# Observations au MEB environnemental de l'influence de l'eau sur le comportement des craies dans le contexte des carrières souterraines

Claudia Sorgi, Vincenzo de Gennaro

▶ **To cite this version:**

Claudia Sorgi, Vincenzo de Gennaro. Observations au MEB environnemental de l'influence de l'eau sur le comportement des craies dans le contexte des carrières souterraines. Risques géotechniques et environnement liés à l'aménagement, 2006, Lyon, pp.IV_97-104. ineris-00089049

**HAL Id: ineris-00089049**

**https://ineris.hal.science/ineris-00089049**

Submitted on 9 Aug 2006

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# OBSERVATIONS AU MEB ENVIRONNEMENTAL DE L'INFLUENCE DE L'EAU SUR LE COMPORTEMENT DES CRAIES DANS LE CONTEXTE DES CARRIERES SOUTERRAINES

Claudia SORGI[1] et Vincenzo DE GENNARO[2]

[1] INERIS, Direction des Risques du Sol et du Sous-Sol, Parc Technologique ALATA, BP n° 2, 60550 Verneuil-en-Halatte – France;

[2] ENPC (CERMES, Inst. Navier), 6-8 Av. B. Pascal, F 77455 Marne-la-Vallée Cedex 2 - France;

**RÉSUMÉ** -
La communication présente les premiers résultats d'observations effectuées au Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Très utilisé dans plusieurs domaines, cet outil n'a pas encore été suffisamment mis à profit dans le domaine de la géotechnique. Grâce à un certain nombre de développement le MEB Environnemental de l'INERIS permet de suivre l'évolution et le comportement d'échantillons soumis à des cycles de saturation/désaturation.

## 1. Introduction

Dans un objectif de développement durable et d'aménagement du territoire, une gestion optimale des zones à risque est indispensable. Dans le cas d'ouvrages souterrains (cavités naturelles, anciennes carrières, mines), l'évaluation du risque nécessite l'identification des mécanismes d'évolution des propriétés des massifs rocheux. Dans le cas des craies, matériau largement exploité en sous-sol en France, cette évolution est souvent lente et se traduit par des changements de la structure et de la texture de la roche, généralement imperceptibles à l'œil nu, qui peuvent affecter l'intégrité de la matrice rocheuse à long terme et conduire à une diminution importante des caractéristiques mécaniques de la roche, à l'échelle macroscopique.
Des expériences de laboratoire ont mis en évidence que le comportement mécanique de cette roche dépend de sa nature multiphasique et de l'interaction entre l'eau, l'air et le squelette du matériau rocheux. Cette constatation peut être élargie au cas plus général d'un fluide non-mouillant en interaction avec l'eau et le squelette. Ainsi, l'effet d'une augmentation de la saturation en eau se traduit par une perte significative de résistance, par des déformations irréversibles (effondrement des pores, "pore collapse" en Anglais) et par une diminution des paramètres mécaniques (Masson 1973; Bonvallet 1979; Matthews & Clayton, 1993; Schroeder & Shao, 1996; Bell et al. 1999; Gutierrez et al. 2000; Risnes et al. 2003; De Gennaro et al. 2003 et 2004).
Afin de prendre en compte le couplage hydro-mécanique dans un diagnostic de stabilité, des échantillons de craie provenant d'une carrière souterraine de craie située sur la commune d'Estreux, dans le département du Nord, ont été observés au MEB environnemental. Ces échantillons ont été soumis à des cycles de saturation/désaturation et un protocole d'essais visant à quantifier les modifications de la structure qui interviennent après chaque cycle a été établi.
En particulier, nous avons suivi l'évolution des échantillons au travers de cartographies aux rayons X et de modèles numériques 3D de la surface.

## 2. La carrière d'Estreux

La carrière d'Estreux est située dans le Nord, environ dix kilomètres à l'Est de l'agglomération de Valenciennes (Fig. 1). Exploitée par la méthode des « chambres et piliers abandonnés »,

elle est caractérisée par des galeries d'environ 3 m d'hauteur (aujourd'hui réduites à 2 m du fait de la mise en place d'un remblai sur presque la totalité de la carrière) et entre 2 m et 3 m de largeur. Les piliers, de section carré ou rectangulaire, varient de 1,5 m à 4,5 m de coté. Le taux de défruitement qui en résulte (rapport entre le volume extrait et le volume du matériau laissé en place) est d'environ 78%. Pendant l'exploitation aucun effondrement important n'a été répertorié. Cependant, la stabilité de la carrière n'est pas, pour autant, assurée dans le long terme.

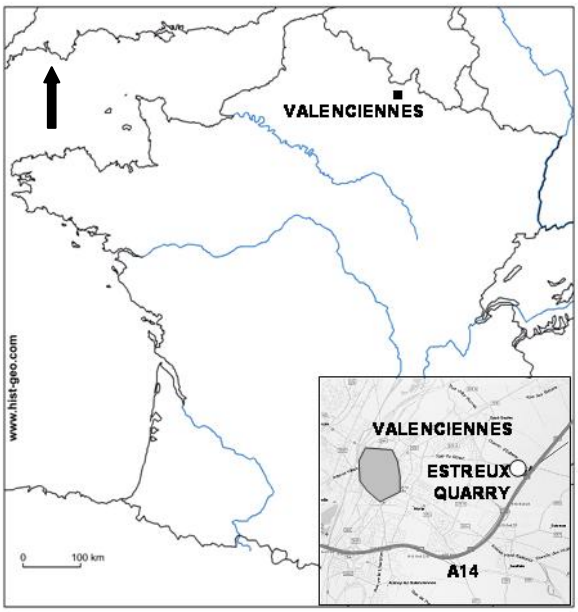


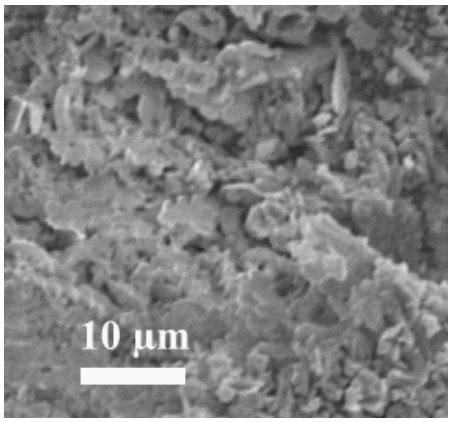

Figure 1. Localisation de la carrière d'Estreux.

L'instrumentation en 2003 d'un pilier et d'une galerie de cette carrière a permis de prendre conscience de l'environnement auquel les piliers sont exposés. Aujourd'hui, on sait que, dans la carrière (ennoyée dans le passé à plusieurs reprise), l'hygrométrie varie entre 80% et 100%, la température entre 11° et 13° C et que les déformations du pilier et de la galerie suivent les variations de températures.
Afin de comprendre l'influence de la variation de ces paramètres sur les modifications microstructurales qui pourraient être à l'origine de l'altération dans le temps des caractéristiques de la craie susceptible de donner naissance à des instabilité de terrain à l'échelle du massif, une caractérisation physico-chimique de cette craie a été réalisée en laboratoire.

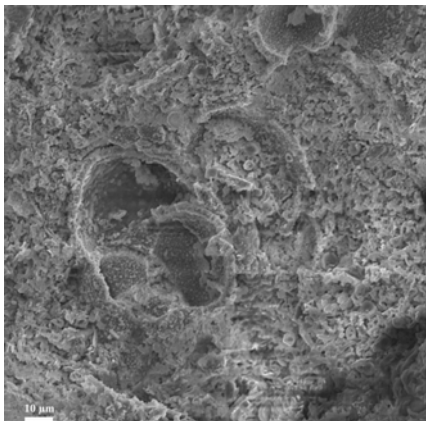
## 3. La craie d'Estreux

La craie d'Estreux est un sédiment marin qui date d'environ un million d'année. Les images prises au microscope électronique à balayage (MEB) montrent la présence d'une matrice argileuse et de microfossiles (Fig. 2b). La porosité varie entre 35% et 37 %.
Afin de quantifier l'interaction eau-roche sur le comportement de cette craie, des courbes de rétention, précisant la relation entre la succion air-eau $s_o$ et le degré de saturation en eau $S_{rw}$, ont été déterminées. La façon dont ces courbes ont été obtenues est discutée dans De Gennaro et al. (2006).
Sur la figure 3, on remarque d'abord une faible hystérésis entre la courbe d'imbibition et de drainage, à relier à la variabilité de la taille du réseaux poreux de la craie. En effet, les mécanismes de remplissage et de vidange de l'espace poreux ne sont pas les mêmes, à cause des rayons d'accès différents et de la géométrie variable des pores.
Le point d'entrée d'air, niveau de succion à partir duquel, partant de l'état saturé, la craie

commence à perdre de l'eau ($S_{rw}$ diminue) est relativement élevé, environ 1500 kPa.




a)



b)

Figure 2. Images au MEB de la craie d'Estreux.

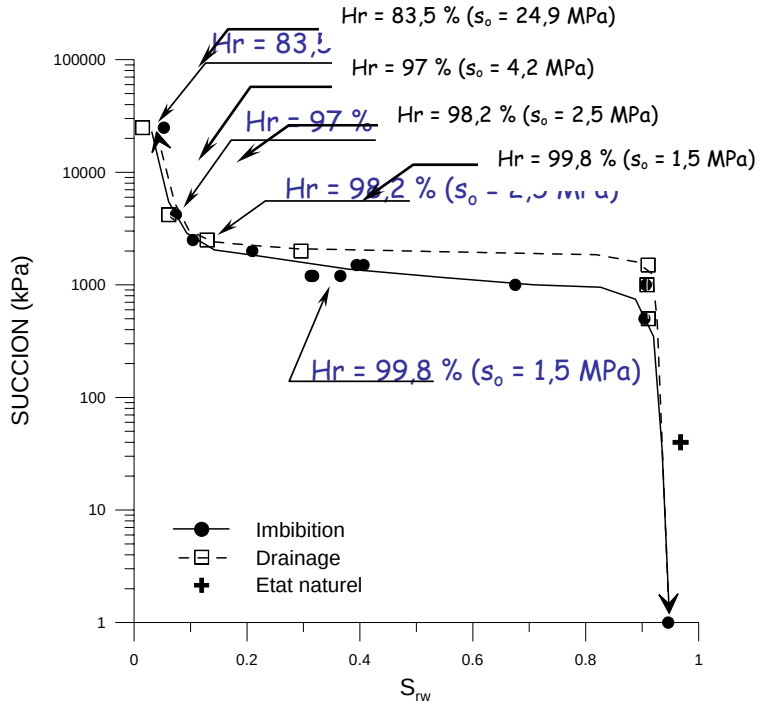



Figure 3. Courbes de rétention de la craie d'Estreux (De Gennaro et al., 2006).

Il est intéressant de noter que la désaturation complète s'obtient pour des valeurs très élevées de succion ($s_o$ = 25 MPa). Ceci tient probablement à la glauconie présente dans la roche. Il est important de signaler que pour une succion égale à 25 MPa, correspondant à une humidité relative de 83,5%, la roche est pratiquement désaturée.

De plus, il est intéressant de noter comme la saturation ou désaturation (selon qu'on suit un chemin d'imbibition ou de drainage) de la roche se fait brusquement pour des faibles changements de succion.

Or, sachant que l'humidité relative dans la carrière varie entre 80% et 100%, on comprend que ces variations puissent générer d'importants changements de l'état de saturation de la roche, notamment si elles contribuent à lui imposer des cycles réguliers et rapides d'imbibition et de drainage. Les modifications de succion associées aux changements de l'état de saturation interviennent comme un chargement additionnel auquel la craie est soumise.

Afin de quantifier ces modifications microstructurales, des échantillons de la craie d'Estreux soumis à des cycles de saturation et désaturation ont été observés au MEB environnemental.

## 4. Le MEB environnemental

Le Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE) offre la possibilité d'observer des échantillons à des conditions de température, de pression et d'hygrométrie contrôlées.
Il permet d'observer les échantillons suivant trois modes de vides différents : en mode classique « high vacuum » ( 10 - 6 mbar ) et « low vacuum » ( 0,1 – 1,33 mbar ), ou « environnemental » ( 1,33 – 26 mbar ). Le mode environnemental supprime totalement les effets de charges et permet l'observation d'échantillons sans aucune préparation préalable (comme les métallisations à l'or ou au carbone, indispensables en mode classique) et ainsi de préserver la structure des échantillons et leur teneur naturelle en eau.
Il est possible d'observer de façon dynamique des matériaux en atmosphère gazeuse de composition donnée (enrichie en azote, vapeur d'eau, gaz réducteur ou oxydant). Par ailleurs, grâce à un système de microanalyse-X et à un détecteur des électrons rétrodiffusés, il est possible d'effectuer des analyses chimiques non destructives (sous forme de spectrogrammes ou de cartes de répartition).
Par effet Peltier, il est possible d'imposer une température donnée et, à travers le contrôle de la pression dans la chambre d'observation, d'effectuer des analyses sous hygrométrie contrôlée. En effet, en se basant sur le diagramme d'état de l'eau il est possible de calculer l'humidité relative dans la chambre à partir des valeurs de pression et de température imposées (Fig. 4).

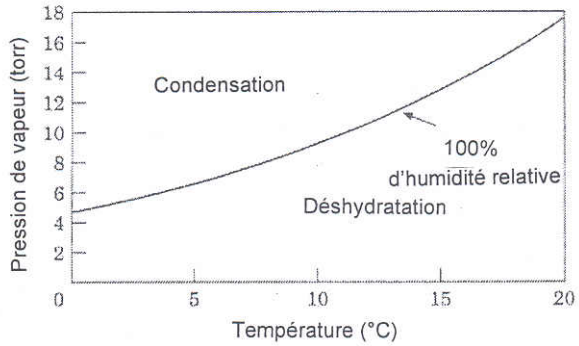



Figure 4. Courbe de la pression de vapeur saturée de l'eau (Thiel and Donald, 1998).

Pour cette recherche, le MEB environnemental FEI Quanta 400 de l'INERIS, a été utilisé.

## 5. Conditions opératoires et protocole d'essais

Afin d'obtenir une surface d'observation qui reflète au mieux les caractéristiques structurales interne de la roche, les échantillons ont été préparés par lyophilisation (Delage et al., 1982). Ce procédé combine l'action du froid et du vide en provoquant la sublimation de l'eau (passage de l'eau de l'état solide à l'état vapeur sans transition par la phase liquide). L'intérêt d'une telle technique réside à la fois dans la possibilité de désaturer un échantillon sans altérer la microstructure de la roche et d'obtenir une surface de rupture régulière par simple incision et écartement de deux parties de la roche. La régularité de la surface d'observation est l'une des conditions indispensables pour réaliser des observations de bonne qualité au MEBE.
Une fois la surface d'observation préparée, les échantillons ont été usinés pour atteindre les dimensions finales de 10mm × 6mm × 3mm. Une épaisseur maximale de 3mm s'est avérée nécessaire pour assurer que la stabilisation de l'échantillon au regard des différents états de saturation imposés puisse se faire dans des temps raisonnables (de l'ordre d'une heure).

La température étant un paramètre qui influe sensiblement sur la qualité de l'image dans les observations au MEBE, nous avons cherché, autant que possible, d'imposer une température dans la chambre la plus proche possible de celle enregistrée dans la carrière.
Les différents stades de saturation/désaturation ont ensuite été imposés par contrôle de la pression, en balayant des hygrométries variant entre 100% et 60%.
Pendant chaque phase, une photo a été prise tous les deux minutes et l'ensemble des clichés a pu être monté pour constituer une vidéo.
Avant toute manipulation et après chaque cycle de saturation/désaturation, un bilan microstructural a été effectué en réalisant des photos, une cartographie des éléments chimiques ainsi qu'une reconstruction 3D de la surface à l'aide d'une méthode d'analyse d'images stéréophotogrammétriques. La reconstruction 3D de la surface a été réalisée a l'aide d'un logiciel qui calcule automatiquement les points communs à deux images stéréogrammétriques (Mex). La base de données ainsi établie peut ensuite être visualisée et analysée sous différentes formes (profils topographiques, images en fausses couleurs des profondeurs, etc.).

## 6. Résultats

Nous présentons ici les touts premiers résultats de la recherche. Ceux-ci montrent la nécessité de poursuivre la mise au point des techniques utilisées, mais, en même temps, ils encouragent à poursuivre l'utilisation du MEBE dans ce domaine d'étude.
Un premier essais a été effectué en imposant une succession hydratation/déshydratation/hydratation à un échantillon de la craie d'Estreux. Les observations ont été réalisées à 1500 agrandissements sur une zone de l'échantillon où était présent un cristal noyé dans la matrice poreuse (Fig. 5a). Il a pu être constaté qu'après une première phase d'hydratation, une diminution d'hygrométrie entraîne le drainage de l'eau et avec celui-ci l'ouverture d'une fissure au contact cristal/matrice (Fig. 5b). Ce phénomène, réversible lors d'une phase d'hydratation successive (Fig. 5c), peut partiellement s'expliquer par le développement de forces capillaires croissantes au sein des pores, lors de la diminution de la teneur en eau. Ces forces entraînent une contraction des pores et, d'une manière générale, celle de la matrice. Ainsi, un cristal (à comportement rigide) aura tendance à s'écarter de la matrice en contraction, ceci se traduisant par la formation de la fissure. Lors d'une nouvelle hydratation, la pression interstitielle augmente au sein de l'espace poreux, avec un relâchement des forces capillaires, ce qui entraîne une expansion de la matrice et la fermeture des fissures qui s'étaient formées au contact des cristaux (Fig. 5d).
D'autres mécanismes peuvent être évoqués pour expliquer l'ouverture/fermeture de fissures lors de cycles de saturation/désaturation : on pense par exemple, aux phénomènes liés à la physico-chimie qui ont une grande importance dans les roches carbonatées. Dans la suite de nos recherches, il est en effet prévu de s'intéresser à ces phénomènes notamment au travers d'une caractérisation et quantification de la glauconie et d'une analyse poussée de l'évolution des éléments chimiques au cours des essais.

Un deuxième essai a été réalisé en effectuant les observations à 800 agrandissements et en imposant à l'échantillon quatre cycles consécutifs d'hydratation/déshydratation. La réalisation de vidéo pendant les essais a permis de constater qu'à cette échelle l'interaction eau/roche se traduit à la fois par le creusement et l'élargissement des dépressions (pores) et par l'érosion des aspérités de la surface avec comblement partiel des dépressions. Ce dernier phénomène semble être lié à un mécanisme essentiellement physique (érosion, transport et dépôt) en opposition au premier qui, lui, trouverait une explication dans l'activation de réactions chimiques entre l'eau stagnante dans la dépression et les parois du pore.
Afin de quantifier ces modifications structurales, nous avons reconstitué un modèle numérique 3D de la surface de l'échantillon. Les images en fausses couleurs reproduisant la topographie de l'échantillon après chaque fin de cycle sont présentées sur la Figure 6. On notera que, pour

le quadrant SW des images correspondant à l'échantillon avant essais et après deux cycles d'hydratation/déshydratation (Fig. 6a et 6c), il n'a pas été possible de reconstruire le modèle 3D du fait d'une mauvaise mise au point, dans ce secteur, des deux images stéreophotogrammétriques de départ. Dans ce cas, le logiciel ne dispose pas d'un nombre suffisant de points communs sur les deux images pour permettre la reconstruction.

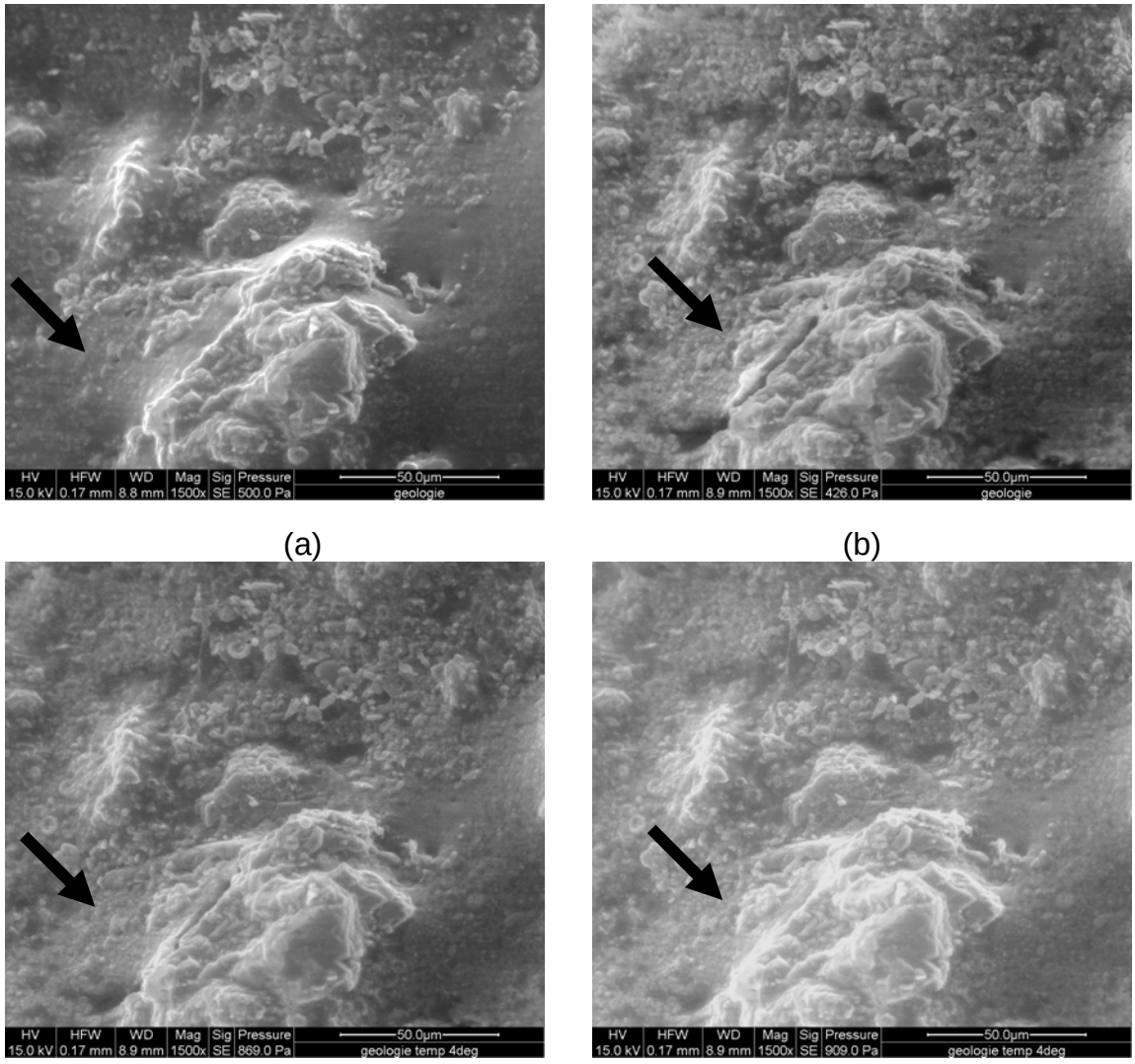



Figure 5 : (a) & (b) ouverture d'une fissure dans la craie lors de la désaturation ; (c) & (d) fermeture de la même fissure lors d'une deuxième saturation de l'échantillon.

Ce problème technique n'a, pour autant, pas empêché de quantifier dans la zone centrale des images les phénomènes observés sur les vidéos.

Au début de l'expérience, cette zone est caractérisée par une dépression (assimilable à un pore) entourée par des zones en relief présentant une morphologie très irrégulière. Au fur et à mesure que les cycles d'hydratation/déshydratation se succèdent, ces parties en relief sont érodées et la morphologie devient de plus en plus douce. A partir de la première phase d'hydratation, l'eau converge dans la dépression où elle stagne jusqu'à ce que la phase successive de déshydratation ne survienne. Dans un premier temps, cela implique un approfondissement de la dépression (Fig. 6b) et en à deuxième temps, son élargissement (Fig. 6c).

Pendant le troisième cycle, les produits de l'érosion des parties sommitales commencent à remplir la dépression (Fig. 6d), en la réduisant de plus en plus de volume (Fig. 6e). Ainsi, d'une

façon générale on peut conclure que la succession de cycles d'hydratation/déshydratation se traduit par une augmentation de la porosité de la roche, même si l'apport de fines issus de l'érosion des parties sommitales peut temporairement réduire l'espace poreux. Il est possible que ce remplissage soit remobilisable lors d'une nouvelle phase d'hydratation.

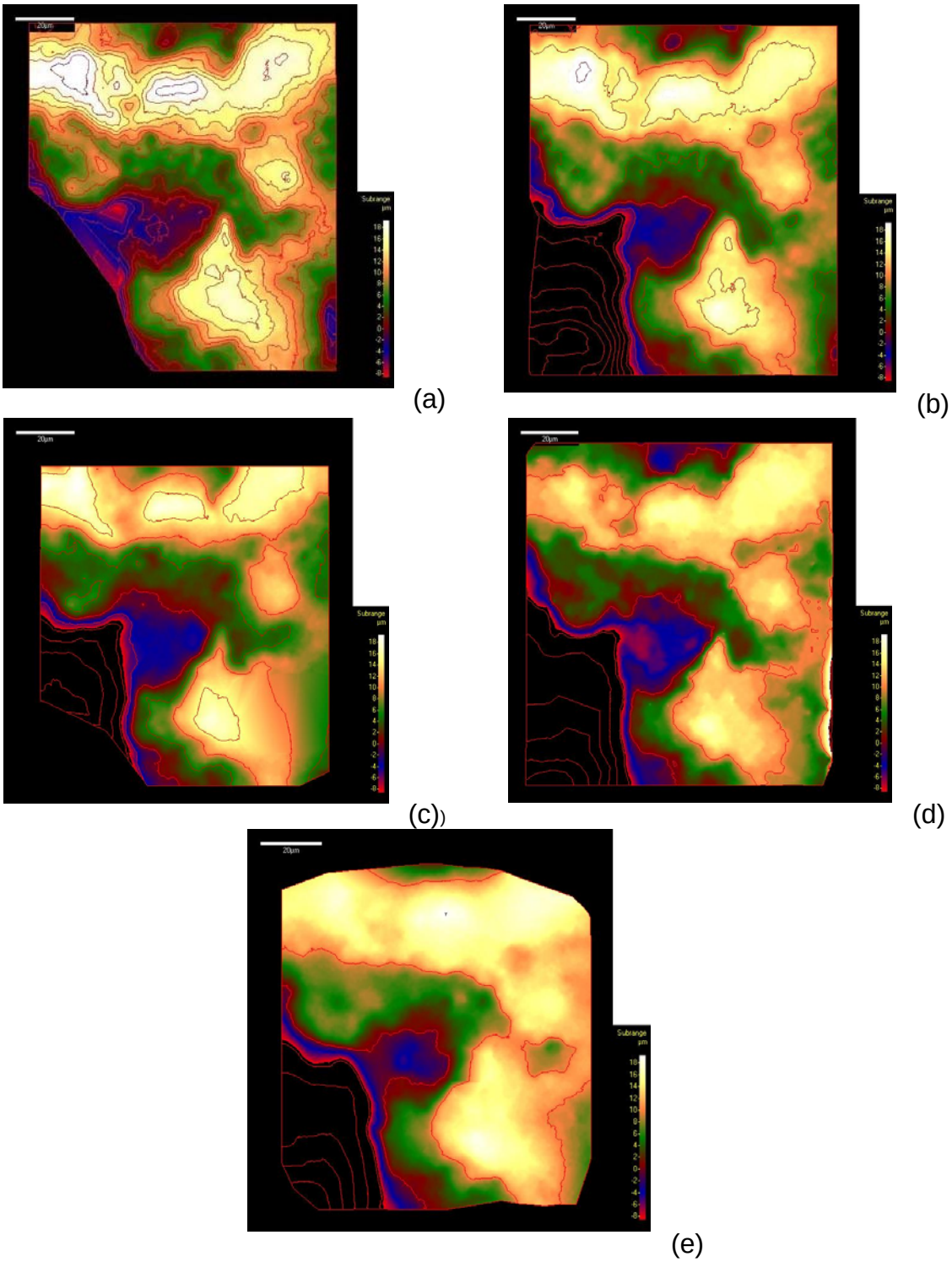



Figure 6. Reconstruction 3D de la surface d'un échantillon de la craie d'Estreux, observé à 800 agrandissement et soumis à quatre cycles consécutifs d'hydratation/déshydratation. a) avant le test; b) après un cycle; c) après deux cycles; d) après trois cycles; e) après quatre cycles.

## 7. Conclusions

Dans cette communication, les résultats préliminaires d'observations réalisées au MEB

environnemental ont été présentés. L'intérêt de l'utilisation de ce type de microscope pour l'observation des géomatériaux multiphasiques, tels que les craies de carrière a été mise en évidence. En effet, grâce à l'utilisation du mode environnemental (low vacuum), il est possible d'observer des échantillons sans traitement préalable et sans altérer la miscrostructure. De plus, il est possible d'effectuer l'observation d'échantillons à température, hygrométrie et composition d'atmosphère contrôlée. L'utilisation de techniques d'analyse d'image, de cartographie des éléments chimiques ainsi que de reconstruction 3D de la surface permettent ensuite de qualifier et quantifier les phénomènes observés.
Les essais réalisés ont permis d'observer des phénomènes tels que la création de fissures lors de phases d'hydratation, l'approfondissement et l'élargissement de dépressions assimilables aux pores.
Ces premiers résultats encouragent l'utilisation de cet outil dans le domaine de la géotechnique même si des développements sont encore nécessaires pour pouvoir caractériser quantitativement les échanges physico-chimiques qui entrent en jeu dans l'interaction eau-roche.

## 8. Références bibliographiques


Bell F.G., Culshaw M.G. & Cripps J.C. (1999). A review of selected engineering geological characteristics of English chalk, Engineering geology, 54, pp. 237-269.

Bonvallet, J. (1979). Une classification géotechnique des craies du nord utilisée pour l'étude de stabilité des carrières souterraines. Revue Française de Géotechnique, 8: 5-14.

De Gennaro V., Delage P., Cui Y.J., Schroeder Ch. & Collin F. 2003. Time-dependent behaviour of oil reservoir chalk: a multiphase approach. Soils and Foundations, 43 (4): 131 - 148.

De Gennaro V., Delage P., Priol G., Collin F. & Cui Y.J. 2004. On the collapse behaviour of oil reservoir chalk. Géotechnique, 54 (6) : 415 - 420.

De Gennaro V., Sorgi C. & Delage P. (2006). Water retention properties of a mine chalk. Proc. 4th International Conference on Unsaturated Soils (UNSAT 2006), Phoenix (USA), April 2006, à paraître.

Delage, P., Tessier, D. & Marcel-Audiguier, M. (1982). Use of the Cryoscan apparatus for observation of freeze-fractured planes of a sensitive Quebec clay in scanning electron microscopy. Canadian Geotech. J., 19 : 111-114.

Gutierrez M., Oino L.E. & Hoeg K. (2000). The effect of fluid content on the mechanical behaviour of the fractures in chalk. Rock mechanics and Rocks engineering 33 n°2, pp. 93-117. Risnes R., Haghighi H., Korsnes R.I. & Natvik O. (2003). Chalk-fluid interactions with glycol and brines. Tectonophysics 370 n°2, pp. 213-226.

Masson M. (1973). Pétrophysique de la craie, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, spécial V, pp 23-48, Paris, 1973.

Matthews M.C. & Clayton C.R.I (1993). Influence of intact porosity on the engineering properties of a weak rock. Geotechnical Engineering of hard Soils – Soft rocks. Rotterdam, vol 1, pp. 693-702.

Schroeder Ch. & Shao J.F. (1996). Plastic deformation and capillary effects in chalks. Proc. 5th North Sea Chalk Symp., Reims (France).

Thiel B.L. & Donald A.M. (1998) In situ mechanical testing of fully hydrated carrots (Daucus carota) in the environmental SEM. Annals of botany, 82, 727-73.


## 9. Remerciements


Les auteurs souhaitent remercier MM. P. Delalain et N'Guyen H.D. pour leur support technique lors des observations au MEB environnemental.