



Caractérisation multi-échelle du comportement mécanique des argiles gonflantes sous sollicitation chimique

L. Massat, I. Bihannic, F. Claret, O. Cuisinier, S. Gaboreau, F. Masrouri, M. Pelletier



Projet collaboratif transverse

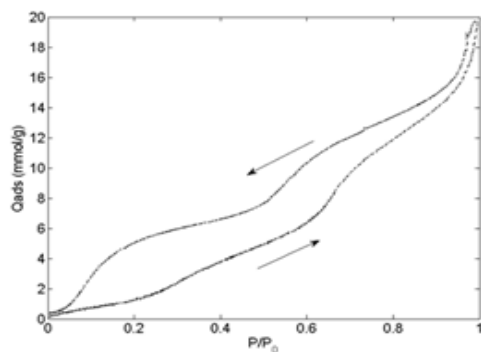
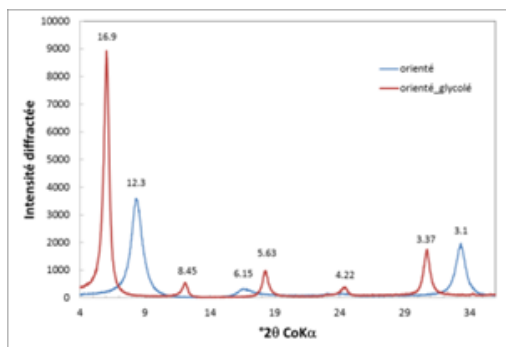
- > **Pression de gonflement et conductivité hydraulique des barrières argileuses riches en smectite**
 - Signal macroscopique/Mesure des pressions de gonflement
 - Caractérisation multi-échelle de l'organisation minéral/porosité des systèmes compactés
- > **Prédire le gonflement en fonction des sollicitations chimiques**



Couplage mécanique/microstructure

Choix et caractérisation de l'échantillon

➤ Smectite Kunipia « G » montmorillonite dioctaédrique



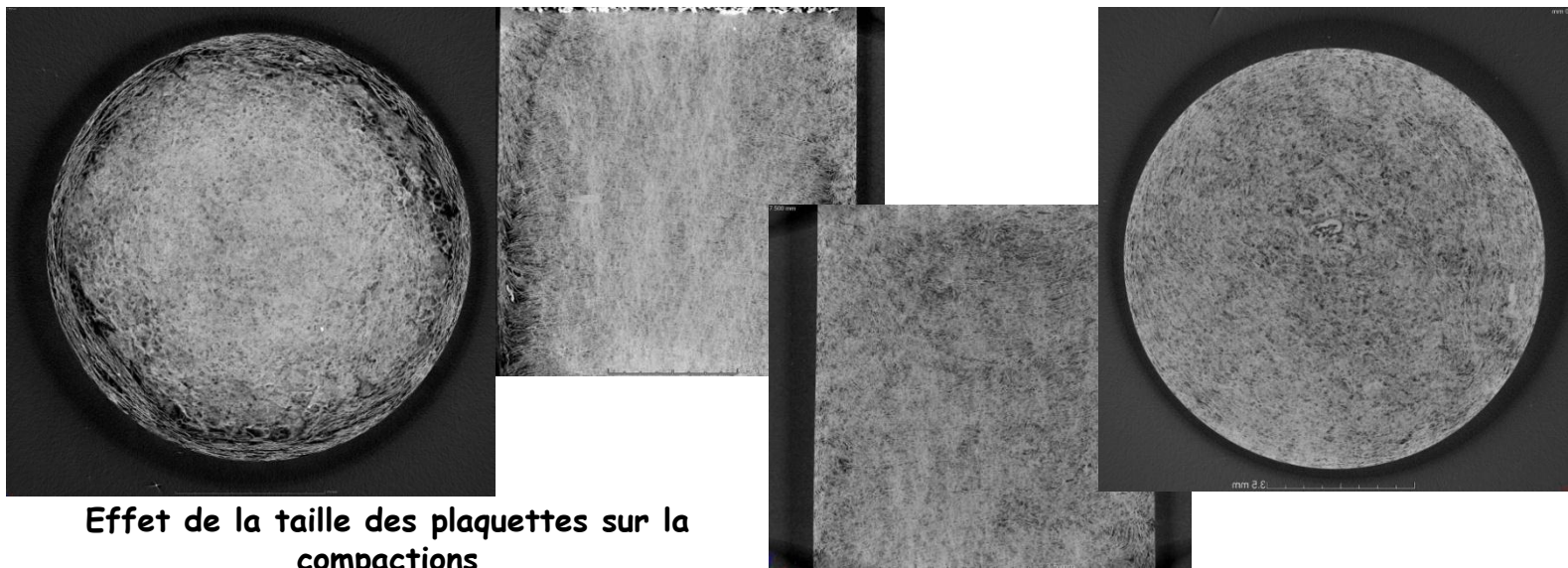
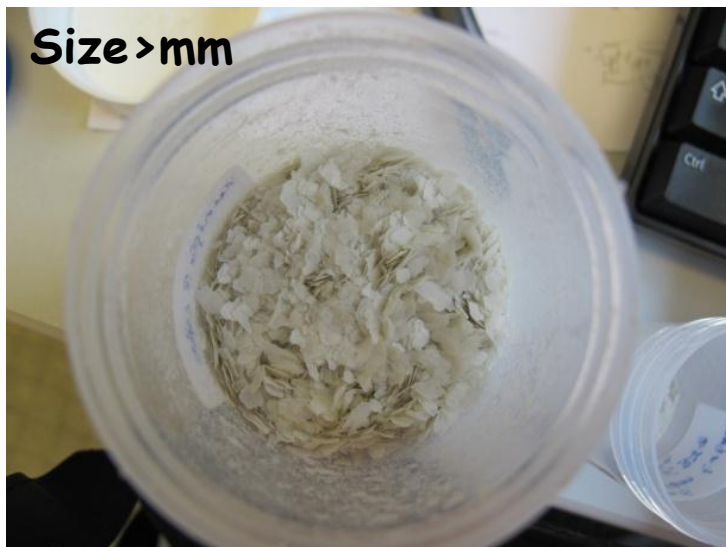
	Kunipia « grade G »	Smectite MX80 purifiée (Sauzeat, 2003)
CEC déshydratée (mmol/100g)	115	99
Bases échangeable	91% Na, 8% Ca, 1% K	100 % Na
Phases accessoires	1-2% carbonates, 2-3% Quartz	
Formule stoechiométrique	$\text{Na}_{0.3}\text{K}_{0.01}\text{Ca}_{0.08}(\text{Si}_{2.9}\text{Al}_{0.1})(\text{Al}_{1.49}\text{Mg}_{0.51}\text{Fe}^{\text{II}}_{0.12}\text{Fe}^{\text{III}}_{0.03})\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_{0.18}\text{Ca}_{0.10}(\text{Si}_{2.98}\text{Al}_{0.02})(\text{Al}_{1.53}\text{Mg}_{0.28}\text{Fe}^{\text{II}}_{0.12}\text{Fe}^{\text{III}}_{0.08})\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$
Masse molaire (demi-maille)	373.8	372.7
d(060)	1.49 Å	1.49 Å
Surface spécifiques (BET, m ² /g)	42	33
Surface BET à l'eau m ² /g	70 – 100*	106*
Entrée des mésopores (rayon, Å)	20	20-30
Densité de grains déshydraté	2.6	2.6



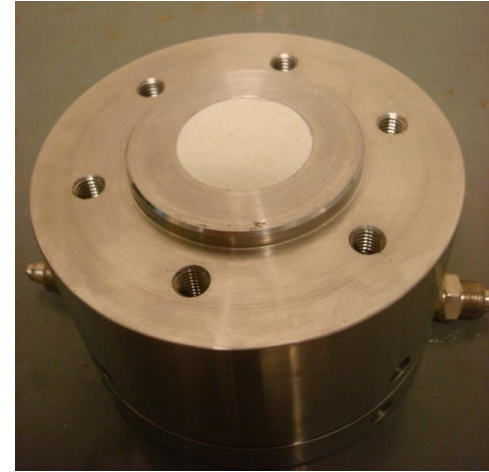
Géosciences pour une Terre durable

brgm

Conditionnement de l'échantillon



Effet de la taille des plaquettes sur la compactions



Caractérisation macroscopique

Pression de gonflement à volume constant



Dry density & Ionic strength
sensitivity

Dispositifs expérimentaux



« Injection cell »

Dimension échantillon : $H_{\text{théorique}} = 10 \text{ mm}$, $\varnothing = 50 \text{ mm}$

Densités théoriques : 1,2, 1,3, 1,4 et 1,6

Saturation par injection sous 50kPa

Hydratation avec : $\text{NaCl } 10^{-4} \text{ M}$ (FI = 10^{-4} M) ; $\text{NaCl } 10^{-1} \text{ M}$ (FI = 10^{-1} M)

$\text{CaCl}_2 10^{-1} \text{ M}$ (FI = $2,5 \cdot 10^{-1} \text{ M}$) ; $\text{CaCl}_2 10^{-4} \text{ M}$ (FI = $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$)



« Pressure cell »

Dimension échantillon : $H_{\text{théorique}} = 10 \text{ mm}$, $\varnothing = 34 \text{ mm}$

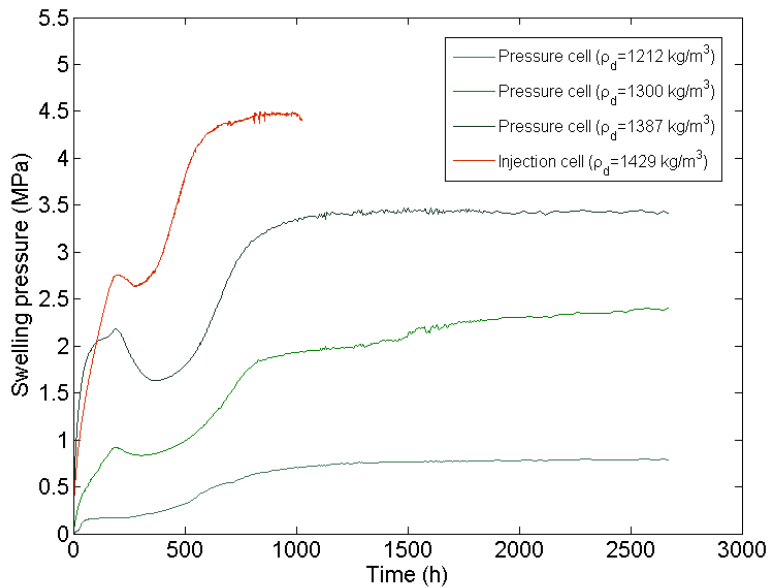
Densités théoriques : 1,2, 1,3, 1,4 et 1,6

Saturation par diffusion à partir de la base de l'échantillon

Hydratation avec : $\text{NaCl } 10^{-4} \text{ M}$ (FI = 10^{-4} M) ; $\text{NaCl } 10^{-1} \text{ M}$ (FI = 10^{-1} M)

$\text{CaCl}_2 10^{-1} \text{ M}$ (FI = $2,5 \cdot 10^{-1} \text{ M}$) ; $\text{CaCl}_2 10^{-4} \text{ M}$ (FI = $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$)

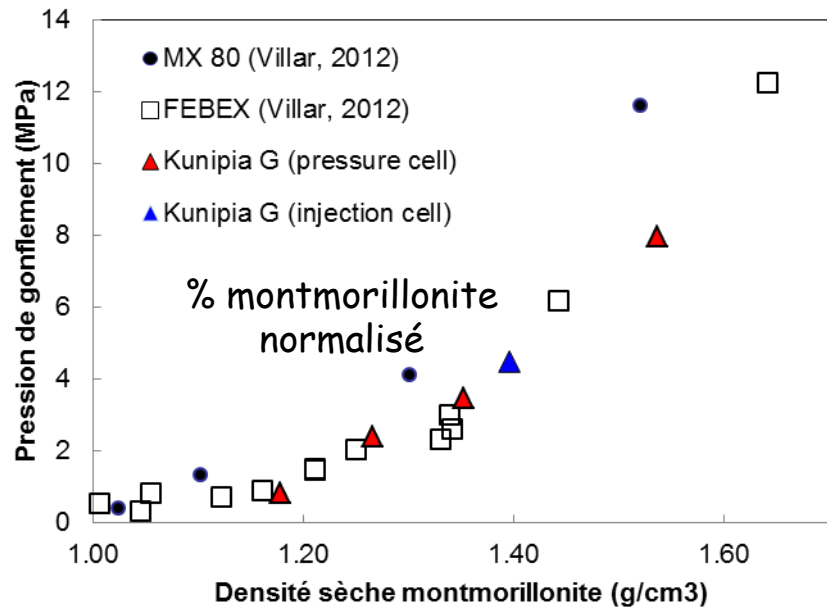
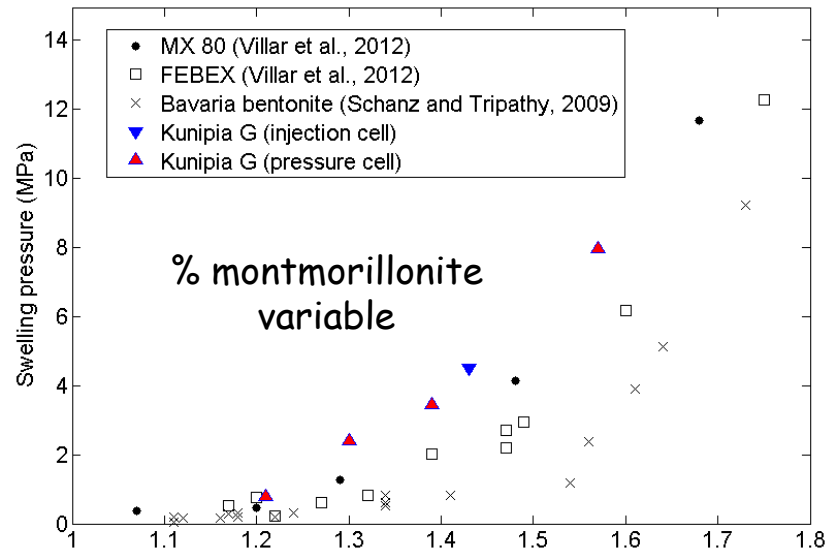
Pression de gonflement/milieux compactés



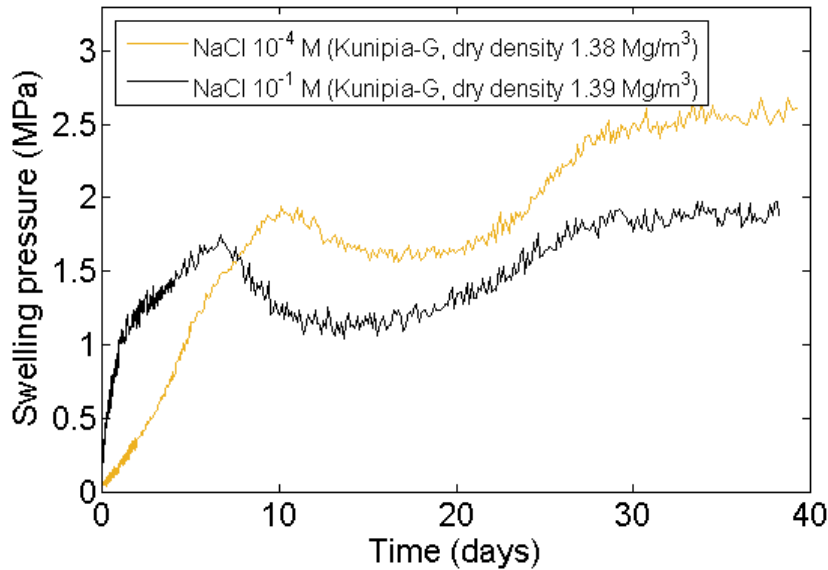
Evolution macroscopique identique entre les 2 dispositifs

Augmentation de la pression de gonflement en fonction de la densité

Pression de gonflement proportionnelle à la teneur en smectite



Pression de gonflement/Force ionique

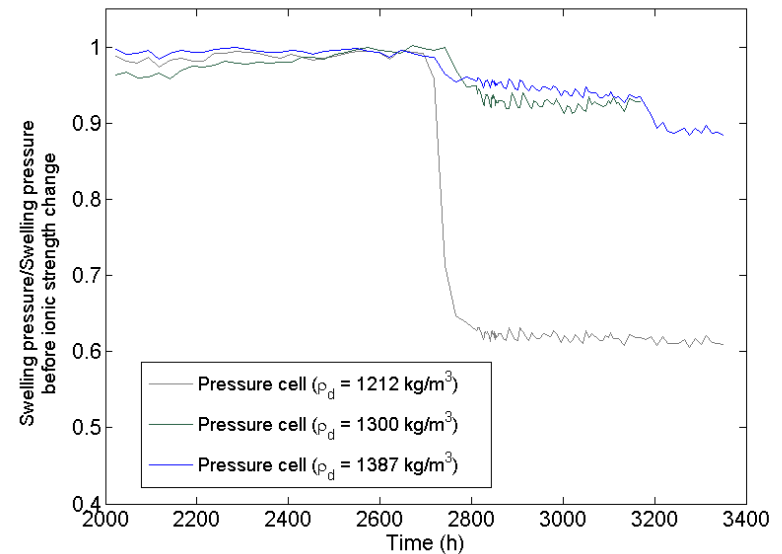
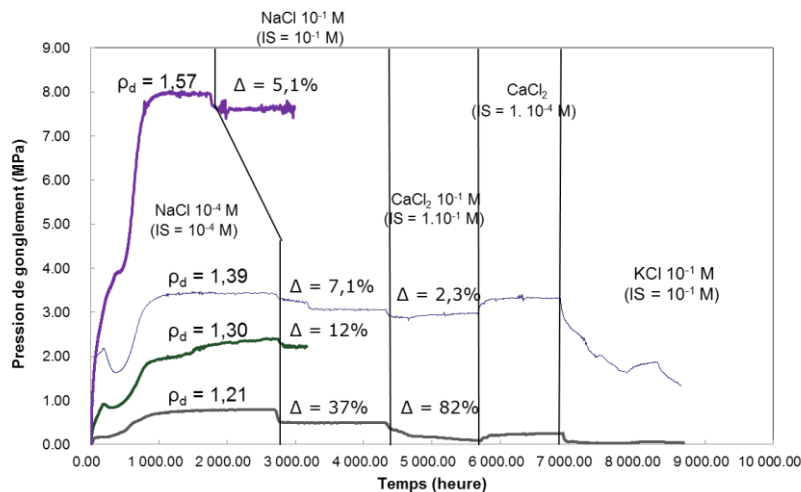


Evolution de la pression de gonflement en fonction de la force ionique

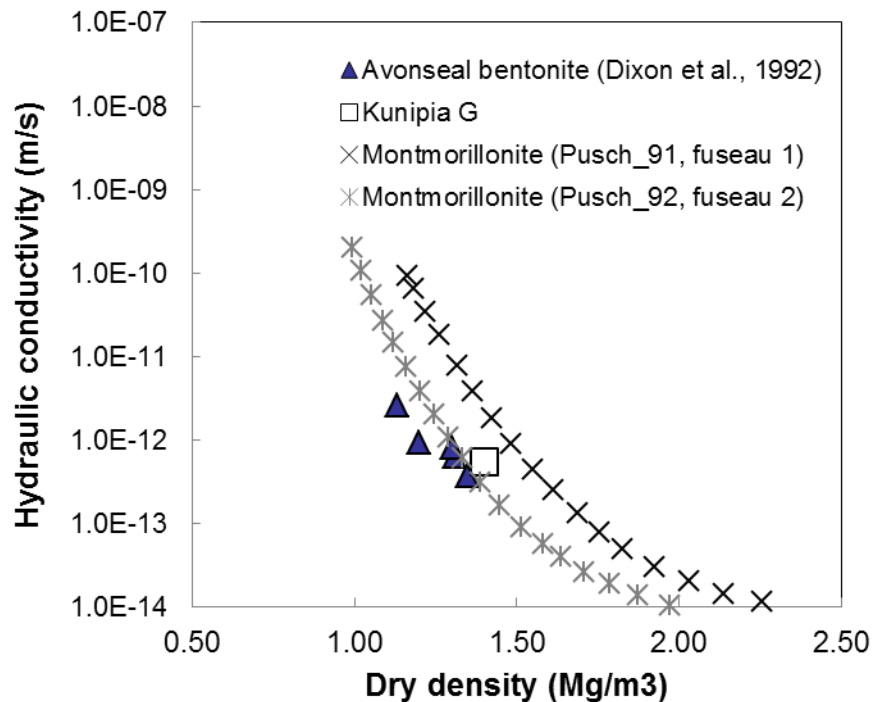
Effet de la force ionique en fonction de la densité

Pression de gonflement diminue avec l'augmentation de la force ionique

$$P_{gNa^+} > P_{gCa^{+2}}$$

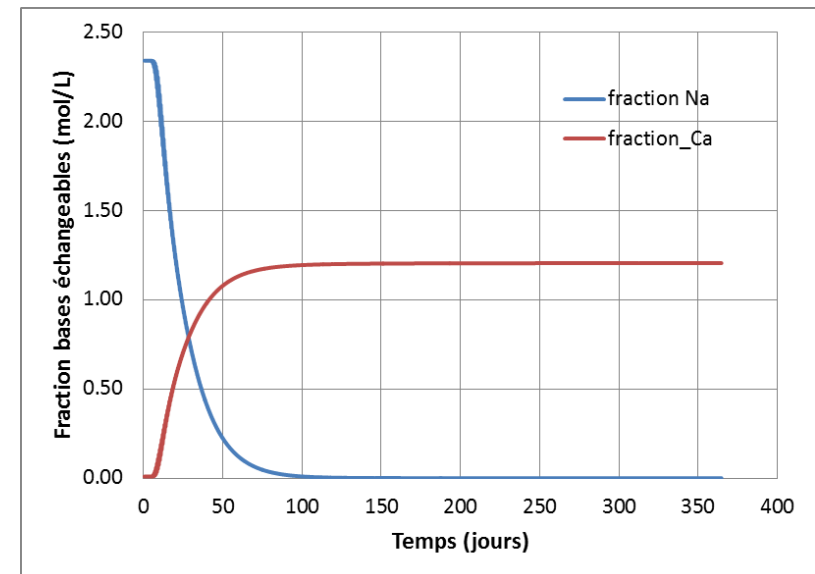


Conductivité hydraulique

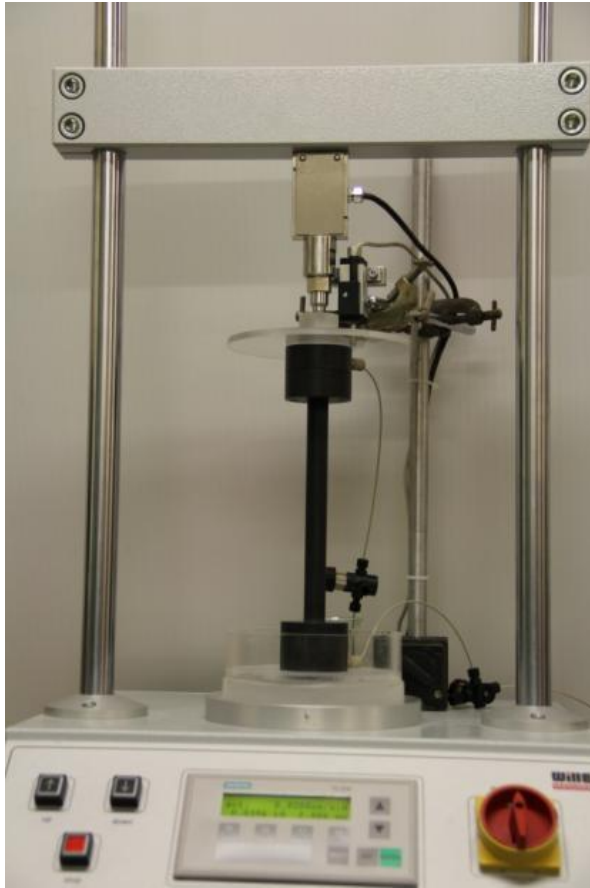


Modélisation du temps nécessaire à la saturation & l'échange cationique

Mesure de conductivité hydraulique en accord avec les données de la littérature pour une même densité apparente



Dispositif expérimental/Développement



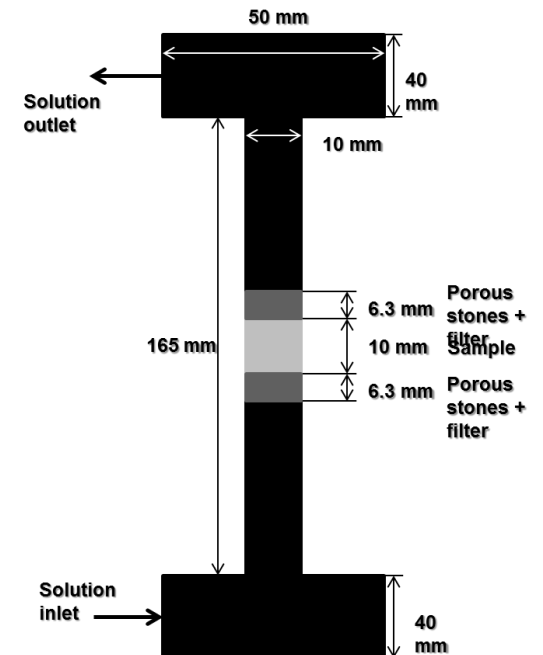
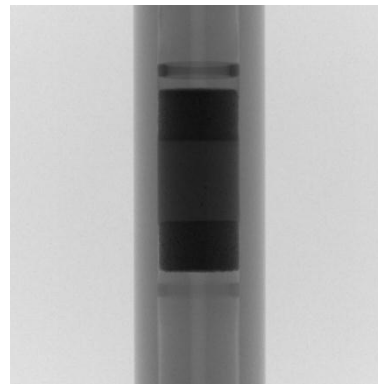
Densité de compaction théorique : 1,4 et 1.7

Dimensions échantillon : $H_{\text{théorique}} = 10 \text{ mm}$, $\varnothing = 10 \text{ mm}$

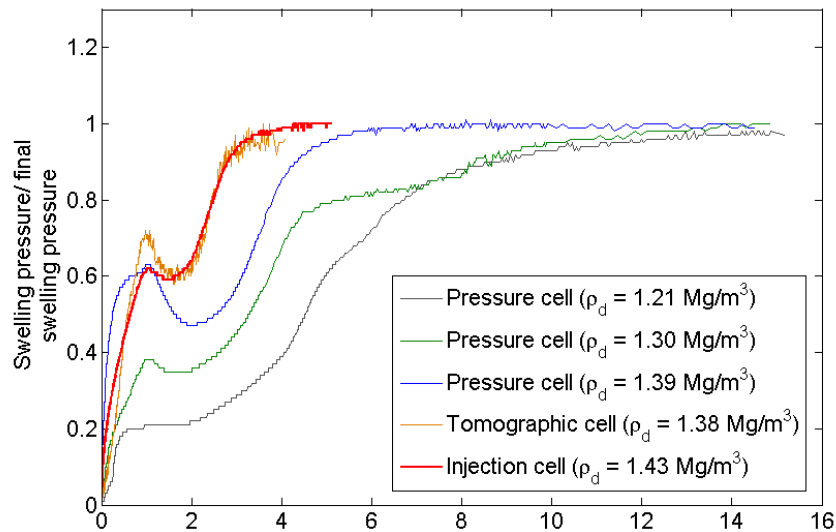
Injection sous 50 kPa après phase initiale de vide

Hydratation avec : $\text{NaCl } 10^{-4} \text{ M}$ (FI = 10^{-4} M) ; $\text{NaCl } 10^{-1} \text{ M}$ (FI = 10^{-1} M)

$\text{CaCl}_2 10^{-1} \text{ M}$ (FI = $2,5 \cdot 10^{-1} \text{ M}$) ; $\text{CaCl}_2 10^{-4} \text{ M}$ (FI = $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$)



Pression de gonflement/calibration

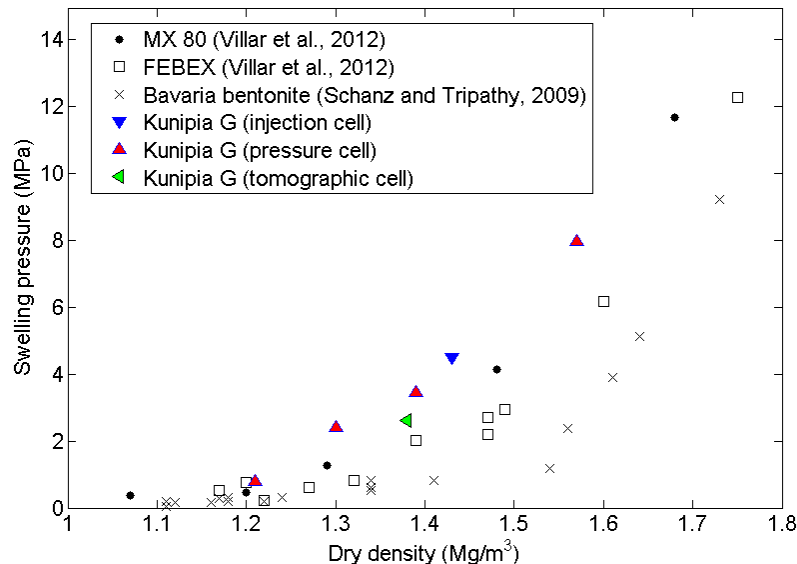


Comportement identique de la P_g en fonction du dispositif

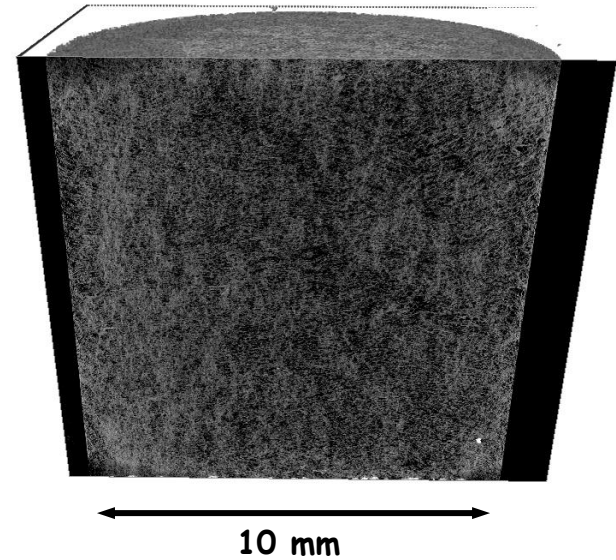
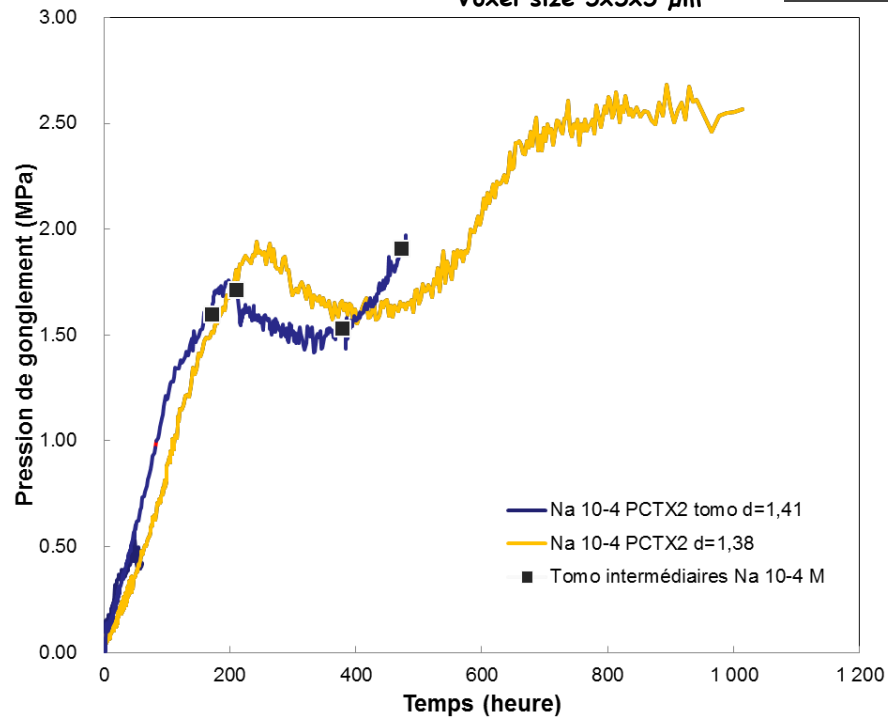
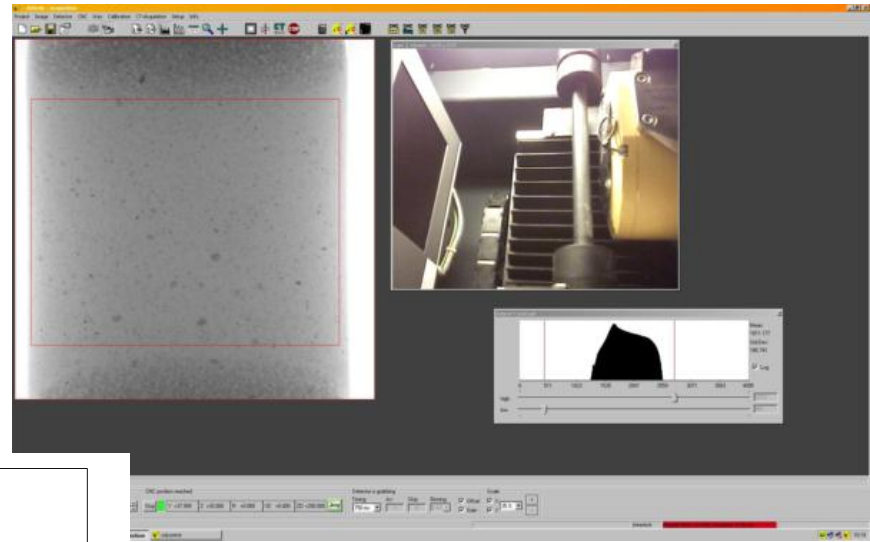
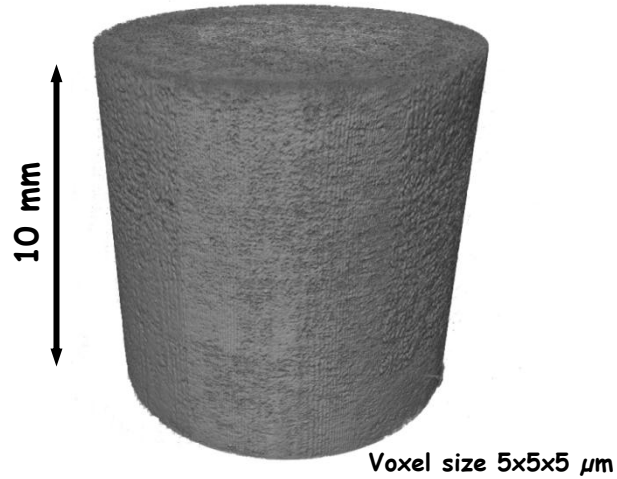
Pas d'effet de la taille des échantillons

Pression de gonflement à saturation < aux cellules conventionnelles

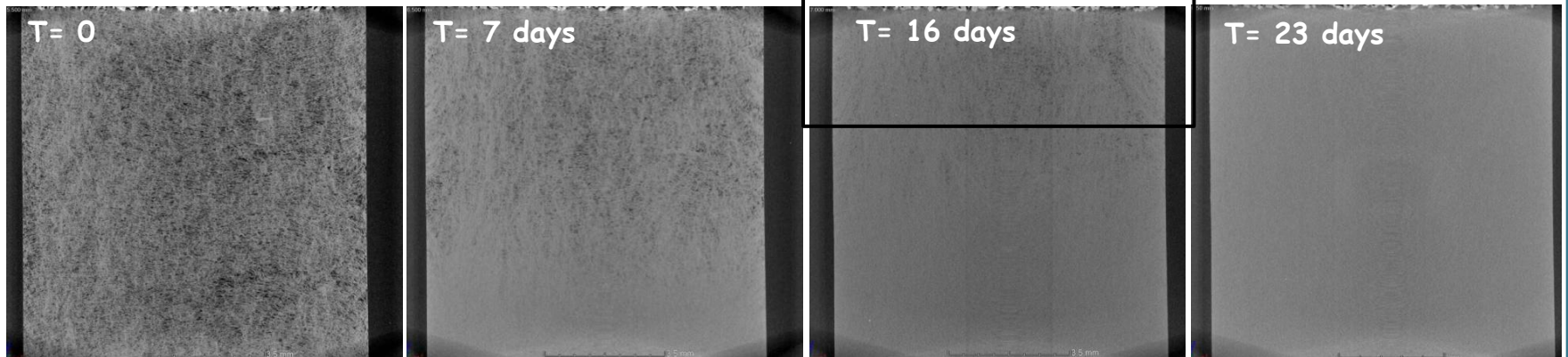
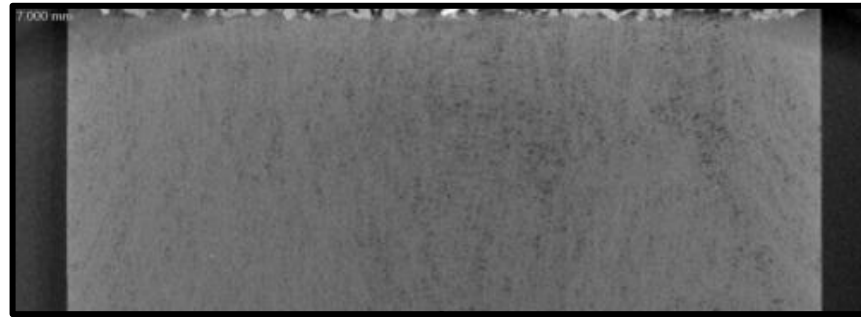
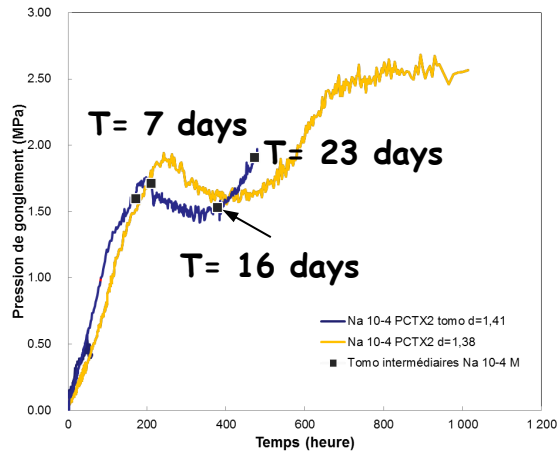
Problème lié à la compaction de la poudre dans la cellule



Acquisition dynamique



Acquisition dynamique/évolution macrosc.

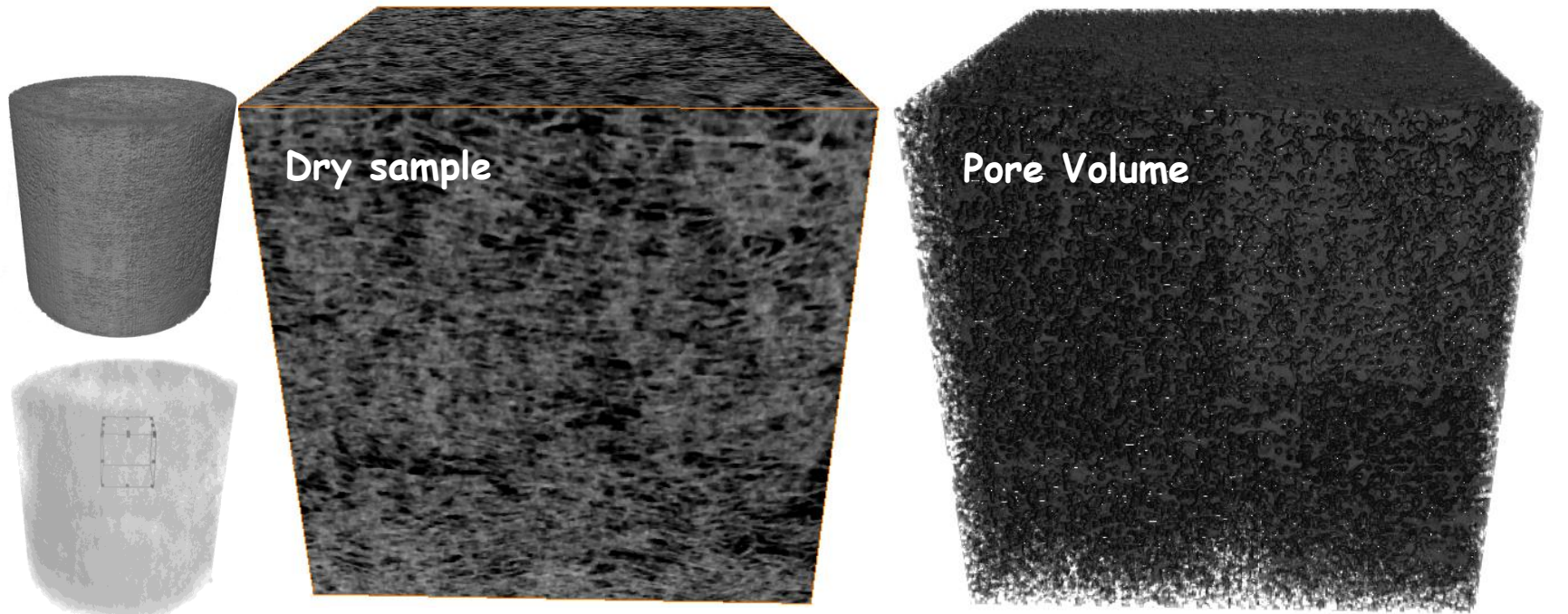


Chute de la pression de gonflement/réorganisation de la macroporosité

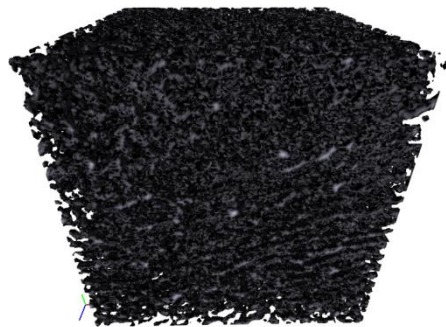


Homogénéisation du système à l'échelle d'observation

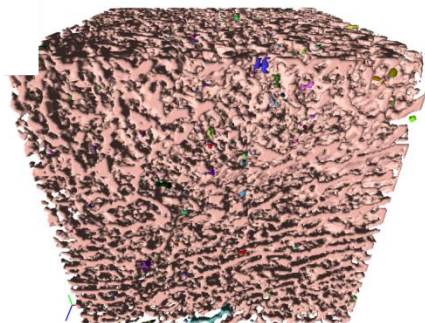
Caractérisation macroscopique



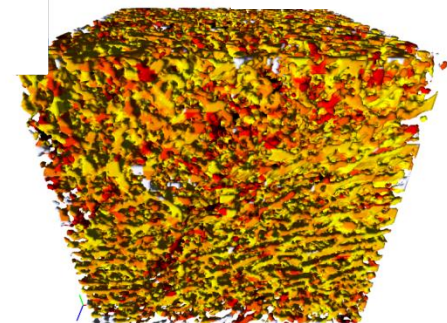
Anisotropy mean length intercept method



PSD



Connectivity



Shape classification

Caractérisation multi-échelle

Difficulté de caractérisation à l'état hydraté

Utilisation du méthylméthacrylate (MMA) . Utilisé pour différents matériaux argileux.

Sammartino et al. 2002 → shale (low smectite content)

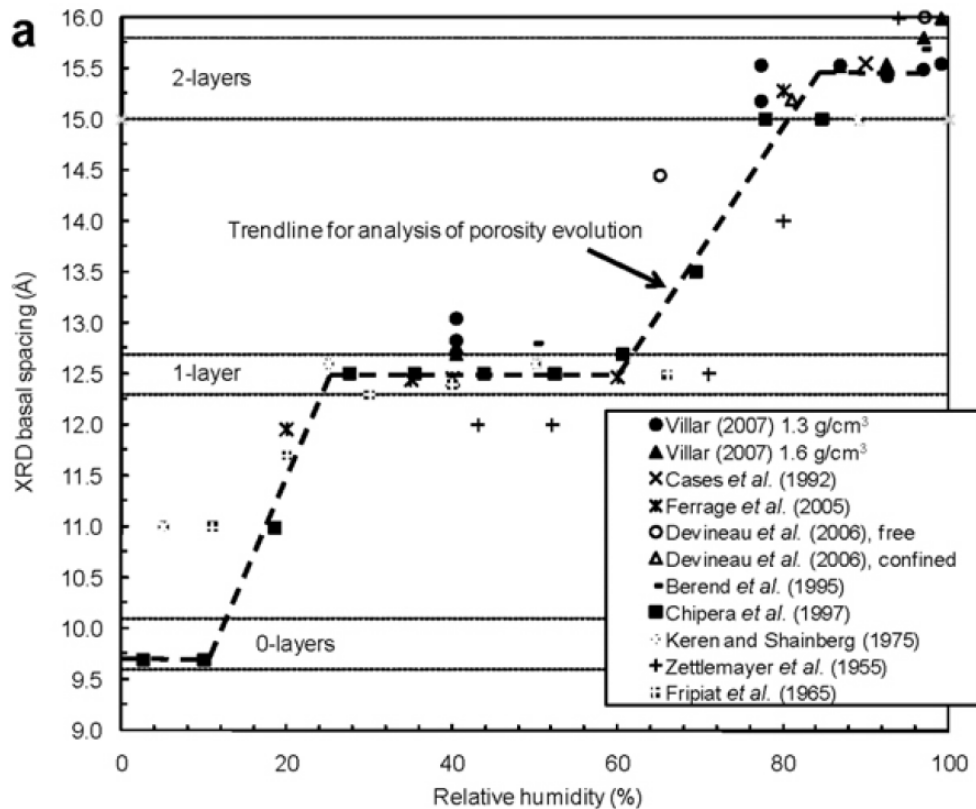
Prêt et al. 2010 → bentonite (high smectite content)

.....

Évaluation du comportement des échantillons de smectite compactée sous pression d'entrée de MMA.

Condition expérimentale identique aux électrolytes (NaCl, CaCl₂, KCl)

Hydratation des milieux argileux compactés



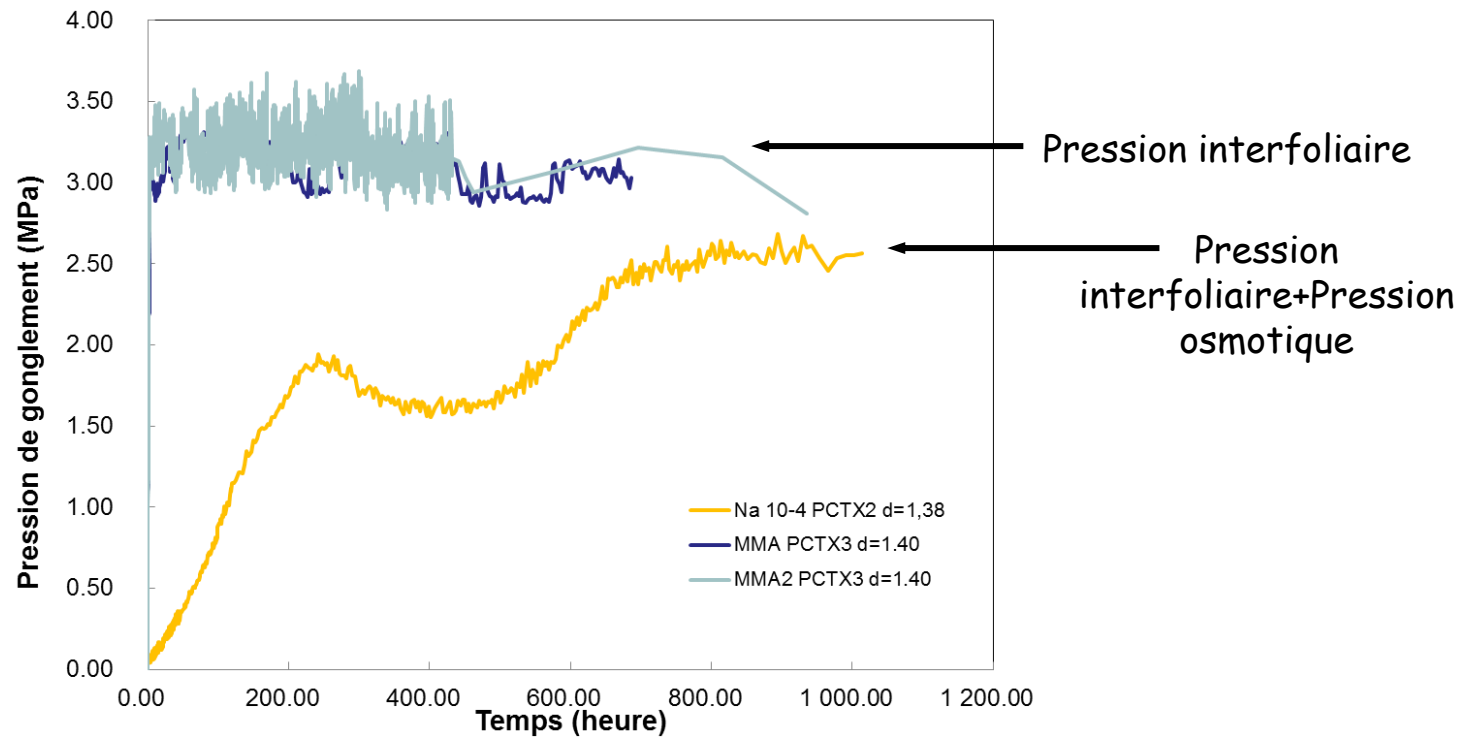
Dans le cas d'un système homogène

A saturation en eau :

Développement d'une structure à 2 couches d'eau interfoliaire

MMA permet de figer la structure dans un état similaire à deux couches d'eau

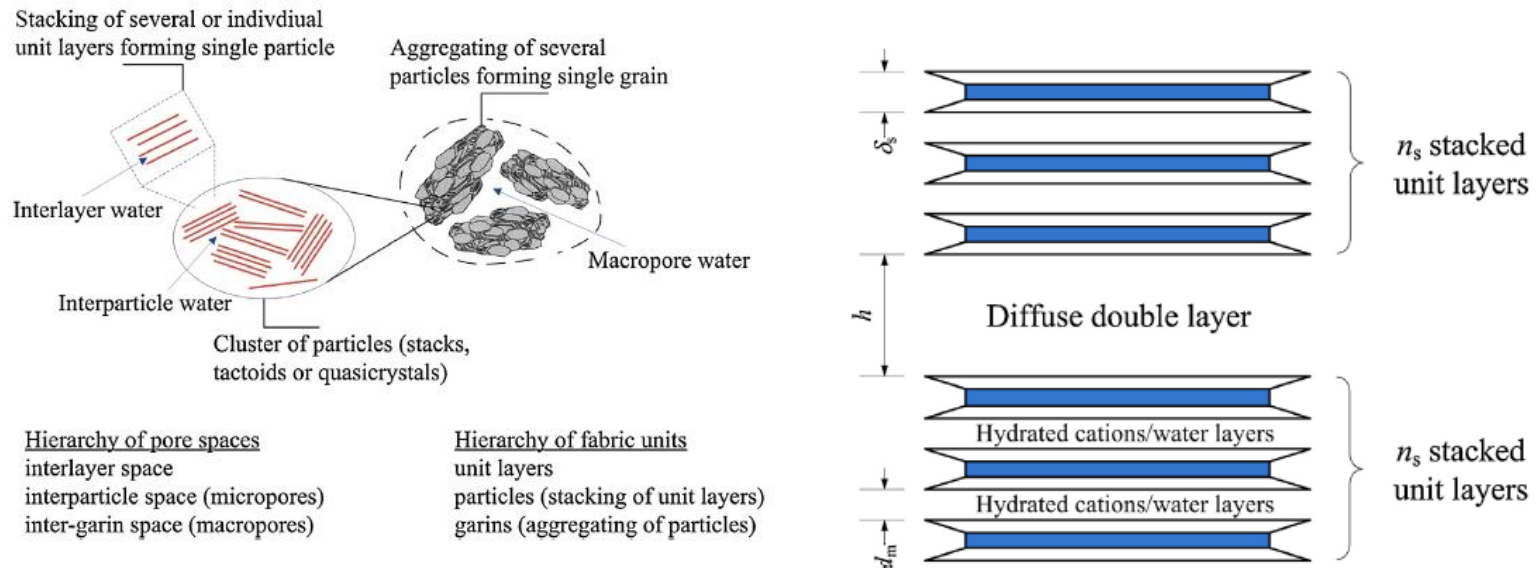
Pression de gonflement/injection MMA



➡ Pression de gonflement supérieure à un électrolyte de faible IS

➡ Pas de réorganisation de la macroporosité

Modèle prédictif/estimation des pressions P_g



Liu et al. 2013

Prise en compte de la pression cristalline (interfoliaire) et de la pression osmotique (interparticulaire)

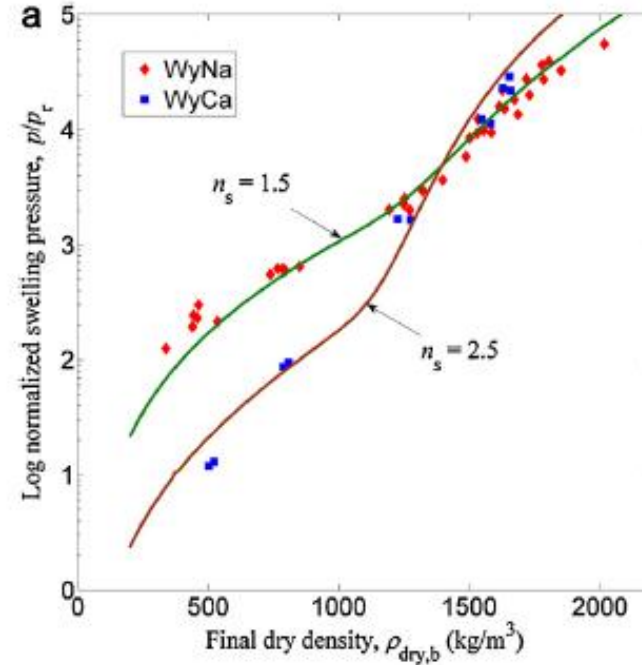
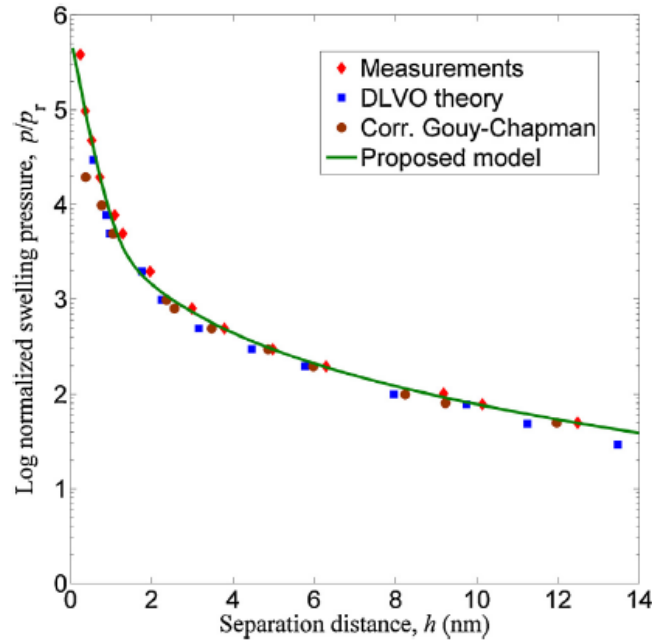
$$p = p_{DDL}(h, c, v) - p_{vdW}(h)$$

$$p_{CSS} = k \exp\left(\frac{-h}{l}\right)$$

De la distribution des bases échangeables

$$d_m = \frac{1}{CEC} \sum_i EXC_i d_i$$

Modèle prédictif/estimation des pressions P_g

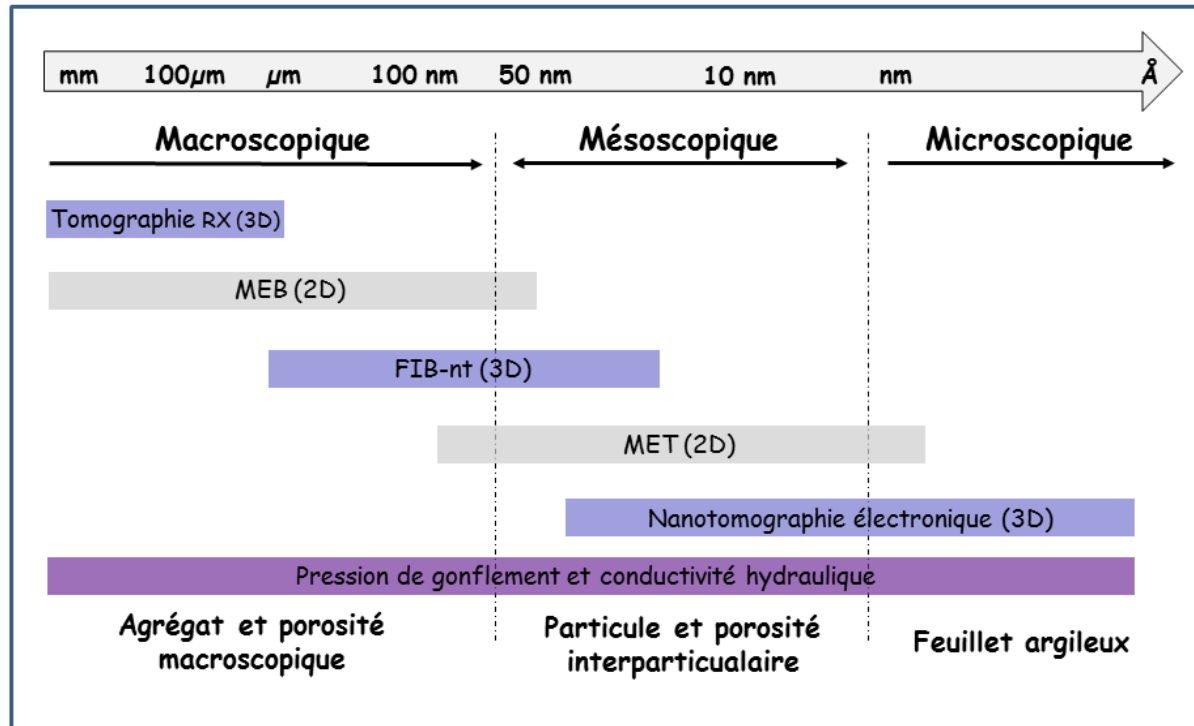


Modèle thermodynamique basé sur les isothermes d'adsorption d'eau pour la Pression cristalline

Modèle basé sur théorie de la « DDL » pour décrire la pression osmotique

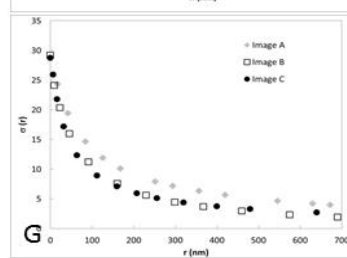
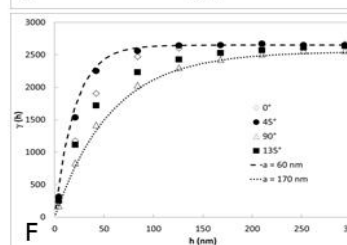
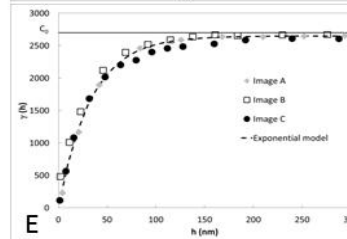
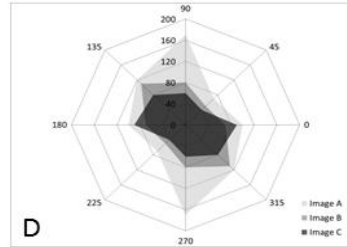
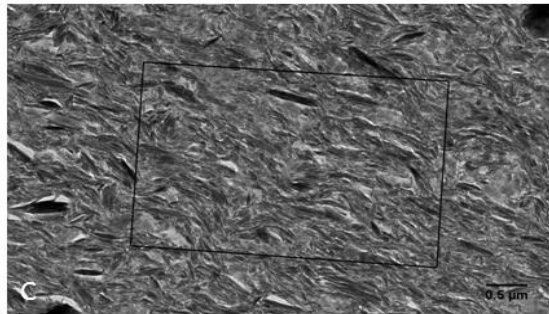
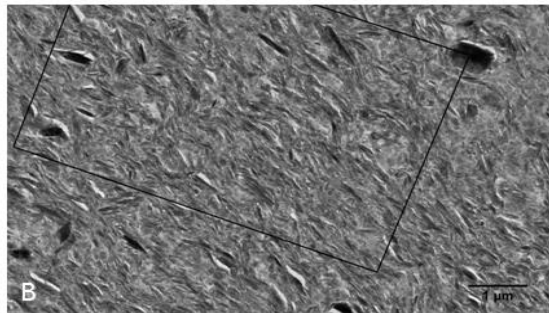
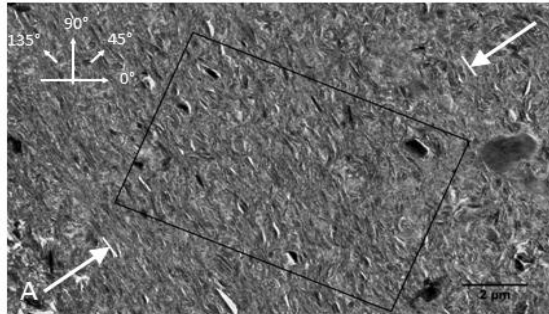
Prise en compte d'un milieu homogène avec h constant et n_s ajusté
Paramètres à acquérir pour ajuster le modèle

Caractérisation multi-échelle



Association de techniques 2D et 3D pour décrire et quantifier l'organisation spatiale de la porosité et l'arrangement des particules
Système monovalent (Na) et divalent (Ca) à 2 forces ioniques

Caractérisation multi-échelle/cas d'école



Microstructure d'un échantillon d'illite compacté

Orientation des particules en fonction de l'axe de compaction

Estimation de la taille des particules en fonction du champ d'observation

Estimation de la taille des particules en fonction de l'orientation

Estimation du volume élémentaire représentatif en fonction du champ d'observation



Ongoing work pour le cas des échantillons de smectite compactés