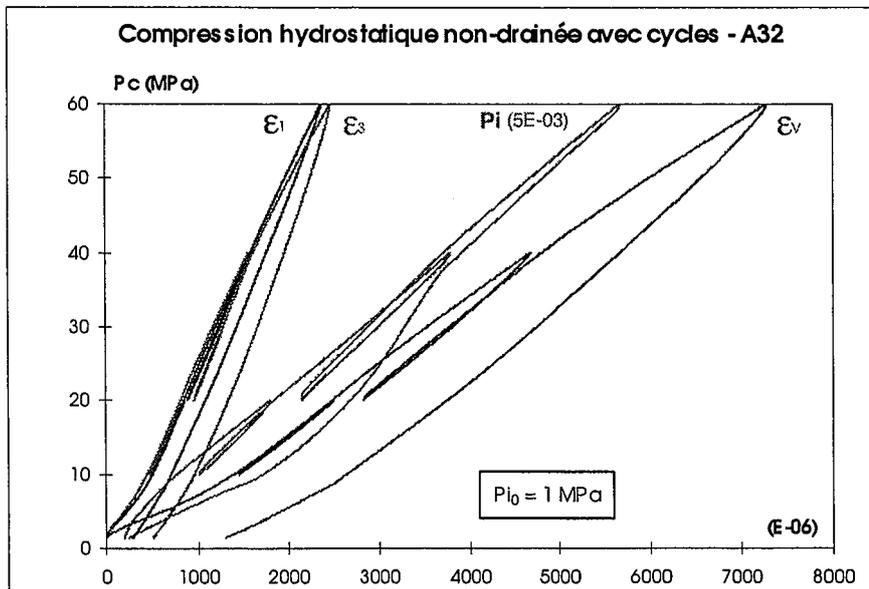
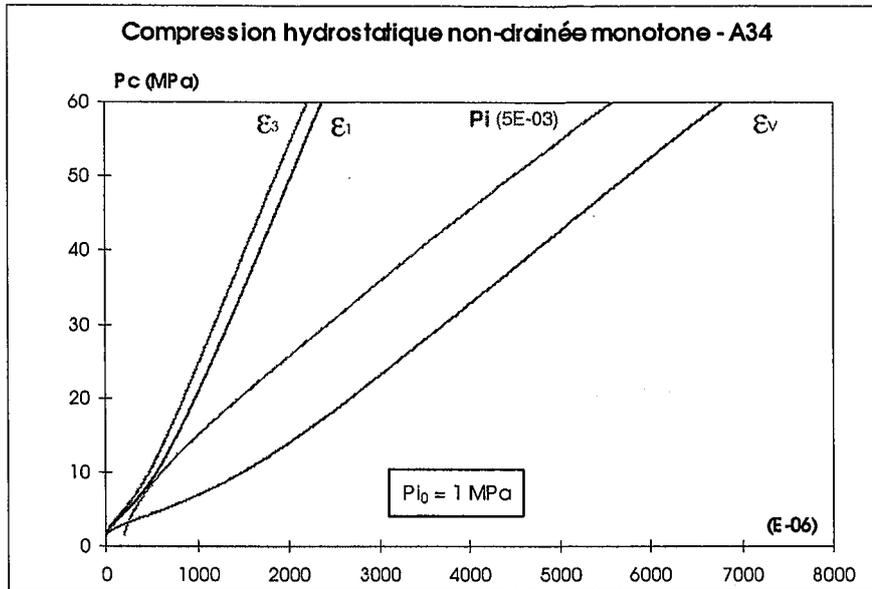
$$\lambda = \frac{\frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{C}}} : d\underline{\underline{\varepsilon}}}{\frac{\partial f_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{C}}} : \frac{\partial g_d}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} - \frac{\partial f_d}{\partial \gamma^p} \frac{\partial g_d}{\partial q}} \quad (10)$$

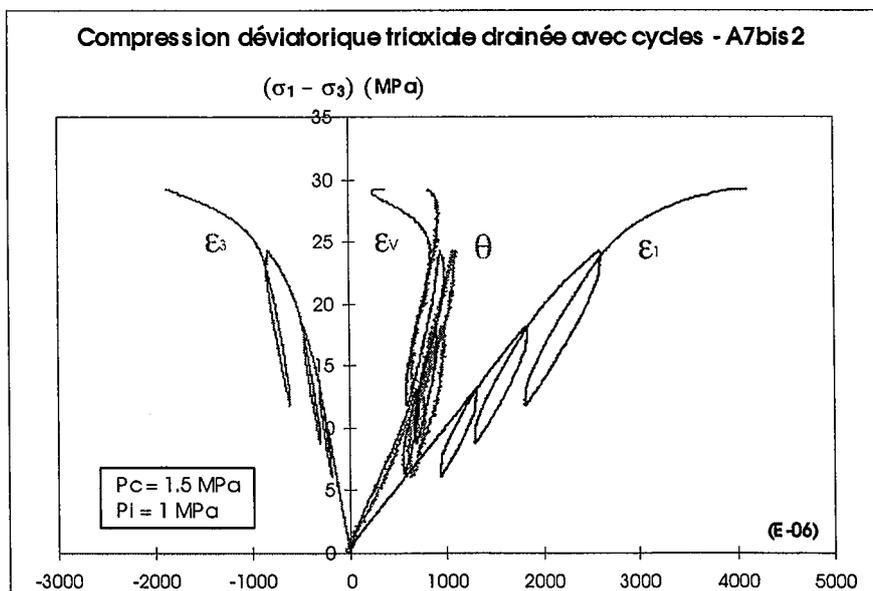
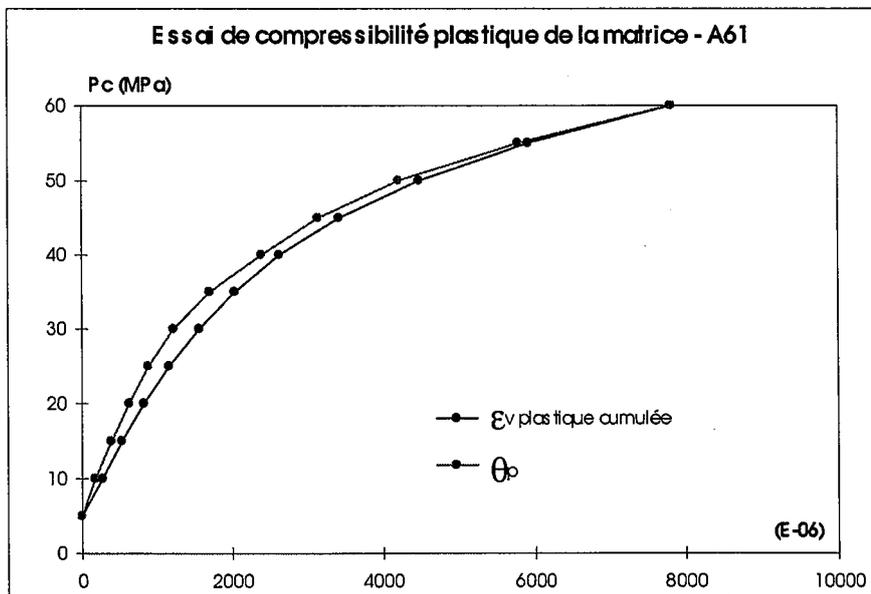
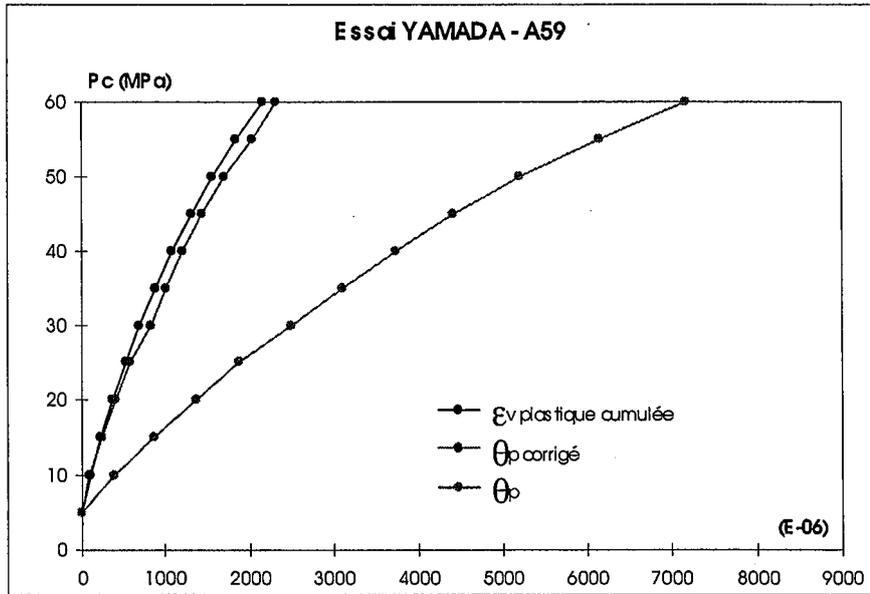
# Liste de tous les essais mécaniques

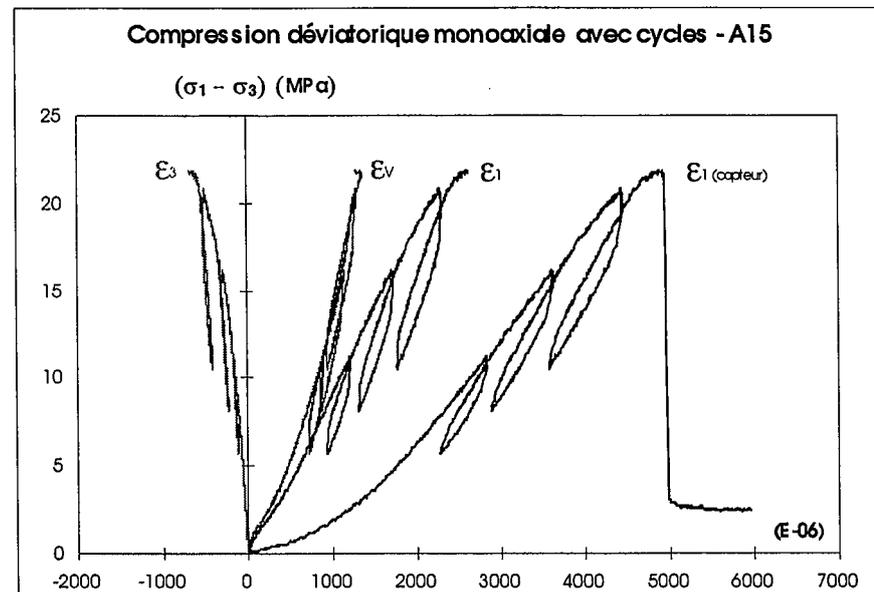
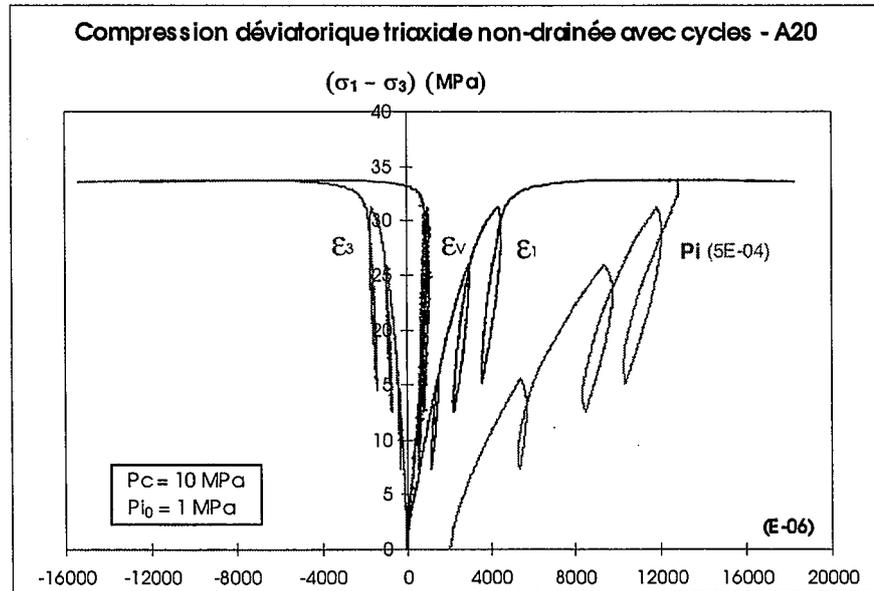
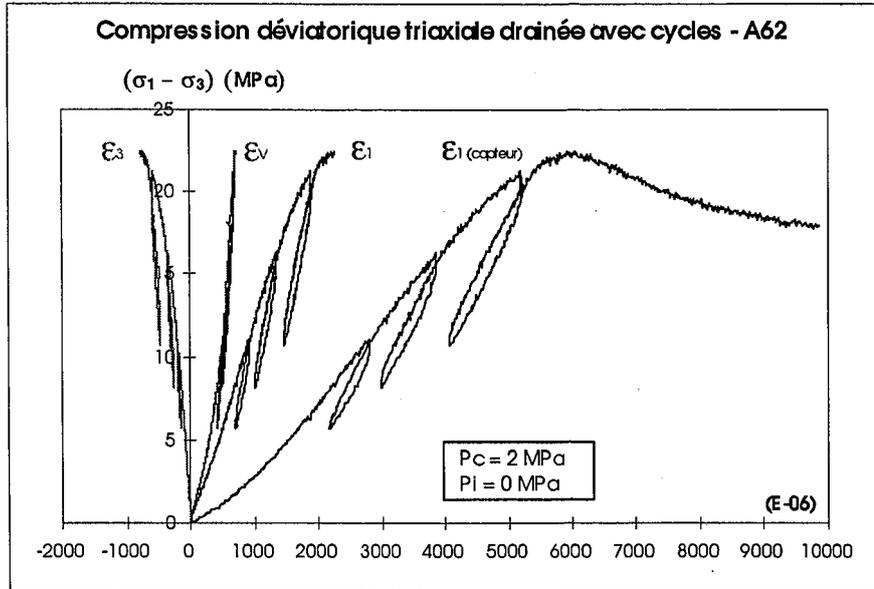
TYPE D'ESSAI	REFERENCE EPROUVETTE	
	MINERAL DE FER (sain et vieilli)	MARNE
<b>ESSAIS HYDROSTATIQUES</b>		
<b>Compressibilité squelette+fluide</b>		
Compression isotrope drainée monotone	A34bis2' B4	MI41
Compression isotrope drainée cyclique	A2 A33 B6	MI52
Compression isotrope non drainée monotone	A34	
Compression isotrope non drainée cyclique	A32 B30 A111(1930)	MI40 MI13
<b>Compressibilité de la matrice</b>		
$\Delta P_c = \Delta P_i$	A7 B11	MI46bis MI13(bis,bis2)
Essai Yamada	A59	
Essai de compressibilité de la matrice	A61	
<b>ESSAIS DEVIATORIQUES</b>		
<b>Compression triaxiale avec déplacement contrôlé</b>		
Drainé cyclique ( $P_c = 0$ MPa)	A15 A49 B23 B29 A103(1930) A109(1900-10) B106(1900-00)	MI51
Drainé cyclique ( $P_c = 2$ MPa)	A62	
Non drainé cyclique ( $P_c = 1$ MPa)	A27 B21	MI54
Non drainé cyclique ( $P_c = 2$ MPa)	A29 B20 A105(1930) B108(1900-10)	MI56
Non drainé cyclique ( $P_c = 4$ MPa)	A31 B31bis A104(1930) B107(1900-1910)	MI57
Non drainé cyclique ( $P_c = 6$ MPa)	A111(1930) B112(1900-10)	
Non drainé cyclique ( $P_c = 10$ MPa)		MI59

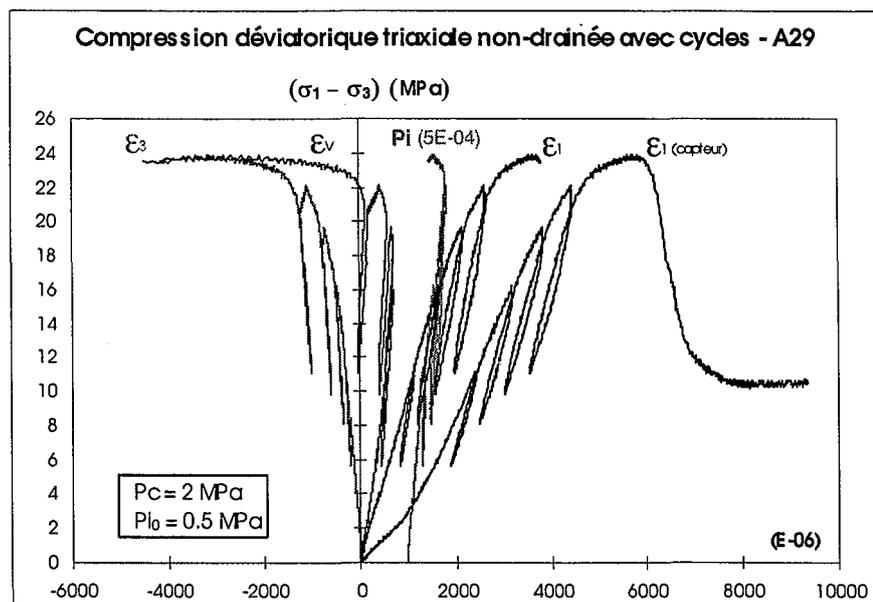
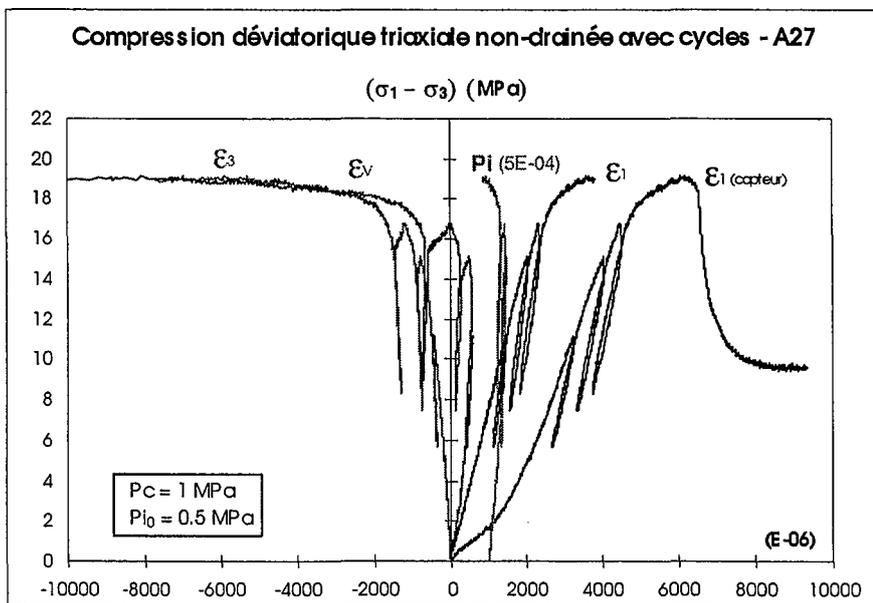
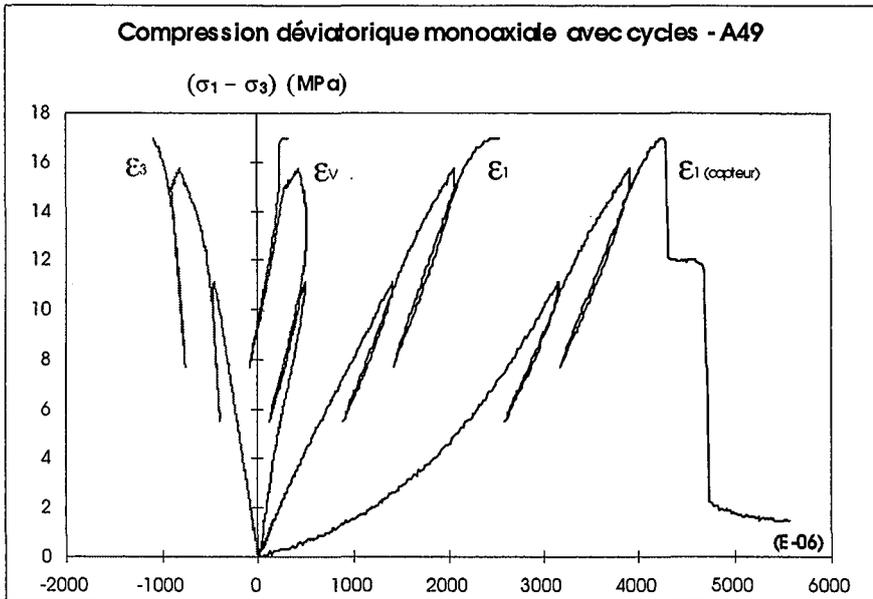
<p align="center"><b>Compression triaxiale avec force contrôlée</b></p> <p>Drainé cyclique (<math>P_c = 0</math> MPa)</p> <p>Drainé cyclique (<math>P_c = 1.5</math> MPa)</p> <p>Drainé monotone (<math>P_c = 1.5</math> MPa)</p> <p>Non drainé cyclique (<math>P_c = 10</math> MPa)</p>	<p>A7bis2 B1bis2</p> <p>B12</p> <p>A20 B18</p>	<p>MI47bis</p>
<p align="center"><b>Traction</b></p> <p>Traction directe sur éprouvette sèche</p> <p>Traction indirecte sur éprouvette sèche</p>	<p>A35 b28bis2</p>	<p>MI41 MI13</p> <p>MI46</p>
<p align="center"><b>Extensions latérales</b></p> <p>Non-drainé (<math>P_{C_{initiale}} = 40</math> MPa)</p> <p>Non-drainé (<math>\Delta\sigma_1 = -0.157\Delta\sigma_3</math>; <math>P_{C_{initiale}} = 40</math> MPa)</p> <p>Non drainé (<math>\Delta\sigma_1 = -2\Delta\sigma_3</math>; <math>P_{C_{initiale}} = 20</math> MPa)</p> <p>Drainé (<math>\Delta\sigma_1 = -2\Delta\sigma_3</math>; <math>P_{C_{initiale}} = 20</math> MPa)</p> <p>Drainé (<math>\Delta\sigma_1 = -1.4\Delta\sigma_3</math>; <math>P_{C_{initiale}} = 24</math> MPa)</p>	<p>A22bis B13</p> <p>A37bis</p> <p>B32bis</p>	<p>MI49</p> <p>MI60</p>

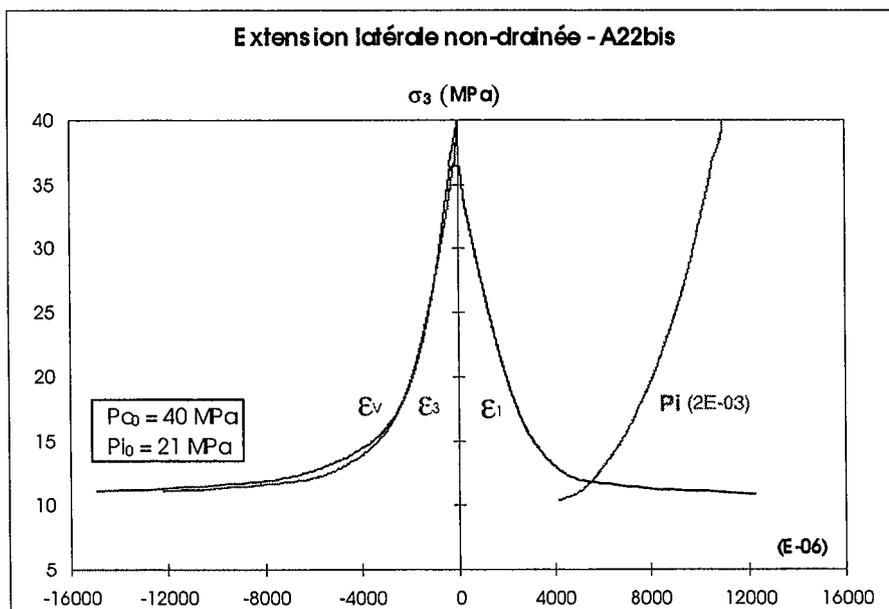
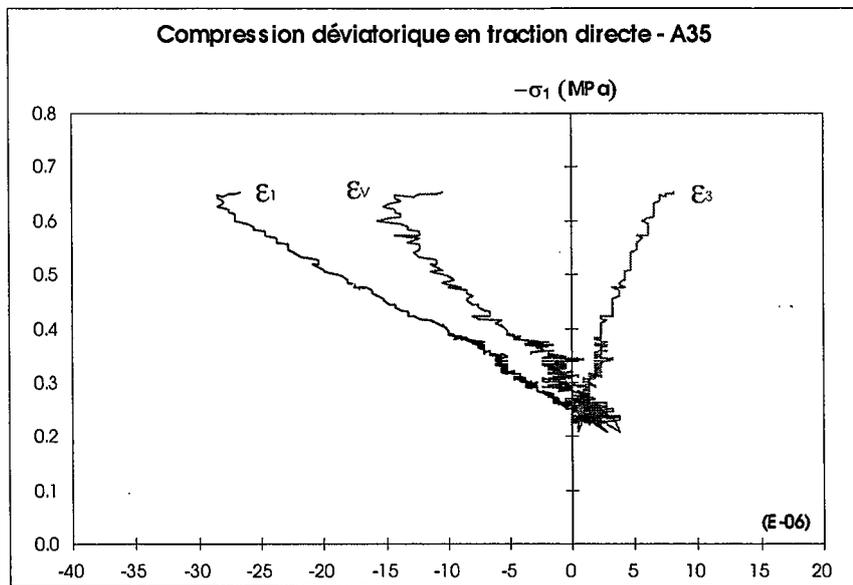
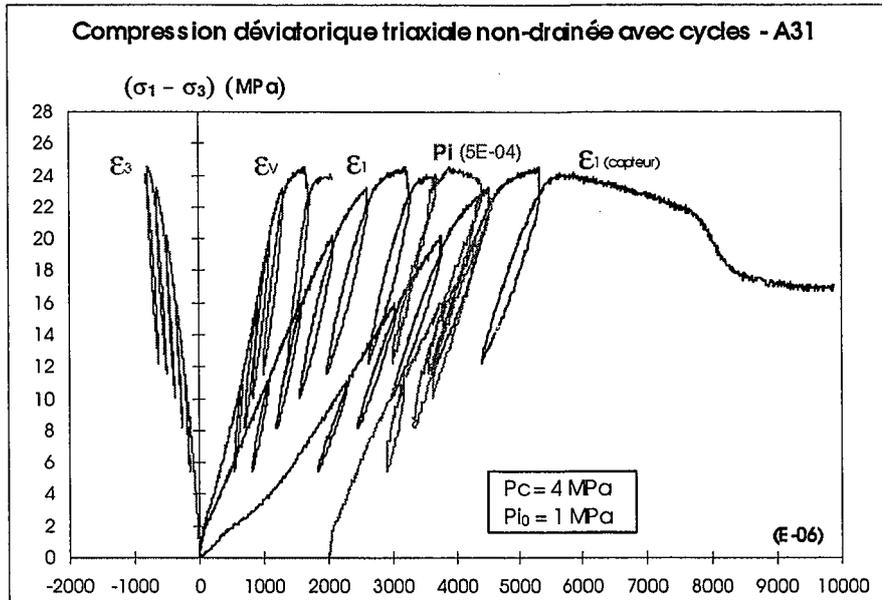


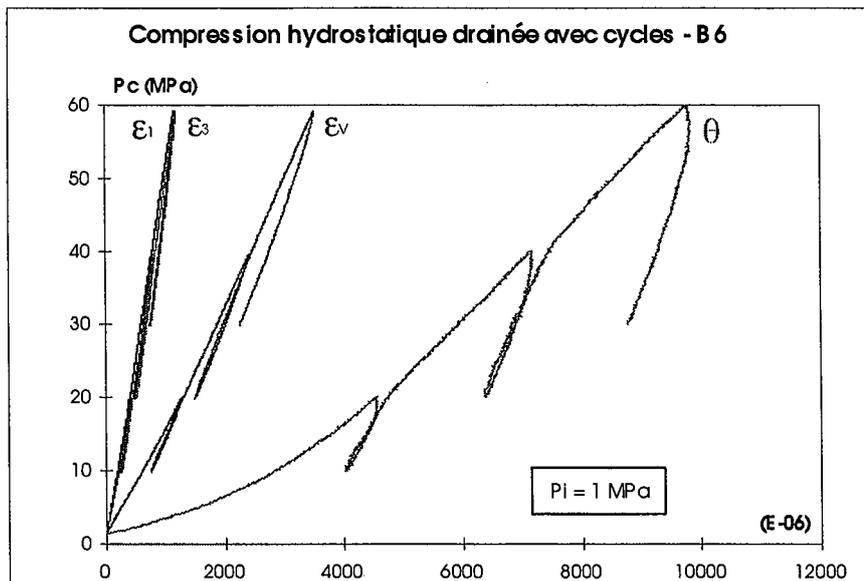
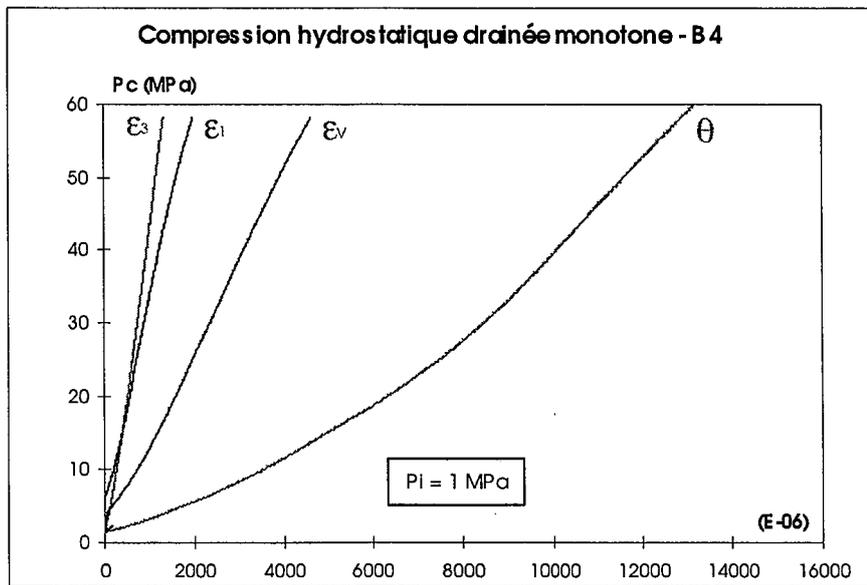
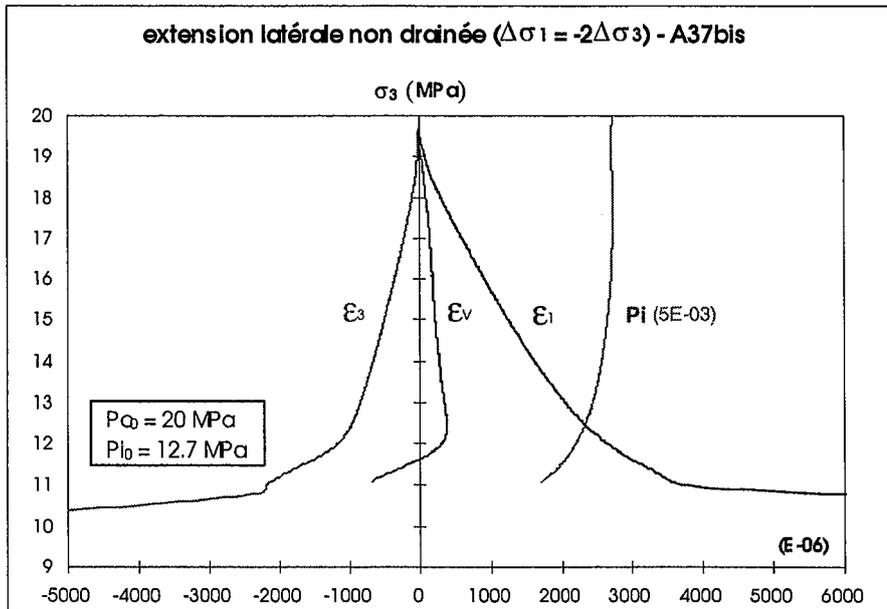


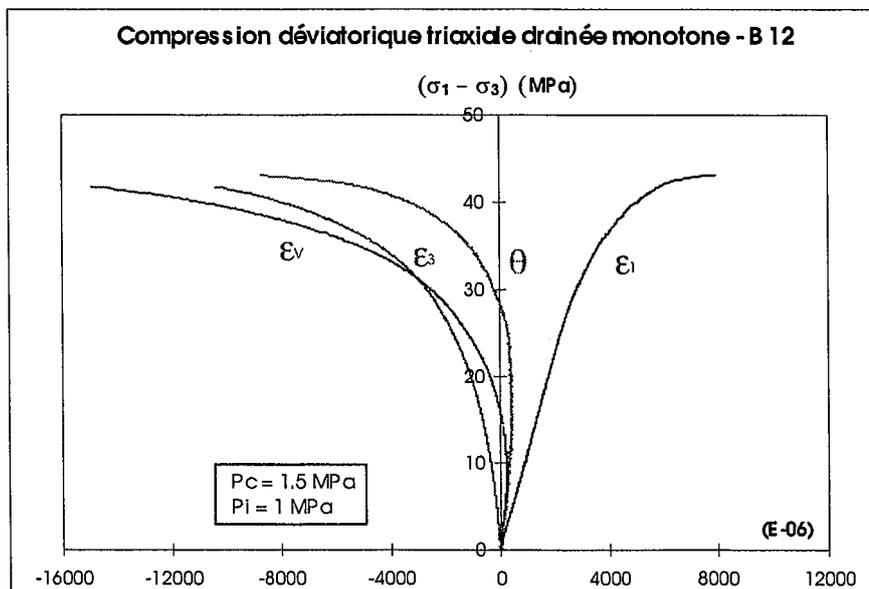
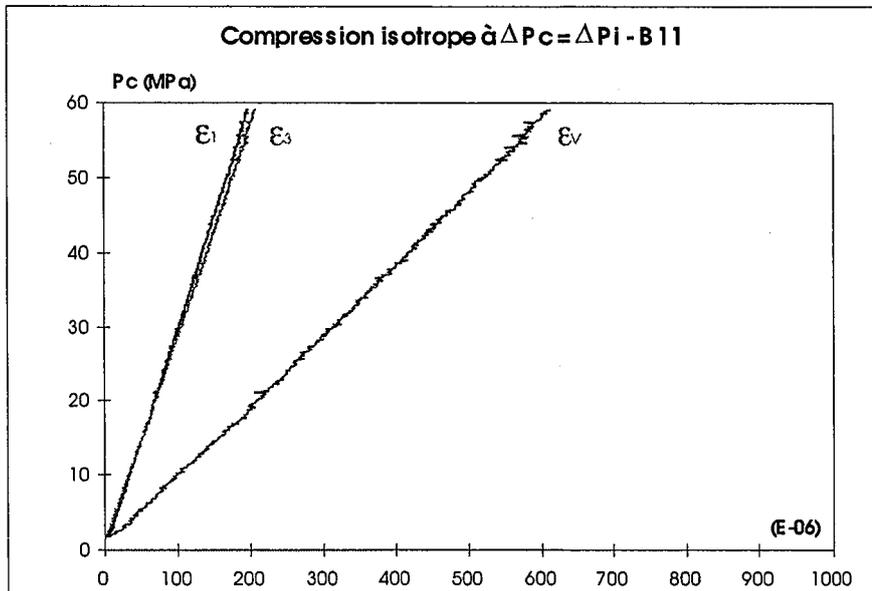
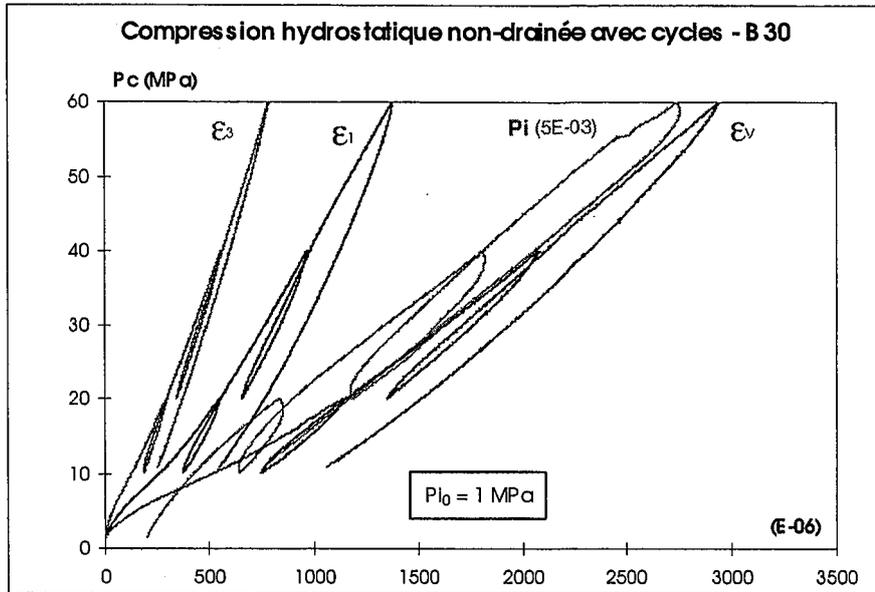


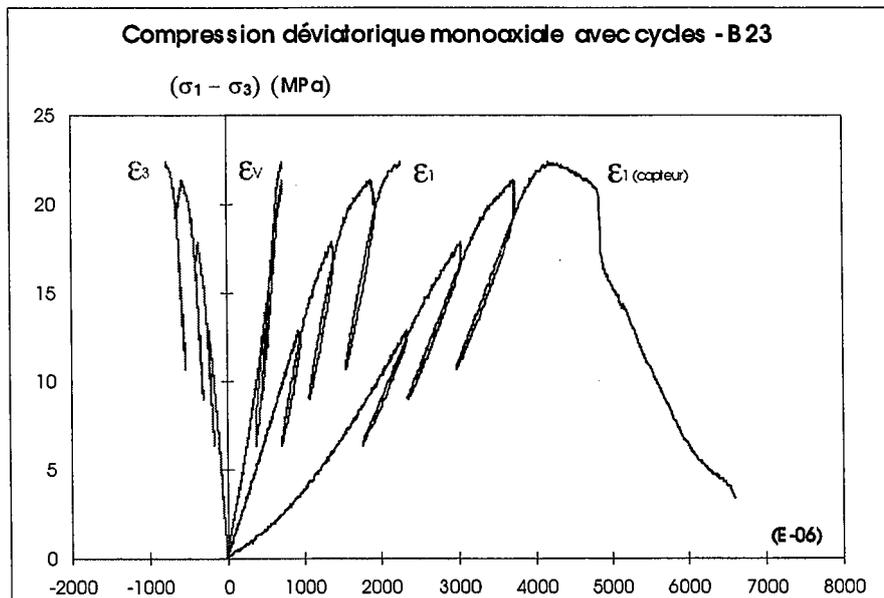
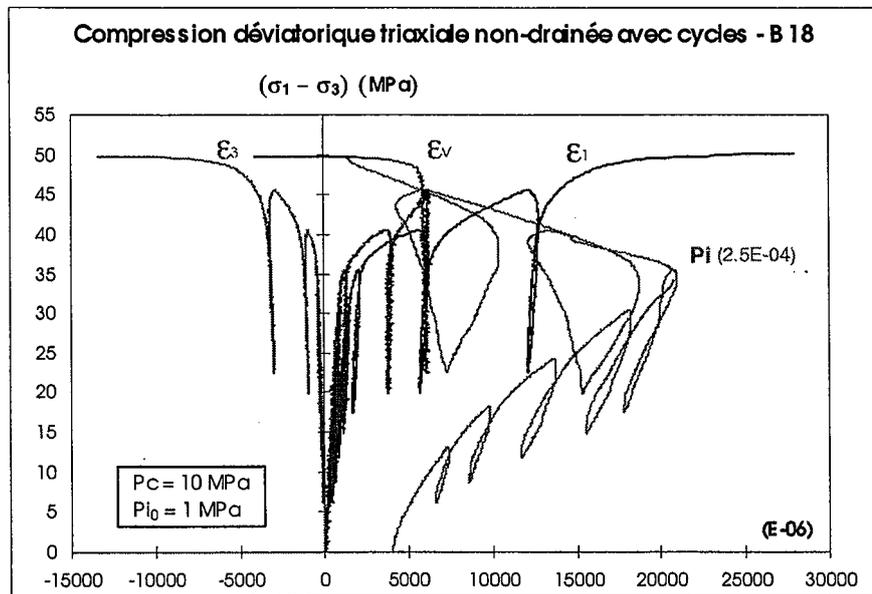
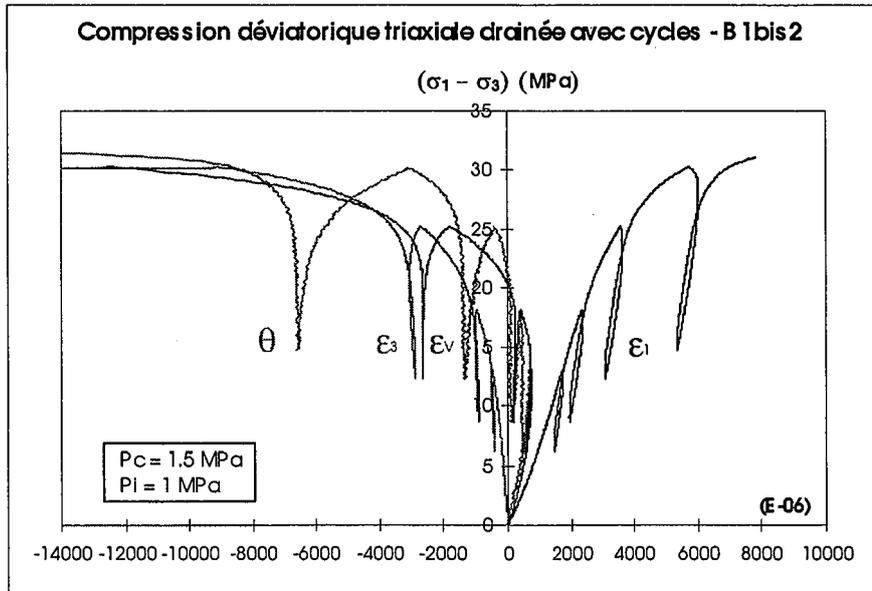


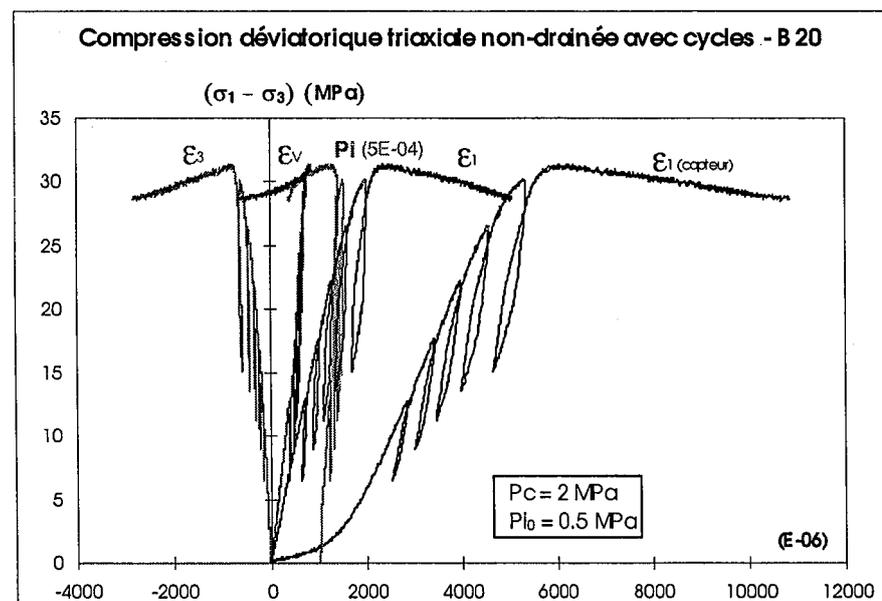
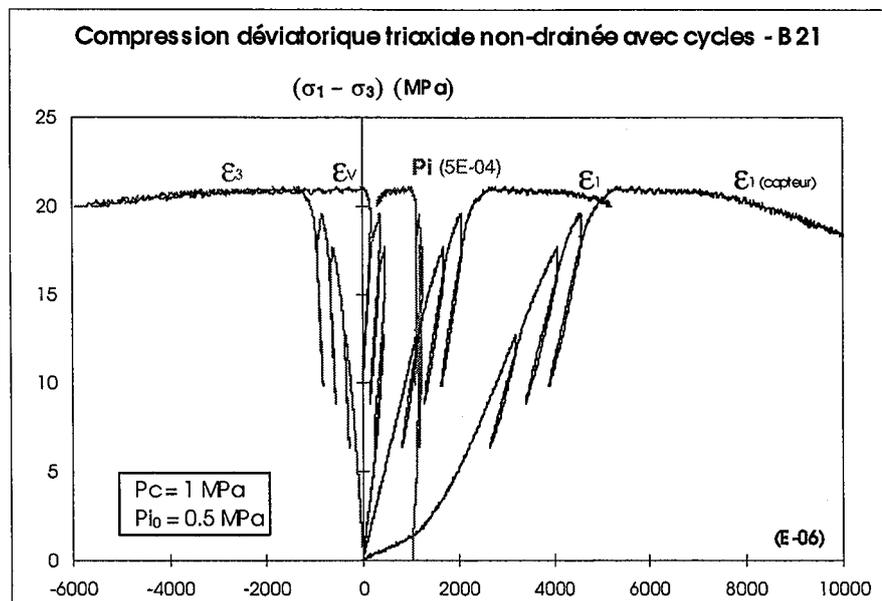
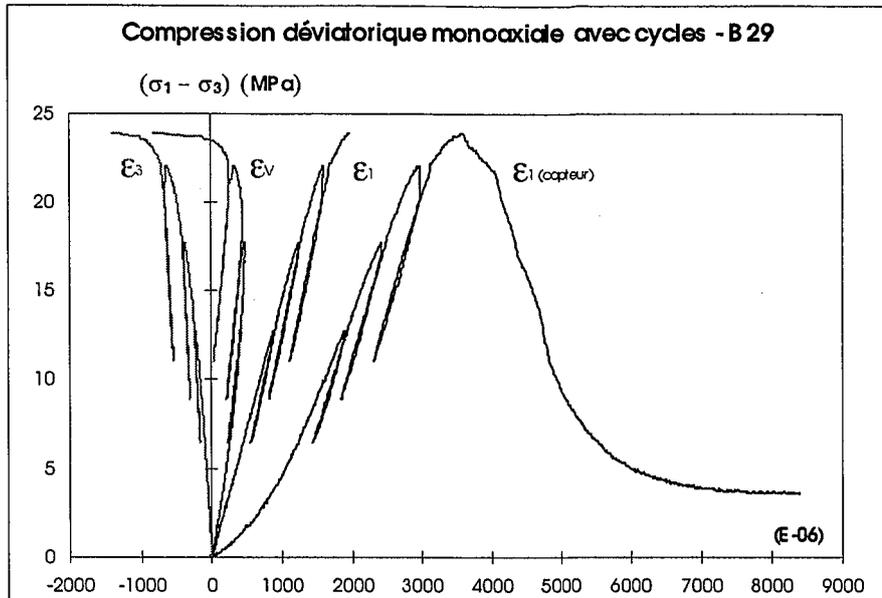


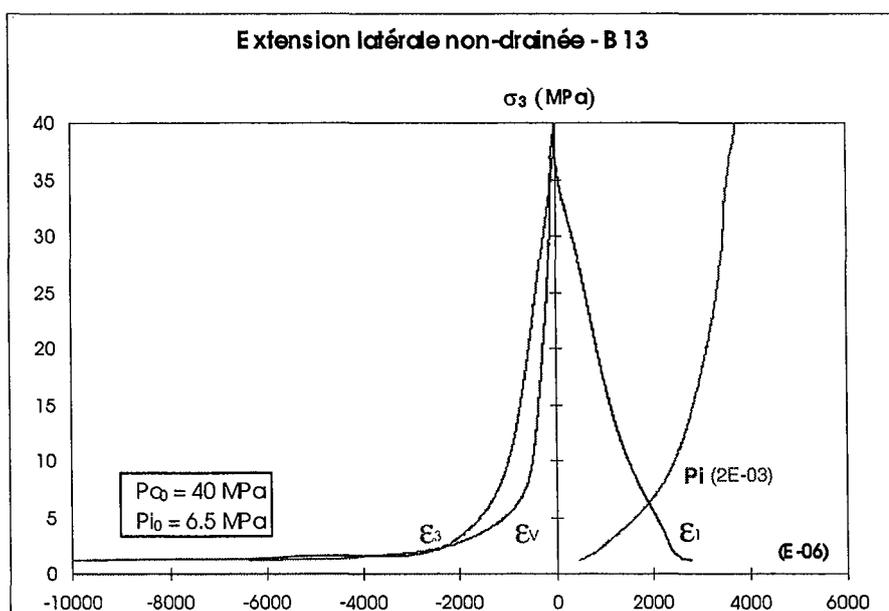
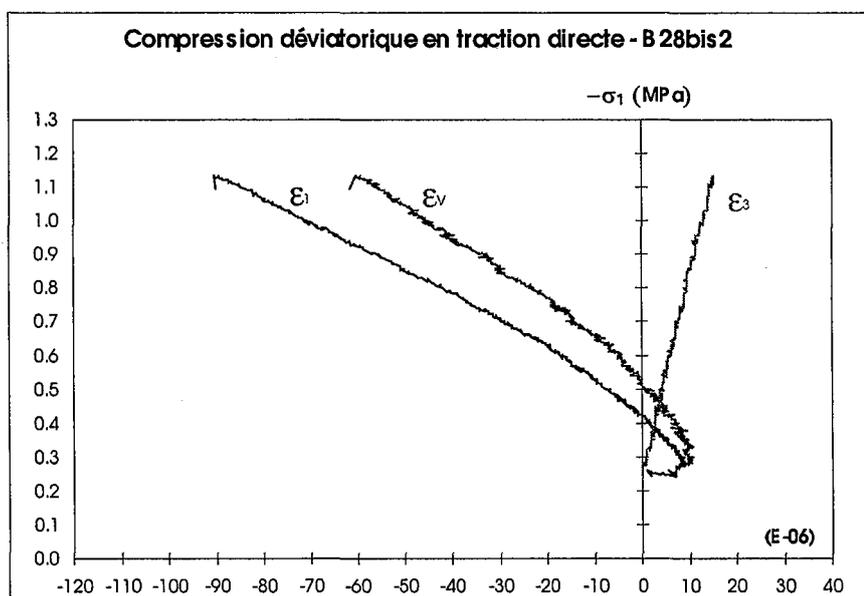
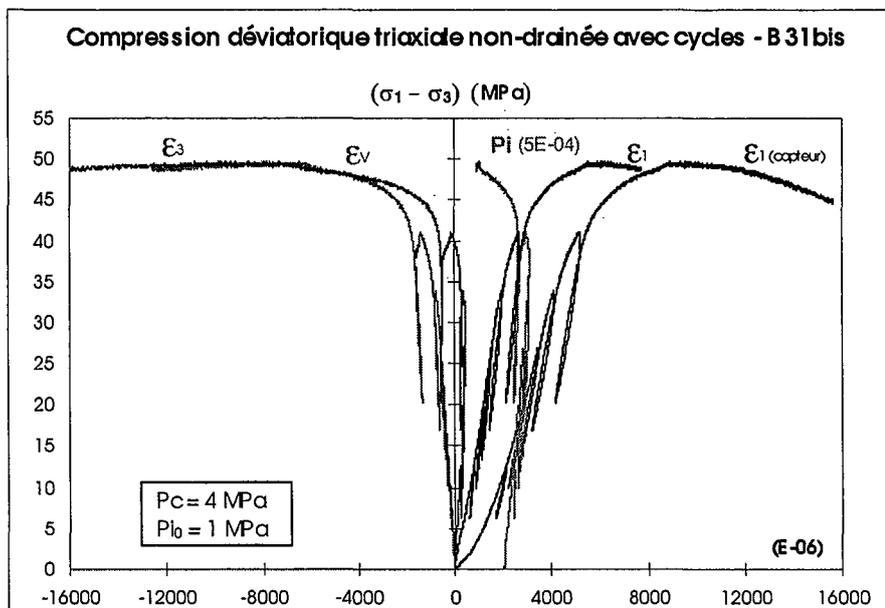


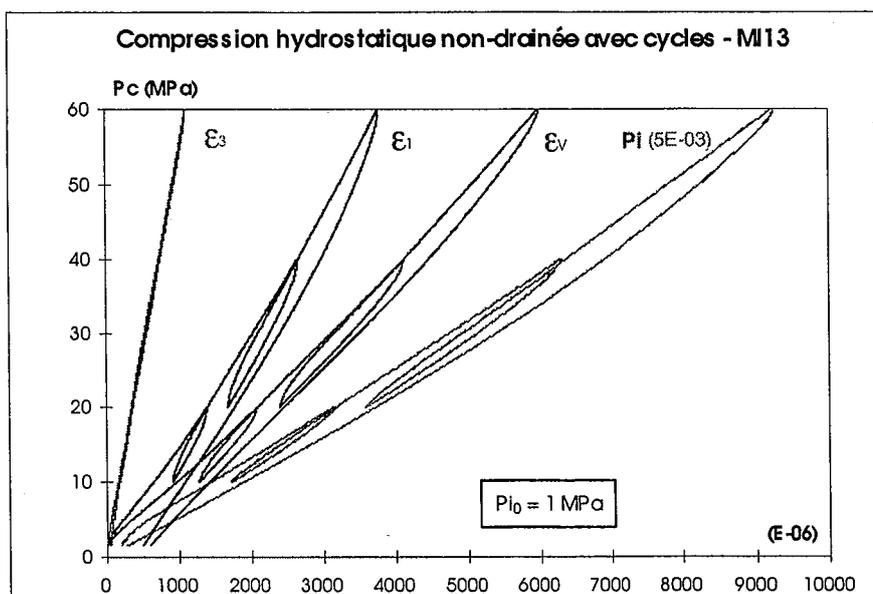
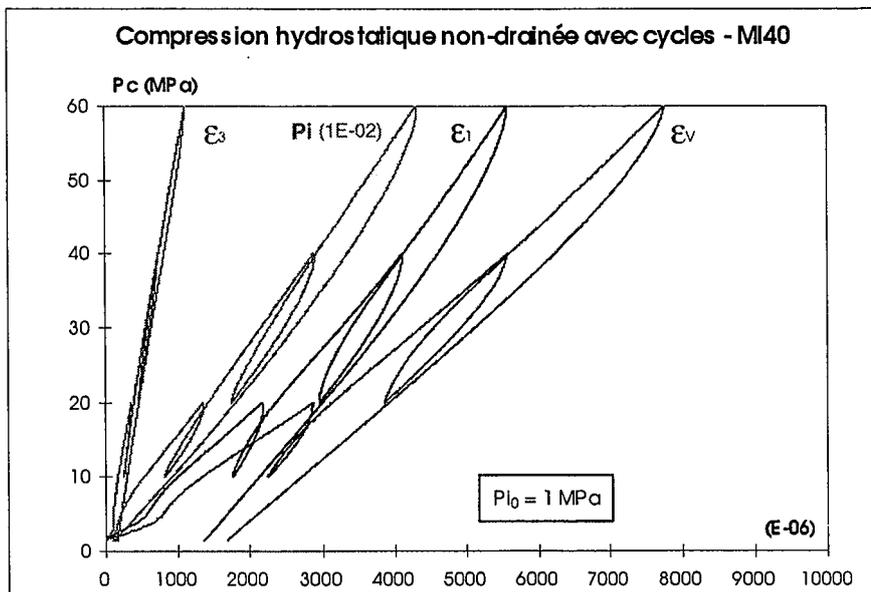
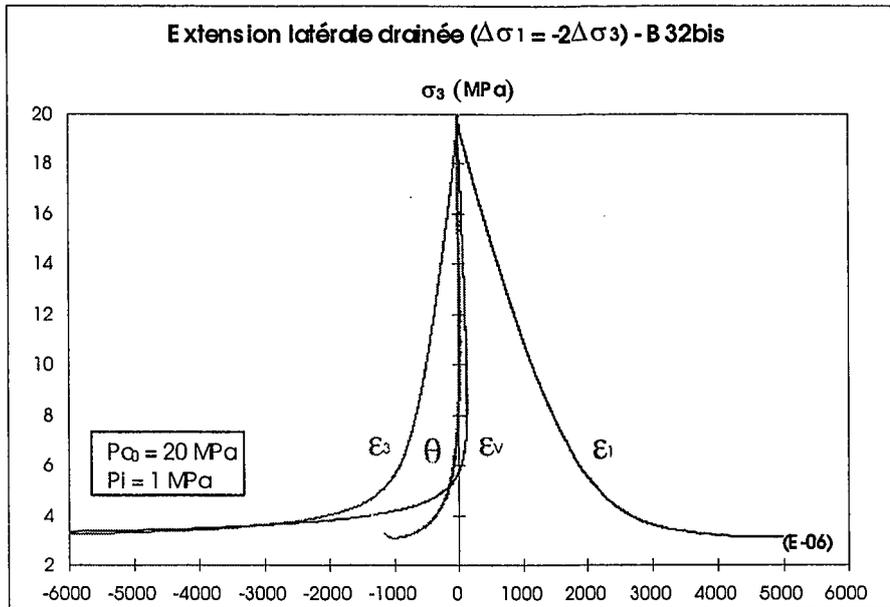


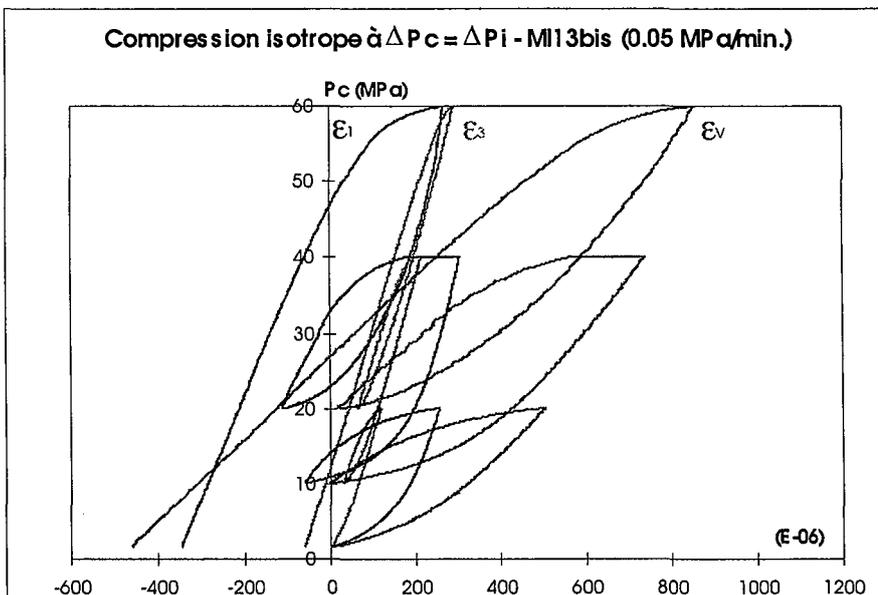
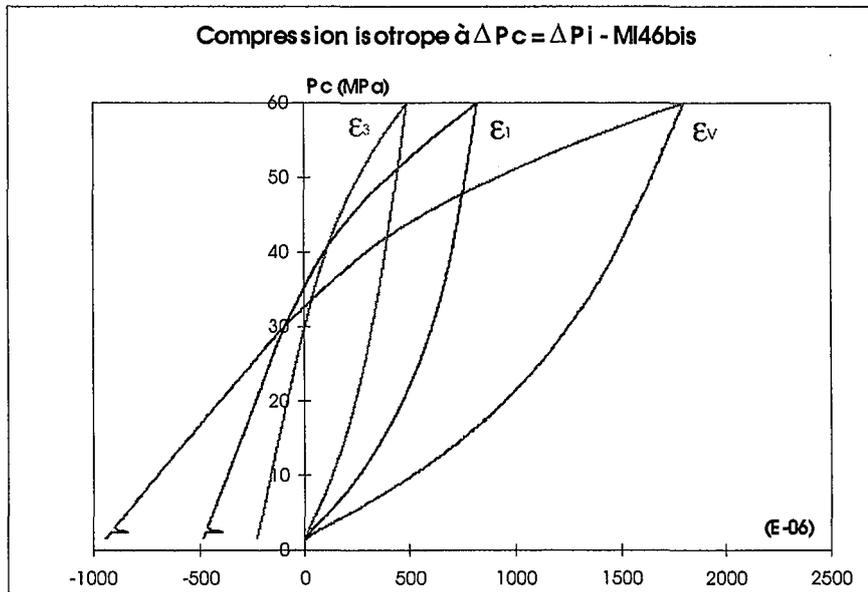
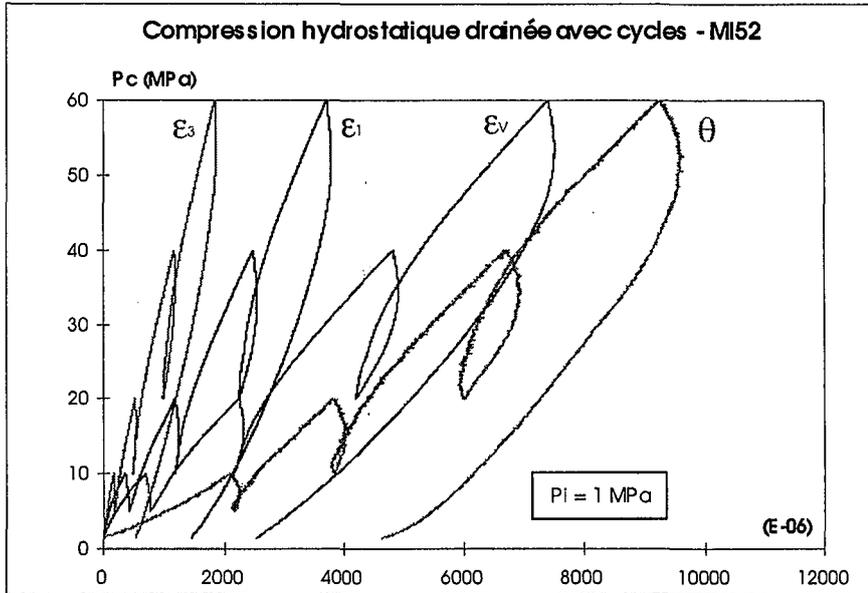


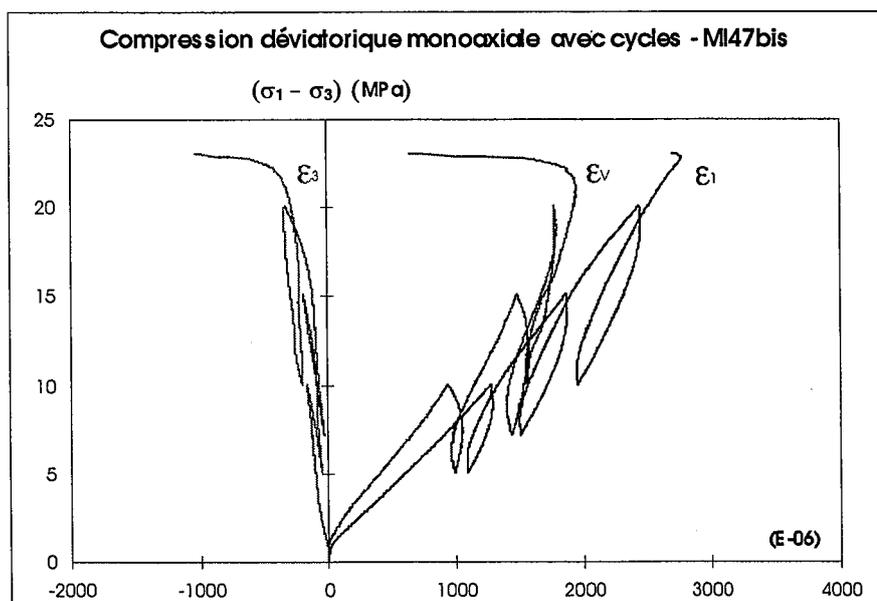
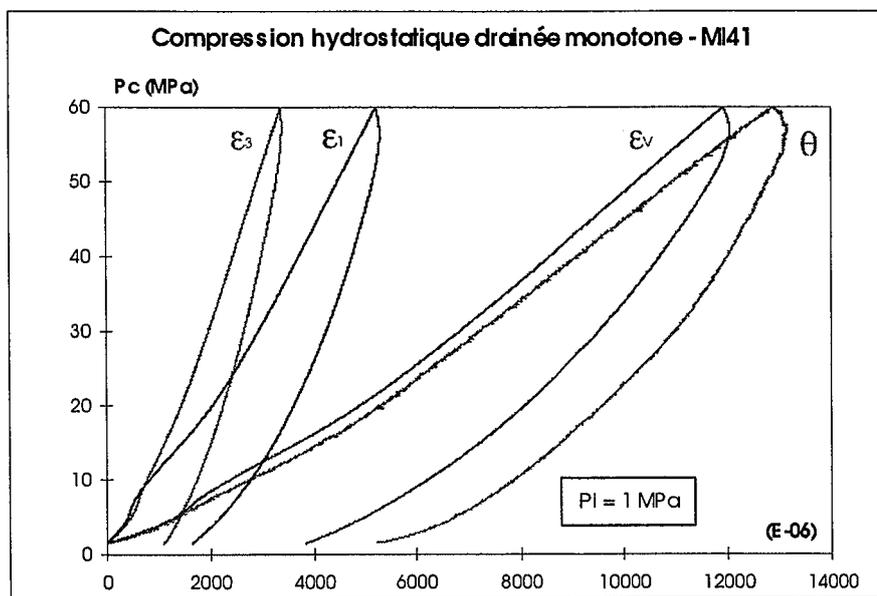
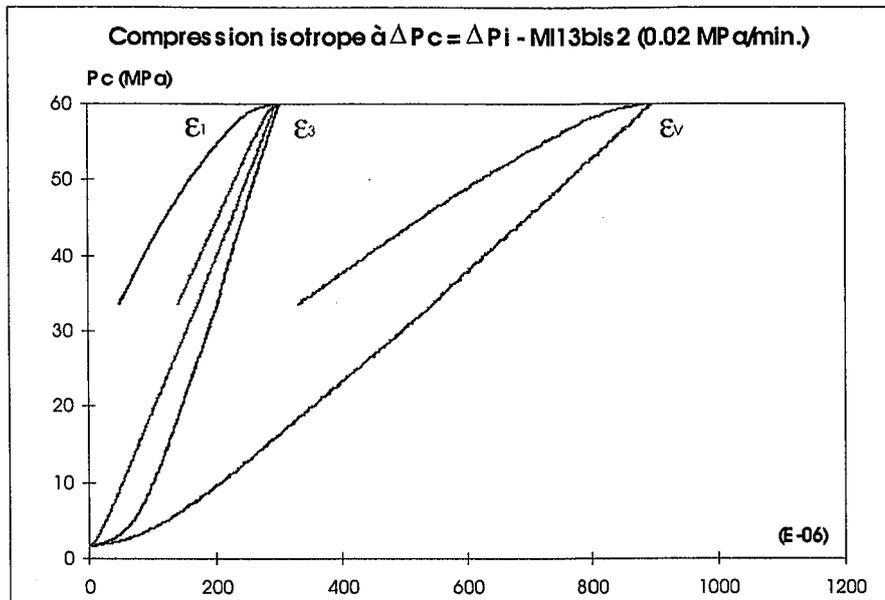


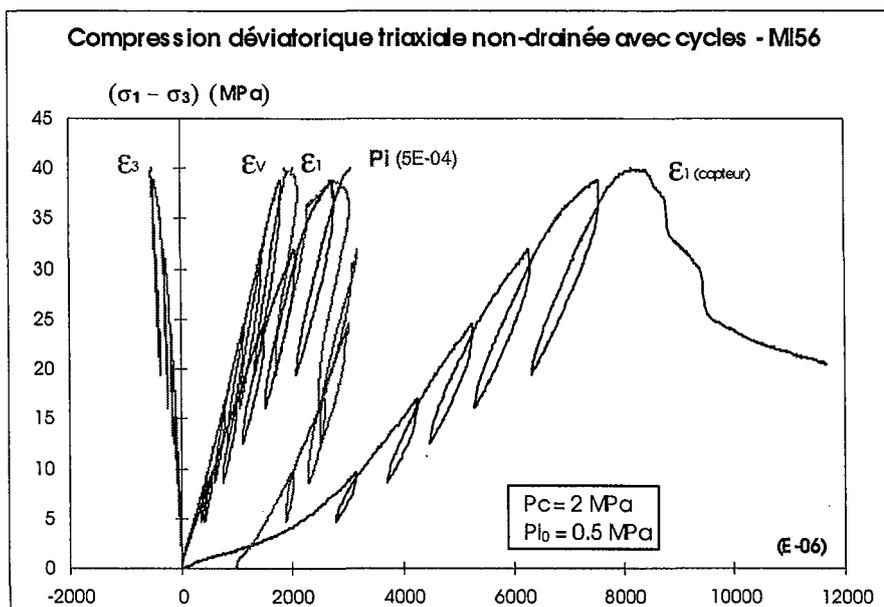
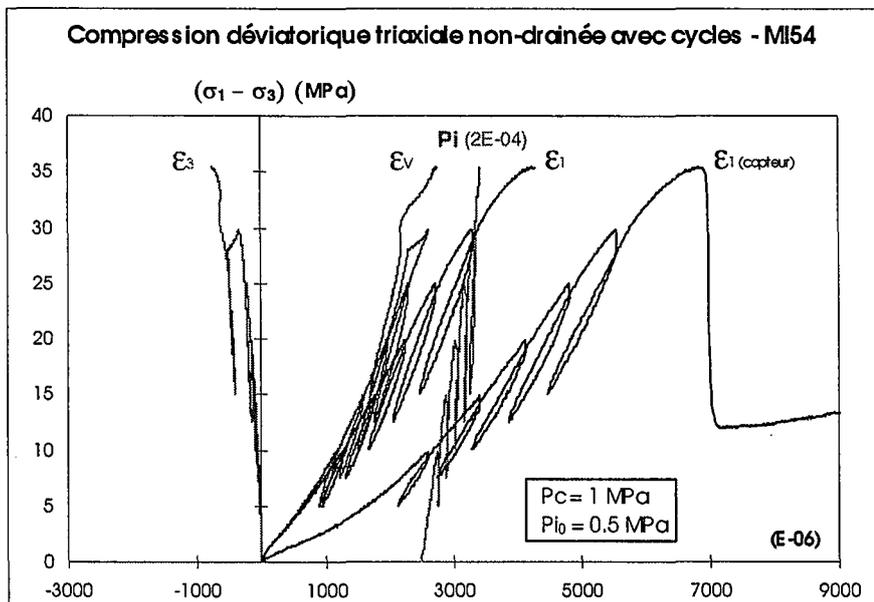
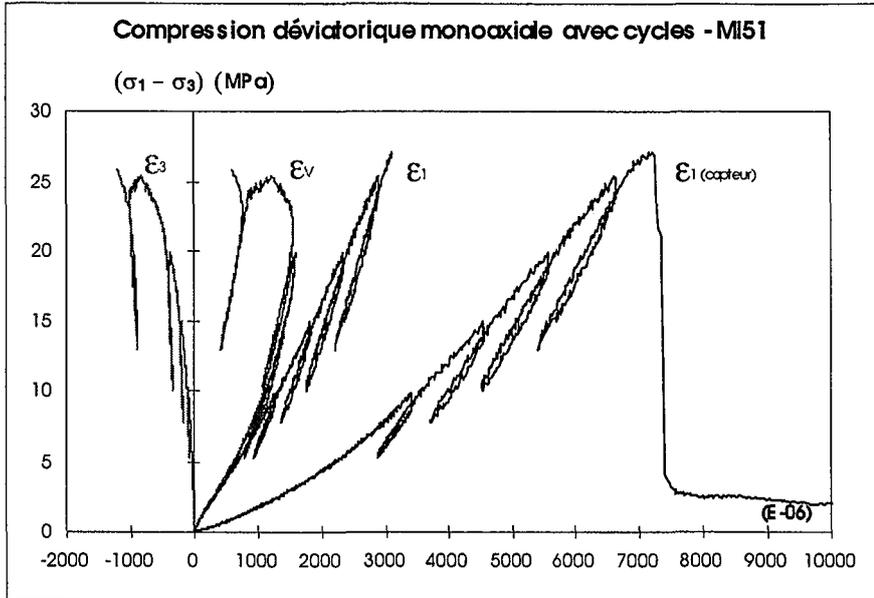


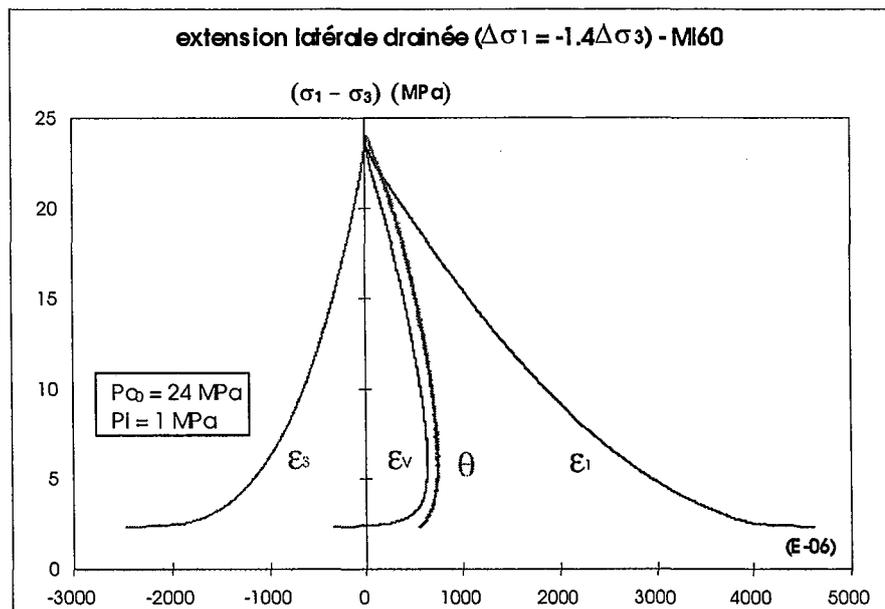
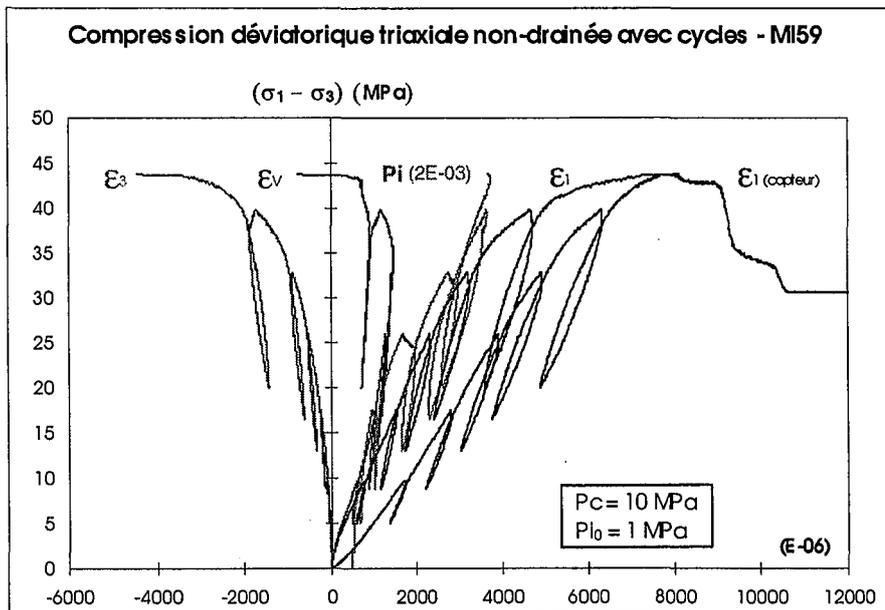
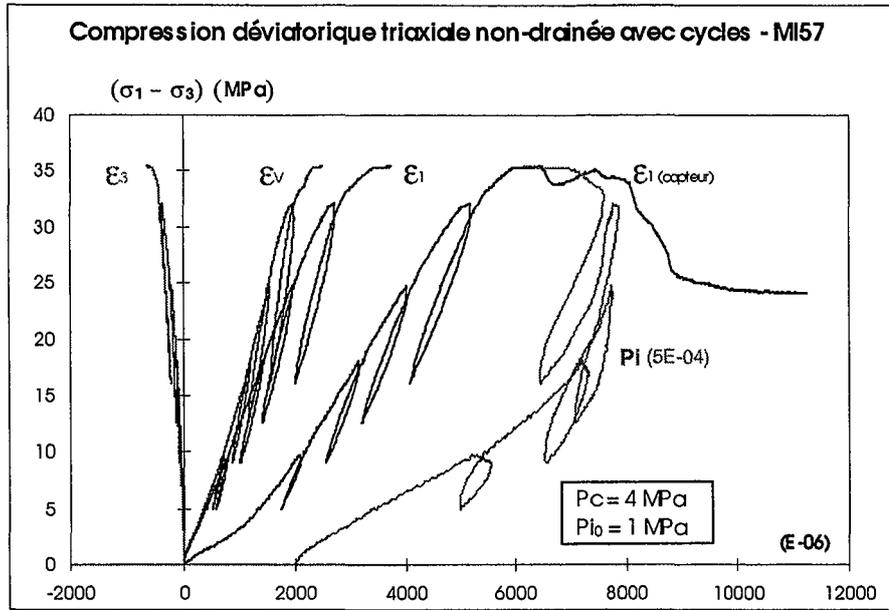


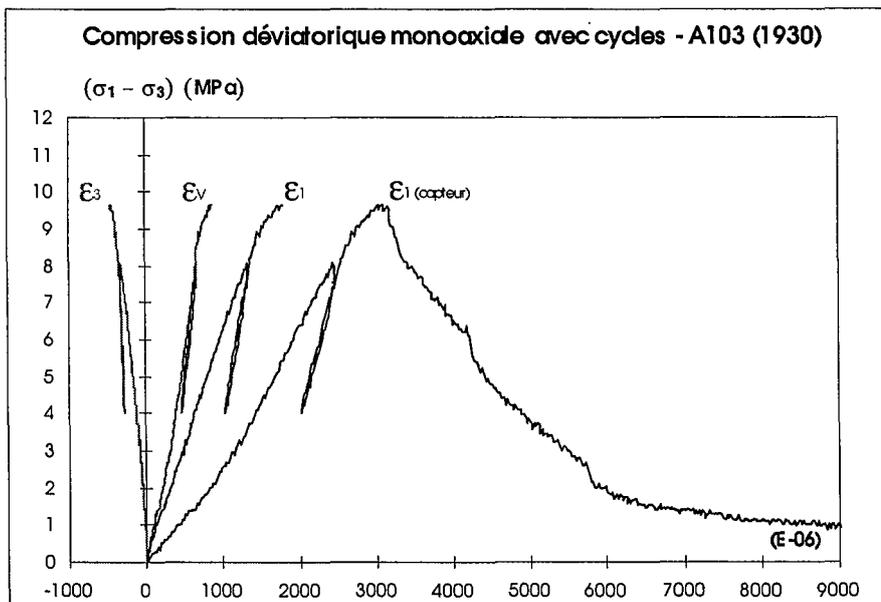
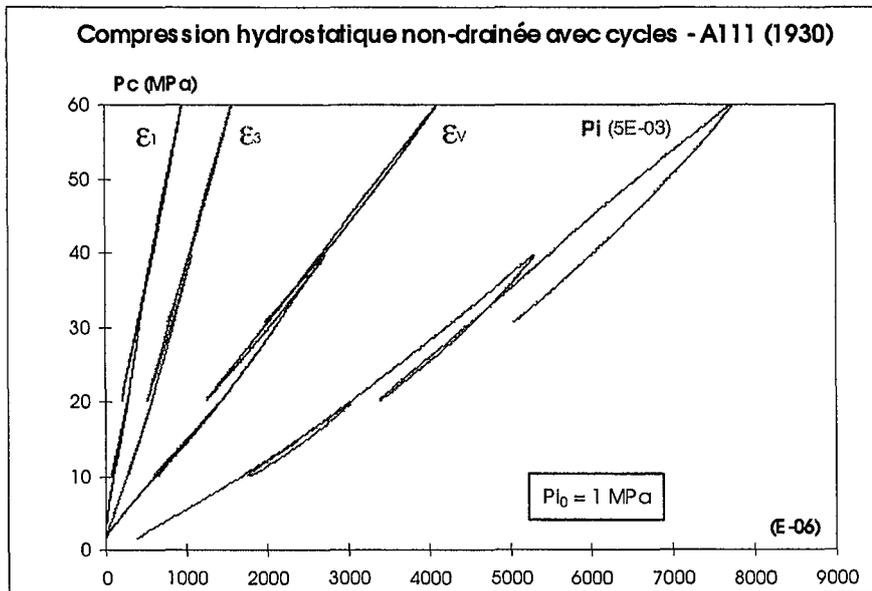
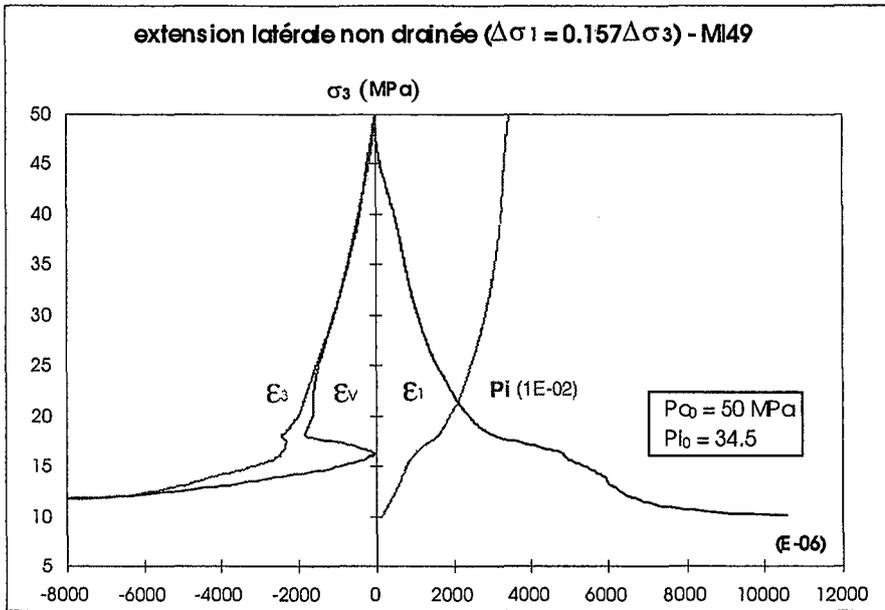




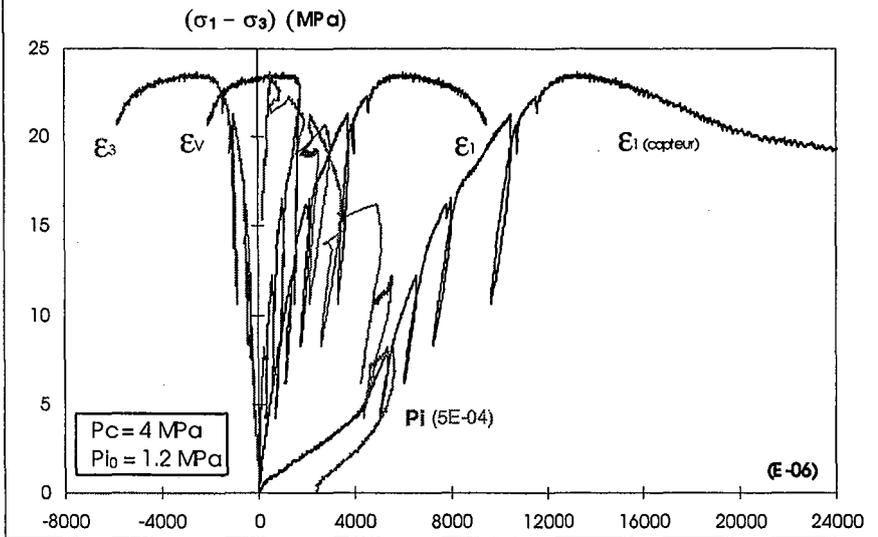




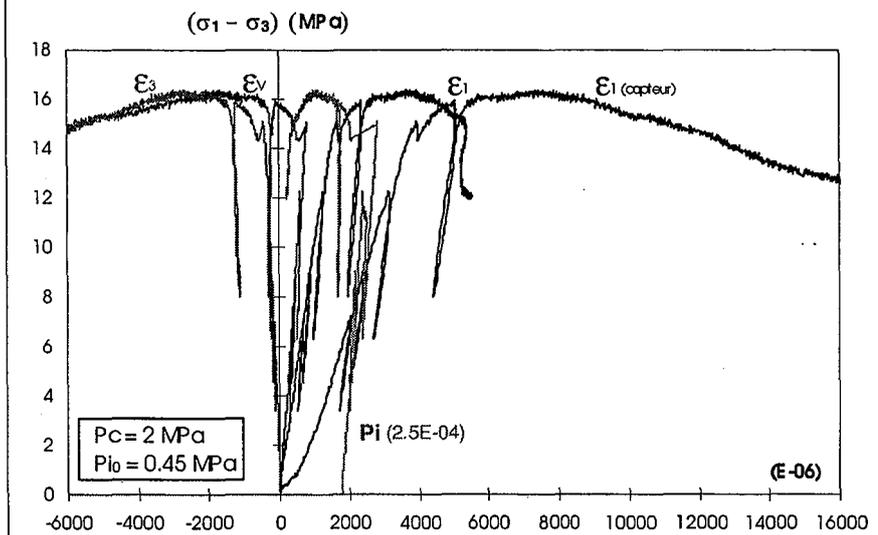




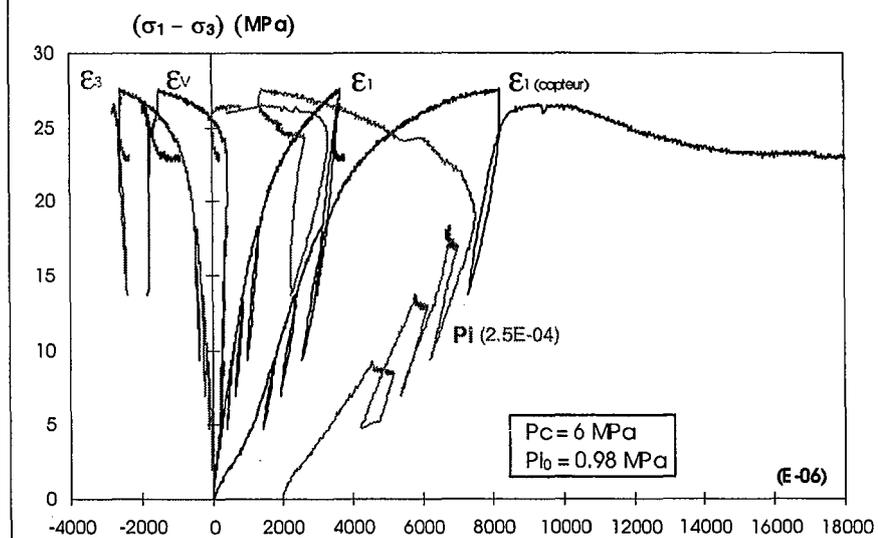
Compression déviatorique triaxiale non-drainée avec cycles - A104 (1930)

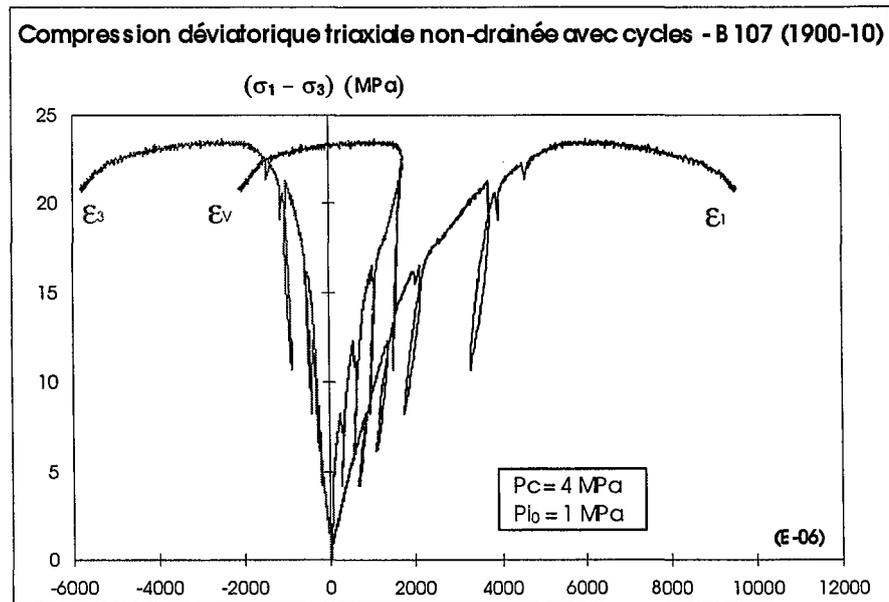
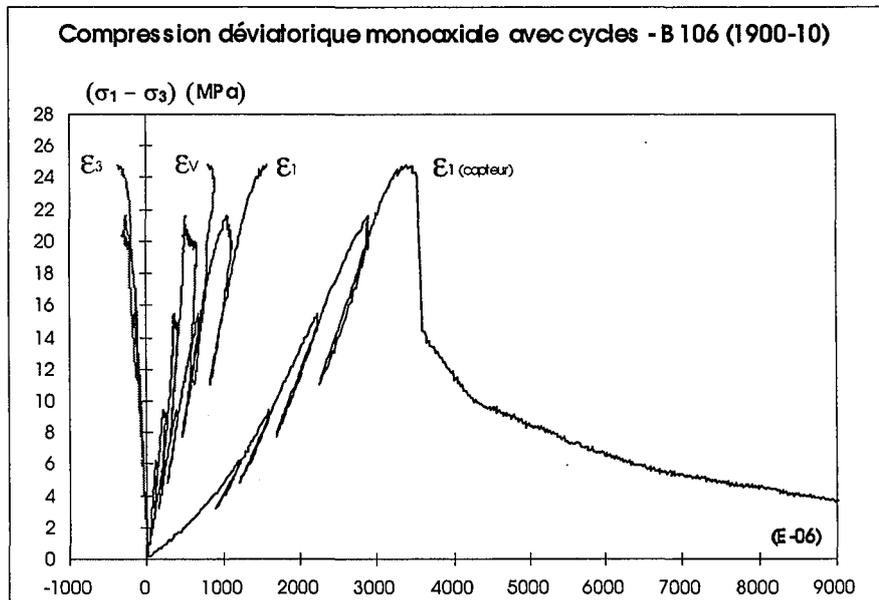
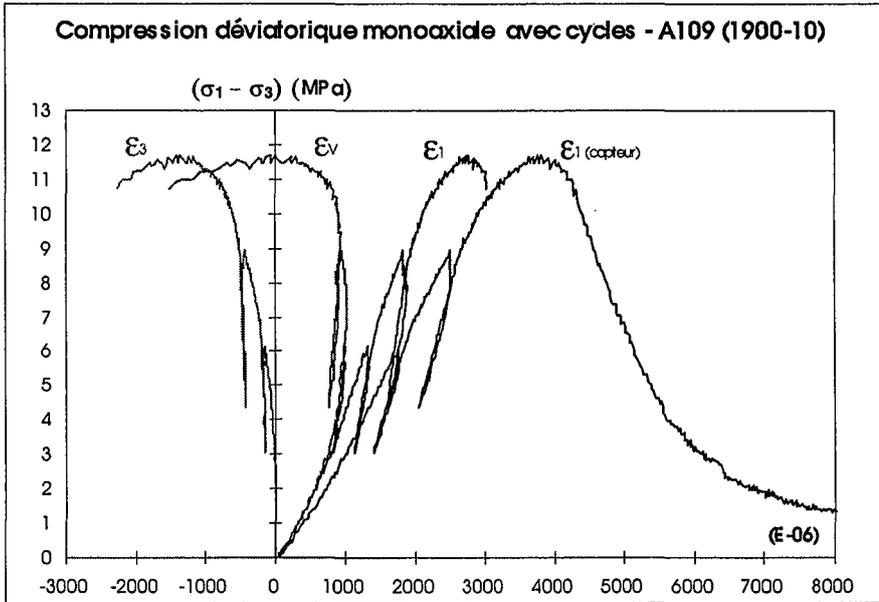


Compression déviatorique triaxiale non-drainée avec cycles - A105 (1930)

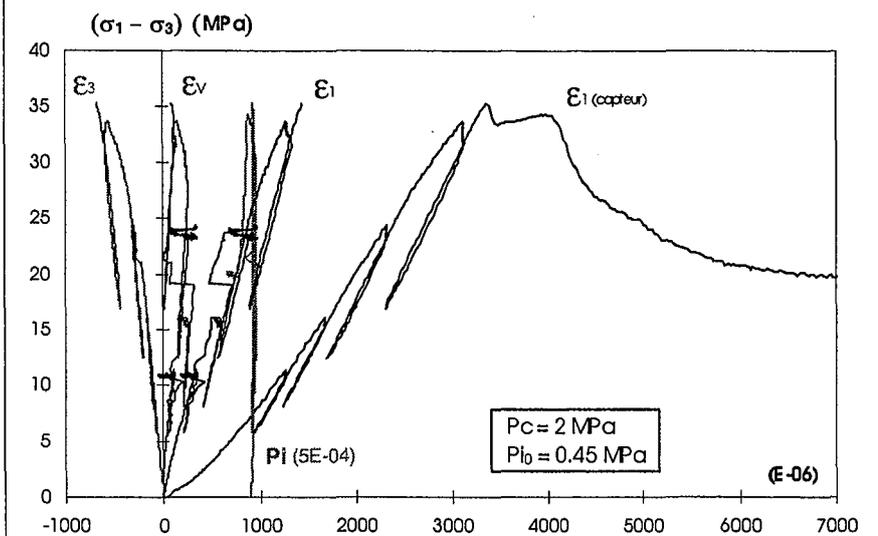


Compression déviatorique triaxiale non-drainée avec cycles - A111 (1930)

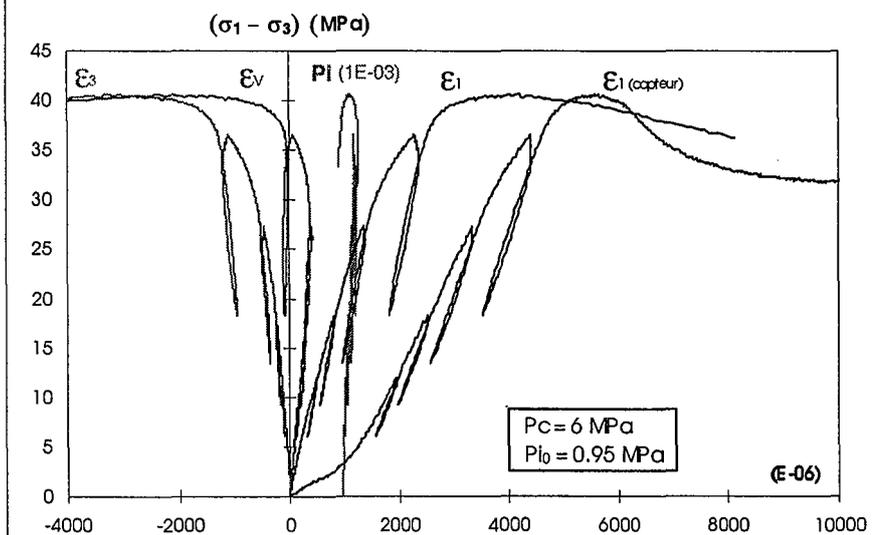




Compression déviatorique triaxiale non-drainée avec cycles - B 108 (1900-10)



Compression déviatorique triaxiale non-drainée avec cycles - B 112 (1900-10)



## **ANNEXE - CHAPITRE 5**

Rappels sur le fluage des roches

Rappel de la loi de fluage de Lemaitre

Courbes des essais de fluage

# Rappels sur le fluage des roches

## COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

Par le terme comportement différé, nous entendons des lois de comportement faisant intervenir, en plus de la déformation  $\varepsilon$  et de la contrainte  $\sigma$ , la dérivée par rapport au temps de la déformation; c'est à dire la vitesse de fluage. On parle également de comportement visqueux lorsqu'il y a dépendance du comportement avec le temps, le terme visqueux est à associer à la viscosité qui est un paramètre pouvant décrire cette dépendance. Si le matériau est purement élastique alors il subit à l'instant  $t = t_0$  une déformation  $\varepsilon = \varepsilon_0$  qui ne variera pas avec le temps. Mais l'expérience montre qu'il n'en est pas souvent ainsi: le matériau subit à l'instant  $t = t_0$  une déformation instantanée  $\varepsilon = \varepsilon_0$ , puis la déformation évolue ensuite de façon plus ou moins croissante (contraction positive) avec le temps. Cette croissance dépend de la valeur de  $\sigma_0$ .

D'un point de vue rhéologique, on peut approcher ou définir le comportement mécanique des roches sous les conditions d'essai (de fluage dans notre cas) en utilisant des combinaisons d'éléments simples (ressort, patin, amortisseur, etc.).

Le comportement des roches est défini par 3 modèles rhéologiques différents: l'élasticité, la plasticité et la viscosité; on parle donc de corps visco-élasto-plastique. Il peut être représenté simplement par une combinaison de 3 éléments: un amortisseur pour la viscosité, un patin pour le seuil d'écoulement plastique ("yield point") et un amortisseur pour la viscosité (Fig. 1). La contrainte est appliquée à l'élément de Saint-Venant (patin représentant le seuil de plasticité  $\sigma_0$ ) en parallèle avec un amortisseur visqueux ( $\eta$ ), à travers un ressort élastique et de rigidité  $k$ . Le fait que l'amortisseur et le patin sont montés en série traduit le fait que la viscosité (et donc les déformations de fluage) apparaît avant le seuil d'écoulement défini au cours d'essais à court terme (perte de linéarité de la courbe contrainte-déformation).

On peut également représenter ce modèle en mettant en série l'amortisseur et le patin qui représente donc le seuil de fluage. On parle alors de viscosité à seuil (modèle de Bingham).

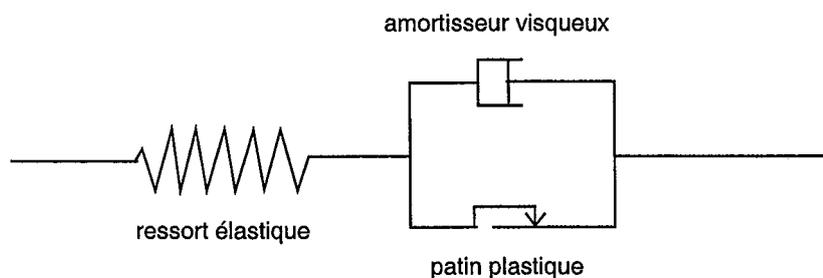


Figure 1 - Modèle du corps visco-élasto-plastique.

## LES DIFFERENTES PHASES DE FLUAGE

### ➤ Influence de l'intensité du déviateur sur le comportement différé

Les différentes étapes du fluage en mécanique des roches sont représentées sur la figure 2.

Si la charge est faible, au cours d'un essai de fluage en compression sur une éprouvette, par rapport à la contrainte à la rupture, la vitesse de fluage s'annule rapidement après une phase transitoire et la déformation de fluage reste toujours faible.

La courbe de fluage correspondant à des niveaux de contraintes plus élevées peut être décomposée en 2 stades :

- une phase de fluage 1<sup>ère</sup> (transitoire ou asymptotique) au cours de laquelle l'écroutissage du matériau engendre une diminution de la vitesse de fluage initialement très grande.
- une phase de fluage 2<sup>ème</sup> (stationnaire ou à vitesse constante) pendant laquelle la vitesse de fluage est sensiblement constante, et cette constante est analogue à la viscosité des fluides.

Après ce stade, les déformations peuvent s'amortir ou se poursuivre à une vitesse constante; on parle alors de fluage permanent. La vitesse de fluage croît avec la contrainte appliquée. La température joue un rôle très important sur cette vitesse de fluage.

Si la charge appliquée est encore augmentée, il apparaît alors un troisième stade ou fluage accéléré caractérisé par une augmentation rapide de la vitesse du fluage conduisant à moyen terme à la rupture de l'éprouvette. Enfin, si on effectue un essai de fluage sous des contraintes proches de la contrainte de rupture, les 2 premiers stades peuvent disparaître pour ne laisser place qu'au stade du fluage accéléré.

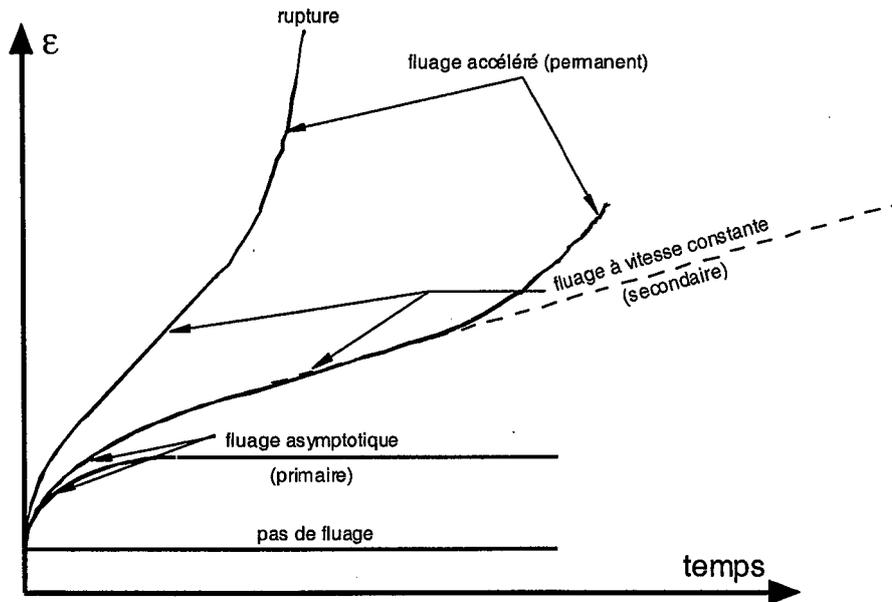


Figure 2 - Courbes type de fluage des roches résistantes.

### ➤ Notion de courbe limite

La résistance et les modules obtenus lors des essais en laboratoire vont dépendre de la vitesse de sollicitation utilisée. Pour caractériser le comportement à long terme et obtenir ainsi la courbe limite ou ultime (Fig. 3), il serait nécessaire d'effectuer des essais à vitesse de chargement très faible. Cette courbe limite peut être déterminée de la façon suivante à partir d'un essai standard :

- A un état de contrainte donné sur une éprouvette, on stoppe l'essai et on effectue un essai de fluage.
- A la stabilisation des déformations de fluage, on obtient un point de la courbe limite; la procédure est répétée à différents niveaux de chargement, et sur différentes éprouvettes.

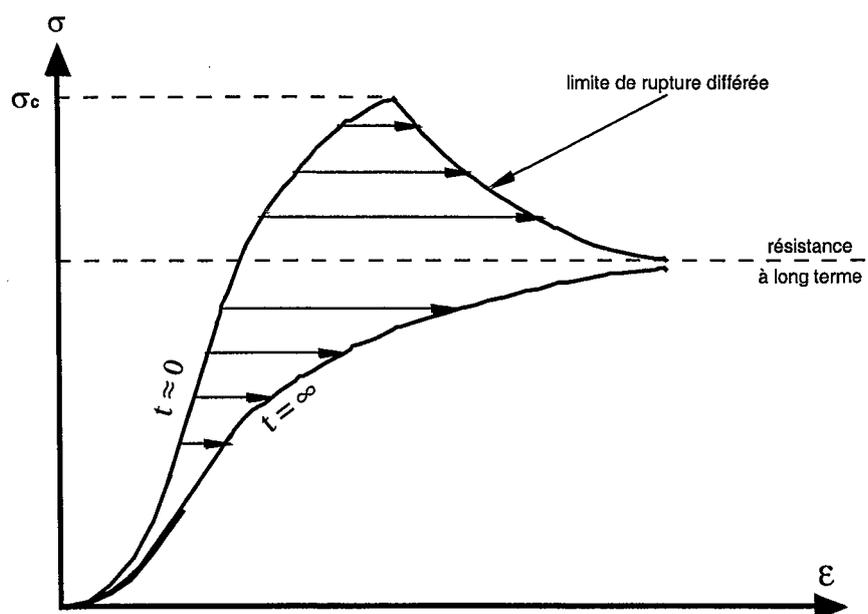


Figure 3 - Courbes limite classiques.

## LES MECANISMES DE FLUAGE

### ➤ Généralités

Le fluage peut résulter de différents mécanismes physiques internes. Dans le cas des roches, l'endommagement des liaisons covalentes rigides Si-O est permanent et cumulatif. Les fissures sont générées là où il y a concentration de contraintes. La plupart d'entre elles débutent aux interfaces entre grains. La fissure atteint soit un niveau suffisant pour provoquer la rupture (propagation instable des fissures : fluage tertiaire) soit se termine après un long intervalle de temps (propagation stable des fissures : fluage secondaire).

Il faut noter que les contraintes élevées dans les joints des roches ou les aspérités entraînent des déformations viscoplastiques locales. Ainsi, le massif rocheux présente un comportement dépendant du temps, même si la plus grande majorité du matériau est en-dessous du niveau de contrainte associé au fluage. Le fluage peut donc être la manifestation externe de plusieurs petits glissements entre surfaces.

Pour conclure, tous les changements dans la microstructure des roches prennent place aux hautes températures et pressions (dislocations, recristallisation dynamique...). Aux températures ordinaires, c'est la micro-fissuration qui joue un rôle prépondérant dans le comportement au fluage des roches (le sel excepté).

### ➤ Les mécanismes physiques correspondants

Les matériaux soumis à des contraintes constantes au cours du temps ont donc des vitesses de déformation qui varient d'abord au cours du temps (fluage transitoire) puis se stabilisent (fluage stationnaire et permanent).

Pour la deuxième étape, le modèle du corps visqueux est un bon modèle. Un corps visqueux est un corps qui à contrainte constante dans le temps a une vitesse de déformation constante. Mais, il ne s'agit là que d'un modèle de comportement et les processus physiques qui permettent ce fluage à vitesse constante sont physiquement dans le cas des roches résistantes des processus plastiques.

En effet, la résistance à la compression des roches fissurées dépend de la vitesse de chargement. Si la contrainte est appliquée rapidement, la roche paraît résistante surtout car les fissures n'ont pas le temps de se propager. Si la contrainte est appliquée graduellement, la roche semble moins résistante car les fissures ont le temps de se coalescer et de se développer à travers les aspérités.

Ainsi, on peut considérer le fluage stationnaire (secondaire) qui n'est pas permanent comme un fluage transitoire et on distingue donc deux types de fluage permanent:

- Fluage secondaire permanent : pour une roche poreuse et à basse température, il y a modification des limites locales de grains par rupture des ponts inter-granulaires puis rotation des grains.
- Fluage accéléré (et donc permanent) : ce fluage a lieu si la déformation totale cumulée est suffisante. Dans le cadre des roches poreuses granulaires, il représente une accélération du fluage conduisant à la rupture dans le cas où la contrainte constante appliquée est suffisamment élevée. Ce fluage est essentiellement lié à un développement important de la microfissuration.

Il est important de noter qu'il existe des facteurs influençant les propriétés de fluage des roches. Parmi ceux-ci, les plus importants sont :

- le niveau et le type de contrainte
- la température
- l'humidité
- la taille des grains (ce qui a été prouvé dans le cas de certaines roches salines).

# Rappel de la loi de fluage de Lemaitre

## LOI D'ECROUISSAGE VISCOSITE 1D DE LEMAITRE

A partir d'essais d'érouissage, de relaxation et de fluage, Lemaitre a tiré des résultats lui permettant d'écrire une loi de fluage dite **d'érouissage-viscosité** basée sur le principe de **l'érouissage par la déformation**.

Des essais d'érouissage (en traction) réalisés sur des métaux ont permis à Lemaitre de mettre en évidence plusieurs phénomènes, à savoir :

- L'influence de la vitesse de déformation (ou de contrainte). Plus la vitesse est élevée, plus la contrainte est grande pour une même déformation. Par ailleurs, un changement de vitesse de déformation en cours d'essai produit un changement immédiat de l'allure de la courbe d'érouissage.
- La notion importante de seuil de plasticité stricte disparaît.
- L'hypothèse de partition de la déformation totale en déformation élastique et visqueuse avec découplage est valide. Si les déchargements sont effectués à grande vitesse, il constate effectivement que le comportement élastique n'est pas influencé par les déformations viscoplastiques.
- L'érouissage est gouverné par la déformation. Les courbes d'érouissage peuvent en effet être déduites les unes des autres par une affinité sur les contraintes. Les expériences sur divers matériaux montrent qu'en général c'est la déformation qui influence l'érouissage et non le temps.

Tous les résultats des essais de fluage, d'érouissage et de relaxation ont donc servi de base à Lemaitre pour l'écriture d'une loi dite "d'érouissage-viscosité" unidimensionnelle à 3 paramètres. A partir de la loi de Norton, vue au §4.4.2.1, et de l'affinité des courbes d'érouissage sur les contraintes (érouissage par la déformation), Lemaitre propose pour un produit de fonctions puissance :

$$\sigma = K \times \epsilon_{vp}^{1/M} \cdot \dot{\epsilon}_{vp}^{1/N}$$

avec :

- $N$  : exposant de viscosité
- $M$  : exposant d'érouissage
- $K$  : coefficient de résistance ( $MPa \cdot sec.$ )

## LOI DE FLUAGE 3D DE LEMAITRE: particularisation du potentiel d'écoulement différé

Un potentiel d'écoulement différé tridimensionnel est proposé par Lemaitre à partir de sa loi d'érouissage-viscosité, citée plus haut. Ce potentiel sera exprimé sous forme multiplicative, plus facile à utiliser mathématiquement. Cette loi est établie dans le cas particulier d'un acier et sa formulation tiendra compte des conditions initiales suivantes :

- Matériau isotrope.
- Erouissage isotrope.
- Déformations différées à volume constant.

Lemaitre propose l'expression suivante pour le potentiel différé :

$$\Omega_d = \Omega_d(q, k) \cdot \zeta(\gamma^d) \text{ avec } \zeta \text{ fonction d'érouissage}$$

L'incompressibilité volumique plastique implique que l'écoulement ne dépend pas de la contrainte moyenne ou hydrostatique, ainsi :

$$\epsilon_v^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial p} = 0$$

Le potentiel d'écoulement ne dépend donc plus que du déviateur des contraintes  $q$  et de la variable interne. Pour définir le potentiel d'écoulement, on utilise souvent des fonctions puissances. Lemaître propose ainsi, en négligeant dans un premier temps le seuil d'élasticité :

$$\Omega_d = \frac{K}{N+1} \left(\frac{q}{K}\right)^{N+1} \gamma^{\mu}$$

En tenant compte de (18), la vitesse de déformation s'exprime par :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} \frac{3\underline{s}}{2q} = \gamma^{\mu} \frac{3\underline{s}}{2q}$$

avec l'expression suivante pour la loi d'écoulement :

$$\gamma^{\mu} = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} = \left(\frac{q}{K}\right)^N \gamma^{\mu}$$

Il faut noter que le choix des coefficients exprimant le potentiel différé est prémédité. En effet, en posant :

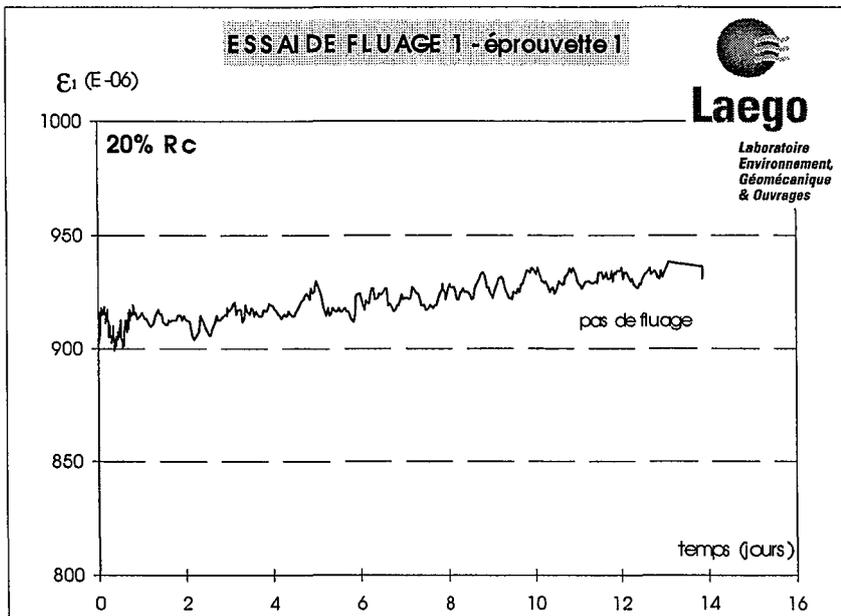
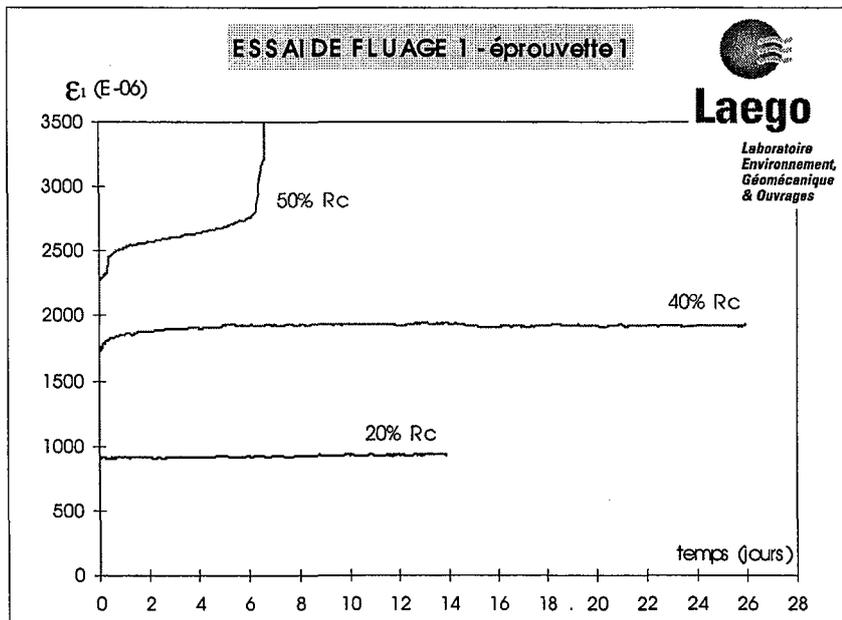
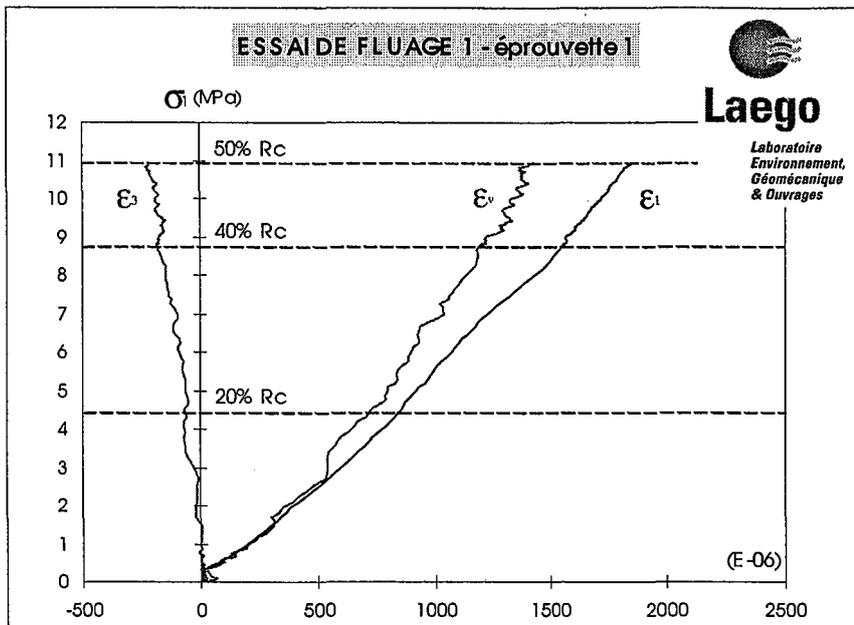
$$\mu = -\frac{N}{M}$$

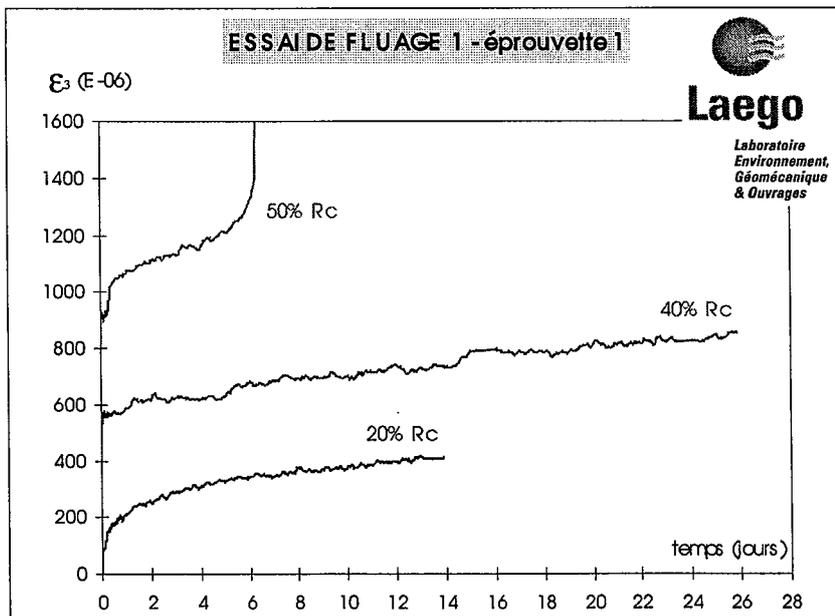
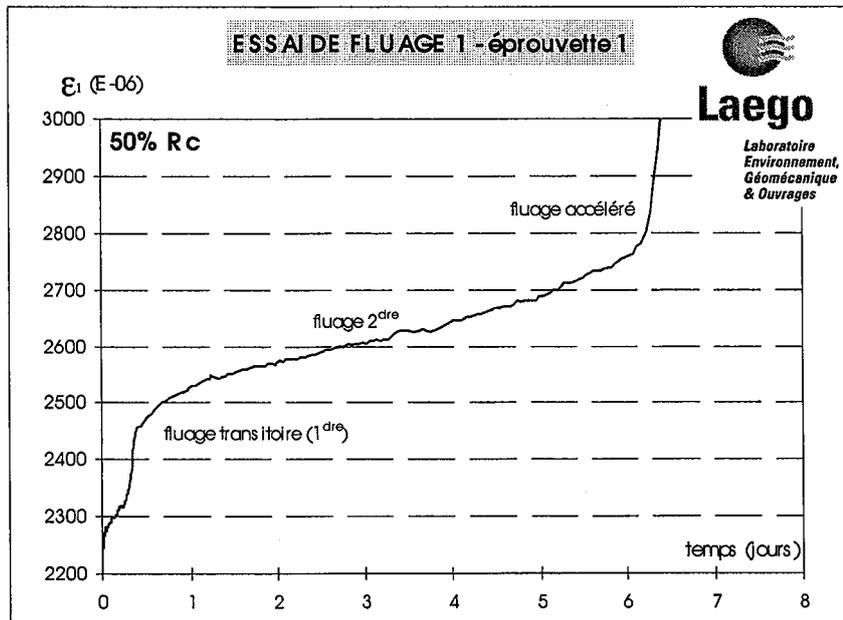
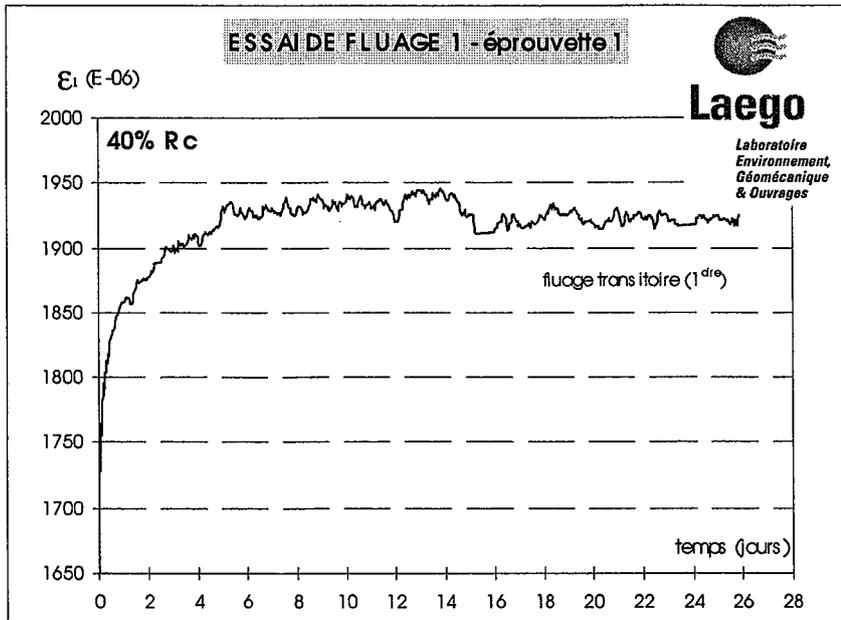
on obtient l'expression tridimensionnelle de la loi d'écrouissage-viscosité unidimensionnelle citée plus haut :

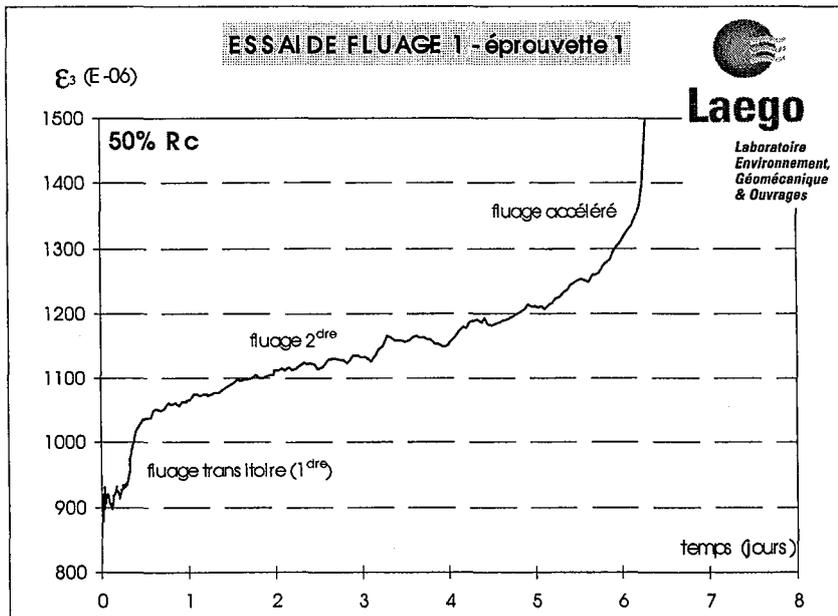
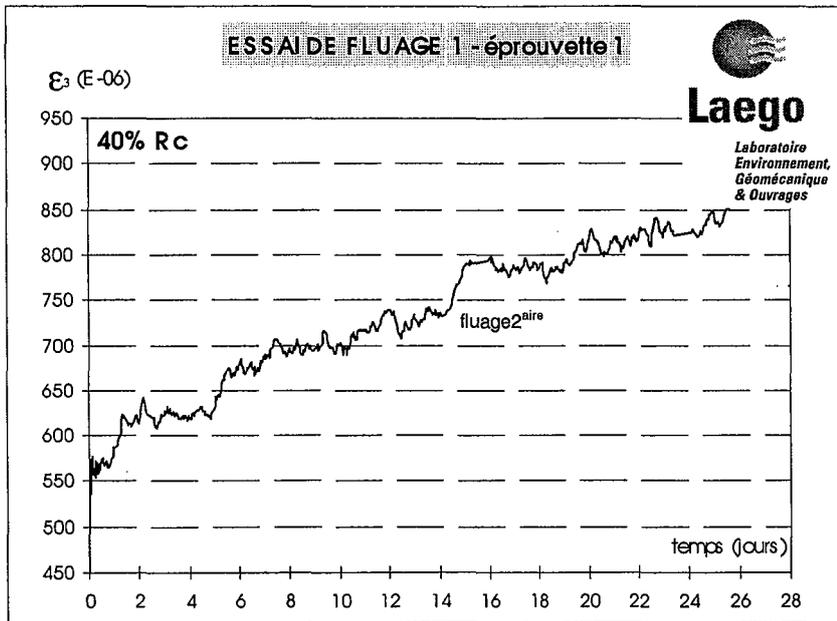
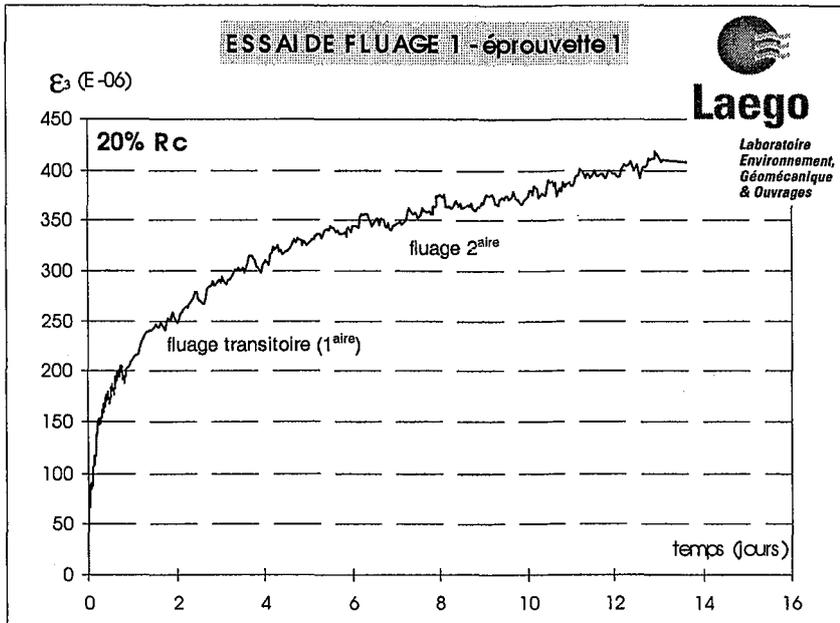
$$\dot{\epsilon}_d = \left(\frac{\sigma}{K}\right)^N \epsilon_d^{-\frac{N}{M}}$$

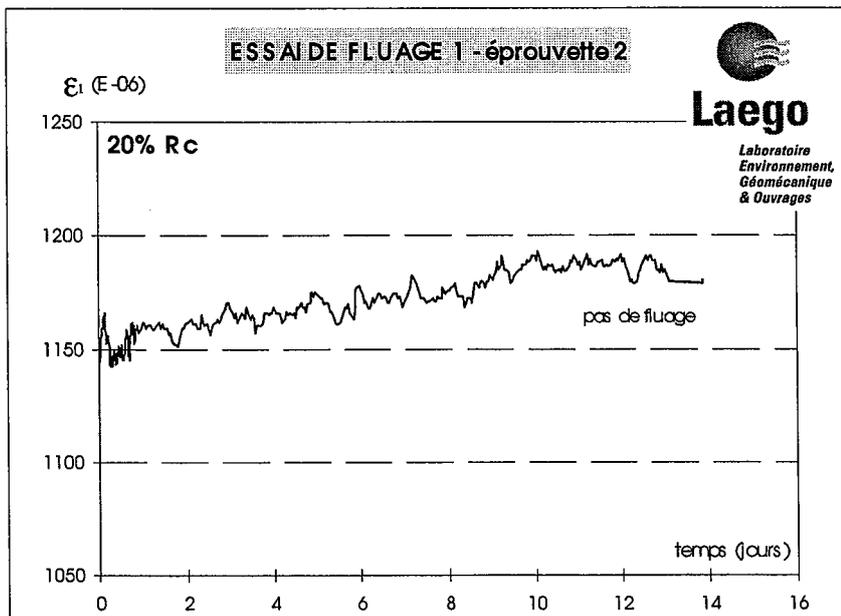
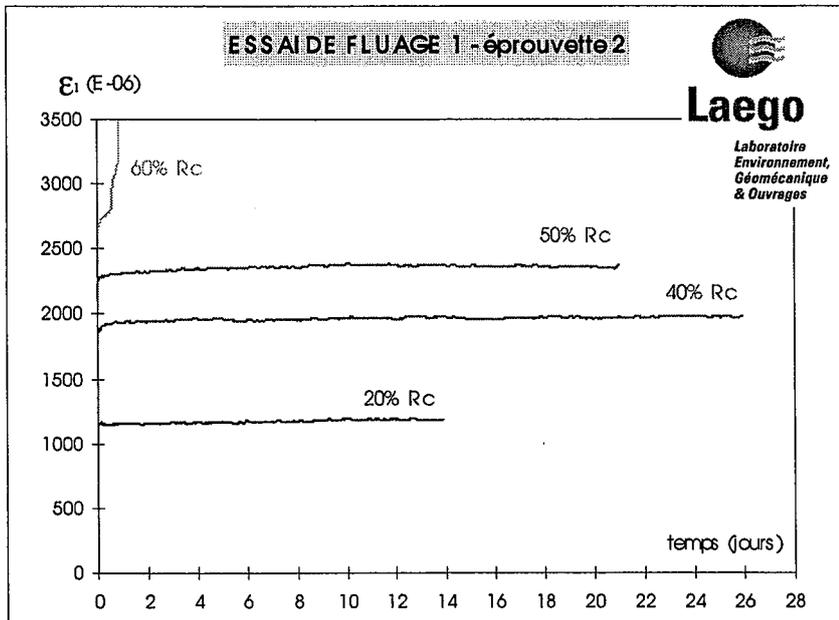
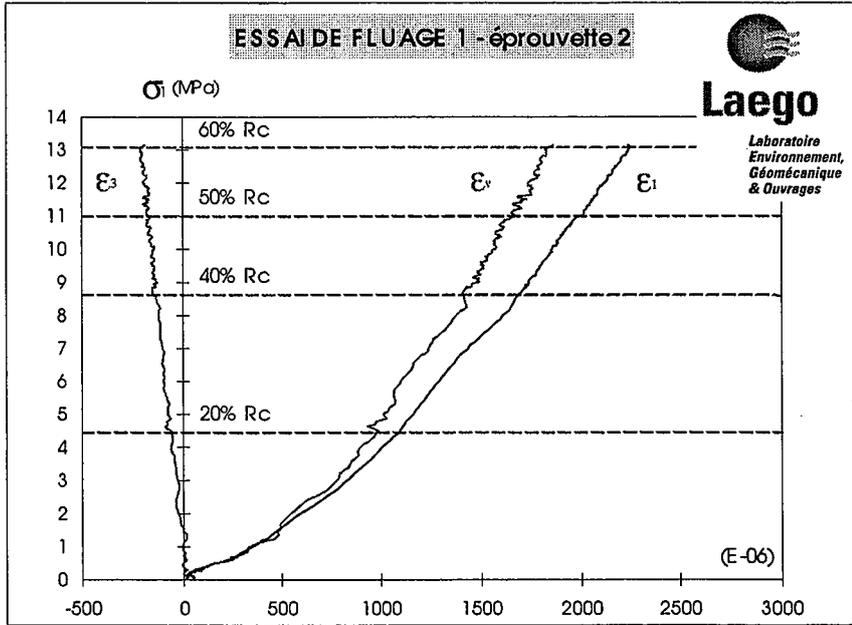
Le choix d'un coefficient négatif est guidé par le fait que l'écrouissage, traduit par le paramètre de distorsion plastique, a pour effet de réduire la vitesse d'écoulement. L'expression tridimensionnelle de la loi d'écrouissage-viscosité de Lemaître s'écrit finalement :

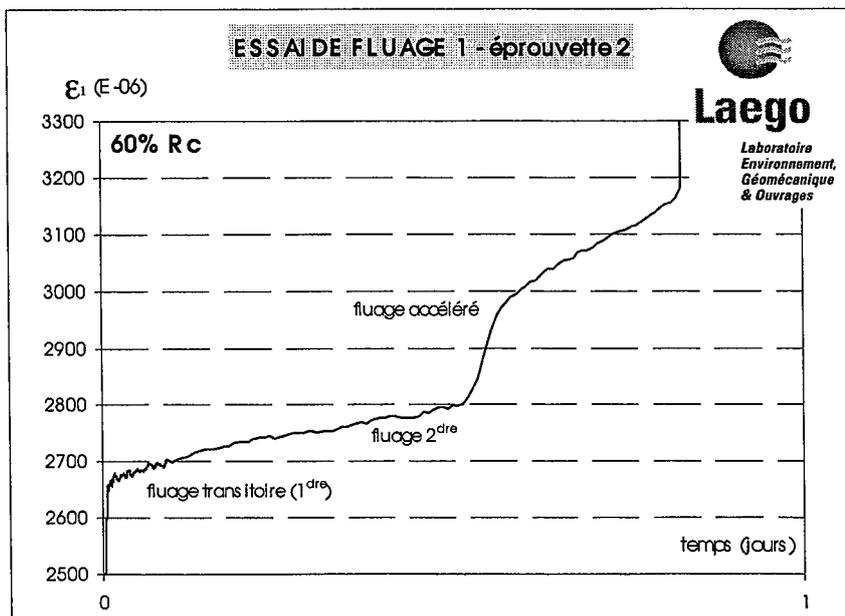
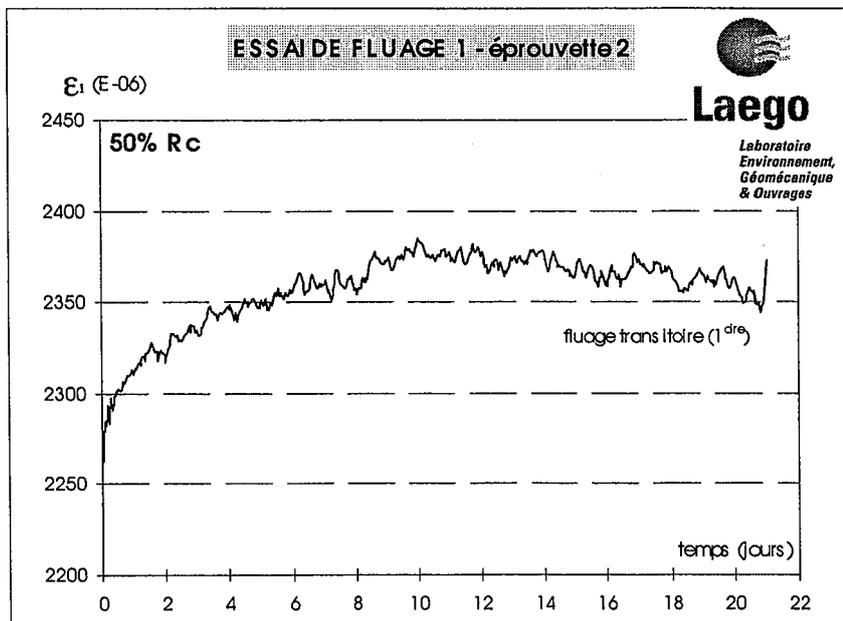
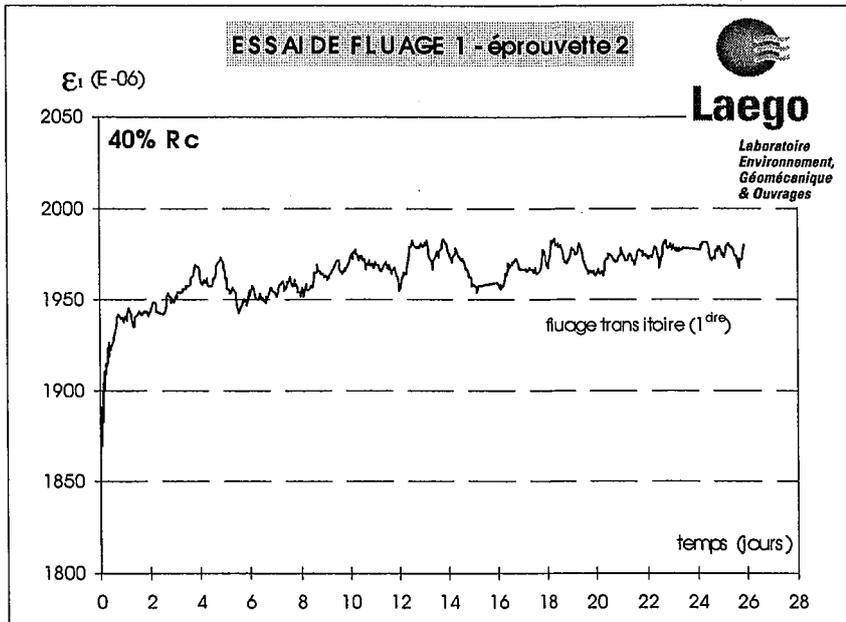
$$\underline{\dot{\epsilon}}^d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial \underline{\sigma}} = \gamma^{\mu} \frac{3\underline{s}}{2q} = \frac{3}{2} \left(\frac{q}{K \times \gamma^{1/M}}\right)^N \frac{\underline{s}}{q}$$

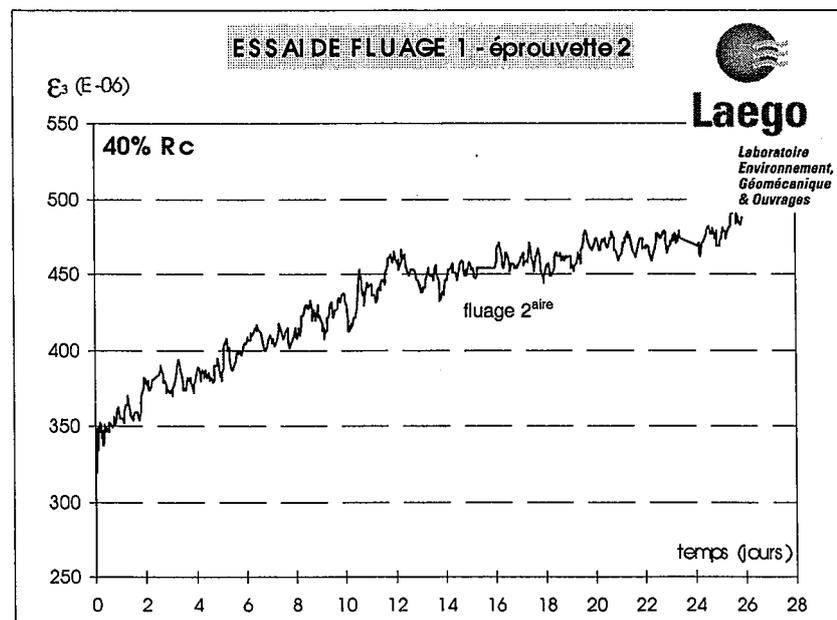
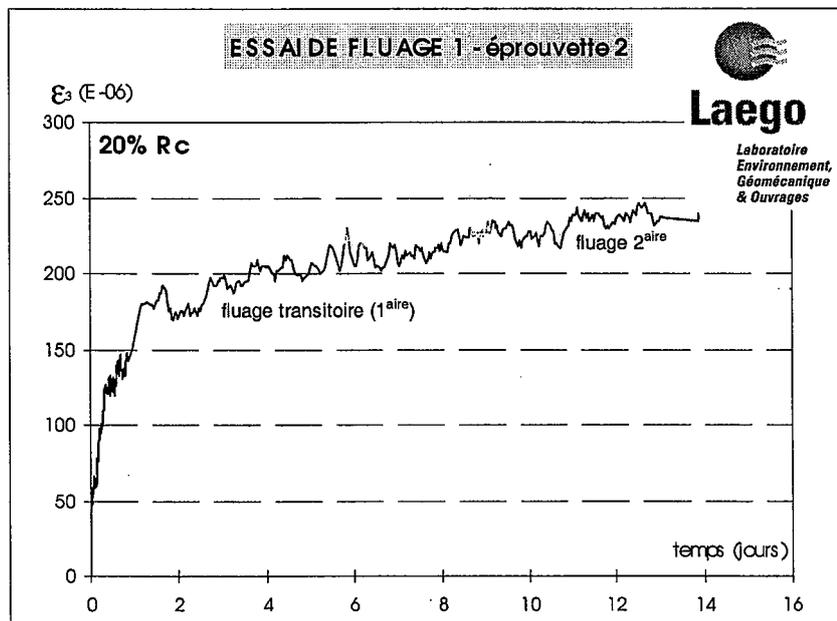
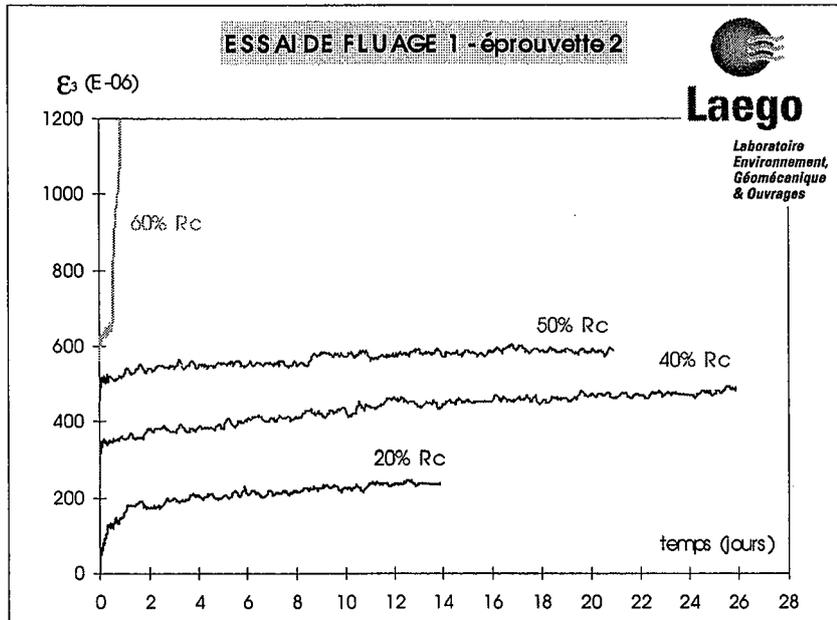


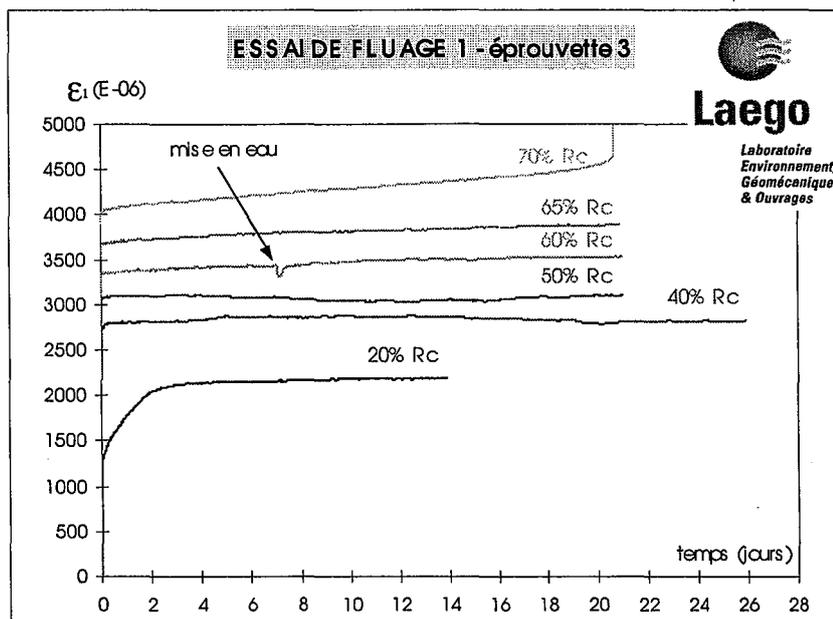
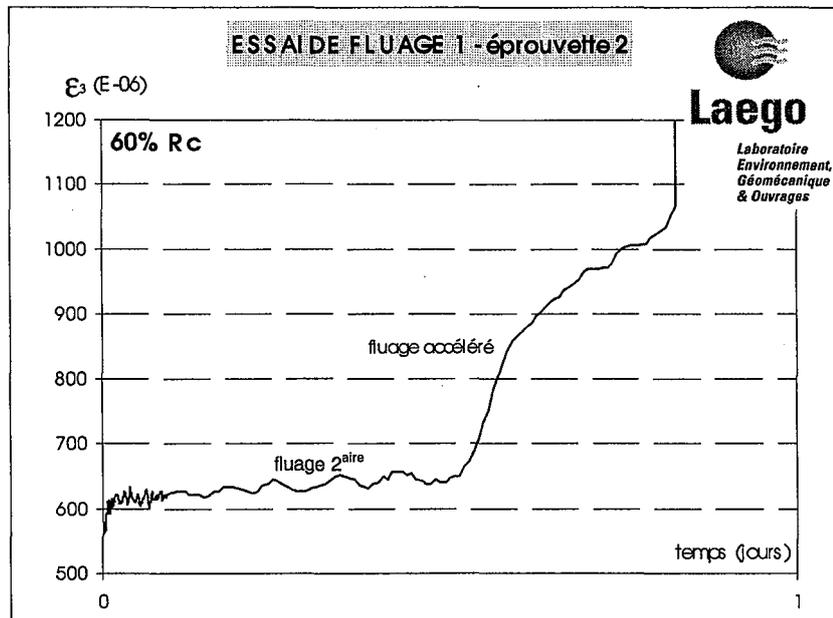
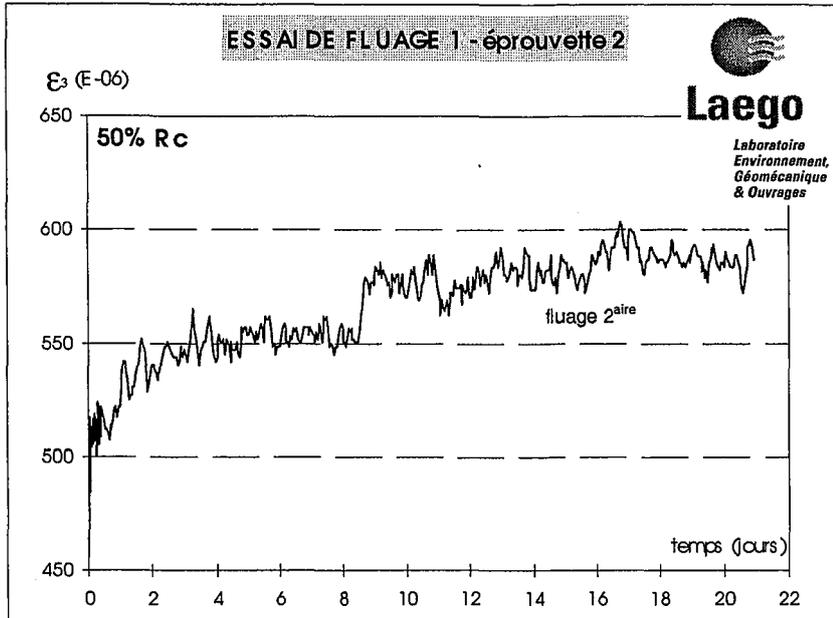


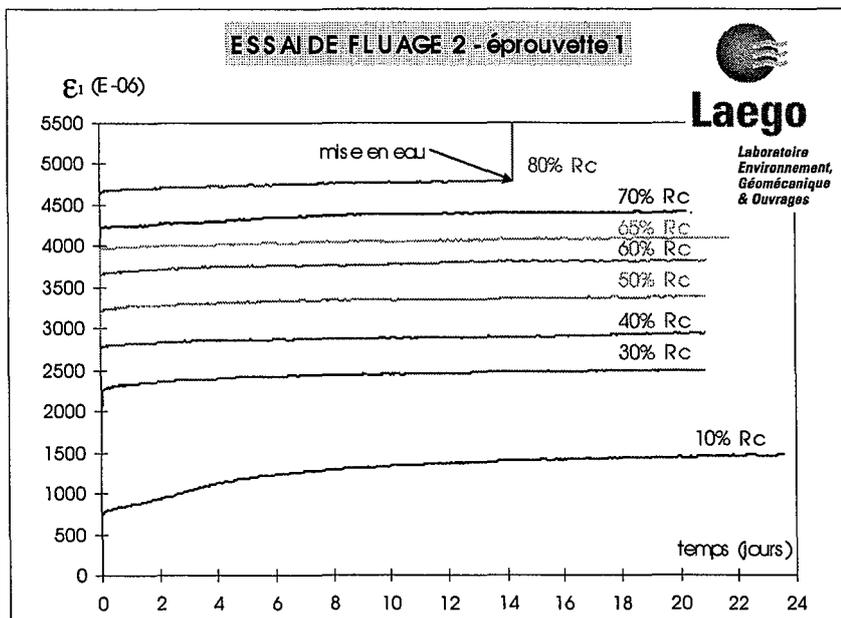
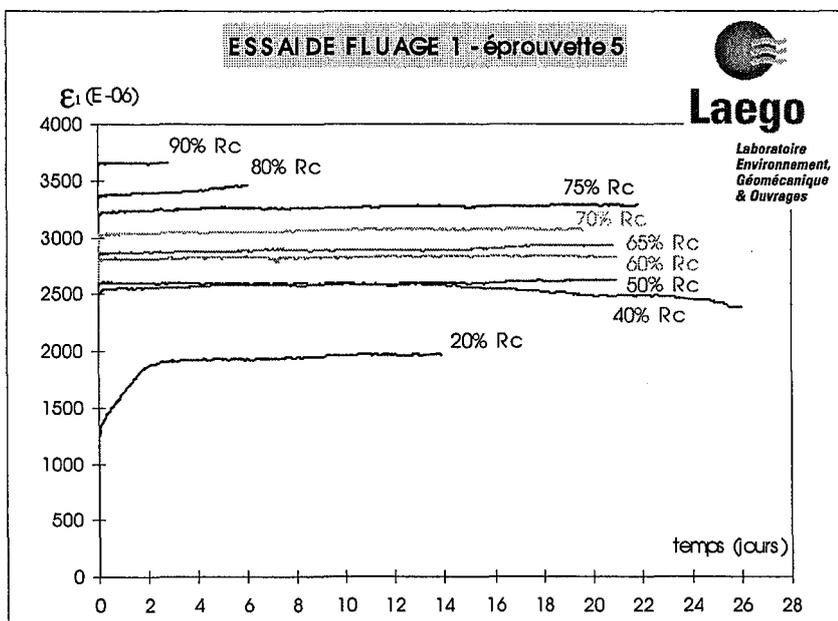
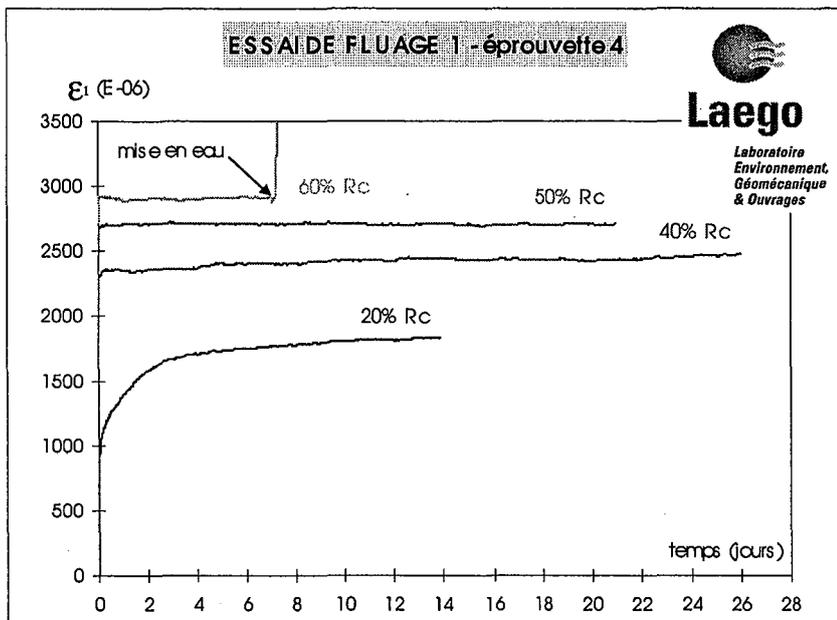


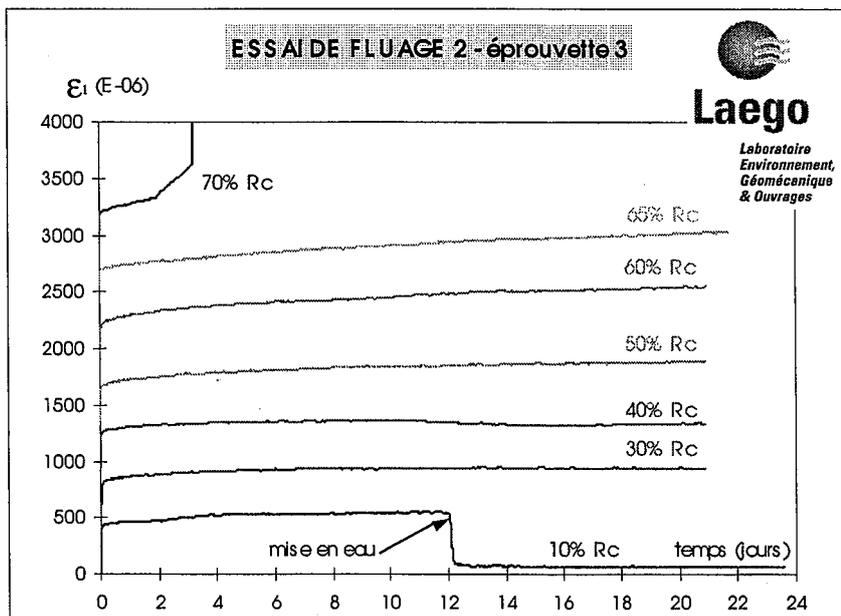
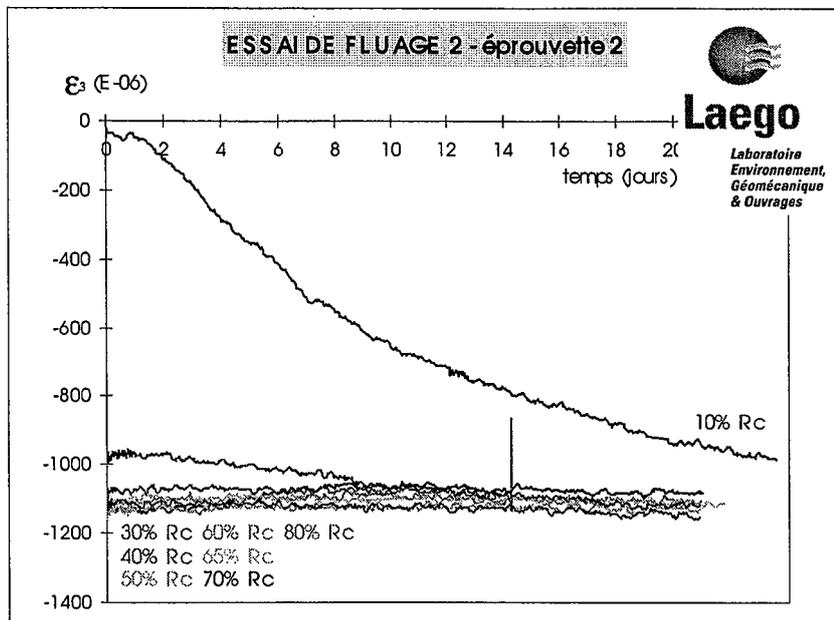
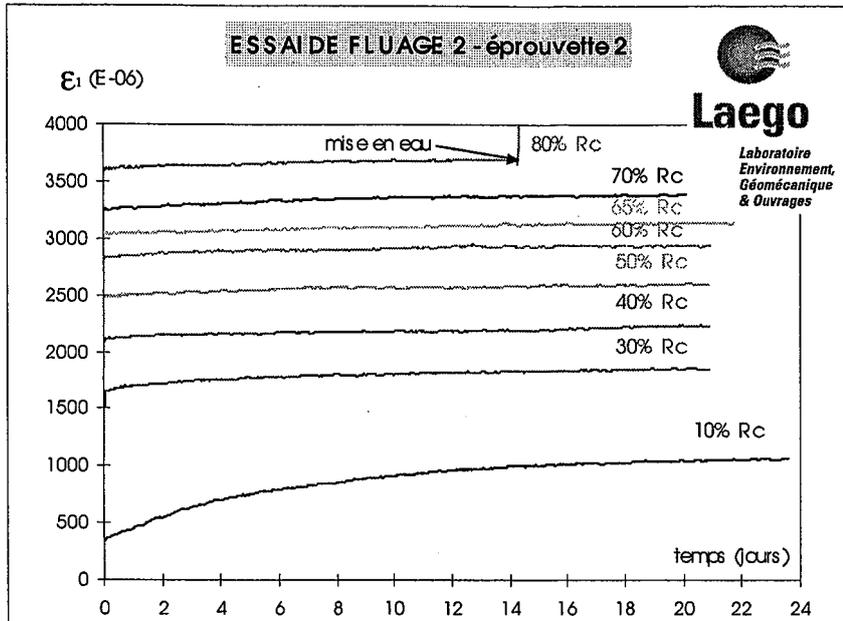


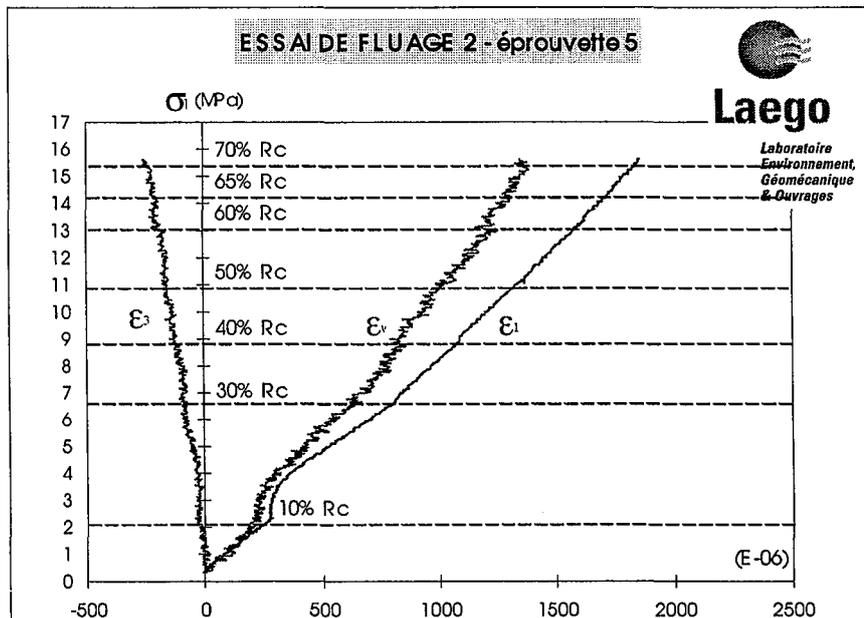
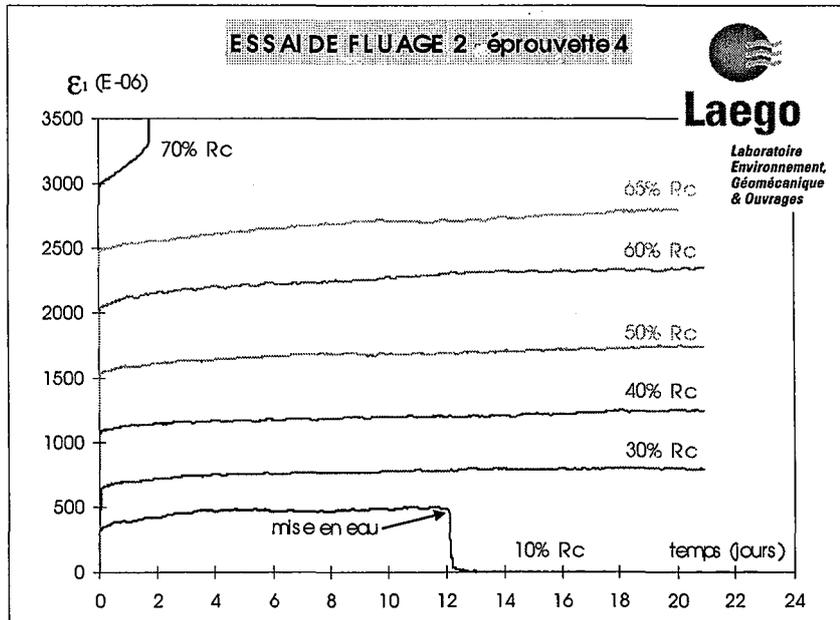
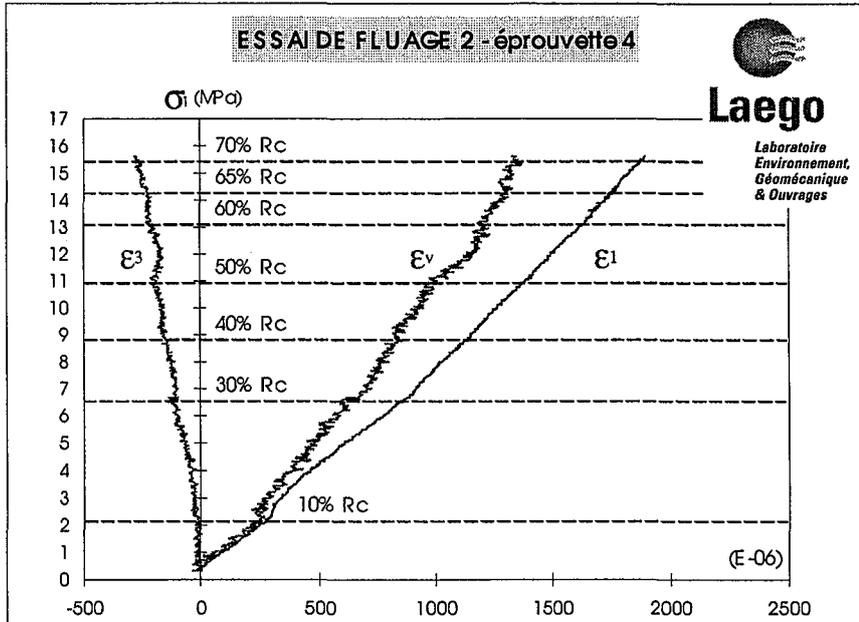


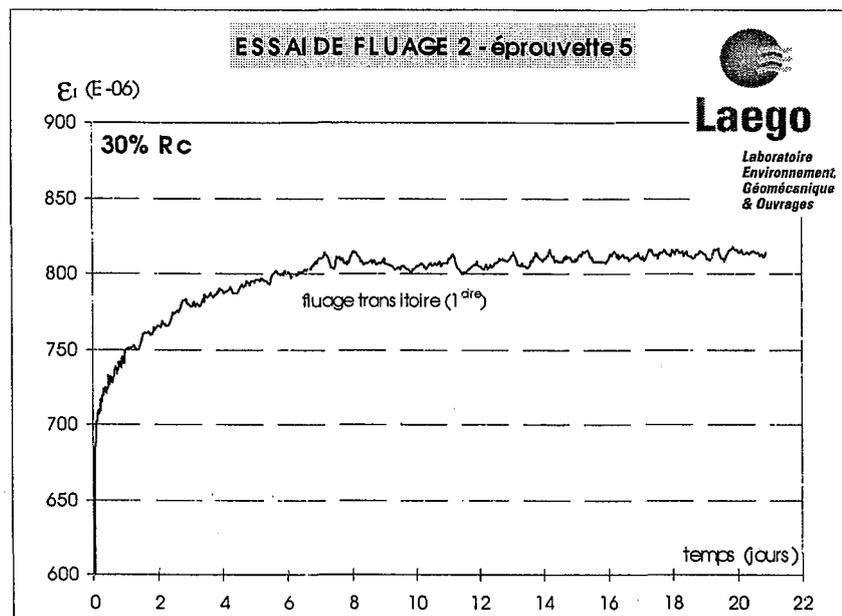
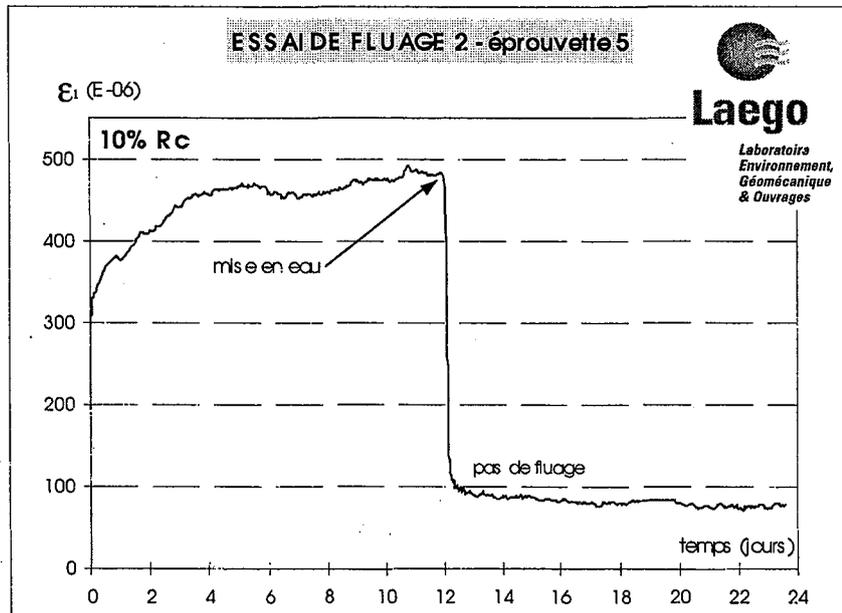
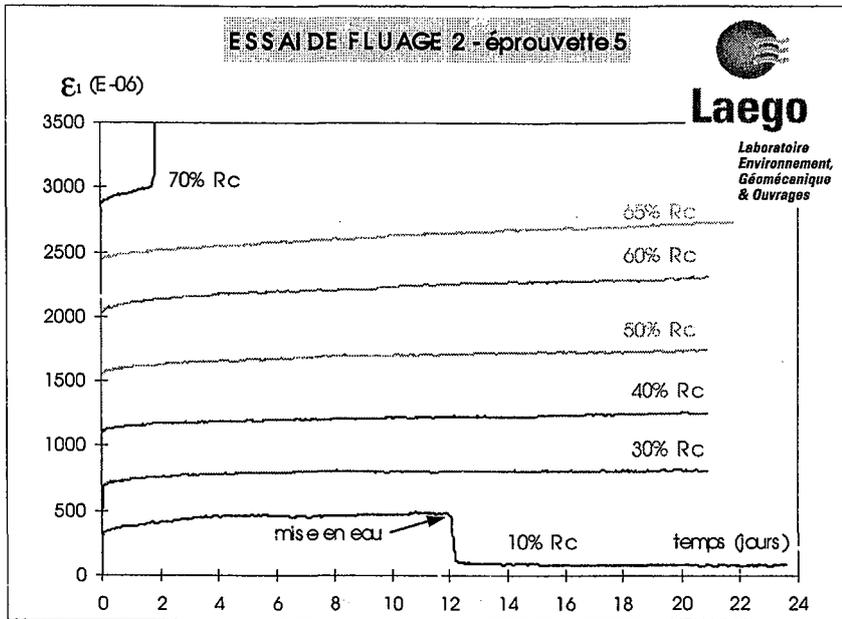


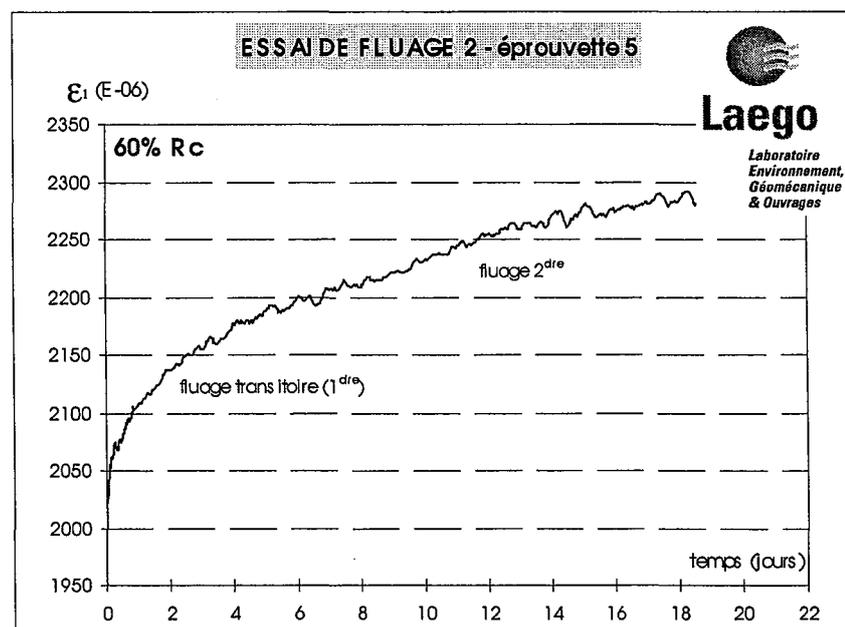
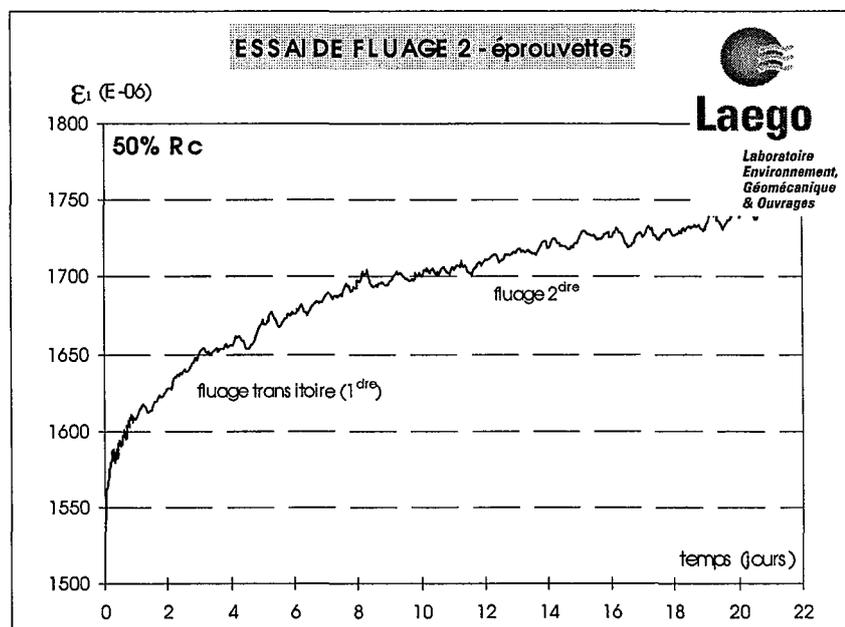
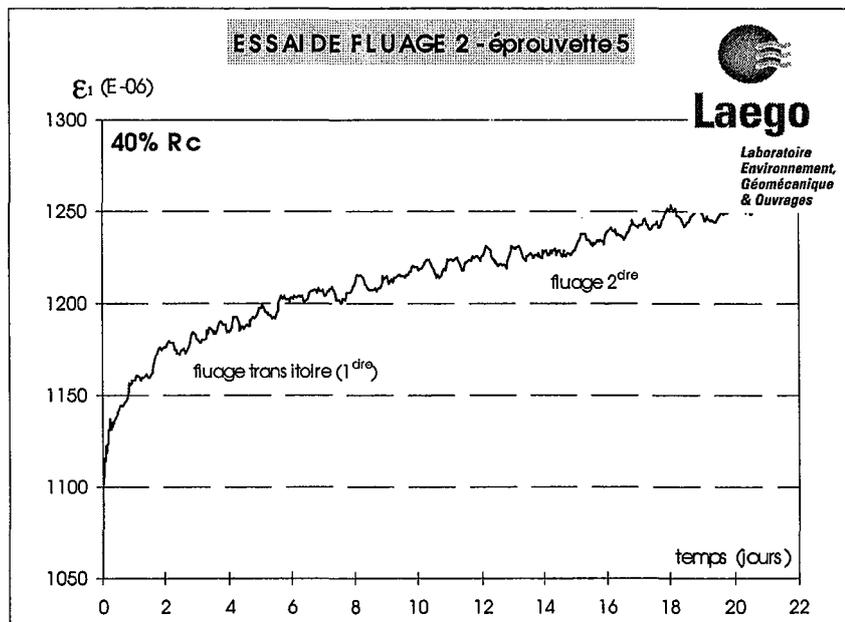


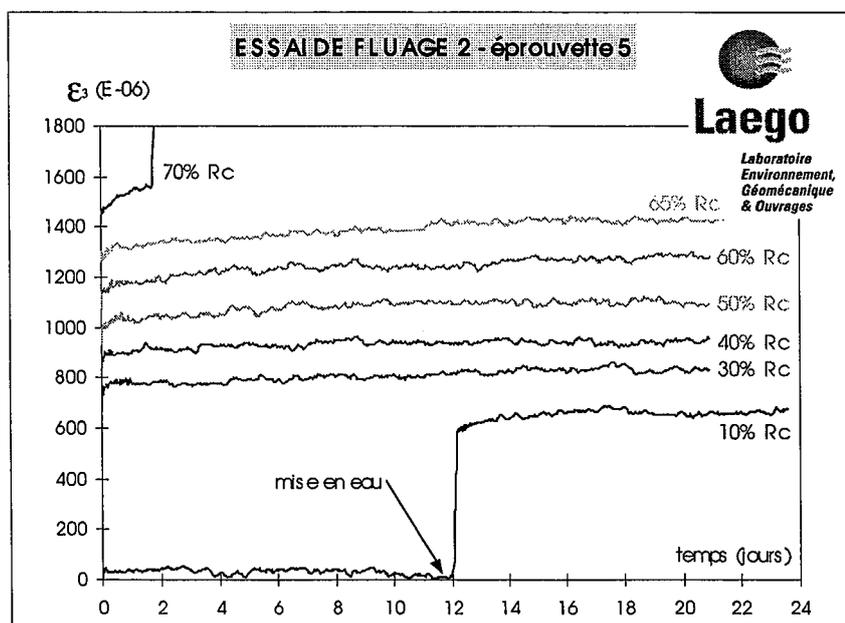
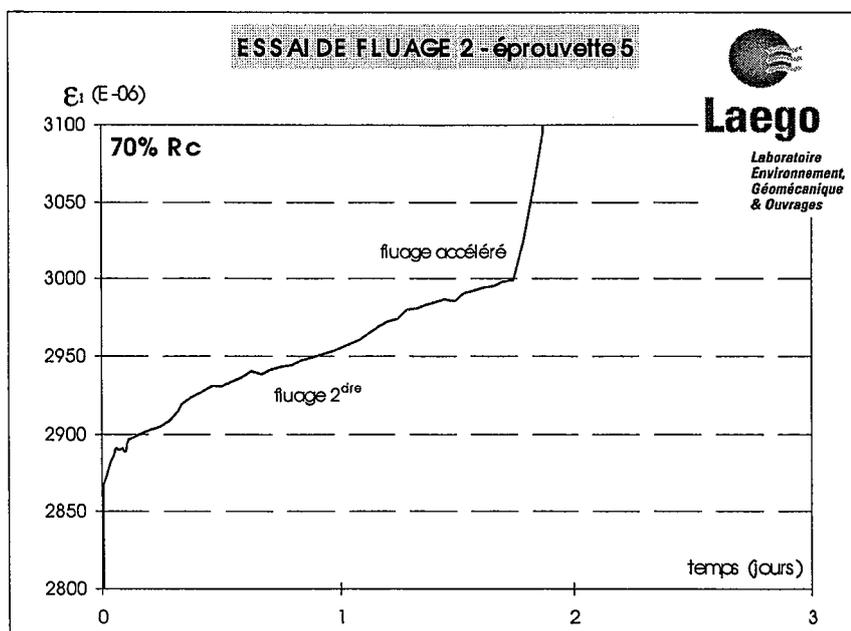
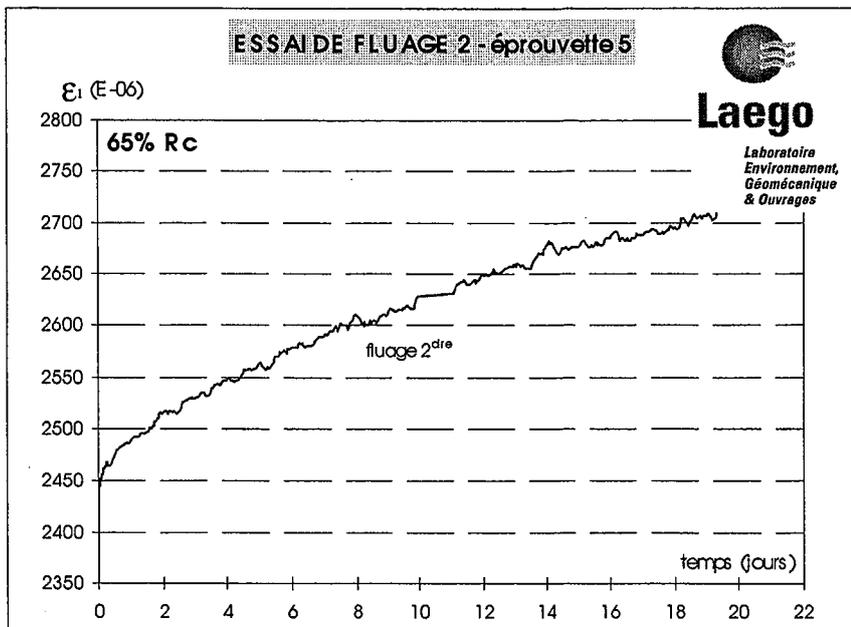


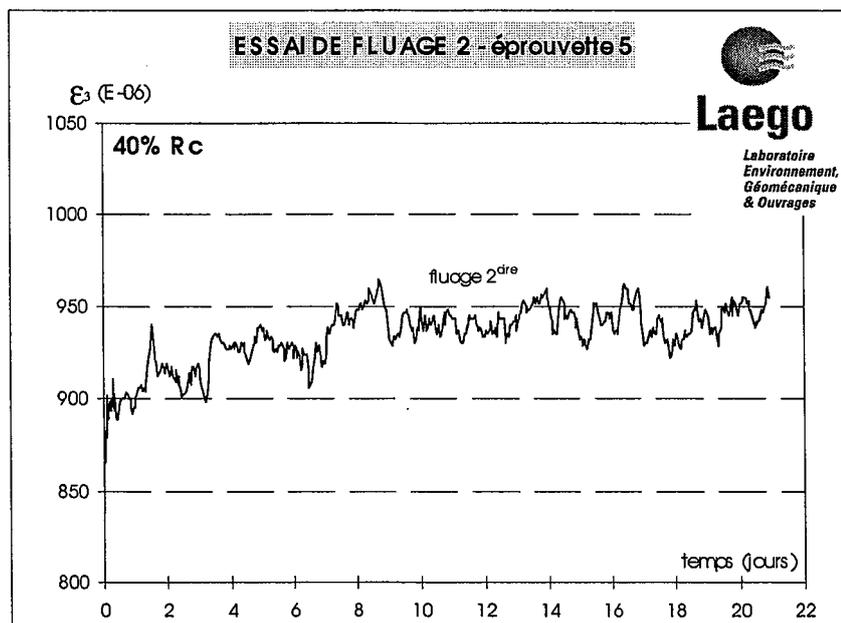
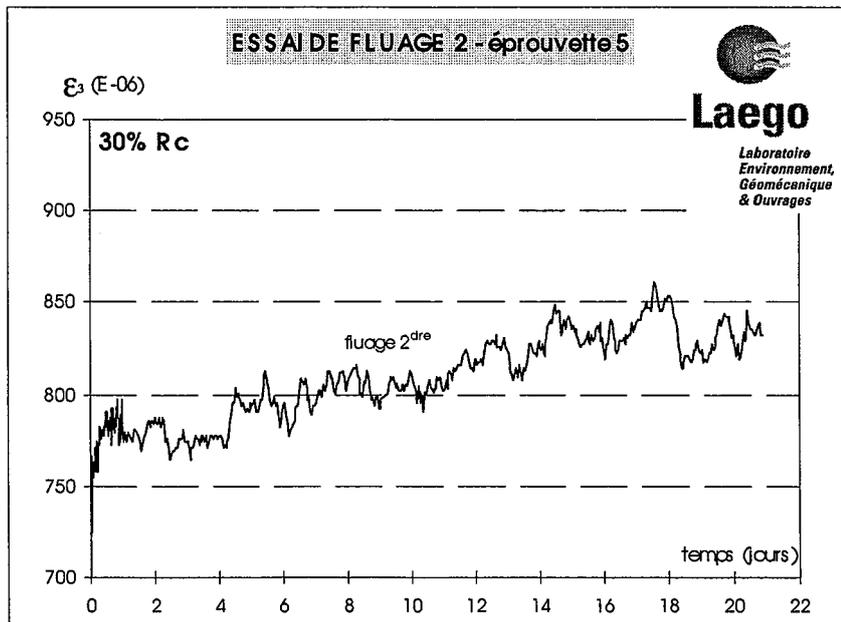
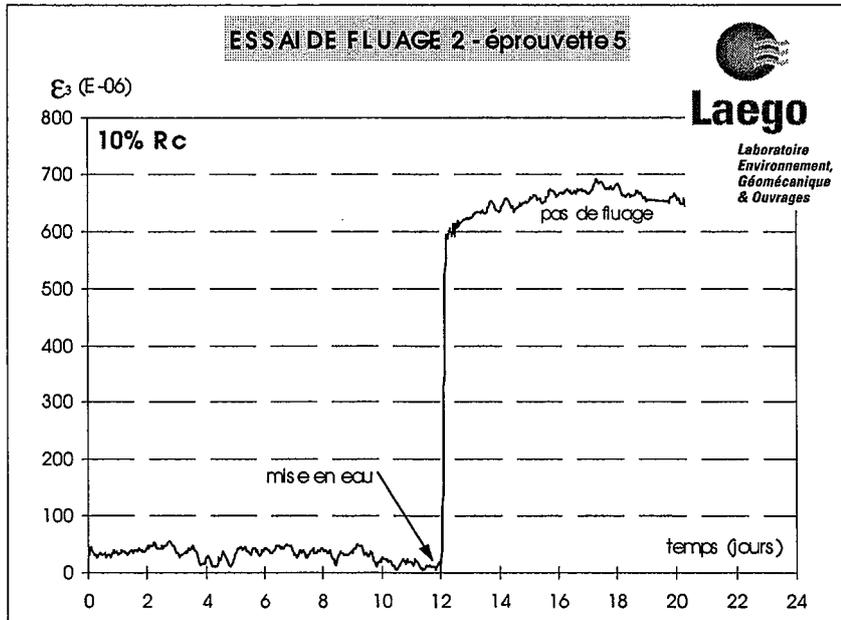


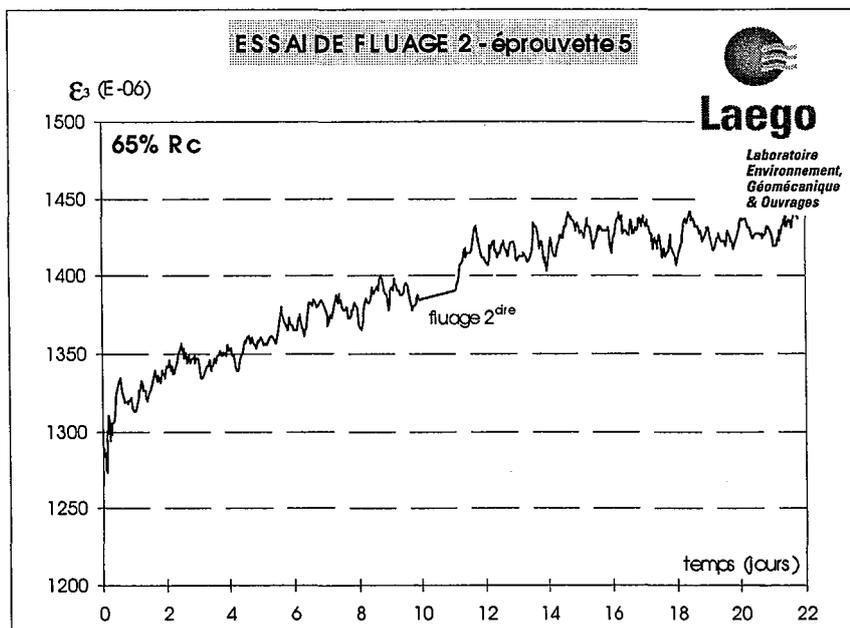
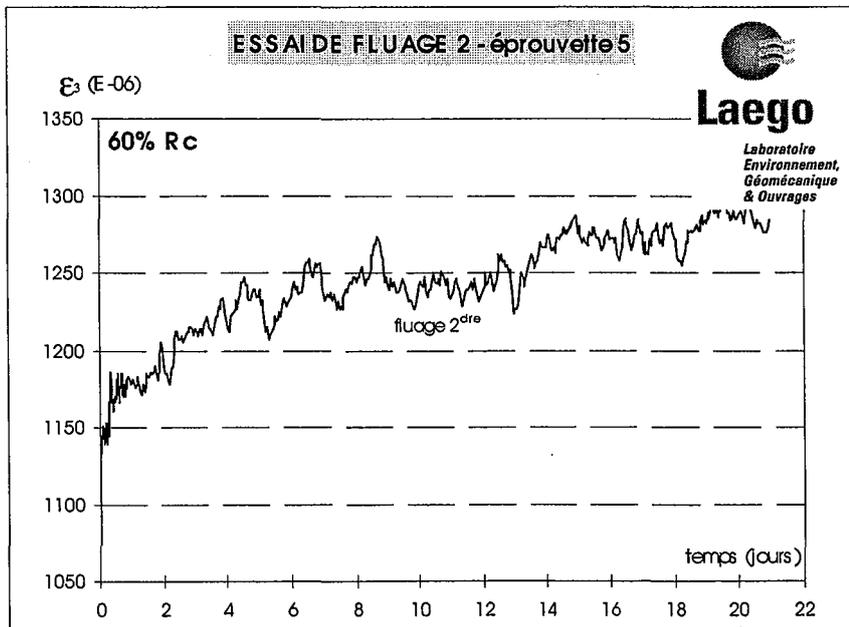
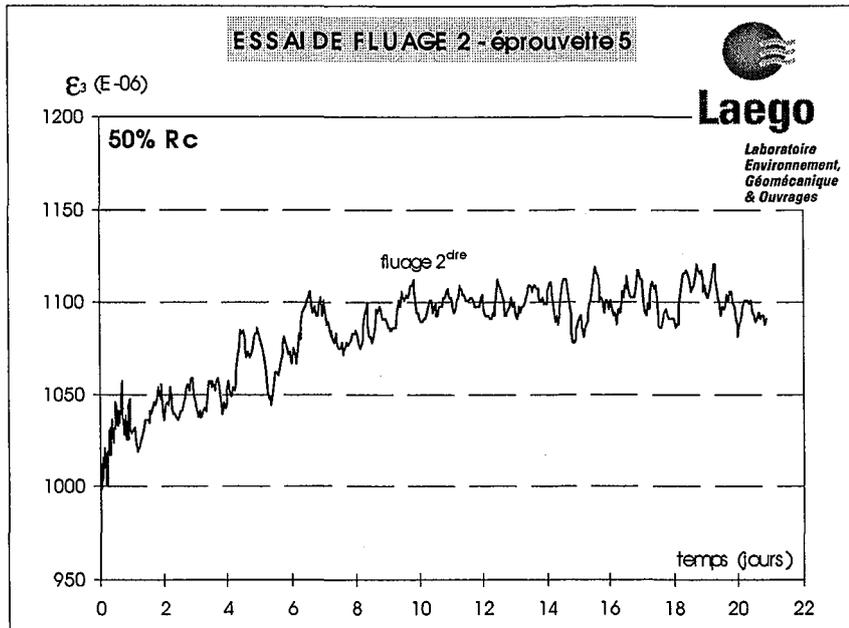


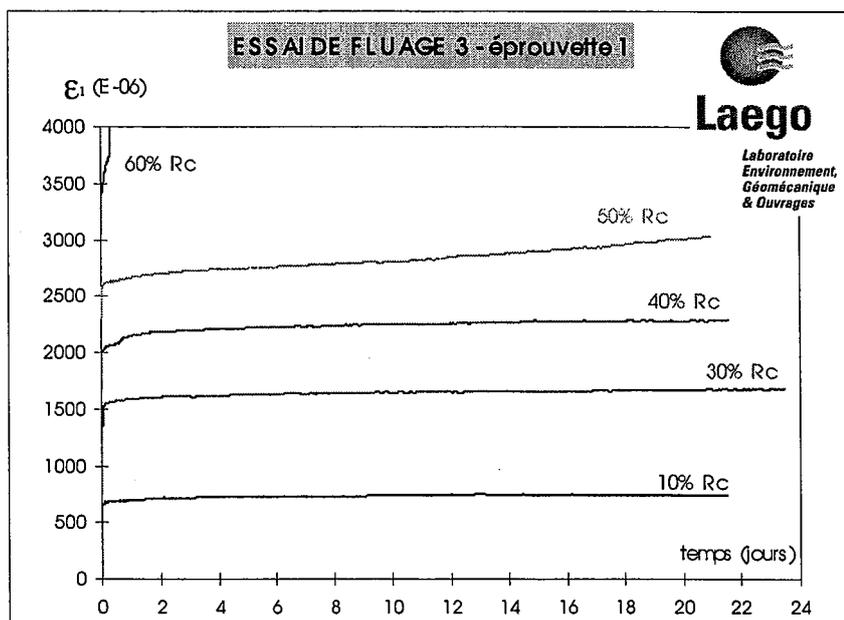
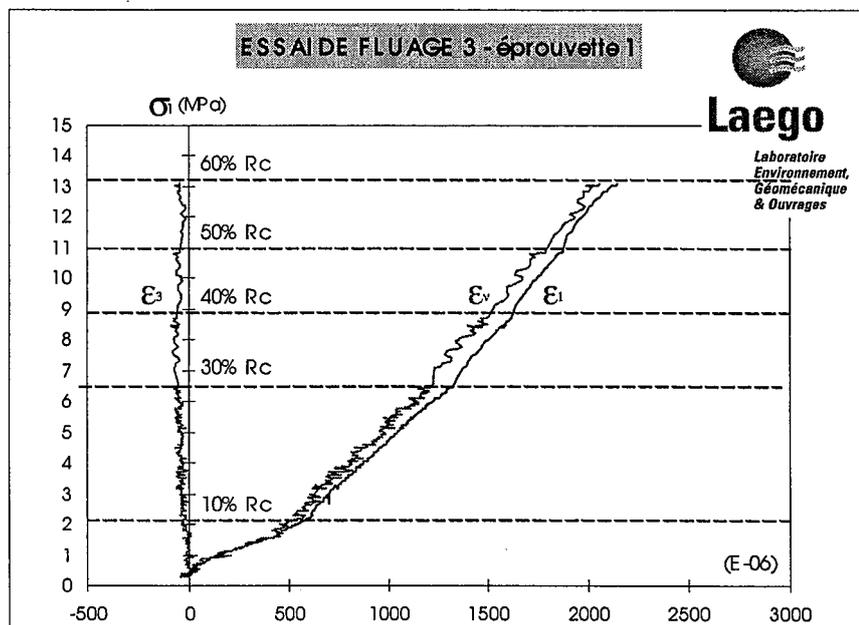
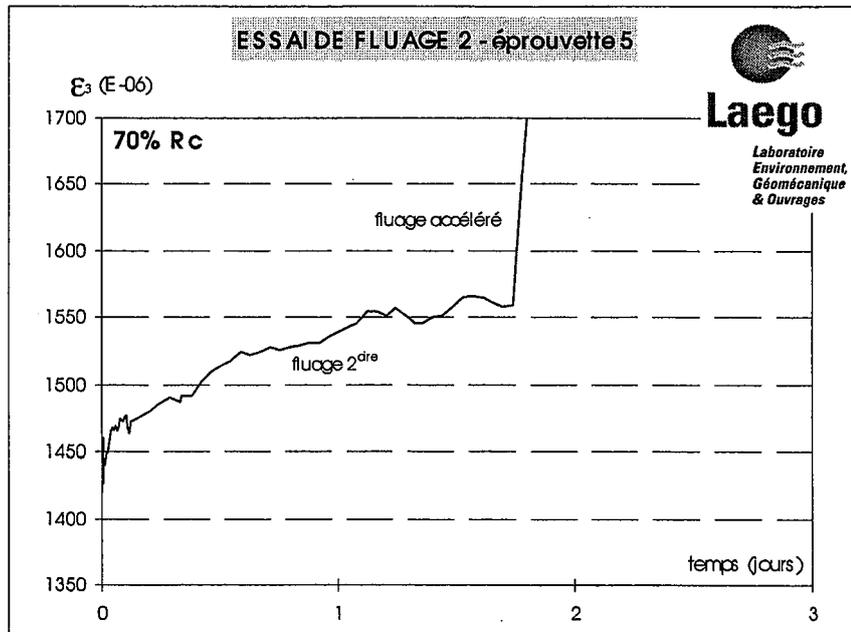


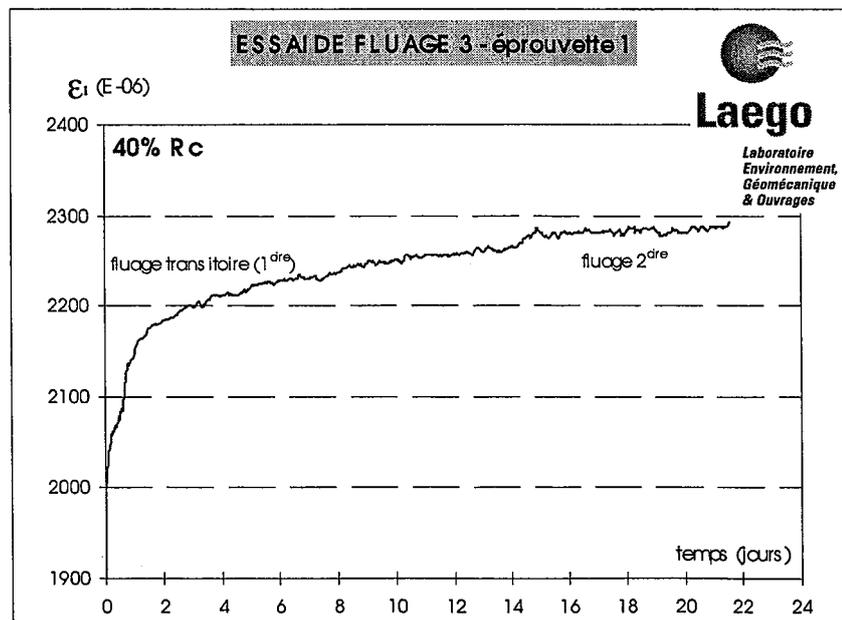
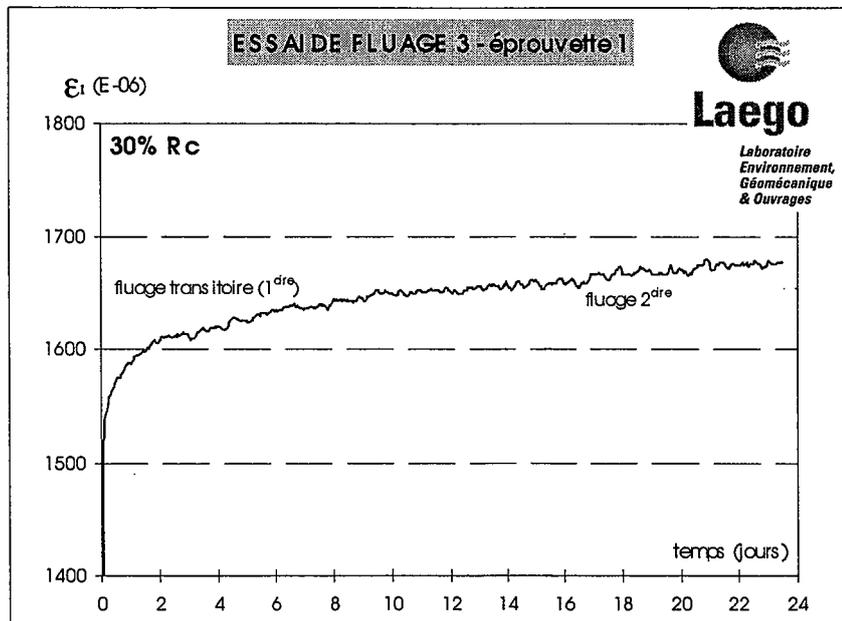
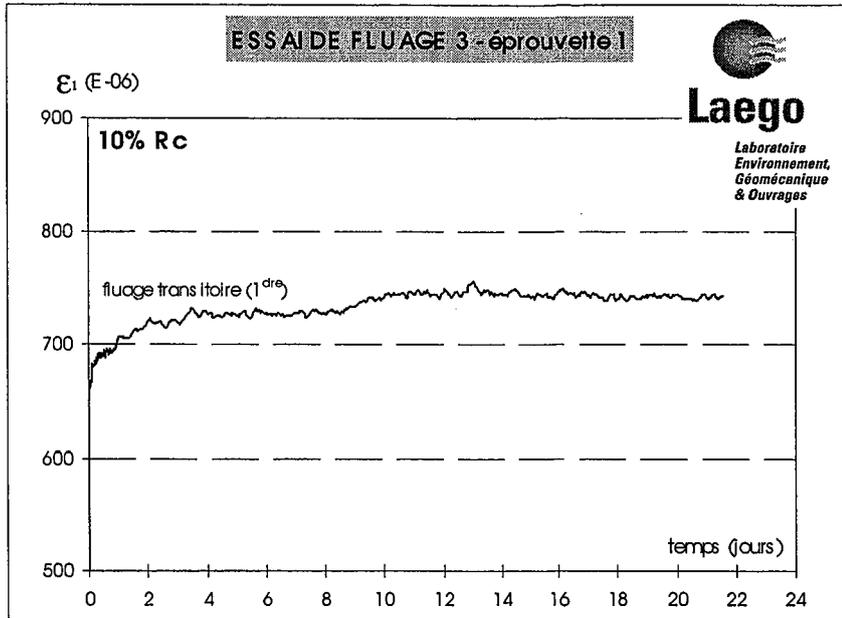


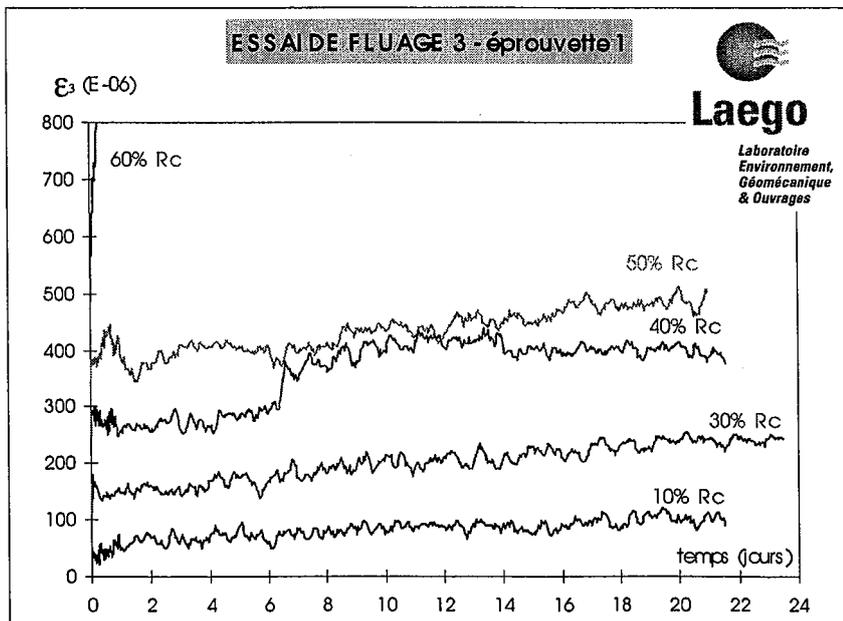
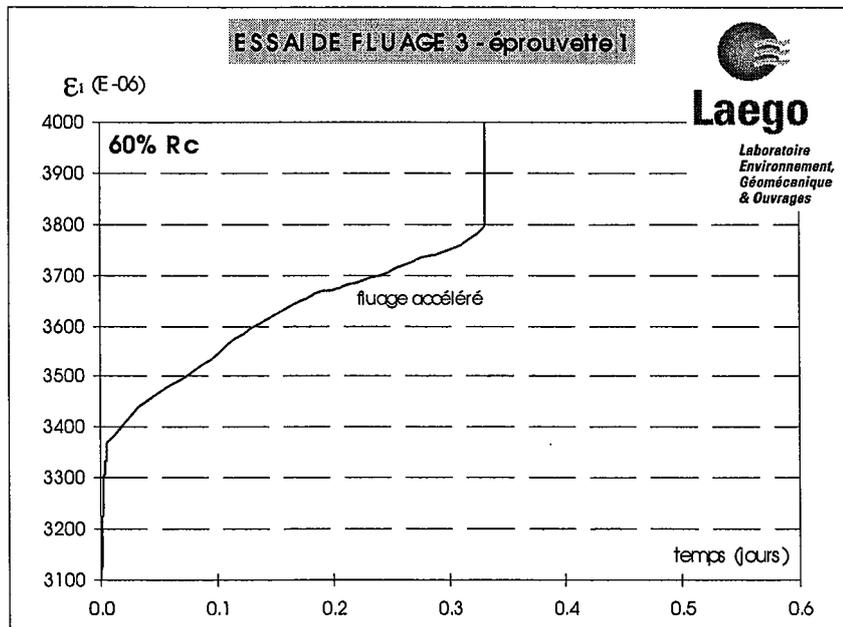
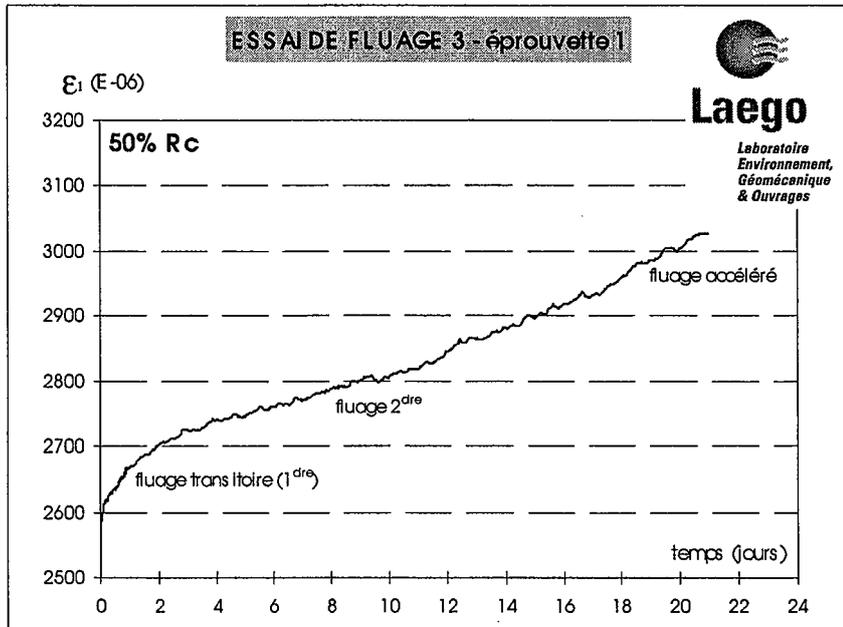


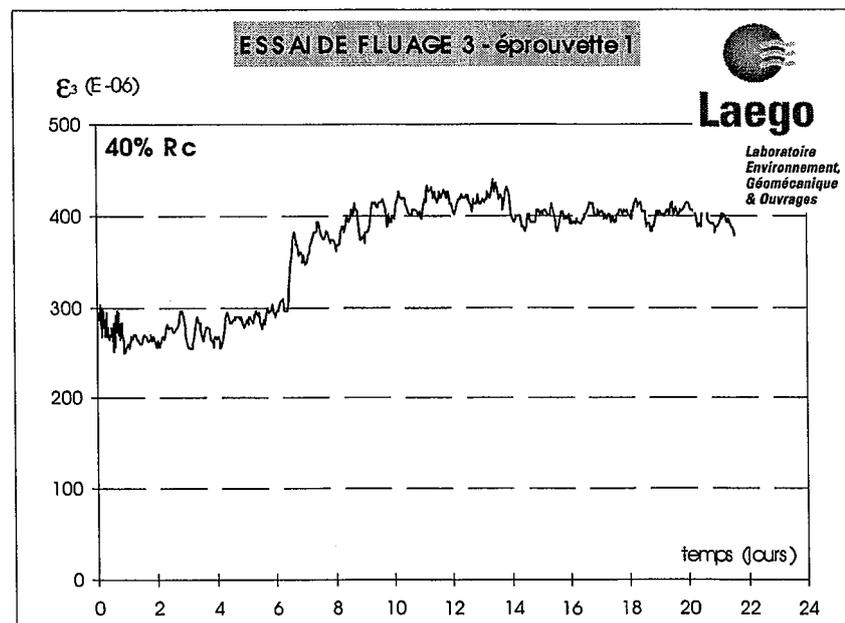
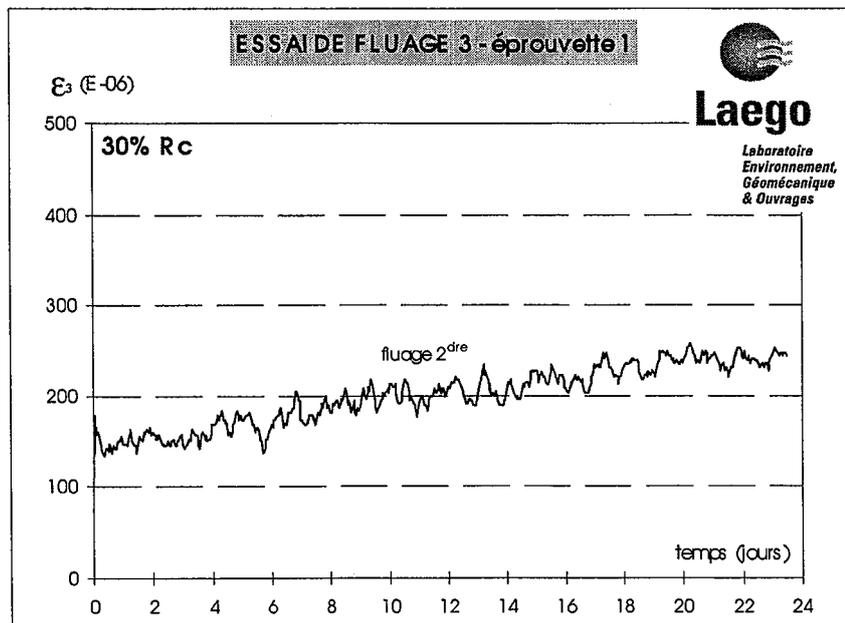
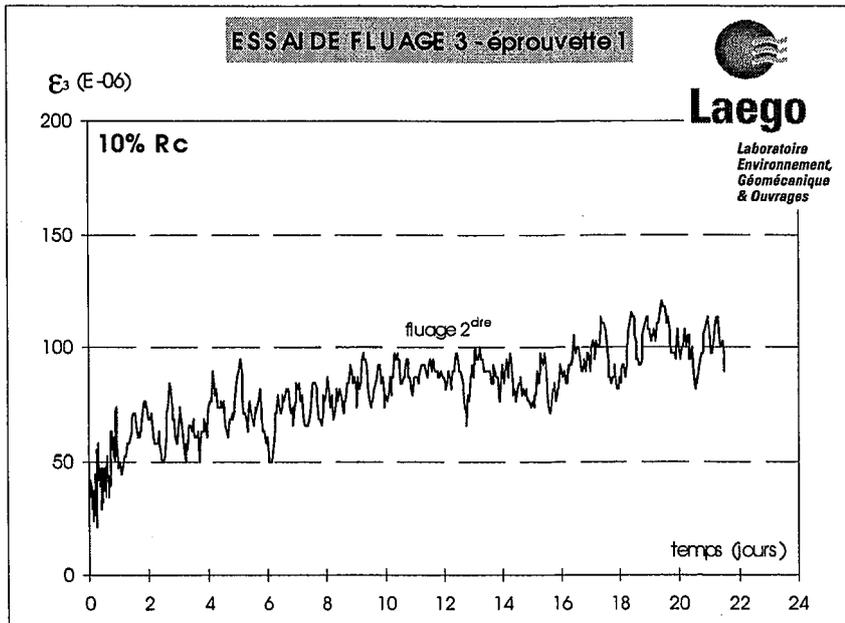


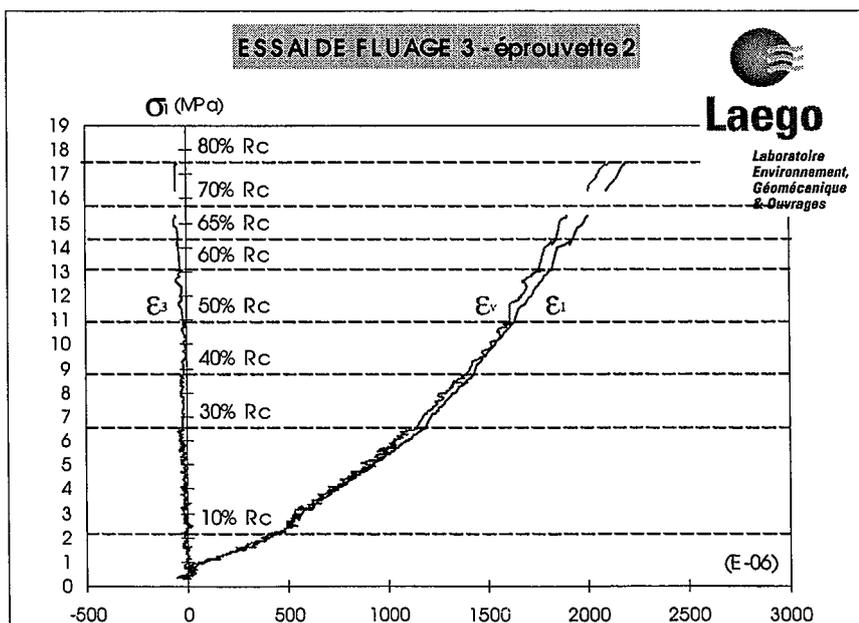
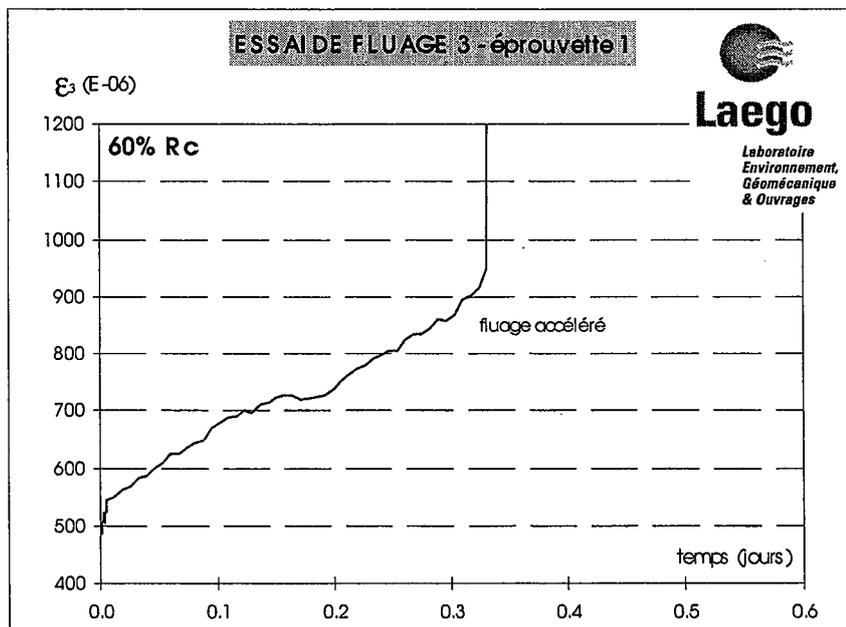
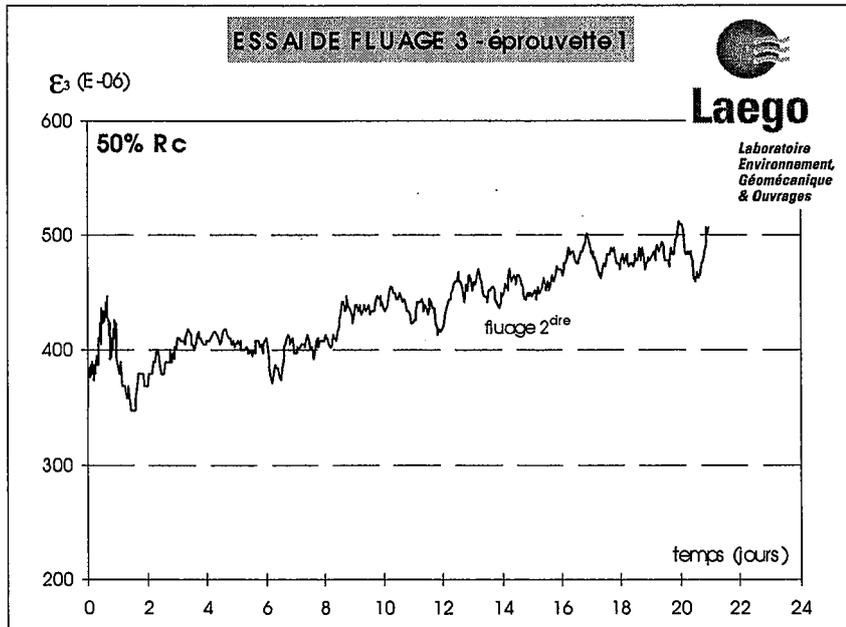


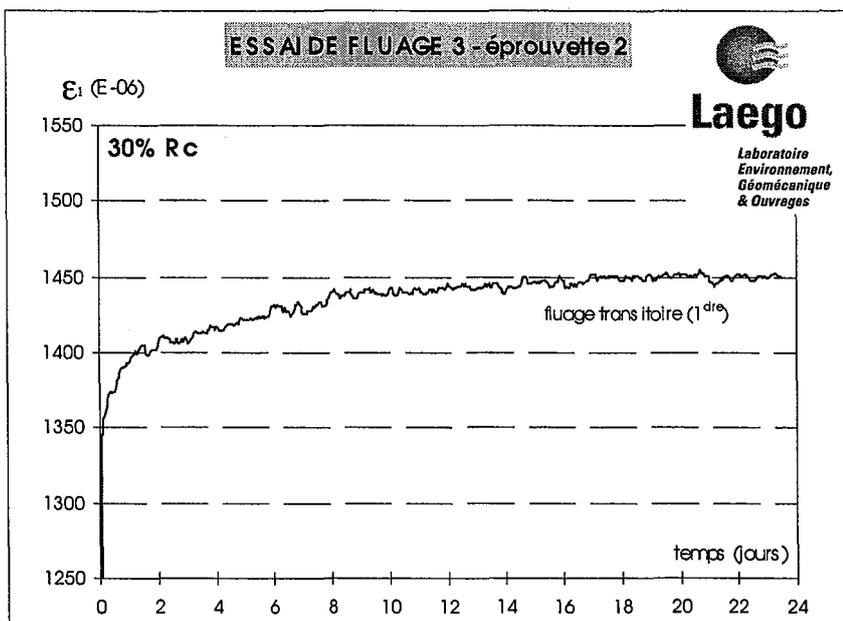
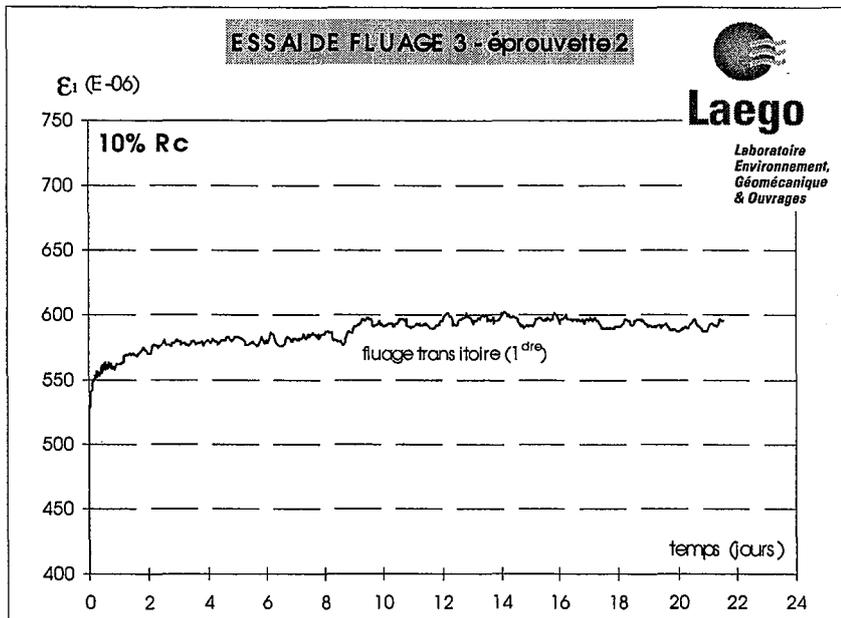
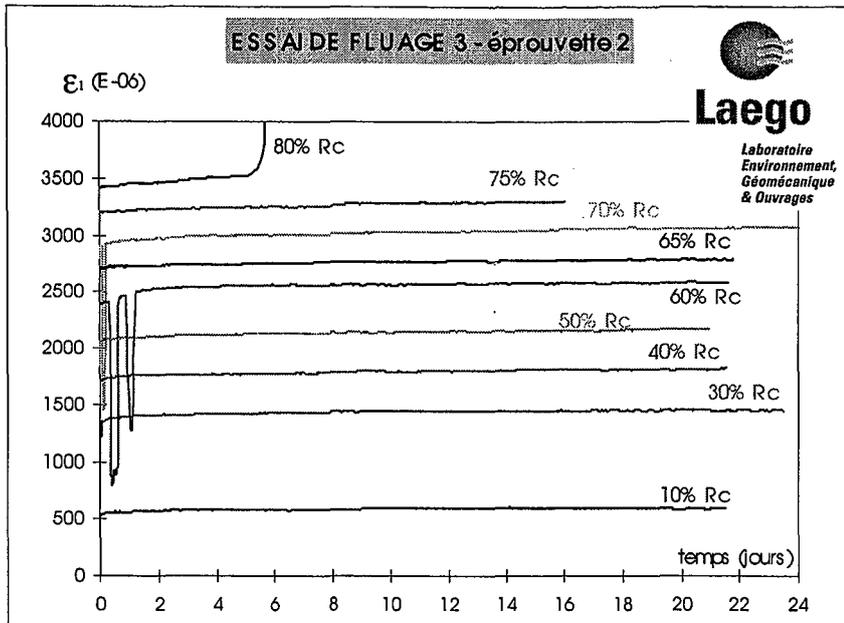


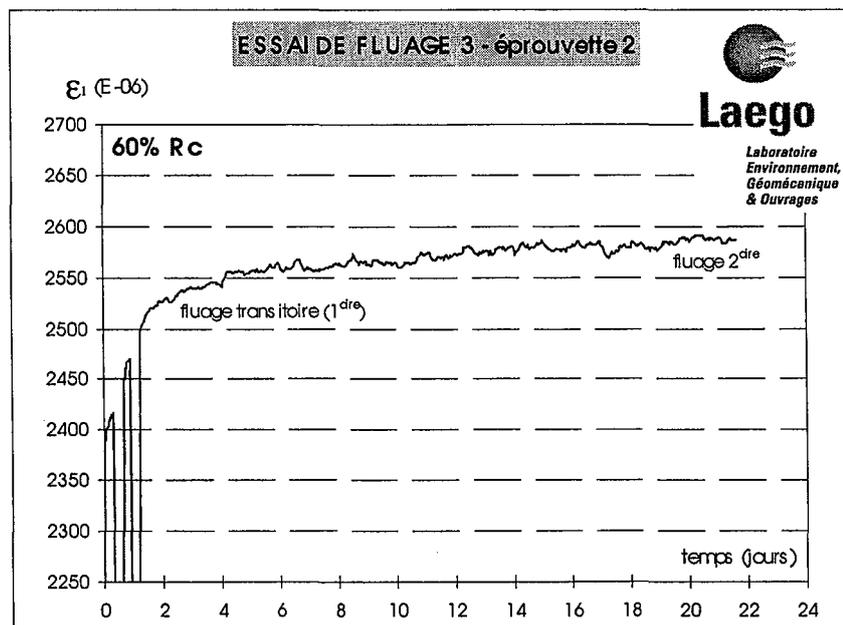
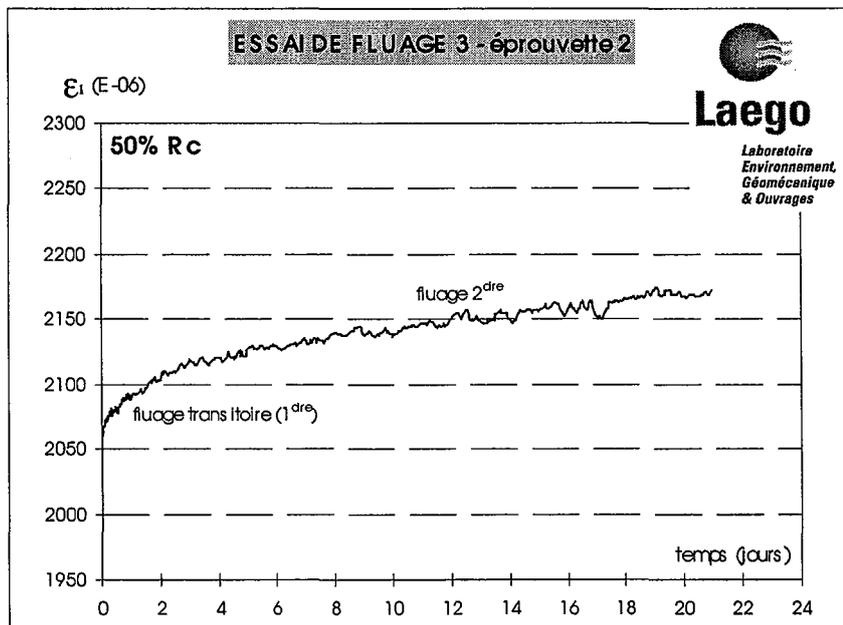
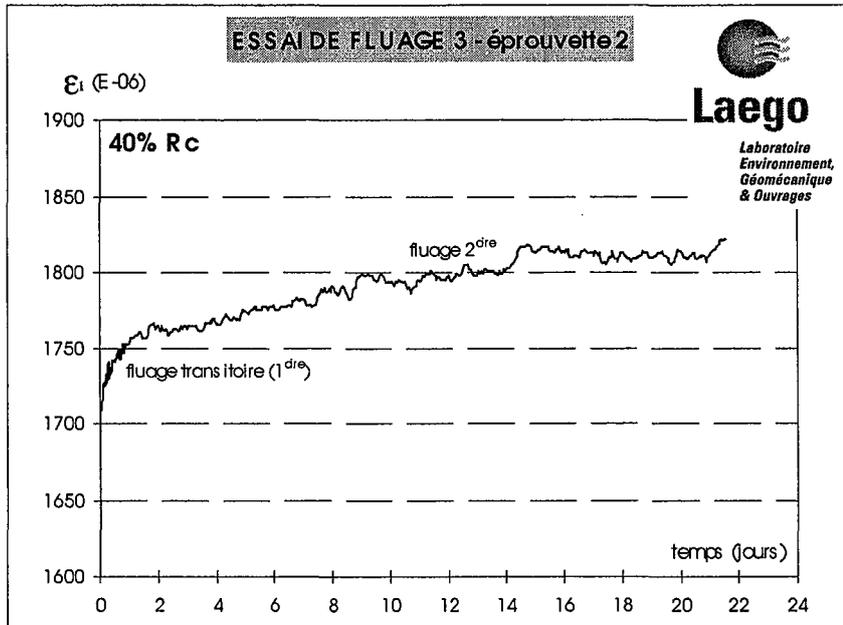


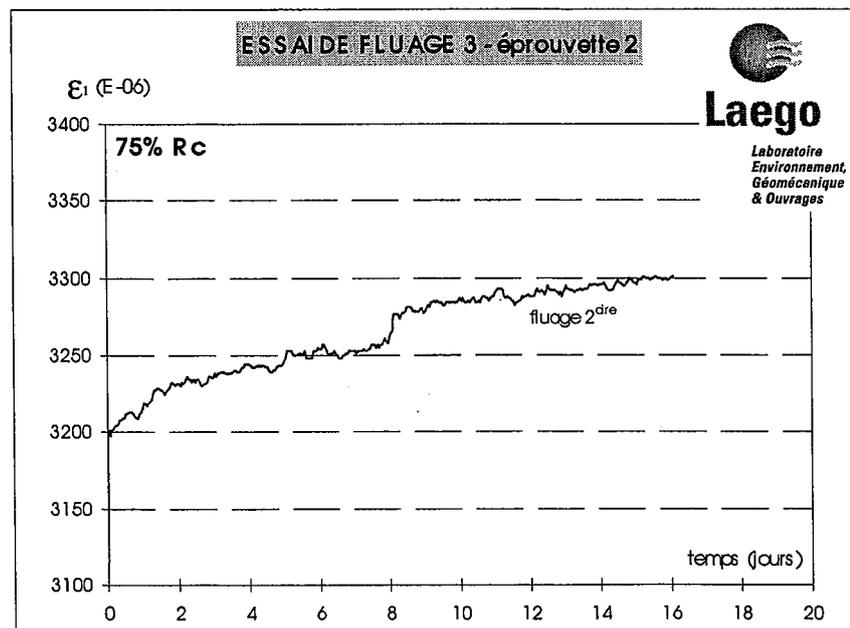
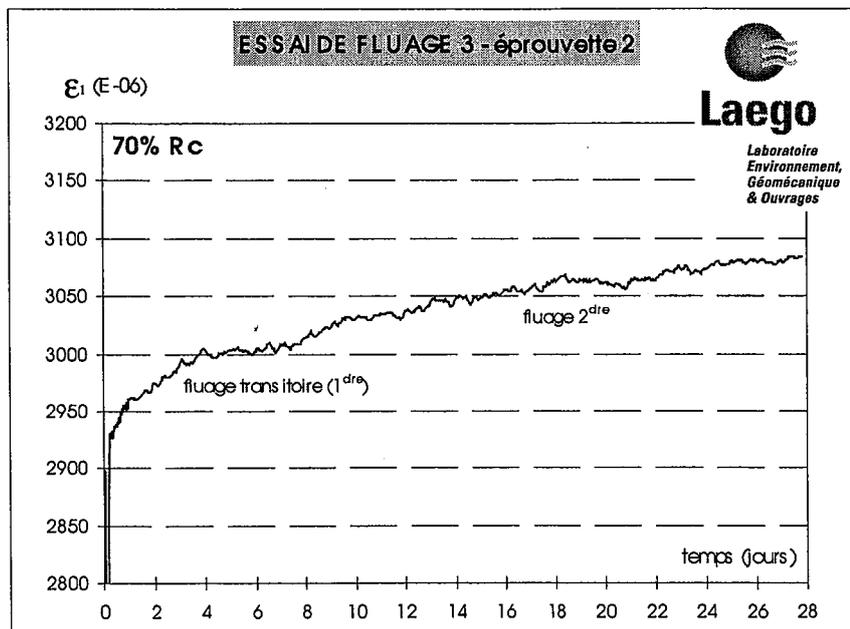
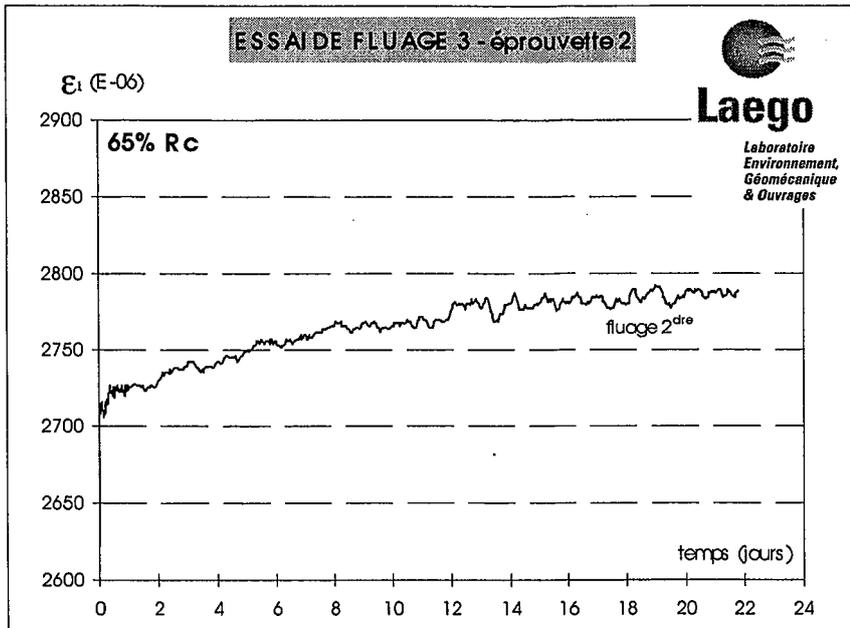


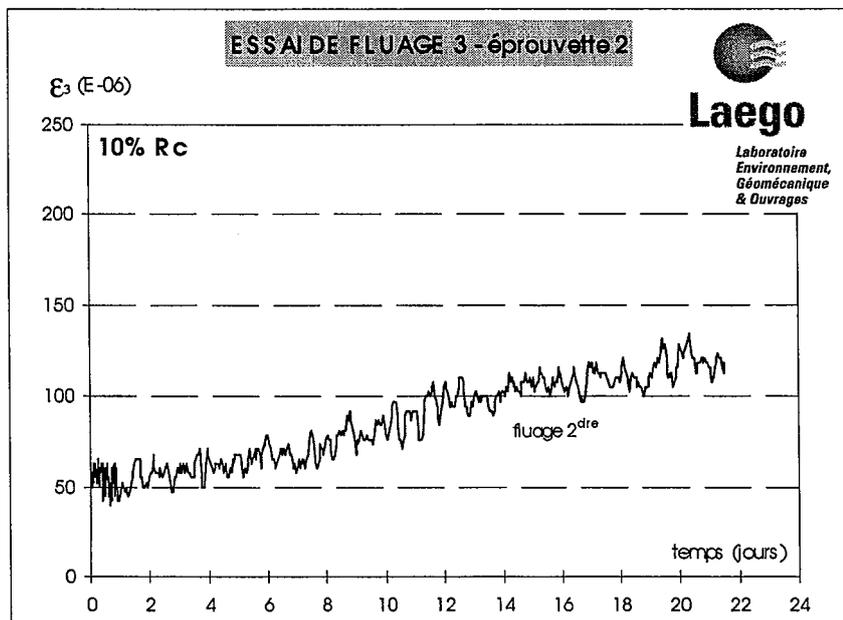
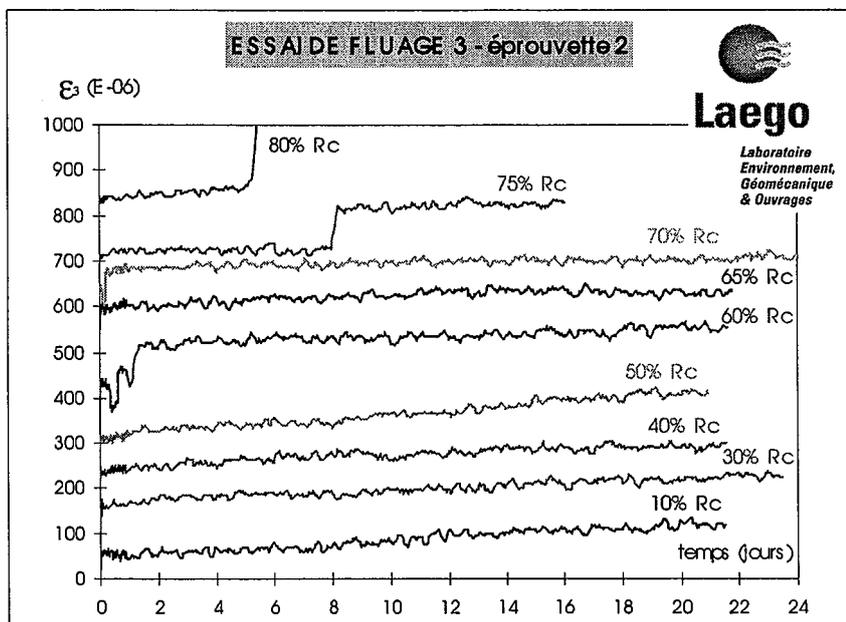
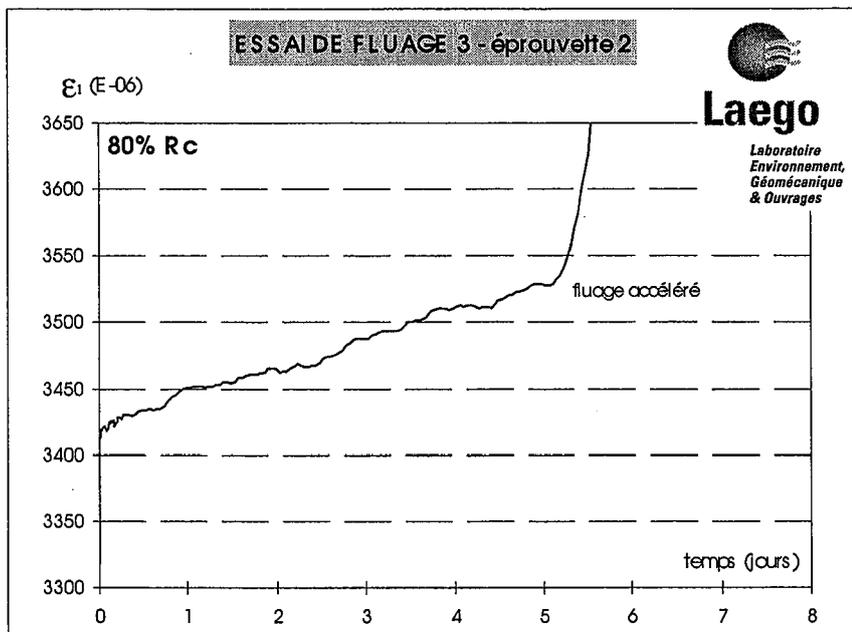


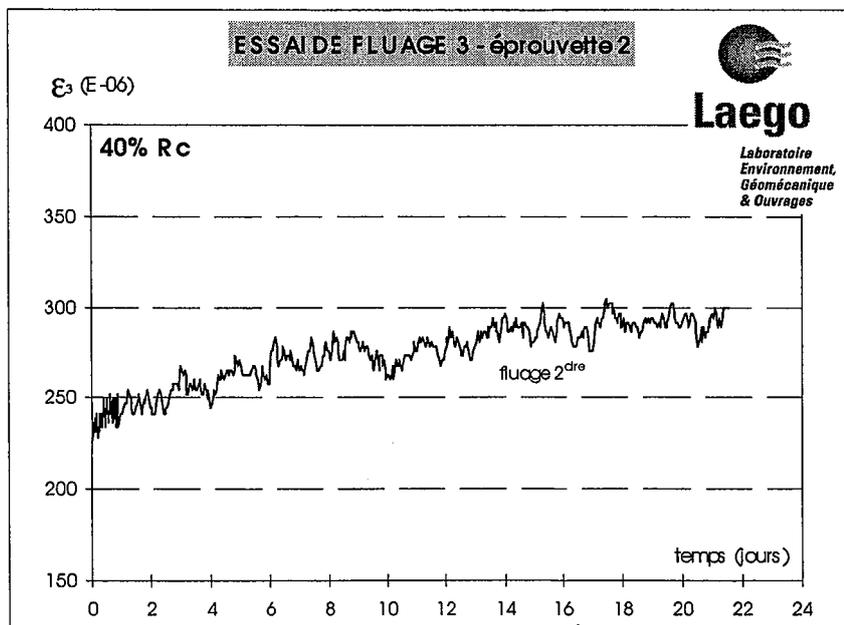
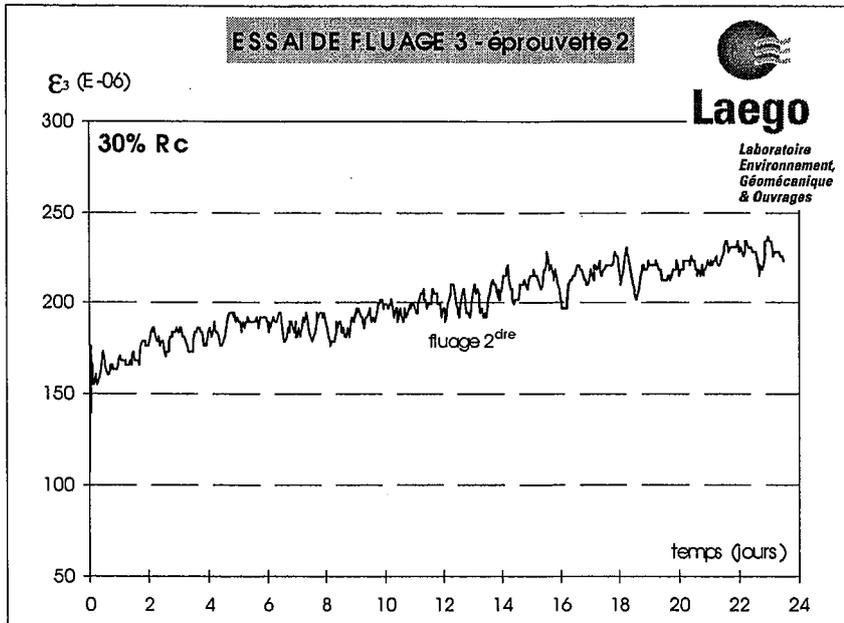


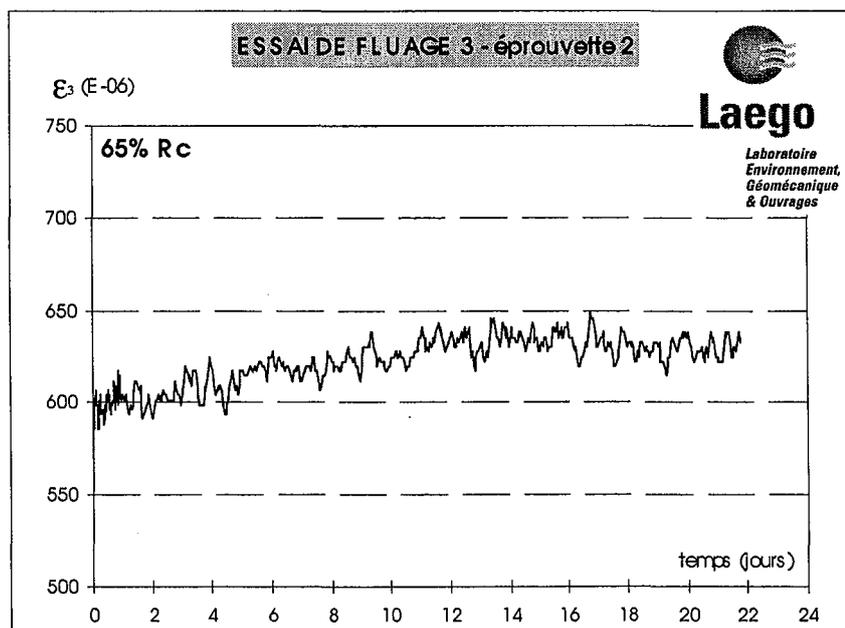
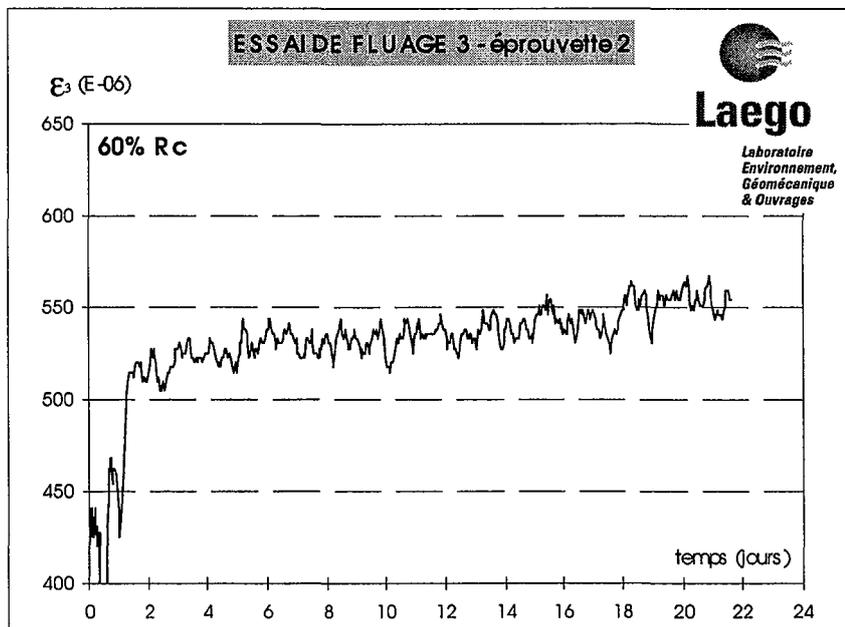
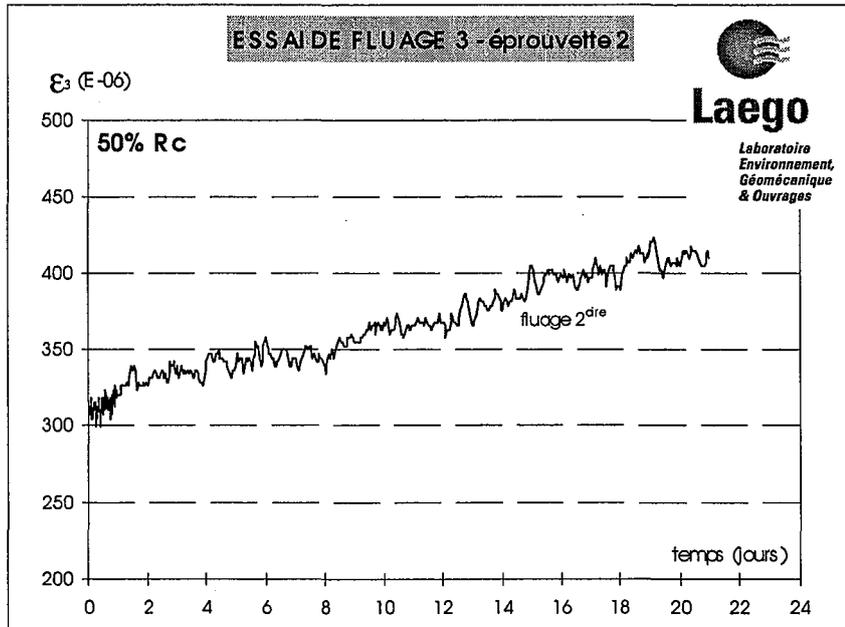


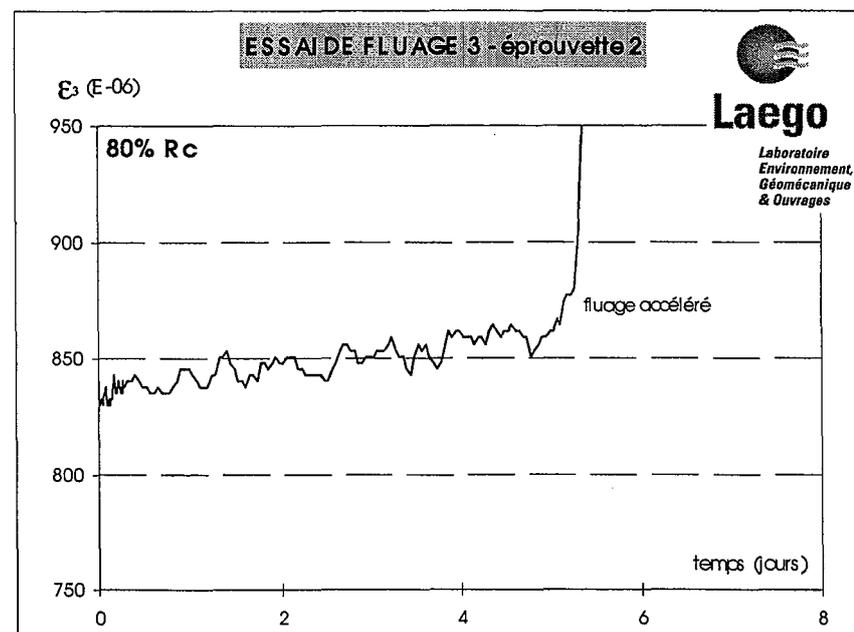
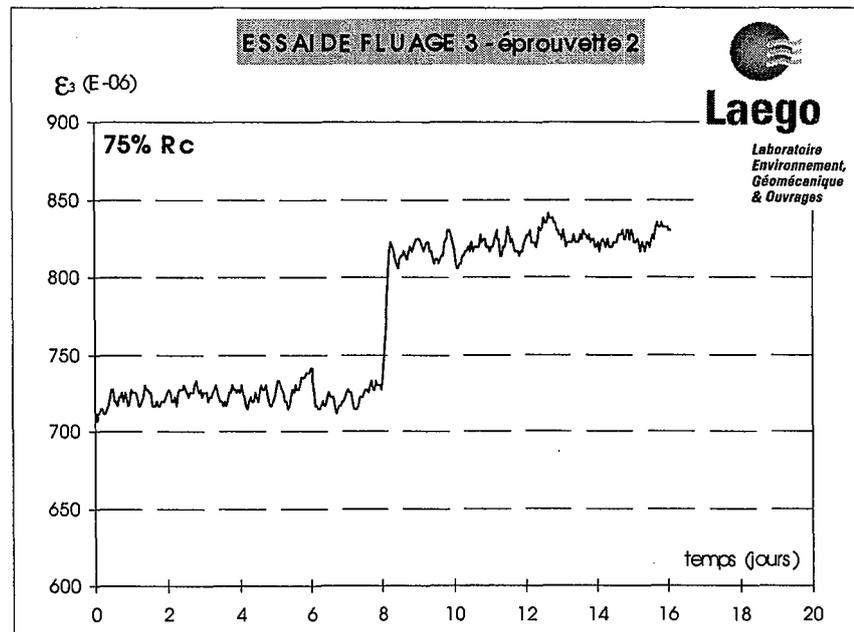
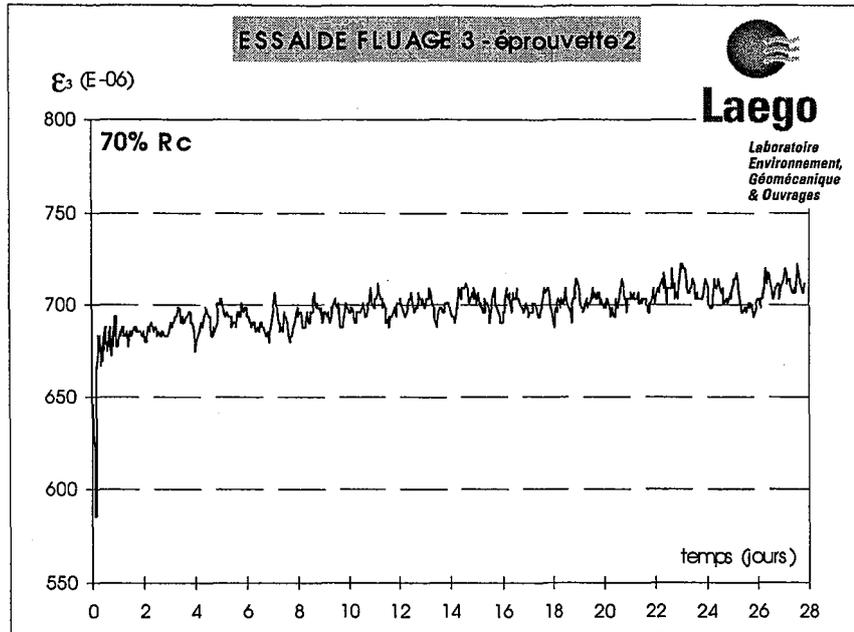


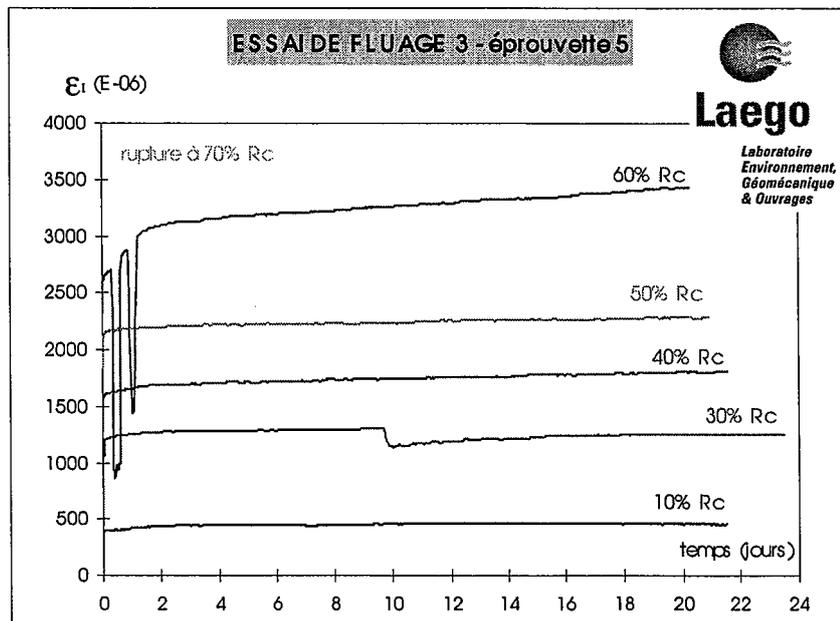
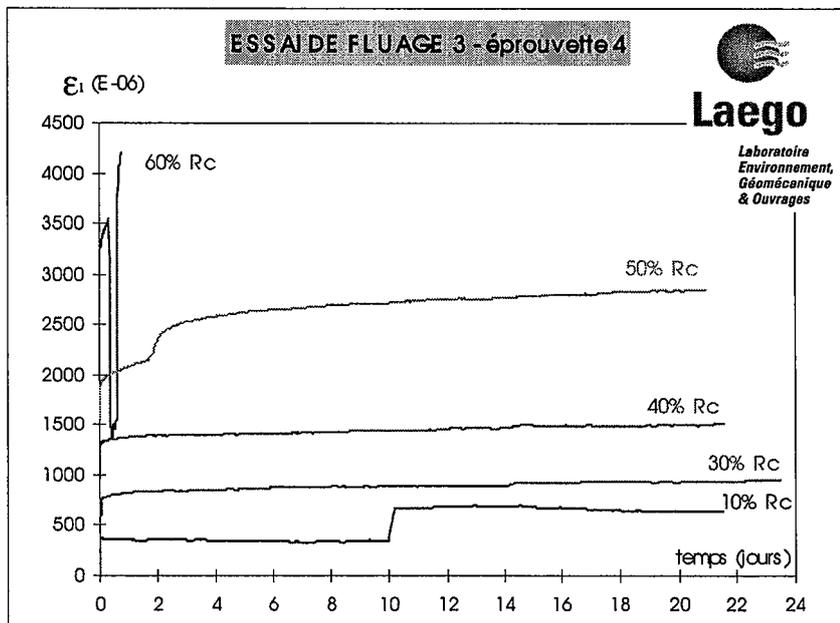
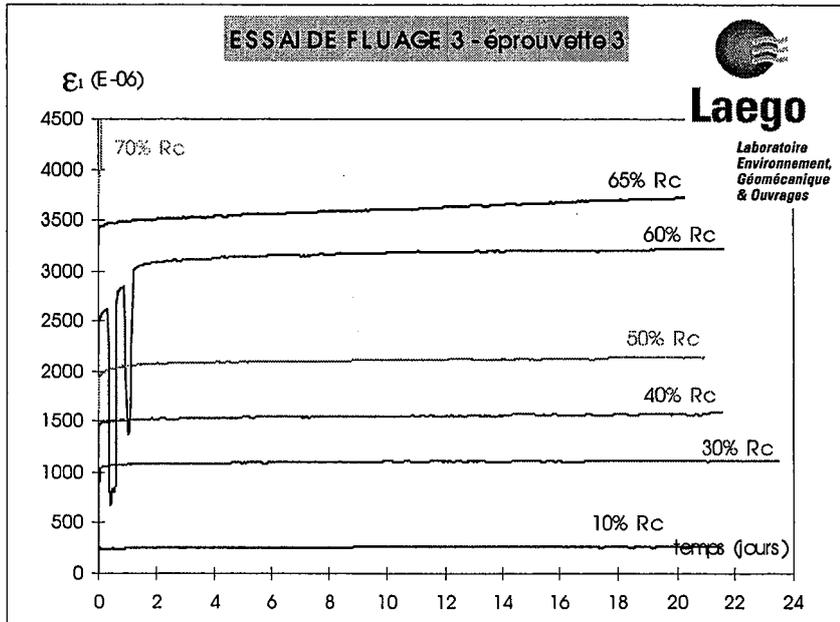












## **ANNEXE - CHAPITRE 6**

Quelques rappels sur l'effet d'échelle

## Quelques rappels sur l'effet d'échelle

L'effet géométrique correspond en fait à l'effet de l'élanement sur certains paramètres tels que la résistance en compression de la roche ou les modules élastiques. Pineau J.L. (1978) montre, en effet, que la résistance en compression pour des éprouvettes de minerai de fer pour différents diamètres (30, 50 et 80 mm) diminue avec l'augmentation de l'élanement; ceci étant surtout vrai pour les éprouvettes de  $\varnothing$  80 mm. Cependant, la dispersion des résultats de cette étude ne permet pas de conclure définitivement sur ce point. En fait, l'influence de l'élanement reste relativement faible par rapport à celle d'autres facteurs. Vigouroux (1975) propose pour le minerai de fer lorrain une relation entre la résistance et l'élanement :

$$R_c = (245 - 32.5e) \quad R_c : \text{Résistance en compression en bars} \quad e : \text{élanement}$$

La résistance de la roche diminue donc de 20% entre un élanement de 0.5 (cas du pilier du modèle) et un élanement de 2 (cas des éprouvettes de laboratoire). Le choix d'un élanement 2 pour les essais mécaniques représente un compromis entre un faible élanement, pour lequel l'état de contrainte est triaxial et non-homogène dans l'éprouvette, et un fort élanement, pour lequel l'état de contrainte est monoaxial et le risque de flambage de l'éprouvette important. Ainsi, pour un élanement 2, l'effet de fretage, responsable de forts gradients de contraintes et de déformations, est minimum.

Le volume de l'éprouvette doit être suffisamment important pour qu'elle puisse être considérée comme homogène par rapport aux grains. Dans le cas du minerai de fer lorrain, de type oolithique, la taille millimétrique des oolithes permet de considérer une éprouvette de 38 mm de diamètre comme homogène. D'autre part, la résistance diminue avec l'augmentation du volume de l'échantillon : la probabilité de rencontre d'une fissure dangereuse devient en effet plus importante. Dans ces conditions, l'effet d'échelle est plus important pour des échantillons prélevés au parement que pour des échantillons prélevés au cœur des piliers (cas des éprouvettes testées au laboratoire pour la détermination des propriétés mécaniques).

Tincelin (1975) montre, en effet, que la contrainte de rupture d'un pilier de 10 m représente environ la moitié de celle d'une éprouvette de même forme et de 10 cm de côté. Ce résultat a été obtenu par extrapolation d'essais de laboratoire pour différents diamètres (et donc différents volumes) d'éprouvettes.

L'effet d'échelle est gouverné par la combinaison de 2 facteurs : l'effet de surface et l'effet de volume. Sur la figure suivante (Fig. 1) est représentée l'évolution de la résistance du minerai de fer en fonction du volume de l'échantillon (éprouvettes homothétiques d'élanement 2) d'après les résultats de Annye et Jean-Louis Pineau.

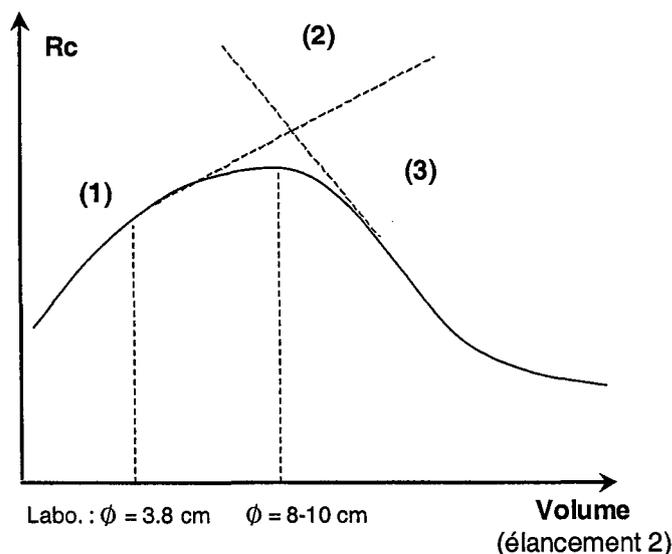


Figure 1 - Evolution de la résistance du minerai de fer en fonction du volume de l'éprouvette.

Dans la zone (1), on a un effet d'échelle inverse pour lequel l'effet de surface est prédominant. Il correspond à des éprouvettes de petite taille. Les propriétés mécaniques augmentent avec le volume du fait de la désagrégation d'une couche superficielle de l'échantillon au cours du façonnage de l'éprouvette; cette désagrégation ayant été réduite au laboratoire par l'utilisation d'eau pour la lubrification et le choix d'une vitesse de carottage faible (diminution des contraintes de cisaillement au niveau de cette couche superficielle).

Dans la zone (3), l'effet d'échelle est normal puisque l'effet de volume est prédominant. Il est lié aux imperfections de la roche (fissuration, porosité, hétérogénéités, etc.).

Dans la zone (2), on a un effet combiné de la surface et du volume. Le palier est plus ou moins net selon les roches.

Cependant, l'étude menée par Pineau A. (1975) sur l'effet d'échelle s'est confrontée à une grande dispersion des résultats, ce qui n'a pas permis de conclure sur un effet d'échelle. En effet, les propriétés mécaniques augmentent d'un diamètre de 3 cm jusqu'à un diamètre de 12 cm, mais avec un minimum de résistance pour un diamètre de 5 cm. Cette particularité s'explique par la présence d'une structure mécanique qui représente toute hétérogénéité ou tout caractère de la roche induisant une variation non négligeable des propriétés mécaniques. Si cette structure existe, la taille de l'éprouvette doit être suffisamment grande pour contenir cette structure, ce qui n'est pas le cas pour l'éprouvette de 5 cm de diamètre.

L'étude de régionalisation métrique menée sur le minerai de fer (Pineau A. 1975) a mis en évidence différentes structures mécaniques :

- Structure millimétrique à centimétrique : structure en oolithes.
- Structure décimétrique (15 à 40 cm) : rognons calcaires, zones peu poreuses, stratification entrecroisée, etc.
- Structure métrique ou de dimension supérieure.

L'éprouvette de 5 cm de diamètre se situe donc à cheval entre plusieurs structures décimétriques; ce qui explique la faiblesse de sa résistance (la limite entre 2 structures représente une faiblesse mécanique).

Pour conclure en ce qui concerne cet effet d'échelle, les propriétés mécaniques dépendent de la géologie de la formation, ferrifère en l'occurrence : minerai plus ou moins carbonaté (calcaire et sidéritique). En effet, il est apparu au cours de l'expérimentation que le minerai carbonaté est plus résistant que la ferri-arénite. Ce résultat est d'ailleurs normal puisque ce faciès est beaucoup moins poreux et que le ciment assurant des liens diagénétiques forts et donc la cohésion des oolithes est plus abondant. Dans la littérature, l'étude de l'effet d'échelle est souvent appliquée à des cas beaucoup moins difficiles à analyser et sur un nombre d'individus plus important, ainsi les conclusions statistiques sont moins discutables. Sur ce point, l'existence de l'effet d'échelle sur ce type de roches est controversé (Lunborg et Hudson dans Pineau A. 1975). Toutefois, l'effet de surface (détérioration d'une couche externe lors du façonnage) et l'effet de volume (ou effet statistique des défauts) sont admis : les roches fissurées présentent l'effet de volume ou effet d'échelle normal. De plus, un autre effet d'échelle, lié à la géologie même, existe réellement.

**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR  
**Monsieur BEREST Pierre, Professeur, Ecole Polytechnique, Palaiseau**  
**Monsieur KONDO Djimedo, Professeur, Université de Lille, Villeneuve d'Ascq**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur GRGIC Dragan**

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

**"Comportement à court et à long terme des mines de fer abandonnées de Lorraine".**

en vue de l'obtention du titre de :

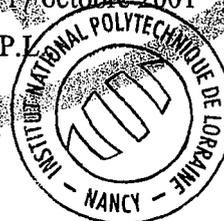
**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

Spécialité « **Génie Civil – Hydrosystèmes – Géotechnique** »

Fait à Vandoeuvre, le 17 octobre 2001

Le Président de l'I.N.P.L.

J. HARDY



NANCY BRABOIS  
2, AVENUE DE LA  
FORET-DE-HAYE  
BOITE POSTALE 3  
F - 54 001  
VANDOEUVRE CEDEX

**SCD INPL BRABOIS**

OUVERT DU LUNDI AU VENDREDI  
8h30-18h30  
tel : 03 83 59 60 20

**DATE LIMITE DU PRET :**

**08 JAN. 2007**

## Résumé

Des effondrements d'anciennes exploitations de minerai de fer, formées de chambres et piliers; se produisent en Lorraine dans des zones occupées par les infrastructures et les habitations. Les stots de protection, censés protéger ces zones sensibles, sont abandonnés depuis près de 100 ans pour certains et les piliers sont ainsi exposés à l'atmosphère minière. L'inondation des galeries, provoquée par l'arrêt des pompages d'exhaure, a pu être invoquée pour expliquer des effondrements localisés. L'objet de ce travail de thèse est d'apporter des éléments de solution susceptibles d'expliquer ces effondrements. Pour cela, on établit un modèle de comportement rhéologique à court et à long terme pour les roches de la formation ferrifère à partir d'études expérimentales. Les roches caractérisées sont le minerai de fer de la couche grise et les intercalaires marneux formant le toit des galeries exploitées de grise.

L'étude des caractéristiques physiques du minerai de fer et des marnes intercalaires a été réalisée. Le vieillissement minéralogique du minerai de fer formant les piliers et exposé à l'atmosphère minière oxydante a été prouvé, de même que l'influence des bactéries sur ce phénomène. Le vieillissement s'inscrit à la suite du processus d'évolution diagénétique et se traduit à l'échelle macroscopique par une diminution des propriétés mécaniques de la roche, notamment sa cohésion, dans des proportions importantes.

Le comportement mécanique des roches a été étudié à partir d'une série d'essais hydromécaniques ayant servi de base à l'élaboration d'une loi de comportement élasto-plastique. Cette loi continue permet de reproduire le comportement du matériau dans les phases pré- et post-pic. L'étude du comportement différé du minerai de fer a nécessité la réalisation d'essais de fluage, conduits par paliers successifs de contrainte et en compression monoaxiale. Une loi de fluage, basée sur une généralisation du modèle de Lemaitre au cas des matériaux plastiquement dilatants comme le minerai de fer, a été proposée. La loi de fluage a été couplée à la loi élasto-plastique afin de prendre en compte leur influence mutuelle.

La bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les simulations numériques et analytiques ont montré la capacité du modèle couplé à prédire le comportement à court et à long terme des roches étudiées. Ces lois ont été implantées dans un code de calcul numérique. Dans un cadre continu et en considérant une géométrie bidimensionnelle, les simulations ont montré que l'augmentation du taux de défrètement, le vieillissement, ainsi que les effets différés sont les paramètres qui déterminent la stabilité à court ou à long terme d'un modèle pilier-chambre.

**Mots-clés :** mines de fer, effondrements, vieillissement, eau, comportement hydromécanique, fluage, couplage.

## Abstract

Mining collapses occur in Lorraine above old room-and-pillar iron mines. However, these partial recovery areas are always filled by houses and surface infrastructures. The safety pillars, which are supposed to protect sensitive zones, are abandoned since many decades (a century for some ones) and exposed to the mining atmosphere. The mine flooding, caused by drainage pumps stop, can explain some mining collapses. The purpose of this work is to put some solutions to these collapses. So, a rheological model to predict the short- and long-term behaviour is proposed from laboratory tests performed on the mine rocks. The studied rocks are iron ore "gray" layer and marlaceous interlayer of the "gray" layer roof.

The study of iron ore and marlaceous interlayer physical properties was carried out. The mineralogical ageing of iron ore pillars exposed to the mining atmosphere, and the bacteria action on this phenomenon, have been shown. The ageing differs from diagenetic evolution and results on a macroscopic scale in an important decrease of iron ore mechanical properties as the cohesion.

The rocks mechanical behaviour was studied from hydromechanical laboratory tests and a constitutive law was proposed. This continuous law allows predicting the material behaviour in pre- and post-peak regions. A long-term constitutive law was also proposed according to creep tests performed on iron ore. It consists in a generalization of the three-dimensional Lemaitre law for materials with plastic dilatancy as the iron ore. In order to take account of the mutual influence between plasticity and creep, both laws were coupled.

The good agreement between experimental curves and the numerical and analytical simulations showed the capacity of the coupled model to predict the short- and long-term behaviour of the studied rocks. The implantation of these laws in a numerical code was performed. Within a coupled framework and by considering a two-dimensional geometry, simulations showed that extraction proportion increase, ageing and creep are the parameters that determine the short or long-term stability of room and pillar systems.

**Key words :** iron mines, collapses, ageing, water, hydromechanical behaviour, creep, coupling.