# ANALYSE MULTI-ECHELLE DU COMPORTEMENT DES CARBONATES POREUX SOUS CHARGEMENT TRIAXIAL

## MULTI-SCALE ANALYSIS OF A POROUS CARBONATE ROCK UNDER TRIAXIAL CONDITIONS

Catherine DORE-OSSIPYAN<sup>1,2</sup>, Michel BORNERT<sup>1</sup>, Patrick AIMEDIEU<sup>1</sup>, Alexandre DIMANOV<sup>2</sup>, Vincent de GREEF<sup>2</sup>, Jean SULEM<sup>1</sup>

- <sup>1</sup> Laboratoire Navier, ENPC, Université Gustave Eiffel, CNRS UMR 8205, Marne-la-Vallée, France
- <sup>2</sup> Laboratoire de Mécanique des Solides, CNRS UMR 7649, École Polytechnique, 91128 Palaiseau. France

**RÉSUMÉ** – Des bandes de déformation sont observées dans les carbonates poreux sous différentes conditions de chargement triaxiales et à toutes les échelles. Un nouveau dispositif triaxial insérable dans un microtomographe de laboratoire permet d'observer en 3 D la localisation des déformations à une échelle caractéristique de la microstructure, sur des échantillons de 15 mm ou moins d'un matériau déjà étudié à plus grande échelle.

**ABSTRACT** – Deformation bands are observed in porous carbonates rocks under different triaxial loading conditions and at all scales. A new triaxial device that can be inserted in a laboratory micro-CT setup allows us to observe in 3D strain localization phenomena in millimeter-sized samples (15 mm in diameter or less), at the microstructure scale of a limestone previously studied at a larger scale.

#### 1. Introduction

La compréhension de la compaction inélastique dans les roches carbonatées est d'une importance capitale pour évaluer les performances hydrauliques des géosystèmes. La formation de bandes de déformation, telle qu'observée dans les carbonates poreux en laboratoire (Baxevanis et al., 2006 ; Papazoglou et al., 2017 ; Huang et al., 2019 ; Chen et al., 2020 ; Leuthold et al., 2021) et sur le terrain (Tondi, 2007 ; Rath et al., 2011, Rustichelli et al., 2012 ; Cilona et al., 2014) des deux dernières décennies, est souvent associée à une réduction intense de porosité due à un effondrement de l'espace poreux, un écrasement des grains, un réarrangement granulaire, des phénomènes chimiques tels que la dissolution par pression, etc. Les bandes de compaction pure, qui se forment perpendiculairement à la contrainte principale maximale, peuvent affecter négativement et de manière permanente les propriétés de transport et le rendement des opérations de géosystèmes telles que le stockage du CO<sub>2</sub> ou la géothermie. Des processus de sédimentation et de diagenèse variables et complexes peuvent induire une grande hétérogénéité de la microstructure de la roche à des échelles variées, ce qui entraîne une grande diversité des micromécanismes impliqués à ces différentes échelles pour accommoder les processus de déformation.

Un calcaire modèle choisi pour sa porosité importante et hétérogène, le calcaire de Saint-Maximin, est étudié dans le cadre d'une campagne expérimentale d'essais triaxiaux à micro-échelle (échantillons de taille millimétrique). Un nouveau dispositif triaxial permettant des essais *in situ* au sein d'un microtomographe de laboratoire a été développé, permettant une meilleure quantification de la localisation des déformations à l'échelle micrométrique, en combinant la microtomographie en contraste d'absorption de rayons X avec des méthodes d'analyse par corrélation d'images numériques. La structuration des bandes de déformation est explorée à partir d'expériences réalisées à petite échelle. Des essais sur des échantillons de taille standard (40x80 mm) sur le même matériau ont déjà

été réalisés au cours de travaux précédents (Baud *et al.*, 2009 ; Baud *et al.*, 2017 ; Abdallah, 2019 ; Abdallah *et al.*, 2020a, b). Les nouveaux essais permettront de rendre compte des effets d'hétérogénéités, et notamment de comprendre l'influence des variations de porosité dans le processus de formation de bandes de compaction dans le matériau Saint-Maximin et de construire un modèle de comportement multi-échelle.

## 2. Méthode expérimentale

#### 2.1. Description du matériau

Le Saint-Maximin (SML) est un calcaire poreux (>37%) à matrice granulaire, riche en quartz (20-40%). Il provient de la carrière Rocamat à Saint-Maximin-sur-Oise, au nord de Paris (Oise). Le matériau est composé de coquilles fossiles, d'agrégats de grains de calcite microporeux et de grains de quartz, cimentés par de la micrite ou de la sparite carbonatées (Fig. 1a). L'analyse d'images obtenues par micro-tomographie à rayons X des échantillons plus grands (40x80 mm) révèle une alternance de zones de taille centimétrique denses (25%) apparaissant plus claires et de zones poreuses (40-45%) (plus sombres) De grands pores (millimétriques) isolés sont fréquemment observés dans les zones denses, ainsi qu'une surabondance de gros grains et de ciment.

Un échantillon très poreux (41%) de 14 mm de diamètre et 33 mm de hauteur a été carotté et testé. Des essais précédents n'ont détecté aucune orthotropie. On n'observe pas dans cet échantillon de grandes zones très poreuses ou très denses (Fig. 1b et c). La porosité serait plutôt répartie de manière homogène, avec des fluctuations locales à une échelle plus petite que l'échantillon et quelques inclusions distribuées aléatoirement.

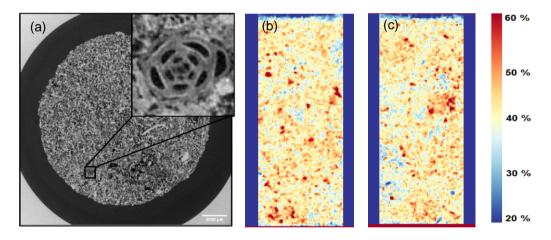


Figure 1. (a) Section de l'échantillon testé imagée par microtomographie. Cartes de porosité locale, calculée sur des fenêtres de taille 40 voxels, de deux sections orthogonales de l'échantillon de SML testé (b) section à 0° et (c) section à 90° (échelle des couleurs à droite pour les deux cartes).

### 2.2. Description de la procédure expérimentale

L'essai est conduit sur le microtomographe UltraTom (RX Solutions, Chavanod, France) du Laboratoire Navier, équipé de deux sources Hamamatsu (Fig. 2a), l'une en réflexion à 230 kV et d'intensité maximale de 1 mA, l'autre en transmission avec deux cathodes (W ou LaB<sub>6</sub>) différentes, à 160 kV et 100 kV, d'une intensité maximale de 10 µA. Toutes deux peuvent être utilisées avec la cellule triaxiale, dont la géométrie est conçue de sorte à pouvoir minimiser la distance source-objet et ainsi atteindre les meilleures résolutions spatiales en laboratoire. Elle diffère de ce point de vue des dispositifs utilisés sous rayonnement synchrotron (Lenoir et al., 2007) pour lesquels les contraintes géométriques sont moins critiques. Une platine tournante permet la rotation précise du dispositif

expérimental devant la source utilisée pendant l'acquisition de l'image. Les radiographies sont acquises avec un imageur récent Varex 4343 DXI, formé de 3072x3072 pixels de 139µm de côté, présentant un rapport signal/bruit notablement amélioré par rapport aux capteurs de générations antérieures.

Une pression de confinement maximale de 20 MPa peut être imposée dans la cellule triaxiale. Le confinement est assuré par de l'eau. Dans ce premier essai, le chargement hydrostatique est appliqué manuellement, par paliers de 2 bars en 2 bars, radialement, puis axialement. La force axiale est appliquée par le piston inférieur, activé par un vérin électromécanique (Fig. 2b) et mesurée par deux cellules de force. La déformation axiale moyenne de l'échantillon peut être estimée à partir des tours moteurs, si l'on connait la souplesse de la machine. De plus, tout au long des phases de chargement, des radiographies ont été prises de manière à suivre qualitativement et quasiment en continu la déformation de l'échantillon : la déformation axiale moyenne sur l'échantillon peut ainsi être aussi estimée par application de la Corrélation d'Images Numériques 2D (CIN) sur les radiographies 16-bit ainsi acquises. La déformation peut aussi être évaluée plus localement au sein des radiographies, pour en particulier détecter les toutes premières manifestations de localisation.

Un échantillon est préparé et monté sur l'appareil triaxial, qui est lui-même monté sur la platine tournante. L'échantillon est glissé dans une membrane en silicone, qui est serrée contre les pistons, enduits de graisse à vide, à l'aide d'un collier en fil de fer fin, pour assurer l'étanchéité. Des talons en aluminium protègent les conduits d'injection pour le contrôle de la pression de pores du bouchage par des grains de calcite. Deux paires de feuillets circulaires de Téflon sont ajoutés entre le matériau testé et les talons, afin de réduire l'effet du frottement entre l'échantillon et l'aluminium.

L'essai est conduit à température ambiante sur un échantillon sec. Une pression hydrostatique de 2 MPa est d'abord appliquée. Un scan de référence est fait à ce momentlà (étape 0). Les scans sont réalisés avec la source en réflexion sous une tension de 120 kV et une intensité de 70 µA. Un filtre en cuivre de 0.1 mm d'épaisseur a été rajouté sur la fenêtre de la source pour supprimer tout artéfact de durcissement de faisceau, que les parois en aluminium de la cellule triaxiale réduisent déjà considérablement. Les scans sont réalisés en mode « stack » pour couvrir la totalité de l'échantillon, en deux balayages. Les volumes sont reconstruits avec une taille de voxel de 8.5 µm à l'aide du logiciel X-Act (RX Solutions). Un second scan est réalisé au confinement de 8 MPa (étape 0bis). Pendant la phase déviatorique, on contrôle le déplacement du piston à une vitesse de 0.1µm/s, et sa position finale. Entre chaque pas de chargement, variant entre 2 et 50 µm, une radio de l'échantillon est prise. À 0.1, 0.7, 1.5, 2.4 et 3.9% de déformation axiale totale, évaluée à partir du déplacement machine, un scan de 16h de l'échantillon complet sous pression et déplacement machine maintenus est mené. Une relaxation de l'échantillon peut être clairement relevée pendant ces scans (Fig. 3). Une étude métrologique préliminaire a montré que la CIN 2D menée sur les radiographie ne fournit une précision suffisante que si l'on réduit le bruit des radiographies par moyennage d'image ; 32 radiographies sont ainsi nécessaires pour chaque niveau de chargement, ce qui impose d'interrompre le chargement pendant leur acquisition. Les fluctuations en dents de scie sont dues à ces arrêts plus courts.

Les images volumiques, de 2800x2800x4000 voxels, codées en 8-bit, sont ensuite analysées à l'aide de la Corrélation d'Images Volumiques (CIV), l'extension à 3 dimensions de la CIN (Bornert *et al.*, 2004, Lenoir et al, 2007), permettant ainsi de produire des cartes de déformations du matériau pendant l'essai. Cette méthode nous permet également d'estimer précisément la déformation axiale moyenne de l'échantillon.

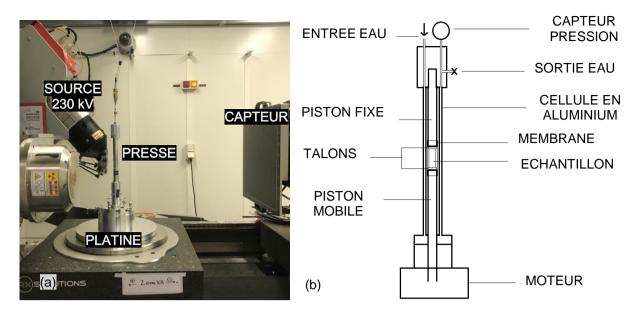


Figure 2. (a) Photo du dispositif expérimental monté (au centre) dans la chambre du tomographe avec source à gauche et détecteur à droite (b) Schéma de la presse triaxiale avec échantillon monté.

## 2.3. Corrélation d'Images

La corrélation d'images volumiques (Bornert et al., 2004; Lenoir et al., 2007) est une extension à trois dimensions de la corrélation d'images numériques (Sutton et al., 1983 ; Doumalin, 2000) classique. Grâce à la corrélation d'images, il est possible de quantifier et de caractériser les micro-mécanismes de déformation à l'échelle locale. Cette méthode consiste à déterminer le champ de déplacements à partir de la comparaison de deux images numériques tridimensionnelles avant et après déformation. Des sous-volumes, appelés domaines de corrélation, sont définis dans l'image de référence et sont chacun identifiables par la distribution spatiale de leurs niveaux de gris. On recherche la transformation qui associe la distribution des niveaux de gris des voxels la plus semblable dans l'état déformé. Ceci suppose alors que l'on ait des images suffisamment contrastées à l'échelle étudiée et que chaque domaine ait des niveaux de gris uniques. Les matériaux hétérogènes tels que les carbonates sont très adaptés à l'utilisation de la CIV, car ils présentent naturellement de très bons contrastes locaux. Il faut par ailleurs supposer que la variation des niveaux de gris ne traduit que la transformation matérielle, éventuellement, selon le critère de ressemblance retenu, à des variations de contraste et de brillance globales près. Cette dernière hypothèse de conservation des niveaux de gris n'est cependant pas tout à fait vraie, notamment en cas de déformation locale intense au sein des domaines de corrélation, qui apparaissent en cas de localisation.

La ressemblance entre deux configurations est évaluée à partir du minimum d'un coefficient de corrélation, dépendant de la transformation locale, dans un domaine entourant la solution finale. Cette évaluation est d'abord menée « au voxel près » par l'exploration exhaustive de l'ensemble des positions discrètes possibles. Pour accéder à une précision subvoxel, on minimise le coefficient de corrélation vis-à-vis des composantes de déplacement continues en faisant appel à une interpolation des niveaux de gris de l'image finale, au moyen d'un algorithme de descente de premier gradient. La CIN est ainsi un problème d'optimisation. L'algorithme peut facilement être parallélisé pour limiter les temps de calcul.

Pour cette campagne d'essai, un domaine de corrélation cubique de 20 voxels de côté (0.17 mm) a été retenu Cette même distance définit aussi la base de mesure pour l'évaluation des déformations locales calculées à partir d'une formulation aux éléments finis dont les déplacements nodaux sont les mesures par CIV.

#### 3. Résultats

Le déviateur en fonction de la déformation axiale (estimée ici à partir du déplacement du piston inférieur, corrigé de la souplesse machine, et divisé par la longueur initiale de l'échantillon) est présenté sur la Figure 3. Le déviateur augmente linéairement jusqu'à un niveau d'environ 0.3 MPa, puis se stabilise sur un palier court, de 0.1% à 0.7%, qui est suivi par une augmentation linéaire du déviateur jusqu'à 3.9% de déformation axiale.

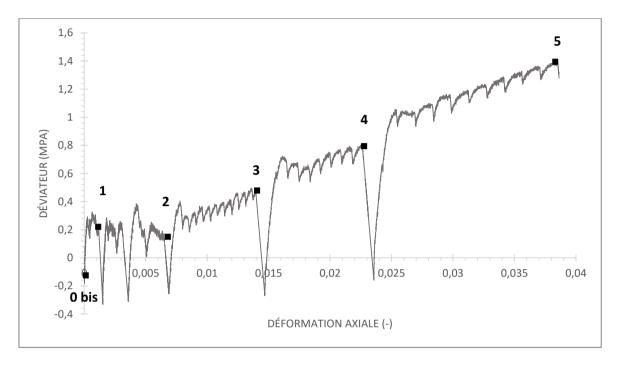


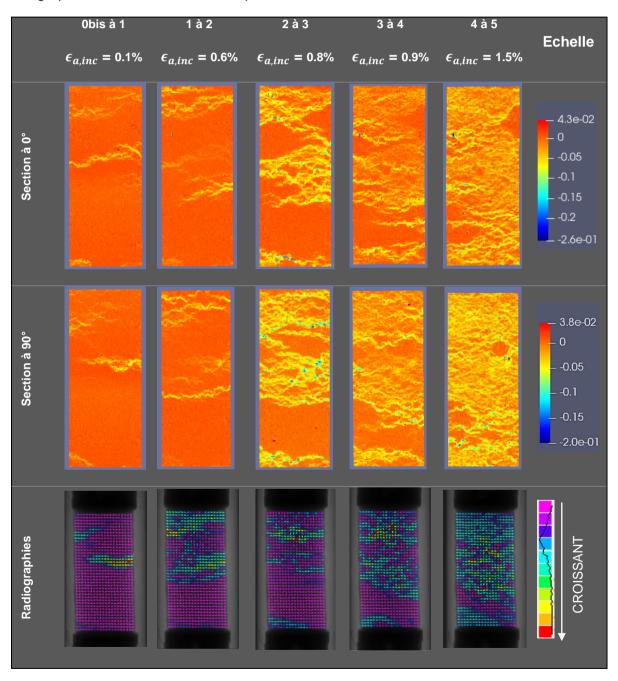
Figure 3. Estimation de la déformation de l'échantillon à partir des tours moteurs de la presse triaxiale. Le déviateur est représenté en fonction de la déformation axiale d'un échantillon de SML de 14 mm de diamètre et 33 mm de hauteur. Les étapes 0 bis à 5 indiquent les différents scans.

Le Tableau 1 présente les déformations volumiques locales incrémentales sur deux sections verticales à différentes étapes de chargement, ainsi que les radiographies incrémentales prises pendant l'essai. Dès le début du chargement déviatorique, deux zones de localisation subhorizontales marquées par une compaction intense apparaissent dans le matériau. Elles ont une structure anastomosée, composée de fins branchements de nombreuses bandes secondaires plus fines, qui semblent apparaître au cours du chargement. Une troisième bande est visible entre les étapes 2 et 3, puis entre les étapes 3 à 5 d'autres bandes se propagent progressivement à partir des bandes initiales pour couvrir les zones n'ayant pas encore été déformées. À l'étape 5, tout l'échantillon est parcouru de bandes fines, mis à part quelques petites zones. Ces zones intactes correspondent aux zones les plus denses du matériau. La largeur apparente des bandes incrémentales se situe entre 20 et 40 voxels, soit 0.17-0.34 mm. Mais cette évaluation est limitée par la résolution spatiale de la mesure de champs qui est contrainte par la taille des fenêtres de corrélation et la base de mesure des déformations associée. Il est probable que la largeur réelle des bandes soit inférieure. À 3.9% de déformation axiale, les bandes saturent l'échantillon. Les radiographies ont été utilisées pour voir qualitativement si des localisations apparaissent. Elles correspondent dans l'ensemble de manière satisfaisante avec les cartes de déformations volumiques à 90° et donnent une idée des mécanismes globaux en temps réel.

#### 4. Discussion

Les valeurs du déviateur à partir duquel apparaissent les localisations sont très faibles. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'échantillon présente une porosité très forte (41%) et nous sommes très proches de l'enveloppe de rupture. En effet, pour un échantillon plus grand et moins poreux (38%), la contrainte critique hydrostatique P\* est estimée à 15.9 MPa (Abdallah *et al.*, 2020).

Tableau 1. Cartes de déformations volumiques (compaction négative) entre deux étapes successives de deux sections orthogonales et échelle des déformations à droite, déformation axiale incrémentale moyenne par étape indiquée à la première ligne. La ligne du bas contient les radiographies incrémentales traitées par CIN. L'échelle des couleurs est seulement indicative.



La courbe contrainte-déformation est typique de matériaux montrant un développement de bandes de manière diffuse. Une transition depuis un mode de localisation discret vers diffus est relevé entre les étapes 2 et 3, où on remarque un changement de pente. Il existe des cas dans les carbonates (Chen *et al.*, 2020 ; Leuthold et al., 2021) ou les grès (Baud *et al.*,

2004) où coexistent des bandes de localisation discrètes et diffuses. Par ailleurs, Chen *et al.* (2020) ont aussi pu observer une croissance diffuse de bandes depuis une bande originelle, dont la nucléation est contrôlée par l'hétérogénéité de porosité locale.

L'écrouissage progressif se manifeste par l'apparition de microbandes compactantes dans l'échantillon depuis une bande initiale, qui saturent rapidement le matériau. L'échantillon testé ici présente une porosité plutôt homogène et plus importante, mais ce sont les quelques inclusions très poreuses qui semblent s'effondrer en premier, entre les étapes 0 bis et 1, comme dans un échantillon plus grand (40x80 mm) (Abdallah, 2019; Abdallah *et al.*, 2020). De plus, à seulement 3.9% de déformation axiale, l'échantillon est saturé de bandes, ce qui n'est pas observé dans un échantillon plus grand, plus hétérogène et moins poreux (37%), à même déformation macroscopique.

Il y a trois fronts de propagation de bandes dans l'échantillon : au centre et aux extrémités. Contrairement aux bandes aux bords qui peuvent être dues à des effets de bord, la bande centrale peut être considérée comme intrinsèquement représentative du matériau.

#### 5. Conclusions et perspectives

Une méthode récente d'étude des localisations quantitativement et qualitativement dans les carbonates poreux est présentée ici, utilisant des techniques d'imagerie et d'analyse d'images avancées, ainsi qu'un nouvel appareil triaxial. Ceci permet de réaliser une analyse en trois dimensions de la déformation et de l'évolution des mécanismes dans un matériau ayant déjà été étudié à plus grande échelle.

Une transition depuis un mode de localisation des déformations discret vers diffus est remarqué pour un échantillon poreux (41%) de Saint-Maximin à 8 MPa de confinement.

Les premières bandes de localisations apparaissent aux extrémités de l'échantillon et l'on peut suspecter qu'elles soient initiées par les imperfections de chargement du dispositif; mais d'autres apparaissent aussi au centre de l'échantillon et sont ainsi plus susceptibles d'être induites par une propriété intrinsèque du matériau, comme la porosité locale. La nucléation de ces bandes est suivie par une progression de leurs bords par diffusion de petites bandes compactantes. Cette propagation des bandes contourne les quelques inclusions denses présentes dans l'échantillon.

D'autres essais triaxiaux seront nécessaires pour comprendre le comportement du matériau et ses variabilités à cette échelle-là, en établissant par exemple l'enveloppe de rupture à différentes porosités du SML, en considérant des échantillons présentant différentes microstructures, plus ou moins poreuses et en explorant d'autres niveaux de confinement. L'analyse cinématique locale tout au long du processus de chargement permettre d'identifier les différents types de mécanismes de localisation impliqués.

#### 6. Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Centre Interdisciplinaire Energie4Climat (E4C) de l'IP Paris et de l'Ecole des Ponts ParisTech. Ces travaux de recherche ont été soutenus par le 3ème Programme d'Investissements d'Avenir [ANR-18-EUR-0006-02].

Les auteurs remercient le programme PEPS INSIS Energie, dans le cadre du projet AquifAir, qui a permis le financement de la cellule.

L'acquisition du capteur d'images a été financée par le projet 3M3 dans le cadre du programme DIM/MAP de la Région Île de France et le projet MMELED financé par l'ANR.

## 7. Références bibliographiques

Abdallah Y. (2020). Compaction banding in high-porosity limestones: Experimental observations and modelling.

- Abdallah Y., Sulem J., Bornert M., Ghabezloo S., Stefanou I. (2021). Compaction Banding in High-Porosity Carbonate Rocks: 1. Experimental Observations. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 126 (1), pp. 1–24.
- Baud P, Klein E, T-f W (2004) Compaction localization in porous sandstones: spatial evolution of damage and acoustic emission activity. J Struct Geol 26: 603–624.
- Baud, P., Vinciguerra, S., David, C., Cavallo, A., Walker, E., & Reuschlé, T. (2009). Compaction and failure in high porosity carbonates: Mechanical data and microstructural observations.
- Baud, P., Schubnel, A., Heap, M., and Rolland, A. (2017a). "Inelastic Compaction in High-Porosity Limestone Monitored Using Acoustic Emissions". In: Journal of Geophysical Research: Solid Earth 122.12, p. 9989.
- Baxevanis, T., Papamichos, E., Flornes, O., & Larsen, I. (2006). Compaction bands and induced permeability reduction in Tuffeau de Maastricht calcarenite. Acta Geotechnica, 1 (2), 123–135.
- Bornert M., Chaix J.M., Doumalin P., Dupré J.C., Fournel T., Jeulin D., Maire E., Moreaud M., Moulinec H. (2004) Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures, Instrumentation, Mes. Métrologie. 4, pp. 43–88.
- Chen X., Roshan H., Lv A., Hu M., Regenauer-Lieb K. (2020). The dynamic evolution of compaction bands in highly porous carbonates: the role of local heterogeneity for nucleation and propagation. Progress in Earth and Planetary Science.
- Cilona, A., Faulkner, D. R., Tondi, E., Agosta, F., Mancini, L., Rustichelli, A., Vinciguerra, S. (2014). The effects of rock heterogeneity on compaction localization in porous carbonates. Journal of Structural Geology, 67 (PA), 75–93.
- Doumalin P. (2000). Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage.
- Huang, L., Baud, P., Cordonnier, B., Renard, F., Liu, L., & fong Wong, T. (2019). Synchrotron X-ray imaging in 4D: Multiscale failure and compaction localization in triaxially compressed porous limestone. Earth and Planetary Science Letters, 528, 115831.
- Lenoir N., Bornert M., Desrues J., Bésuelle P., Viggiani G. (2007) Volumetric digital image correlation applied to x-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. Strain, 43(3), pp. 193-205.
- Leuthold, J., Gerolymatou, E., & Triantafyllidis, T. (2021). Effect of Compaction Banding on the Hydraulic Properties of Porous Rock Part II: Constitutive Description and Numerical Simulations. Rock Mechanics and Rock Engineering, 54 (6), 2685–2696.
- Papazoglou, A., Shahin, G., Marinelli, F., Dano, C., Buscarnera, G., & Viggiani, G. (2017). Localized Compaction in Tuffeau de Maastricht: Experiments and Modeling. In (pp. 481–488).
- Rath, A., Exner, U., Tschegg, C., Grasemann, B., Laner, R., & Draganits, E. (2011). Diagenetic control of deformation mechanisms in deformation bands in a carbonate grainstone.
- Rustichelli, A., Tondi, E., Agosta, F., Cilona, A., & Giorgioni, M. (2012). Development and distribution of bed-parallel compaction bands and pressure solution seams in carbonates (Bolognano Formation, Majella Mountain, Italy). Journal of Structural Geology, 37, 181–199
- Sutton M., Wolters W., Peters W., Ranson W., McNeill S. (1983) Determination of displacements using an improved digital correlation method. Image and Vision Computing, 1 (3), pp. 133-139.
- Tondi, E. (2007). Nucleation, development and petrophysical properties of faults in carbonate grainstones: Evidence from the San Vito Lo Capo peninsula (Sicily, Italy). Journal of Structural Geology, 29 (4), 614–628.