

De l'utilisation d'échantillons humides en porosimétrie au mercure

On the use of wet samples with mercury intrusion porosimetry

M. GASC-BARBIER

LRPC, 1 avenue du colonel Roche
31400 Toulouse
muriel.gasc@equipement.gouv.fr

S. CHANCHOLE

LMS, École polytechnique
91128 Palaiseau cedex
chanchol@lms.polytechnique.fr

Résumé

Les échantillons placés dans un porosimètre à mercure sont classiquement ou bien séchés ou bien lyophilisés avant expérience. Ces techniques d'analyse permettent d'avoir accès à la totalité du spectre de distribution des tailles des pores connectés. Dans le cas de roches très raides et peu poreuses, cette procédure expérimentale avec lyophilisation ou séchage risque de créer artificiellement des microfissures nouvelles altérant le réseau poreux initial, surtout si le séchage n'est pas suffisamment lent. Ce travail étudie donc la faisabilité d'essais sur échantillons humides afin d'appréhender au mieux le réseau de pore connecté « vrai ».

Mots-clés : porosimétrie mercure, argilite, échantillons humides.

Abstract

Samples studied using mercury intrusion porosimetry are usually previously dehydrated by using either simple air drying or freeze-drying before testing. This technique is aimed at characterizing the pore-size distribution of the sample. In case of low porosity hard claystones, this procedure with drying may artificially introduce microcracks, modifying the natural pore distribution in the sample. This paper studies the feasibility of mercury porosimetry tests on wet samples in order to study the « real » pore system.

Key words : mercury intrusion porosimetry, claystone, wet sample.

1. Introduction

Afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement d'une roche indurée particulière (l'argilite de Bure, roche du Callovo-Oxfordien prélevée à 490 m de profondeur), nous avons cherché des techniques d'analyse permettant de caractériser la microfissuration induite lors d'essais couplés hygromécaniques. Notre choix s'est porté sur la porosimétrie au mercure, une technique qui permet d'obtenir des renseignements quantitatifs sur la répartition du réseau poral d'un échantillon. Dans le cadre de cette étude, nous avons été amenés à placer dans le porosimètre à mercure des échantillons à l'état humide, afin de comparer le spectre de porosité naturel à la répartition du réseau poreux de l'échantillon une fois séché. En effet, dans le cas de roches profondes comme les argilites, leur compacité et leur raideur font que le départ d'eau induit très fréquemment l'apparition d'une microfissuration, qui vient s'ajouter à celle induite par le déconfinement mécanique. Ainsi, ce n'est pas le réseau poreux réel de la roche qui est étudié

par la porosimétrie au mercure, mais plutôt le réseau poreux de la roche endommagée par le séchage, conduisant à une surestimation du volume poreux.

Or, il n'existe pas de norme française concernant l'étude de sol ou de roche par la porosimétrie au mercure. Selon la norme américaine (ASTM D 4404-84), l'échantillon testé doit être sec et, pour cela, la norme préconise d'utiliser une méthode « qui enlève des pores et de leur pourtour toutes les substances étrangères et n'altère d'aucune façon le sol ou la roche à étudier ». Lorsque ce n'est pas possible, pour les roches ou les sols granulaires sans éléments fins (*coarse-grained soils*), la norme conseille un dégazage sous un vide de 1,3 Pa et à une température de 150 °C, pendant au moins 24 heures. Le séchage de l'échantillon doit permettre de rendre disponible le réseau poreux (souvent initialement gorgé d'eau) à la pénétration par le mercure. La température choisie, dans la majorité des cas, n'est pas suffisante, d'après la norme, pour que l'échantillon soit perturbé par le départ d'eau.

Ce dernier point n'est a priori pas vérifié pour les argiles, le séchage à 150 °C induit, en effet, le départ d'eau libre, mais également d'eau liée (Tessier, 1984). Cette technique de séchage au four, en général plutôt à 105 °C, pour éviter d'endommager la structure des minéraux argileux est très utilisée pour l'étude des sols (Bruand *et al.*, 1993 ; Lamotte *et al.*, 1997). Dans le cas de roches raides où les pressions de suctions sont très importantes, la technique du séchage à l'étuve semble par contre fortement déconseillée, même si elle est encore utilisée (Sammartino *et al.*, 2003 ; Tugrul, 2004).

D'autres techniques telle la lyophilisation et/ou cryodessiccation d'échantillon à différents états hydriques sont largement utilisées pour la caractérisation des réseaux poreux (Tessier, 1984 ; Delage et Lefebvre, 1984 ; Daupley, 1997 ; Romero *et al.*, 1999 ; Musso *et al.*, 2003 ; Simms et Yanful, 2004). Ces derniers auteurs présentent d'ailleurs une revue relativement exhaustive des travaux portant sur l'utilisation couplée de la porosimétrie mercure et des courbes de rétention d'eau pour l'estimation des variations de volume dans des sols argileux compactés. C'est sans doute sur la nature du matériau étudié qu'il convient donc de faire une distinction : en effet, si la lyophilisation semble tout à fait adéquate pour appréhender la microstructure de sols, elle présente néanmoins l'inconvénient de créer des artefacts expérimentaux dans le cas des roches raides ayant une très faible teneur en eau, comme les argilites. Une création de microfissures induite par l'augmentation de volume due à la congélation rapide de l'eau contenue dans le réseau poreux a pu être mise en évidence grâce à la comparaison d'observations réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) et au microscope confocal, en collaboration avec D. Tessier de l'INRA de Versailles ; ces résultats n'ont pas été publiés. La difficulté revient alors, comme souvent, à pouvoir placer la limite entre un sol compact et une roche, c'est-à-dire à savoir dans quels cas cette microfissuration existe et dans quels cas elle est suffisamment faible pour être négligée.

Enfin, il est difficile d'affecter la microfissuration « totale » observée à la technique expérimentale particulière utilisée car une étude récente au MEB environnemental (Montes *et al.*, 2004) a montré par l'image que les cycles d'humectation/dessiccation conduisaient également à l'apparition de microfissures ; mais là aussi des artefacts subsistent.

C'est donc afin de perturber le moins possible les échantillons que nous avons entrepris la faisabilité d'une étude sur échantillons dans leur état naturel, humide. Nous présentons dans la suite les appareils utilisés et le mode opératoire suivi, les calculs de vérification réalisés afin de montrer la validité générale de la méthode, puis nous l'illustrons à partir d'exemples de résultats obtenus sur l'argilite de Bure, mais également sur d'autres types de roches argileuses profondes (argile de Boom et argilite du mont Terri).

2. Présentation

L'échantillon sélectionné, une fois pesé, est placé dans le dilatomètre du porosimètre à mercure. Il y demeurera jusqu'à la fin de la mesure, ce qui permet d'éviter des variations d'humidité de l'échantillon liées au contact de l'air. Le dilatomètre est fermé hermétiquement grâce à de la graisse à vide, puis placé dans l'appareil basse pression. Le vide est alors réalisé au

sein du dilatomètre (jusqu'à environ 20 à 30 Pa, ce qui prend moins de 10 minutes), puis le mercure est injecté. Une fois le dilatomètre plein, l'analyse peut commencer. Le premier appareil (de type basse pression) permet l'analyse des macropores. Le mercure est injecté à des pressions allant du quasi-vide (20 à 30 Pa) jusqu'à 400 kPa, ce qui correspond à des rayons d'intrusion de 63 à 1,8 microns environ. A l'issue de la mesure, le dilatomètre est placé dans le second appareil (de type haute pression). Il permet des injections de mercure pour des pressions allant de 10 kPa à 400 MPa, ce qui correspond à des rayons d'intrusion allant de 3 microns à 2 nanomètres environ. Il y a donc recouvrement des rayons sur une partie au moins du spectre, ce qui permet d'assurer la continuité des valeurs. Les deux ensembles de résultats d'injection (haute et basse pressions) sont compilés afin d'obtenir un spectre de pores global. Cette compilation n'est néanmoins pas parfaite, puisqu'on remarque sur les courbes une petite marche d'escalier aux alentours de 2 mm, qui est sans doute un artefact du système de mesure et ne sera pas prise en compte dans l'analyse proposée ultérieurement.

3. Justification de la méthode

Lorsque les échantillons testés contiennent de l'eau sous forme liquide, l'espace poral mesuré est le seul volume occupé par la phase gazeuse (cf. Fig. 1) ; ainsi, la procédure d'utilisation des appareils décrite ci-dessus soulève plusieurs questions :

- 1) Lors de la mise sous vide, que devient l'eau présente dans l'échantillon ?
- 2) Est-ce que cette eau gêne la pénétration de mercure : l'eau présente peut-elle occuper des pores qui, compte tenu de leur taille, devraient être, pour la pression atteinte, accessibles au mercure ?
- 3) Les volumes poreux obtenus en présence d'eau sont-ils les vrais volumes libres ou a-t-on une compression de l'eau qui fausserait les résultats ?

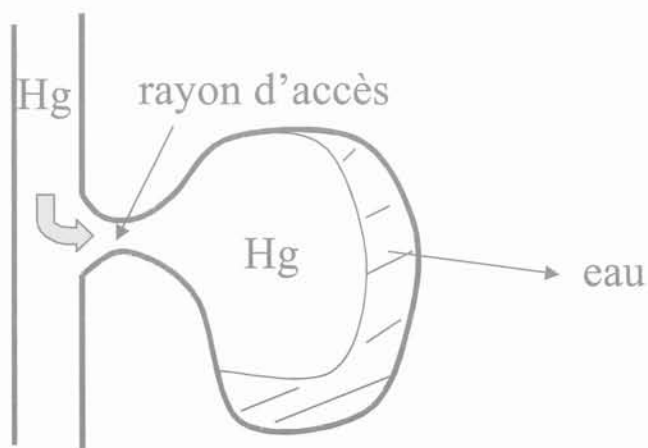


FIG. 1 Représentation de l'espace poral mesuré par la porosimétrie au mercure sur un échantillon humide.
Diagram of the poral space measured on a wet sample.

3.1. La mise sous vide

Lors de la mise sous vide, il devrait y avoir, en principe, vaporisation de l'eau contenue dans l'échantillon. Nous avons fait des essais pour vérifier la variation

éventuelle de poids de l'échantillon sous l'effet de la mise sous vide dans les conditions du porosimètre (20 à 30 Pa atteints en 10 minutes environ). Pour cela, nous avons testé des échantillons initialement à l'équilibre avec une humidité relative de 98 %. On n'obtient pas de variation de poids (à la précision de mesure près, soit 1/100 g pour les balances conventionnelles utilisées); c'est-à-dire que l'eau semble rester dans l'échantillon. Et plus encore, on ne note pas de modification importante du matériau à l'œil nu.

Le choix de cette valeur d'équilibre a été fait car 98 % est la valeur d'humidité relative la plus élevée accessible simplement par la mise en équilibre avec des solutions salines. En effet, toute autre technique d'humidification est délicate, l'argile du site de Bure présentant une aptitude au gonflement et se délitant en cas d'immersion (Ghoreychi, 1997; Gasc-Barbier, 2002; Escoffier, 2002). Ainsi, il est très difficile de pouvoir assurer une saturation parfaite (100 %); de plus, nous avons montré que le gonflement induisait lui aussi la création de macroposité ce qui rend toute interprétation extrêmement délicate (Bauer-Plaindoux *et al.*, 1997; Gasc-Barbier *et al.*, 1999). Il demeure par contre qu'à une humidité relative de 98 %, il peut se produire une microfissuration liée au relâchement de contraintes hydriques, qui peuvent alors compenser le remplissage des micropores.

Différentes explications peuvent être envisagées, liées aux forces de tension superficielle qui pourraient limiter les vitesses de vaporisation de l'eau: en effet, compte tenu de la géométrie des pores (faible rayon d'accès, volume du pore plus ou moins important, forme en « bouteille d'encre » (*bottleneck*)) et de la très faible surface d'évaporation, les forces de tension superficielle seraient très importantes, ce qui ralentirait considérablement la vitesse de vaporisation de l'eau des ménisques. D'autre part, la probable présence de gaz dissous, d'ions en solution et plus généralement la présence de particules argileuses chargées pourraient contribuer à stabiliser le système eau/roche et donc à maintenir les molécules d'eau en place.

3.2. L'eau présente gêne-t-elle l'injection de mercure ?

Pour répondre à cette question, il faudrait pouvoir trancher sur le type d'eau influencé par la succion. On considère que le chauffage à 105 °C ne libère que de l'eau libre (Tessier, 1984); or les succions imposées par la méthode des humidités relatives sont inférieures à celle imposée par séchage à l'étuve, donc seule l'eau libre devrait être concernée. Cette eau libre est définie comme celle n'étant liée au squelette rigide que par des forces capillaires faibles; la faiblesse des forces capillaires ne devrait donc pas gêner le passage du mercure.

3.3. La compression de l'eau

Le coefficient de compressibilité adiabatique de l'eau à 20 °C est de $4,44 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$. La pression maximale donnée par le porosimètre étant de 400 MPa, l'eau dans l'échantillon se comprimera au maximum de 17,8 % pour les hautes pressions, ce qui revient à surestimer légèrement les macropores; et en dessous de 100 MPa, on a une contraction de l'eau inférieure à 5 %. Cette contraction, bien que faible, n'est pas négligeable et doit sans doute être prise en compte dans les analyses détaillées des courbes de porosimétrie. Néan-

moins, la présence de gaz dissous peut modifier cet état de fait puisque la compressibilité de l'eau contenant des gaz dissous est plus importante, pour les faibles valeurs de la pression d'intrusion.

4. Exemples de résultats

4.1. Comparaison entre échantillons secs et humides

Les figures 2 et 3 présentent les spectres de porosité (volume cumulé de mercure injecté par gramme d'échantillon en fonction du rayon d'accès des pores) obtenus sur échantillons naturels (humides) et sur échantillons séchés à l'étuve à 105 °C pendant 24 h. La figure 2 correspond à des échantillons d'argile de Boom et la figure 3 à des échantillons d'argile du mont Terri. Les échantillons secs et humides sont pris les plus semblables possibles (même échantillon de départ) et ont une masse de 3 g environ. Ces figures montrent de façon nette que le volume disponible à la pénétration de mercure est bien plus important pour les échantillons à l'état sec (courbes en traits fins) qu'à l'état naturel (courbes en gras).

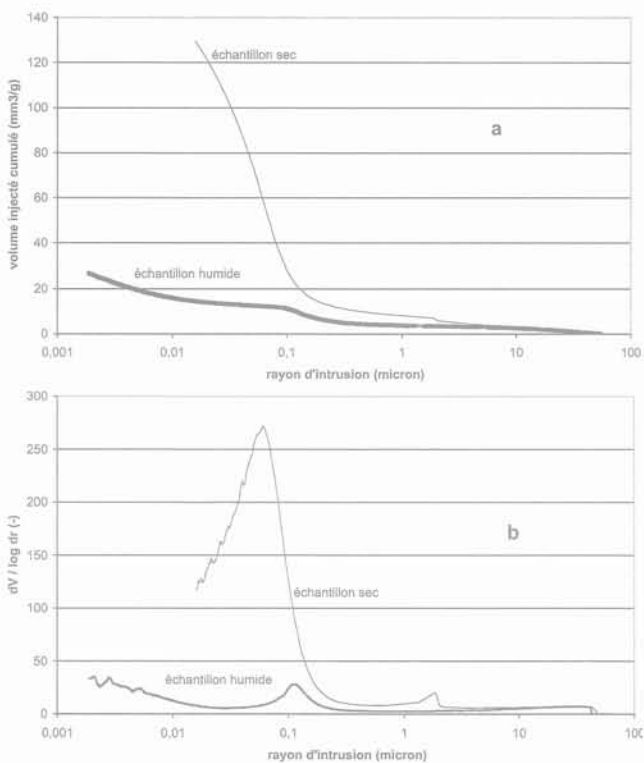


FIG. 2 Argile de Boom : comparaison échantillons secs et humides.

a) Volumes; b) $dV/\log dr$

Boom clay: comparison between wet and dry samples.

Pour aller plus en avant dans l'analyse, nous allons nous concentrer sur les résultats obtenus sur l'argile du mont Terri: sachant que la porosité volumique globale mesurée est proche de 10 %, on arrive à un volume disponible après séchage de 42 mm³/g environ (en considérant une masse volumique saturée de 2 400 kg/m³). Or, après le séchage subi par l'échantillon testé (24 h à l'étuve à 105 °C), le spectre de porosité donne 55 mm³/g. La première observation est que l'on

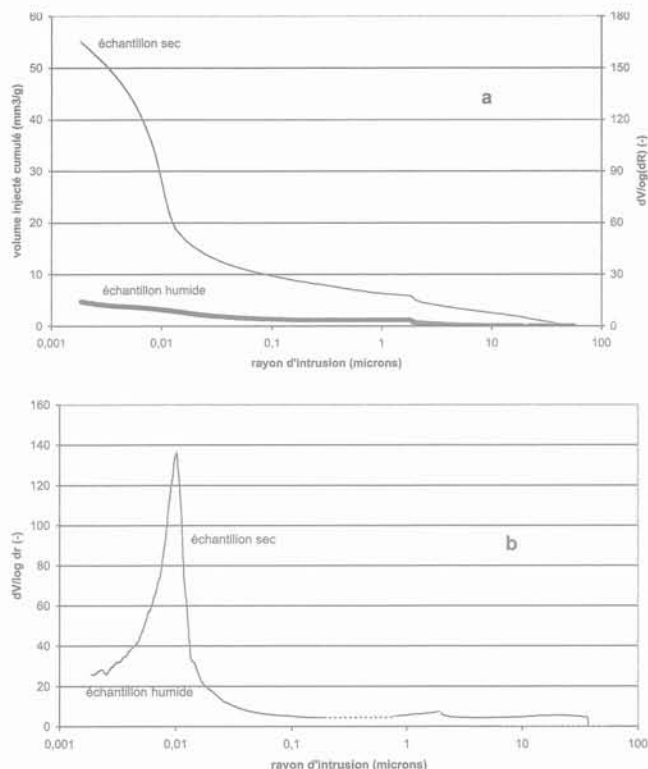


FIG. 3 Argilite du mont Terri : comparaison échantillons secs et humides.
a) Volumes ; b) $dV/d\log dr$
 Mont Terri's claystone : comparison between wet and dry samples.

se trouve dans le même ordre de grandeur, mais au-dessus des volumes attendus. Ainsi, il semble que dans ce cas, il y ait effectivement création d'une microfissuration supplémentaire, due sans doute aux relâchements des contraintes hydriques, et cette microfissuration est globalement quantifiable. Néanmoins, compte tenu des faibles volumes considérés, des approximations de calculs et de la dispersion des valeurs de teneur en eau observée qui ne permettent donc pas une comparaison directe des volumes, il convient de rester prudent. La technique envisagée ne permet donc pas de s'affranchir totalement de la création d'une microfissuration par séchage mais permet de la diminuer fortement et de la quantifier globalement.

D'autres renseignements peuvent être obtenus grâce à l'utilisation des spectres de porosités : en effet, le volume cumulé maximum de mercure pénétré dans l'échantillon humide est de $5,2 \text{ mm}^3/\text{g}$. Si on corrige cette valeur de la compressibilité de l'eau (cf. § 3.3), on obtient un volume effectivement pénétré d'environ $4,5 \text{ mm}^3/\text{g}$. Or, en se référant à la courbe obtenue sur échantillon sec, ce volume correspond à un rayon de pore de $2 \text{ }\mu\text{m}$, ce qui, moyennant l'hypothèse d'application de la loi de Kelvin (Tessier, 1984 ; Israelachvili, 1992), conduit à une humidité relative supérieure à 99,95 %. On peut donc considérer que l'argilite du mont Terri étudiée était effectivement dans un état très proche de la saturation.

4.2. Étude des échantillons humides d'argilite de Bure

Une série d'expériences a ensuite été réalisée sur des échantillons d'argilite profonde du Callovo-Oxfordien

provenant tous du site de Bure (forage Est 205), de la même carotte initiale prélevée à 491,7 m de profondeur. De cette carotte initiale ont été prélevées, entre autre, 6 séries d'échantillons. Les échantillons ont tout d'abord été séchés par paliers thermiques afin de maîtriser au mieux l'état initial du matériau tout en minimisant la perturbation induite (15 jours à l'air ambiant, puis 2 jours à 50°C , 5 jours à 70°C , 6 jours à 90°C , 5 jours à 105°C) et enfin ont été mis à l'équilibre à différentes humidités contrôlées, en utilisant des dessiccateurs contenant des solutions salines (Tessier, 1984 ; Delage et al., 1998), sauf une série gardée à l'étuve. Les échantillons ont été placés dans le porosimètre à mercure à leur état final « humidifié ». Le séchage initial a été réalisé afin de partir pour tous les échantillons du même état initial. En effet, même s'ils provenaient tous de la même carotte, compte tenu des temps de manutention (prélèvement, transport, stockage, etc.), et compte tenu du grand nombre d'échantillons qui a été prélevé, nous n'étions pas complètement sûrs de leur état initial, et nous avons préféré courir le risque d'un endommagement dû aux cycles hydriques ou thermiques initiaux afin d'être fixés sur leur histoire de chargement hydrique.

Les figures 4 et 5 présentent respectivement le volume cumulé de mercure injecté par gramme d'échantillon et le volume relatif, en fonction du rayon d'accès des pores, obtenus sur les échantillons étudiés en sortie de dessiccateur. Une première approche qualitative globale donne des résultats tout à fait satisfaisants : en effet, si l'on considère la classe de pore proche de 10-15 nm (le pic est bien visible sur la figure 5), les courbes sont rangées quasiment toutes dans l'ordre attendu, c'est-à-dire que plus l'échantillon est sec, plus il possède de pores accessibles à l'injection de mercure. Ce résultat est corroboré par le calcul de la porosité ouverte des échantillons (Tableau I et Fig. 6), puisqu'on observe – globalement – que plus l'échantillon est sec, plus sa porosité accessible augmente.

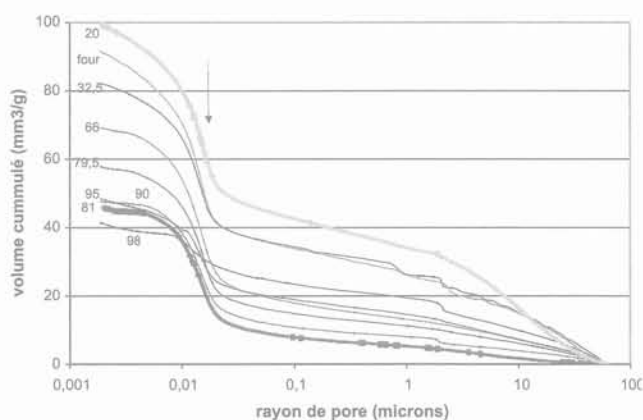


FIG. 4 Volume injecté en fonction de la distribution porale : échantillons humides.
 Bure claystone : cumulative volume on wet samples.

Le porosimètre au mercure permet d'atteindre des tailles de pores allant jusqu'à 2 nm . Or, si l'on se réfère au tableau I et à Tessier (1984), ce rayon d'accès est obtenu à une succion de 100 MPa environ, ce qui correspond à une humidité relative d'environ 50 %. Ainsi, les pores se vidant à une succion supérieure ne sont pas visibles directement par porosimétrie au mercure. L'influence des pores se vidant à des succions supé-

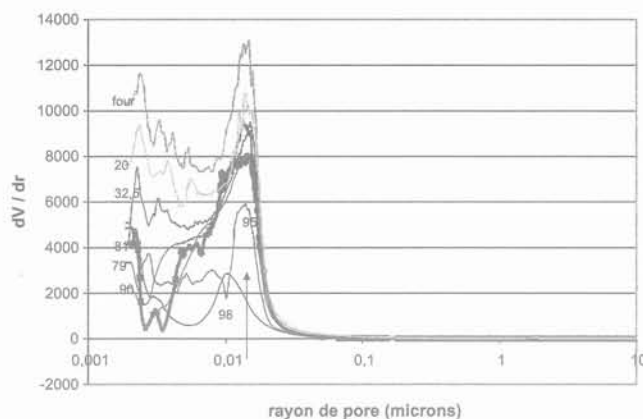


FIG. 5 Volume de mercure injecté rapporté au rayon de pore en fonction de la distribution porale.
Bure claystone: injected volume on wet samples.

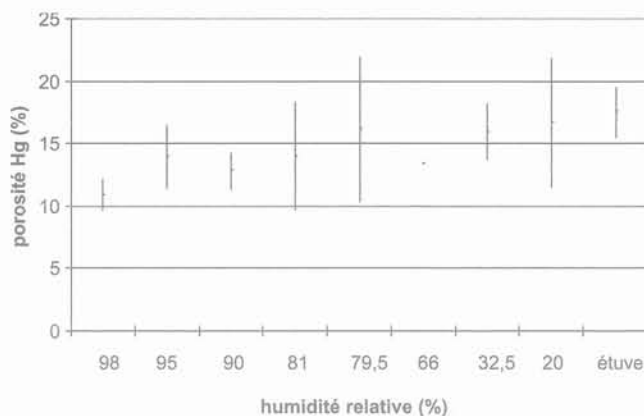


FIG. 6. Répartition de la porosité mesurée en porosimétrie mercure.
Evolution of the measured porosity as a function of relative humidity.

rieures (des humidités relatives plus faibles) ne se voit donc que par l'intermédiaire des pores non cylindriques, ayant un rayon d'accès beaucoup plus faible que le pore en lui-même (*bottleneck*).

En regardant de manière plus précise les volumes d'intrusion de mercure en fonction du rayon d'accès des pores, on peut obtenir les valeurs du tableau II. Les deux valeurs de rayon d'accès des pores proposées (r_2 et r_3) pour les comparaisons ont été choisies comme suit: $r_2 = 0,021 \mu\text{m}$ correspond, dans le cas de pores cylindriques et moyennant l'utilisation de la loi de Kelvin, à une humidité relative de 95 % (Tessier, 1984 et Tableau I); et $r_3 = 0,015 \mu\text{m}$, correspond au rayon d'accès pour lequel est obtenu le point d'inflexion des courbes de la figure 4. En comparant les valeurs de volume relatif avec les courbes globales de volume

cumulé, on s'aperçoit que pour la nanoporosité (rayons d'accès inférieurs à $0,02 \mu\text{m}$ environ) on peut considérer trois groupes de comportement: (1) les échantillons mis en équilibre à des humidités relatives supérieures à 80 %; (2) les échantillons mis en équilibre à des humidités relatives comprises entre 30 % et 80 % et enfin (3) les échantillons « secs », humidité relative inférieure à 20 % ou séchés à l'étuve. Décrivons plus précisément le comportement de chacun de ces sous-groupes, en rappelant que chronologiquement, les échantillons ont tous été séchés avant d'être réhumidifiés en dessiccateur:

• Échantillons « secs »

On retrouve pour l'ensemble des échantillons testés pour chacun des deux états: sec (étuve à 105°C) et en équilibre à 20 %, le même comportement général: les

TABLEAU I Porosité et rayon d'accès des pores – échantillon d'argilite de Bure.
Total porosity and pore radius – Bure's claystone.

Humidité relative (% RH)	Pression (MPa)	Rayon de constriction (μm) (Tessier, 1984)	Rayon de pore libéré (porosimètre) (μm)	Porosité mesurée au porosimètre à mercure (%)
98	-2,8	0,052	0,01-0,012	9,6-12,2
95	-6,92	0,021	0,009-0,014	11,4-16,4
90	-15,1	0,0097	0,012-0,017	11,3-14,3
81	-26,3	0,0056	0,009-0,017	9,6-18,3
79,5	-33,1	0,0044	0,012-0,018	10,3-21,9
66	-56,26	0,0026	0,018	13,4
32,5	-158,5	0,0014	0,013-0,014	13,7-18,2
20	-234,423	0,00094	0,013-0,014	11,5-21,8
étuve 105°C	-10^{-3}	0,00015	0,015	15,5-19,5

TABLEAU II Comparaison des volumes d'intrusion de mercure (mm^3/g).
Comparison of cumulative volume of injected mercury.

Humidité relative imposée (%)	Volume cumulé final ($r_1 = 0,002 \mu\text{m}$)	Volume cumulé à $r_2 = 0,021 \mu\text{m}$	Volume cumulé à $r_3 = 0,015 \mu\text{m}$	Volume libéré de r_1 à r_2	Volume libéré de r_1 à r_3
98	41,38	28,41	31,38	12,97	10
95	48,41	24,21	31,1	24,2	17,31
90	47,69	17,05	26,53	30,64	21,16
81	45,86	14,33	23,65	31,53	22,21
79,5	57,8	17,4	38,03	40,4	29,77
66	69,25	28,36	38,72	40,89	30,53
32,5	82	40,97	51,41	41,03	30,59
20	99,26	51,85	64,99	47,41	34,27
étuve 105°C	91,56	41,47	53,71	50,09	37,85

échantillons en équilibre à 20 % ont un plus grand volume de pore accessible que ceux séchés au four (Gasc-Barbier, 2002). Ce phénomène n'est pas simple à expliquer, une des hypothèses sur laquelle nous travaillons actuellement serait de supposer qu'une très faible quantité d'eau induirait des forces de tractions très importantes qui conduiraient alors à l'apparition d'une microfissuration supplémentaire à celle occasionnée par le séchage au four et donc induirait l'augmentation du volume disponible à la pénétration de mercure.

L'existence de cette microfissuration supplémentaire est corroborée par le calcul des volumes disponibles. En effet, la teneur en eau mesurée sur le même matériau est de l'ordre de 7 à 8 % environ, soit, pour un matériau sec, environ $85 \text{ mm}^3/\text{g}$ de volume disponible pour la pénétration au mercure, après correction de la compressibilité de l'eau. Or les volumes de mercure effectivement pénétrés sont beaucoup plus importants (20 % de plus environ) sur les échantillons en équilibre avec 20 % d'humidité relative et ce, dès la macroporosité enregistrable par porosimétrie mercure. Ce qui atteste bien de l'existence d'une microfissuration induite par le chauffage.

• *Échantillons mis en équilibre à des humidités relatives comprises entre 30 et 80 %*

Au niveau de la nanoporosité (rayons d'accès inférieurs à $0,02 \text{ }\mu\text{m}$), les volumes d'eau libérés (donc accessibles au mercure) sont identiques. Ces pores ne sont donc pas affectés par la dessiccation/réhumectation, ce qui semble logique puisqu'ils ont été vidés lors du séchage au four, et n'ont pas encore été re-remplis (rappelons que $r = 0,021 \text{ }\mu\text{m}$ correspond à une humidité relative de 95 %).

• *Échantillons mis en équilibre à des humidités relatives supérieures à 80 % environ*

Plus l'humidité relative augmente, plus le spectre de porosité est plat, en particulier au niveau de la nanoporosité (rayons d'accès inférieurs à $0,02 \text{ }\mu\text{m}$). Cette observation peut également être retrouvée sur les spectres des échantillons humides de l'argile de Boom (Fig. 2) et de l'argilite du Mont Terri (Fig. 3). Deux hypothèses permettent sans doute d'expliquer ce phénomène : d'une part les pores ayant des rayons d'accès

inférieurs à $0,02 \text{ }\mu\text{m}$ sont déjà remplis ou quasiment remplis pour ces humidités relatives, et d'autre part, il semblerait que du gonflement apparaisse au sein des feuillets argileux présents qui rempliraient les vides créés par la microfissuration induite par le séchage, phénomène déjà connu dans ce type de matériaux (Gasc-Barbier *et al.*, 1999).

Des compléments concernant l'interprétation du point de vue structural des classes de pores observées sont donnés dans Gasc-Barbier (2002).

5. Conclusion

La méthode que nous venons de présenter ici est destinée à l'étude fine de la microporosité des matériaux de porosité faible, pouvant être perturbés par un séchage. Elle permet de prendre en compte les variations fines liées à la désaturation de la roche. D'autre part, elle est venue corroborer les hypothèses relatives aux causes microscopiques des déformations macroscopiques observées dans le cas des argiles raides étudiées, phénomènes de microfissuration liée à la dessiccation et au gonflement des feuillets lors de la réhumectation successive (Gasc-Barbier, 2002).

Afin de valider notre méthode d'un point de vue quantitatif plus précis, nous conduisons actuellement une campagne de tests au pycnomètre à hélium pour comparer les résultats de volume accessible par ces deux méthodes. D'autre part, nous travaillons également à comparer les résultats obtenus en porosimétrie mercure à ceux que l'on peut tirer de l'étude approfondie des courbes de saturation classiques (méthode développée par Bruand, 1986).

Néanmoins, des questions subsistent : les classes de pores rendues accessibles à la pénétration de mercure pour une pression donnée ne correspondent pas à celles calculées théoriquement par la loi de Kelvin (Tessier, 1984 ; Gasc-Barbier, 2002 et comparaison des colonnes 3 et 4 du tableau). Pour obtenir des résultats quantitatifs plus précis, il faudrait sans doute réaliser des séries d'analyse portant sur des argiles pures, aux classes de pores connues afin de vérifier si dans ces cas « plus simples » on retrouve les valeurs théoriques.

- ASTM D4404-84 – Standard test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry. Norme ASTM, ré-approuvée en 1998.
- Bauer-Plaindoux C., Tessier D., Ghoreychi M. – Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite-argile. *C.R. Académie des Sciences*, Paris, Sciences de la terre et des planètes, 326, 1998, p. 231-237.
- Bruand A. – Contribution à l'étude de la dynamique de l'espace poral. Utilisation des courbes de retrait et des courbes de rétention d'eau. *Sciences du sol*, n° 24, 1986, p. 351-362.
- Bruand A., D'Acqui L.P., Nyamuagafata P., Darthout R., Ristori G.G. – Analysis of porosity in a tilled « crusting soil » in Zimbabwe. *Geoderma*, n° 59, 1993, p. 235-248.
- Daupley X. – Étude du potentiel de l'eau interstitielle d'une roche argileuse et de relations entre ses propriétés hydriques et mécaniques. Application aux argilites du Toarcien de la région de Tournemire (Aveyron). Thèse de doctorat de l'École nationale supérieure des mines de Paris, 1997.
- Delage P., Lefebvre G. – Study of a sensitive Champlain clay and of its evolution during consolidation. *Can. Geotech. J.*, vol. 21, 1984, p. 21-35.
- Delage P., Howat M.D., Cui Y.J. – The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. *Engineering Geology*, n° 50, 1998, p. 31-48.
- Escoffier S. – Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse/Haute-Marne. Thèse de doctorat de l'Institut national polytechnique de Lorraine, 2002.
- Gasc-Barbier M. – Étude des mécanismes de déformation de roches argileuses profondes – apport de la microstructure et des analyses pétrophysiques. Thèse de doctorat de l'université Pierre-et-Marie Curie (Paris VI), 2002.
- Gasc-Barbier M., Ghoreychi M., Tessier D. – Comportement mécanique de roches argileuses profondes : incidence de la texture. *Proc. 9th Int. Cong. Rock Mech.*, Balkema, vol. 2, 1999, p. 595-600.
- Ghoreychi M. – Comportement rhéologique et couplages thermo-hydro-mécaniques dans les argilites de l'est : expériences macroscopiques et analyses microscopiques. Communication présentée aux journées scientifiques « ANDRA-EST », Bar-le-Duc, 27-28 octobre 1997.
- Israelachvili J. – *Intermolecular and surface forces*. Academic press, 1992, 2nd ed., 450 p.
- Lamotte M., Bruand A., Humbel F.X., Herbillon A.J., Rieu M. – A hard sandy-loam soil from semi arid Northern Cameroon : I. Fabric of the groundmass. *European J. of soil Sc.*, n° 48, 1997, p. 213-225.
- Montes H.G., Duplay J., Martinez L., Escoffier S., Rousset D. – Structural modification of Callovo-Oxfordian argillite under hydration/dehydration conditions. *Applied Clay Science* 25, 2004, p. 184-194.
- Musso G., Moales E.R., Gens A., Castellanos E. – The role of structure in the chemically induced deformation of FEBEX Bentonite. *Applied Clay Science* 23, 2003, p. 229-237.
- Romero E., Gens A., Lloret A. – Water permeability, water retention and microstructure of unsaturated compacted Boom clay. *Eng. Geol.* 54, 1999, p. 117-127.
- Sammartino S., Bouchet A., Prêt D., Parneix J.-C., Tevissen E. – Spatial distribution of porosity and minerals in clay rocks for the Callovo-Oxfordian formation (Meuse/Haute Marne, Eastern France). Implication on ionic species diffusion and rock sorption capability. *Applied Clay Science* 23, 2003, p. 157-166.
- Simms P.H., Yanful E.K. – Predicting soil-water characteristic curves of compacted plastic soils from measured pore-size distributions. *Geotechnique* 52, n° 4, 2002, p. 269-278.
- Simms P.H., Yanful E.K. – A discussion of the application of mercury intrusion porosimetry for the investigation of soil, including an evaluation of its use to estimate volume change in compacted clayey soils. *Geotechnique* 54, n° 6, 2004, p. 421-426.
- Tessier D. – Étude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux. Hydratation, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation. Thèse d'état de l'université Paris VII, 1984.
- Tugrul A. – The effect of weathering on pore geometry and compressive strength of selective rock types from Turkey. *Eng. Geol.* 75, 2004, p. 215-227.

INSTRUCTIONS AUX AUTEURS

Les articles adressés en soumission seront envoyés en deux exemplaires, accompagnés de la version électronique à l'un des rédacteurs en chef de la revue :

Isam SHAHROUR

Polytech' Lille

Cité scientifique

Bd Paul-Langevin

59655 Villeneuve-d'Ascq CEDEX

Françoise HOMAND

Ecole de Géologie (ENSG)

BP 40

54500 Vandœuvre-lès-Nancy

Denis FABRE

CNAM

2, rue Conté

75141 Paris CEDEX 03

Les textes seront composés sous Word, présentés en double interligne, sur feuilles de format A4 paginées. Les *articles* (y compris la bibliographie) ne devront pas dépasser une trentaine de pages ; les *notes techniques*, une dizaine de pages.

La première page comprendra le titre en français et en *anglais*, les noms, prénoms, organismes, adresses, téléphone, fax et, le cas échéant, l'adresse électronique des auteurs.

Les résumés des contributions, ainsi qu'une liste de mots-clés (moins de 10) devront être également fournis en français et en *anglais*, les résumés n'excédant pas 200 mots.

Les graphiques devront être de bonne qualité, avec des caractères et des chiffres d'assez grande taille pour en permettre une lecture aisée après une éventuelle réduction. Les traits devront être d'une épaisseur suffisante. Les titres des figures devront être fournis en français et en *anglais*.

Les tableaux pourront être intégrés dans le texte, leur titre fourni en français et en *anglais*.

Les photographies devront avoir été scannées à 300 dpi (format jpg ou tif) et fournies dans des fichiers à part (néanmoins, une sortie papier doit servir de document témoin).

Les équations seront numérotées entre parenthèses après l'équation.

On utilisera les unités SI.

Les références bibliographiques citées dans le texte seront du type (Kerisel J., Absi E., 2003), pour un ou deux auteurs ; (Wastiaux *et al.*, 1988) pour plusieurs auteurs.

La bibliographie, en fin d'article, sera présentée par ordre alphabétique des premiers auteurs :

– pour les ouvrages : titre en italique, le reste en romain ;

– pour les revues et actes de conférences publiés : titre de la revue ou de la conférence en italique, le reste en romain ;

– pour les rapports internes et les thèses : texte tout en romain.

Par exemple :

Kerisel J., Absi E. – *Table de poussée et de butée des terres*. Presses des Ponts et Chaussées, 2003, 4^e éd.

Wastiaux M. *et al.* – « Les pieux maritimes du pont Vasco da Gama ». *Revue française de géotechnique*, n° 87, 1999, p. 27-33.

Après acceptation par le comité de lecture, en cas d'auteurs multiples, préciser lequel sera le relecteur des épreuves envoyées par la fabrication.

Un délai de 15 jours sera demandé pour le retour des épreuves, afin de ne pas retarder la sortie de la revue et, ainsi, de ne pas pénaliser les autres contributeurs.