

Interactions roches/saumures en contexte d'abandon d'exploitations souterraines de sel

Elie Boidin

▶ **To cite this version:**

Elie Boidin. Interactions roches/saumures en contexte d'abandon d'exploitations souterraines de sel. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2007. Français. NNT : 2007INPL010N . tel-01752809

HAL Id: tel-01752809
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752809

Submitted on 29 Mar 2018

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Ecole nationale supérieure de géologie

Laboratoire Environnement, Géomécanique et Ouvrages

Ecole doctorale RP2E

THESE

Présentée en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'I.N.P.L.

Spécialité :

Génie Civil – Hydrosystèmes –Géotechnique

par

Elie Boidin

INTERACTIONS ROCHES/SAUMURES EN CONTEXTE D'ABANDON D'EXPLOITATIONS SOUTERRAINES DE SEL

Soutenue publiquement le 6 février 2007
devant la Comimission d'Examen

Membres du jury :

Président :	Jacques Yvon
Rapporteurs :	Bernard Feuga Norbert Clauer
Directeur de thèse :	Françoise Homand
Co-Directeur de thèse :	Fabien Thomas
Examinateur :	Pierre Bérest

REMERCIEMENTS

En préambule de ce mémoire, je tiens à remercier tout particulièrement Françoise Homand, initiatrice de ma thèse, pour son encadrement, sa patience et surtout pour la confiance qu'elle m'a accordé. Je remercie également Fabien Thomas, mon co-directeur ; ses conseils en communication et son optimisme m'ont été d'un grand secours. Merci à Monsieur Clauer d'accepter d'être rapporteur de ma thèse, ainsi qu'à Monsieur Bérest de faire partie de mon jury, et de ce fait de me faire partager ses connaissances et son expérience en matière d'exploitation souterraine de sel. Merci à Bernard Feuga pour m'avoir fait gagner un temps précieux lors de mes recherches bibliographiques. Ma gratitude se tourne vers Jacques Yvon pour sa disponibilité, son pragmatisme, pour l'intérêt porté à ma thèse et d'une manière générale, pour sa passion de la science. Merci au GISOS de m'avoir permis de travailler sur une problématique d'intérêt.

Merci également à Françoise Watteau et Geneviève Villemin de m'avoir transmis leurs connaissances sur les méthodes d'imprégnation des géomatériaux et pour leur gentillesse. Merci à Guillaume Caumon, Robert Fabriol, Christophe Auvray et aux techniciens que son Laurent Schoumacker et Cédric Démeurie : leur savoir-faire, leur sympathie et leur bonne volonté ont été pour beaucoup dans la réalisation de mes expérimentations. Je remercie également Isabelle Bihannic pour notre collaboration fructueuse en termes d'analyses minéralogiques. Mes remerciements vont également à Christian Palain pour les levés de log lithostratigraphiques ainsi que pour l'interprétation diagraphique. Merci à Emmanuel Hertz, Philippe Delaplace et Jean-Louis Vautrin d'avoir entretenu, entre le LaEGO et les différentes compagnies qu'ils représentent, les relations nécessaires au bon déroulement de ma thèse.

Merci aussi à mes collègues doctorants : Tatiana, Franck, Jon, les deux Sergey, Vu, Jérôme et les autres sans qui ma vie au LaEGO aurait été bien trop sérieuse. Merci à ma famille et mes amis de quinze ans pour leur soutien durant ces 3 dernières années. Enfin, merci à Emilie pour cette fin de thèse des plus improbable et des plus merveilleuse.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS 1

TABLE DES MATIERES 3

LISTE DES FIGURES 6

LISTE DES TABLEAUX 12

LISTE DES ANNEXES 14

CHAPITRE 1.
INTRODUCTION 15

1.1. LES EXPLOITATIONS SOUTERRAINES DE SEL EN LORRAINE 18

1.1.1. HISTORIQUE 18
1.1.2. TECHNIQUES D'EXPLOITATION 18
1.1.2.1. Mines sèches 18
1.1.2.2. Lixiviation 18

1.2. OBJECTIFS DE LA THESE 19

1.2.1. DEVENIR A LONG TERME DES EXPLOITATIONS 19
1.2.2. OBJECTIFS ET DEMARCHE SCIENTIFIQUE DE LA THESE 20

CHAPITRE 2.
LA REMONTEE DES CAVITES DE DISSOLUTION AU TRAVERS DES MARNES A ANHYDRITE - INFLUENCE DE LA GEOLOGIE 23

2.1. INTRODUCTION 25

2.2. ELEMENTS DE GEOLOGIE REGIONALE ET LOCALE 25

2.2.1. MISE EN PLACE DU BASSIN EVAPORITIQUE DU KEUPER LORRAIN : LA NAISSANCE DU BASSIN DE PARIS 25
2.2.2. CARACTERES GENERAUX DE L'ENVIRONNEMENT DE DEPOT AU TRIAS 26
2.2.3. LITHOSTRATIGRAPHIE 28
2.2.3.1. Découpages stratigraphiques des Marnes Irisées Inférieures et Moyennes 28
2.2.3.2. La Dolomie de Beaumont 28
2.2.3.3. La formation intermédiaire argilo-gréseuse 29
2.2.3.4. Les Marnes à anhydrite 29
2.2.3.5. L'ensemble halitique 31

2.3. INTERPOLATIONS DIAGRAPHIQUES AU NIVEAU DES « MARNES A ANHYDRITE » DU PLATEAU DE HARAUCOURT 32

2.4. COMPARAISON DE LA VITESSE DE REMONTEE AVEC LA LITHOLOGIE DU TOIT DES CAVITES 33

2.5. INFLUENCE DE LA LITHOLOGIE SUR LA GEOMETRIE DES CAVITES 35

2.5.1. MATERIELS ET METHODE 35
2.5.1.1. Présentation des données 35
2.5.1.2. Interprétation lithostratigraphique 37
2.5.1.3. Interpolation lithologique 37
2.5.1.4. Présentation des résultats 37

2.6. CALCUL DU COEFFICIENT DE FOISONNEMENT 41

2.7. SYNTHESE ET DISCUSSION 42

CHAPITRE 3.
PETROFABRIQUE DES MARNES IRISEES INFERIEURES ET MOYENNES....45

3.1. INTRODUCTION....47

3.2. CARACTERISATION MINERALOGIQUE....47

3.2.1. MATERIEL ET METHODE....47
3.2.1.1. Echantillonnage et préparation des roches....47
3.2.1.2. Identification des minéraux....48
3.2.1.3. Minéralogie quantitative....48
3.2.2. LES MARNES IRISEES MOYENNES....50
3.2.2.1. Echantillonnage....50
3.2.2.2. Résultats....50
3.2.3. LES MARNES IRISEES INFERIEURES....52
3.2.3.1. Synthèse des travaux antérieurs....52
3.2.3.2. Présentation des résultats....52
3.2.3.3. Synthèse....57

3.3. ETUDE DE LA PETROFABRIQUE....58

3.3.1. ANALYSES MICROSCOPIQUES....58
3.3.1.1. Méthodologie....58
3.3.1.2. Les Marnes Irisées Inférieures....59
3.3.1.3. Les Marnes Irisées moyennes....67
3.3.2. ANALYSES POROSIMETRIQUES....68
3.3.2.1. L'Essai au porosimètre à mercure....68
3.3.2.2. Résultats et interprétation....70

3.4. CONCLUSION....74

CHAPITRE 4.
EVOLUTION MICROSCOPIQUE DES MARNES IRISEES INFERIEURES ET MOYENNES EN PRESENCE DE SAUMURES....75

4.1. INTRODUCTION....77

4.2. MODALITES DE GONFLEMENT DES MARNES IRISEES INFERIEURES : SYNTHESE DES TRAVAUX ANTERIEURS....77

4.2.1. LE GONFLEMENT DES ARGILES 2 :1....78
4.2.1.1. Nature et propriétés de surface des argiles....78
4.2.1.2. Gonflement cristallin et gonflement osmotique....78
4.2.1.3. Gonflement en présence de saumure saturée....80
4.2.2. LE GONFLEMENT DE L'ANHYDRITE....81
4.2.2.1. Propriétés cristallographiques....81
4.2.2.2. Processus physico-chimique....82
4.2.2.3. Les catalyseurs ioniques (mécanismes 2 et 3)....82
4.2.2.4. Effets de l'activité de l'eau et de la température (mécanisme 1)....83
4.2.3. PRESSION DE GONFLEMENT ASSOCIEE AUX ROCHES ARGILO-SULFATEES....84
4.2.3.1. Mesures in situ....84
4.2.3.2. Mesures en laboratoire....84
4.2.3.3. Conclusions sur les mesures et valeurs de pression de gonflement....86
4.2.4- MODIFICATIONS MACROSCOPIQUES FAISANT SUITE A DES INTERACTIONS ROCHE/SAUMURE....87

4.3. EXPERIMENTATION....88

4.3.1. OBJECTIFS ET DEMARCHE....88
4.3.1.1. Echantillonnage des roches....88
4.3.1.2. Température de l'expérimentation....91
4.3.1.3. Pas d'échantillonnage....91
4.3.1.4. Analyses....92
4.3.2. RESULTATS ET DISCUSSION....93
4.3.2.1. Observations macroscopiques....93
4.3.2.2. Evolution de la composition chimique des liquides....96

4.3.2.3. Echanges ioniques solide-solution 98
4.3.2.4. Conclusion sur les mesures de concentrations en éléments dissous 104
4.3.3. EVOLUTION DE LA PETROFABRIQUE 105
4.3.3.1. Le faciès argilite silteuse 105
4.3.3.2. Le faciès anhydrite 105
4.3.3.3. Le faciès argilite anhydritique 108
4.3.3.4. Activité de l'eau contenue dans les saumures saturées et nature du sulfate de calcium en équilibre 113

4.4. SYNTHESE ET DICSUSSION DES RESULTATS....115

4.4.1.1. Synthèse des résultats de l'expérimentation batch 115
4.4.1.2. Discussion: origine du délitage des Marnes Irisées inférieures en présence de saumure 116

CHAPITRE 5.
COMPORTEMENT MECANIQUE DES MARNES IRISEES INFERIEURES ET MOYENNES – EFFET D'UNE SAUMURE SATUREE 119

5.1. INTRODUCTION 121

5.2. COMPORTEMENT MECANIQUE INSTANTANE DES MARNES IRISEES INFERIEURES....121

5.2.1. SYNTHESE DES TRAVAUX ANTERIEURS 121
5.2.1.1. Comportement mécanique des Marnes du mur de la mine de Varangéville 121
5.2.1.2. Caractérisation physico-mécanique du sondage CB3129....124
5.2.2. COMPORTEMENT INSTANTANE DES MARNES IRISEES INFERIEURES....124
5.2.1.3. Conduite des essais 124
5.2.1.4. RESULTATS 126

5.3. COMPORTEMENT DIFFERE DES MARNES IRISEES INFERIEURES....129

5.3.1. ECHANTILLONNAGE ET CARACTERISATION DES EPROUVETTES 129
5.3.2- PREMIERE SERIE D'ESSAI EN SAUMURE DE CAVITE 130
5.3.1.1. Mode opératoire 130
5.3.1.2. Résultats et interprétations 131
5.3.1.3. Origine microscopique des déformations....135
5.3.2. DEUXIEME SERIE D'ESSAIS : FLUAGE EN SAUMURE DE CAVITE SATUREE 136
5.3.2.1. Objectif et méthode 136
5.3.2.2. Résultats 137
5.3.2.3. Synthèse et discussion....140
5.3.3. COMPORTEMENT A LONG TERME DES « MARNES BRUN-CHOCOLAT » 141
5.3.3.1. Matériels et méthode....141
5.3.3.2. Résultats 142

5.4. COMPORTEMENT EN FLEXION DE LA DOLOMIE DE BEAUMONT ET DE L'ANHYDRITE MASSIVE – EFFET D'UNE SAUMURE 144

5.4.1. CONDUITE DES ESSAIS 144
5.4.2. RESULTATS 145
5.4.2.1. Propriétés physiques....145
5.4.2.2. Pétrotexture....146
5.4.2.3. Essais de flexion 148
5.4.3. SYNTHESE 150

5.5. CONCLUSION....150

CHAPITRE 6.
CONCLUSION GENERALE....153

RÉFÉRENCES BIBILOGRAPHIQUES 157

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : localisation des exploitations de sel de Lorraine. 18
Figure 2: principe de l'exploitation par dissolution. 18
Figure 3: schéma de l'exploitation intensive par piste (d'après Nothnagel, 2003) 19
Figure 4: configurations roches/saumures étudiées dans le cadre la thèse et approches expérimentales correspondantes. 20
Figure 5: migration du sommet de la cavité LR51 par diagraphies gamma-ray (Jeanneau, 2005). 25
Figure 6: carte structurale du Keuper Moyen de Lorraine (d'après Rashid, 1995) 26
Figure 7: log lithostratigraphique du Trias Lorrain (modifié d'après BRGM, 1980). 27
Figure 8: ancien (B) et nouveau découpage (A) des Marnes Irisées Inférieures et Moyennes en Champagne-Lorraine (modifié d'après Marchal, 1983). 28
Figure 9: exemple de la variabilité d'organisation des sulfates (en blanc) dans les Marnes à anhydrite (sondage CB3129). 29
Figure 10 : séquences lithostratigraphiques « types » des Marnes à anhydrite (Rashid, 1995). 30
Figure 11: coupe de l'unité N. A: log gamma ray du sondage SG 26 de Gellenoncourt. B: répartition des intercalations argileuses dans les carottes de ce sondage. C: tepees et fissures observés dans la mine de Varangéville (Buffet et al, 1998). 31
Figure 12: diagraphies gamma-ray de la piste 2200 au niveau des Marnes Irisées Moyennes et des Marnes à anhydrite; interpolation en termes de lithologies. 33
Figure 13: cote NGF du toit des cavités LR51 et SG4 en fonction du temps et de la lithologie rencontrée. 34
Figure 14: bloc diagramme 3D représentant la monocavité SG4/5 et la géologie locale (exagération verticale =*3). 38
Figure 15: contact entre les niveaux lithologiques et la cavité SG4/5 en 1991 (exagération verticale =*3).. 38
Figure 16: contact entre les niveaux lithologiques et la cavité SG4/5 en 1986 (volume basal) et 1994 (exagération verticale =*3) 38
Figure 17: schéma du modèle géologique proposé pour expliquer la géométrie de la base de la cavité SG4/5 en 1986 et le pendage des « Marnes à anhydrite » (proportions non respectées). 39
Figure 18: bloc diagramme 3D représentant la monocavité LR50/51 et la géologie locale (exagération verticale =*3) 39
Figure 19: coupe de la cavité LR50/51 en 1997 suivant le plan vertical passant par les axes des 2 puits (exagération verticale : *2) 40
Figure 20: coupe de la cavité LR50/51 en 1997 suivant le plan vertical contenant la largeur maximale de cavité (exagération verticale : *2). 40
Figure 21: schéma représentant les différents volumes de cavités nécessaires au calcul du coefficient de foisonnement. 41
Figure 22: cavité LR50/51 en 1987 et 1997. 42

Figure 23: cavité SG4/5 en 1991 et 1994. 42
Figure 24: localisation des sondages analysés lors de la thèse (en rouge)....47
Figure 25: schéma représentant les différents teneurs utilisées pour la quantification minéralogique des Marnes irisées inférieures. 49
Figure 26: diffractogrammes des échantillons Dol_A (gauche) et Dol_D et identification minéralogique à l'aide du logiciel EVA (abscisse : 2theta en degré ; ordonnée : unité arbitraire).....51
Figure 27: diffractogrammes des échantillons 1A et 3A et identification minéralogique à l'aide du logiciel EVA.....51
Figure 28: diffractogrammes de la fraction argileuse de l'échantillon 1A.....51
Figure 29: exemples de diffractogrammes sur roche totale et identification des non-argileux par l'intermédiaire du logiciel EVA. 52
Figure 30: minéralogie des Marnes Irisées Inférieures issues des sondages CB3129, SG 79, SG57, Einville (Mine), et GEODERIS- SC1. 56
Figure 31: effets des différents traitements sur des minéraux interstratifiés à 2 composants (Holtzapfell, 1985).....57
Figure 32: exemples de diffractogrammes de la phase argileuse des Marnes Irisées Inférieures ; normale : lame normale ; E.G. : saturée en éthylène-glycol, 550℃ : chauffée à 550℃). 57
Figure 33: lamine d'anhydrite microgrenue à bords nets (en blanc) dans une matrice argileuse (lumière polarisée). 59
Figure 34: lamines d'anhydrite à bords irréguliers (lumière polarisée). 59
Figure 35: nodules d'anhydrite microgrenue (lumière polarisée).....59
Figure 36: passée argileuse entre nodules d'anhydrite (lumière polarisée analysée).....59
Figure 37: anhydrite microgrenue et entérolitique (lumière polarisée).....60
Figure 38: fissure à remplissage anhydritique tabulaire (lumière polarisée analysée).....60
Figure 39: matrice argileuse recoupée par des agrégats et veinules d'anhydrite microgrenue (lumière polarisée analysée). 61
Figure 40: porphyroblaste d'anhydrite dans une matrice argileuse. 61
Figure 41: nodule à cortex de quartz et nucléus d'anhydrite (lumière polarisée analysée).....62
Figure 42: anhydrite microprismatique (lumière polarisée analysée). 62
Figure 43: anhydrite microgrenue en tablettes constitutive des lamines (imagerie en électrons rétrodiffusés). 62
Figure 44: texture microgrenue de l'anhydrite et passée argileuse (lumière polarisée analysée).....62
Figure 45 : mise en évidence de magnésite au sein de l'anhydrite microgrenue par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à une analyse semi-quantitative.....62
Figure 46: mise en évidence de célestine ($SrSO_4$) au sein de l'anhydrite microgrenue par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à une analyse semi-quantitative. 63
Figure 47 : mise en évidence de pyrite au sein de l'anhydrite microgrenue par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à une analyse semi-quantitative.....63
Figure 48: micronodule à quartz et anhydrite dans une matrice argileuse à anhydrite microprismatique diffuse (lumière polarisée analysée). 64

Figure 49: texture microgrenue des micronodules d'anhydrite (lumière polarisée analysée).....64
Figure 50 : anhydrite microprismatique (imagerie en électrons rétrodiffusés). 64
Figure 51: contact net entre nodule d'anhydrite microprismatique et matrice argileuse (imagerie en électrons rétrodiffusés).....64
Figure 52: fentes en échelons à remplissage anhydritique (lumière polarisée analysée). 64
Figure 53: microveines sinueuses d'anhydrite (lumière polarisée). 64
Figure 54: texture microgrenue d'une anhydrite « pure » (lumière polarisée analysée).....65
Figure 55 : association argiles- quartz (entourés artificiellement de rouge) et anhydrite dans une anhydrite argileuse (lumière polarisée analysée).....65
Figure 56: fibres millimétriques de célestine (en blanc) et d'anhydrite constituant le remplissage blanchâtres de fractures (imagerie en électrons rétrodiffusés).....65
Figure 57: éponte d'une fracture à remplissage de type anhydrite fibreuse (imagerie en électrons secondaires).....65
Figure 58: vue d'ensemble d'une section fente à remplissage essentiellement halitique (imagerie en électrons rétrodiffusés).....66
Figure 59: détail un prisme automorphe d'anhydrite au travers de fibres de halite (imagerie en électrons rétrodiffusés). 66
Figure 60: prismes de magnésite automorphe (imagerie en électrons rétrodiffusés). 66
Figure 61: plage de glauberite au travers des fibres de halite (imagerie en électrons rétrodiffusés). 66
Figure 62: texture microscopique de l'argilite silteuse de l'ensemble argilo-gréseux. 67
Figure 63: texture homogène de dolomite microprismatique à quartz ponctuels (en blanc). (imagerie en électrons rétrodiffusées).....67
Figure 64: imagerie en électrons rétrodiffusés à fort contraste mettant en évidence des microprismes d'anhydrite diffuse. 67
Figure 65 : notion de rayon d'accès (d'après Bousquié.1979, modifié par Remy, 1993) 68
Figure 66 : courbes porosimétriques types (Remy, 1993).....69
Figure 67: courbe cumulée croissante de répartition de porosité en fonction du rayon d'accès pour l'échantillon prélevé à 137,2m (bleu : porosité totale ; rose : libre ; rouge : piégée). 70
Figure 68: courbe cumulée croissante de répartition de porosité en fonction du rayon d'accès pour l'échantillon prélevé à 137m (bleu : porosité totale ; rose : libre ; rouge : piégée). 70
Figure 69: relations entre la profondeur des échantillons et le rayon d'accès moyen de seconde injection ; SG57 : séchage pendant 1 mois ; autres : séchages 48 heures. 71
Figure 70: exemples de répartitions de porosités connectées représentatives des Marnes irisées inférieures : courbes cumulées unimodales dominées par le volume libre.....72
Figure 71 : porosité libre en fonction de la porosité totale pour les faciès argileux des Marnes Irisées inférieures. 73
Figure 72 : relation entre porosité connectée totale (Nt) et fraction de la porosité libre (Nl/Nt).....73
Figure 73: porosité totale en fonction de la masse volumique du solide.....74
Figure 74: représentation schématique de montmorillonites homoïoniques Ca++ et Na+ suite à un gonflement osmotique (Jin, 1994). 79

Figure 75 : aspects chimique et physique de la double couche. 80
Figure 76: etats énergétiques de l'eau et gonflement des argiles (Jin, 1994). 80
Figure 77:diagramme température-activité de l'eau de saumures en équilibre avec du gypse (figurés à fond blanc) ou de l'anhydrite (figurés noirs) dans des évaporites naturelles. Courbe d'équilibre gypse/anhydrite en pointillé : Bock, 1961 ; courbe pleine : Hardie.1967. 83
Figure 78: appareillage de Madsen et Nüesch et pressions de gonflement obtenues en fonction de la minéralogie.....85
Figure 79: évolution en fonction du temps de la pression de gonflement pour des argilites à anhydrite (Steiner, 1992). 86
Figure 80: essais permettant de mesurer une pression relative au gonflement de roches argilo-sulfatées. 86
Figure 81: résultats d'un essai consistant à exposer les marnes à anhydrite à l'eau et à la saumure pendant un an (Nothnagel, 2003). 87
Figure 82 : tronçon d'anhydrite entérolithique prélevé pour l'essai batch. On y observe une proportion non négligeable d'argile (en gris) encadrant les entérolithes. 88
Figure 83: tronçon d'argilite silteuse prélevé pour l'expérimentation batch. Les variations de teinte ne sont que superficielles et proviennent probablement d'un artefact du sondage (boue, humidité…) 89
Figure 84: argilite anhydritique prélevée pour l'expérimentation batch. Des sulfates superficiels masquent localement l'aspect argileux de la matrice (cotes 165,20-166m, sondage C 3129).....89
Figure 85: méthode de prélèvement et répartition des échantillons pour un faciès lithologique donné 90
Figure 86:évolution de la conductivité électrique d'une eau déminéralisée au contact des roches d'intérêt. 92
Figure 87: fractures substratiformes dans une éprouvette cylindrique d'argilite silteuse. Ces fractures font suite à une immersion d'au moins quelques heures dans une saumure saturée ou dans de l'eau déminéralisée. 96
Figure 88: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs argilite à anhydrite/eau.....97
Figure 89: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs argilite à anhydrite/saumures. 97
Figure 90: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs anhydrite /eau. 97
Figure 91: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs anhydrite/saumure. 97
Figure 92: évolution de la conductivité pour les réacteurs argilite silteuse /eau. 98
Figure 93: évolution de la conductivité pour les réacteurs argilite silteuse / saumure.....98
Figure 94: évolution chimique de l'eau au contact du faciès anhydrite.....98
Figure 95: évolution de la saumure NaCl au contact du faciès anhydrite 99
Figure 96: évolution de la saumure de cavité SOLVAY au contact du faciès anhydrite.....100
Figure 97: évolution de l'eau au contact du faciès argilite anhydritique. 100
Figure 98: évolution de la saumure "NaCl" au contact de l'argilite à anhydrite. 101
Figure 99: évolution de la saumure de cavité au contact d'une argilite anhydritique. 102

Figure 100: évolution des concentrations en ions majeurs de la saumure "NaCl" mise en contact avec une argilite silteuse. 102
Figure 101 : évolution des concentrations en ions majeurs de la saumure de cavité mise en contact avec une argilite silteuse. 103
Figure 102: évolution des concentrations en fer dissous dans les batch contenants de la saumure de cavité et des "marnes irisées inférieures". 104
Figure 103: fractures ouvertes et substratiformes observées après une immersion d'au moins 46 jours en saumure saturée ou en haut. 105
Figure 104: sections horizontale (à gauche) et verticale (à droite) du faciès anhydrite immergé 46 jours dans l'eau déminéralisée (lames Anh1eauH et Ah1eauV respectivement, LPA). L'échelle est valable pour les 2 images. Les principaux prismes de quartz sont encadrés de rouge. 105
Figure 105: texture microgrenue d'anhydrite observée au cœur de lames minces issues d'échantillons immergés 190 jours dans l'eau (microscopie optique en LPA). 106
Figure 106 : microtexture et minéralogie du contact eau/anhydrite après 190 de réaction. A : microscopie optique en LPA ; B, C, D : microscopie électronique BSE, fausses couleurs. 106
Figure 107 : section de la bordure du faciès anhydrite immergé dans de l'eau pendant 190 jours. A : microscopie optique, B : microscopie en électrons rétrodiffusés ; C : cartographie X du Fer ; D : cartographie X du potassium. 107
Figure 108 : gypse en bordure d'échantillons d'anhydrites microgrenues immergés 46 en saumures saturées (saumure de cavité). 108
Figure 109: fractures à remplissage gypseux et recoupant une matrice argileuse non fracturée (lame Arganh1eauH1, LPA) 108
Figure 110: vides de dimensions similaires à celles des nodules de sulfates (lame Arganh2eauH en LPA) 109
Figure 111: gypse automorphe à habitus en baguettes au pourtour des débris d'argilite anhydritique (lame Arganh2eauH en LPA). 109
Figure 112: fractures sèches et ouvertes (lame Arganh1saumH en LPA) 109
Figure 113: fracture sèche recoupant un nodule d'anhydrite (Lame Arganh1saumh LPA) 109
Figure 114: fracture ouverte en bordure d'une fente remplie d'anhydrite ; A : Lumière polarisée non analysée ; B : lumière polarisée analysée (lame arganh4saumB). 110
Figure 115: fracture ouverte dans une matrice argileuse à micronodules d'anhydrite; A: Lumière polarisée analysée; B: lumière polarisée non analysée. Lame issue d'un échantillon immergé 287 jours dans une saumure de cavité. 110
Figure 116: fractures sinueuses en bordure d'échantillons immergés 287 jours dans une saumure de cavité: du gypse constitue l'essentiel du remplissage; Droite: données brutes; Gauche: fausses couleurs avec gypse en bleu et anhydrite en jaune. 111
Figure 117: gypse (en blanc) localisé dans des fractures ouvertes. Echantillons immergés 190 jours dans une saumure de cavité. Lumière polarisée analysée. 111

Figure 118: habitus du gypse (en bleu) de remplissage ; A: aciculaire et en tablette ; B : xénomorphe. Imagerie en électrons rétrodiffusés e traitement fausses couleurs (anhydrite en jaune et gypse en bleu). 111
Figure 119: modèle de délitage de l'argilite à anhydrite immergé dans une saumure de cavité. 112
Figure 120 : diagramme température-activité de l'eau de saumures en équilibre avec du gypse (figurés à fond blanc) ou de l'anhydrite (figurés noirs) dans des évaporites naturelles. Courbe d'équilibre en pointillé : Bock, 1961 ; courbe pleine : Hardie.1967. Surface rouge : conditions de l'expérience batch de la thèse....113
Figure 121 : cristaux automorphes de gypse formé lors de l'évaporation à 25°c de la saumure de cavité utilisée lors de l'expérimentation batch (imagerie en électrons rétro-diffusés). 114
Figure 122 : imagerie rX sur une partie des sels formés par évaporation de la saumure de cavité. La superposition du calcium, du soufre et du potassium en bordure du gypse (cercle rouge), atteste de la présence de syngénite....115
Figure 123: déformations longitudinales globales en fonction du temps d'argilites à anhydrite ; hygrométrie non contrôlée (Vouille, 1985). 123
Figure 124: déformations longitudinales globales en fonction du temps d'argilites à anhydrite en saumure saturée à partir d'un jour d'essai (Vouille, 1985). 124
Figure 125: critère de Mohr-Coulomb dans le plan des contraintes principales 129
Figure 126: chemin de chargement des éprouvettes. 130
Figure 127: chemin de chargement et courbes de fluage. 133
Figure 128: vitesses instantanées de déformations lors du palier 1. 133
Figure 129: évolution de la température en fonction du temps lors du palier 1 et Figure de dissolution de l'éprouvette 2. 133
Figure 130: néoformation halitique en surface de l'éprouvette 1 (photo prise après essai, avant séchage) 134
Figure 131 : vitesses instantanées de déformation lors du palier 2. 135
Figure 132: vitesses instantanées de déformation lors du palier 3. 135
Figure 133 : concentrations en sodium et chlorure avant et après essai (bâti 1). 136
Figure 134: concentrations en éléments mineurs dans la saumure avant et après essai (bâti 1) 136
Figure 135 : cycle de chargement/déchargement avant (gauche) et après (droite) le palier 1. 137
Figure 136: courbe de fluage et chemin de chargement correspondant....138
Figure 137: vitesses instantanées de déformations durant le premier palier de chargement. 138
Figure 138 : vitesses instantanées de déformations durant le second palier de chargement. 139
Figure 139: concentrations en éléments mineurs (gauche) et élément trace (droite) de la saumure avant et après essai. 139
Figure 140: section transversale de la bordure de l'éprouvette NOV1, présentant une frange gypseuse et une fracture remplie de gypse (imagerie en électrons rétro-diffusés)....140
Figure 141: section transversale de l'éprouvette NOV1, présentant une fracture ouverte dont les bordures sont localement tapissées de gypse (imagerie en électrons rétrodiffusés)....140
Figure 142: chemin de chargement des essais de fluage sur les "Marnes bruns chocolat"....141

Figure 143: courbes de fluage pour les trois paliers de chargement à Hr=50% 143
Figure 144: dimensions des prismes destinés aux essais de flexion 3 points. 145
Figure 145: texture grenue du gypse recoupée par des nodules de dolomite (gris sombre).(imagerie en électrons rétrodiffusés). 146
Figure 146: microprismes d'anhydrite (en blanc) diffuse au sein de gypse grenu (imagerie en électrons rétrodiffusés). 146
Figure 147: texture homogène de dolomite microprismatique à quartz ponctuels (en blanc). (imagerie en électrons rétrodiffusées). 147
Figure 148: imagerie en électrons rétrodiffusés à fort contraste mettant en évidence des microprismes d'anhydrite diffuse. 147
Figure 149 : ténacité du gypse anhydritique en fonction du fluide d'imprégnation et de la durée d'immersion 148
Figure 150: fente remplie de gypse microgrenu recoupant une plage de gypse grenue (imagerie en électrons rétrodiffusés). 149
Figure 151: fracture "ouverte" (en noir) au travers de la texture "in-situ" (imagerie en électrons rétrodiffusés). 149
Figure 152: ténacité de l'anhydrite massive en fonction du fluide d'imprégnation (air ou saumure).....149
Figure 153 : ténacité de la dolomie de Beaumont en fonction du fluide d'imprégnation et de la durée d'immersion 150

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: présentation des données diagraphiques _____35
Tableau 2: reconstitution lithostratigraphique au niveau des puits SG1, 2, 4, et 5._____36
Tableau 3: reconstitution lithostratigraphique au niveau des puits LR50 et LR 51._____36
Tableau 4 : code couleur représentant le pendage apparent des divers bancs._____37
Tableau 5: volumes de la cavité SG4/5 et coefficient de foisonnement des Marnes à anhydrite + Formation intermédiaire. _____42
Tableau 6 : comparaison entre compositions vraies et simulées par RockJok5 d'un échantillon artificiel. _____49
Tableau 7: teneurs massiques des échantillons de dolomie et obtenues par simulation ROCKJOCK. _51
Tableau 8 : teneurs massiques des minéraux constitutifs des échantillons d'argilite silteuse (simulation ROCKJOCK) _____52
Tableau 9: concentrations massiques issues des simulations Rockjok et teneurs en insolubles _____53
Tableau 10:pourcentages massiques des minéraux solubles dans la fraction soluble, teneur du quartz 54
Tableau 11: composition minéralogique (pourcentages massiques) des échantillons de Marnes Irisées inférieures. _____55
Tableau 12: faciès lithologiques des Marnes Irisées inférieures et échantillonnage correspondants pour les analyses microscopiques._____61

Tableau 13: paramètres quantitatifs du réseau poreux connecté des argilites silteuse (nl: porosité libre ; nt : porosité totale ; le rayon moyen d'accès est relatif à la seconde injection) _____70
Tableau 14: paramètres quantitatifs du réseau poreux connecté des « Marnes Irisées inférieures » (nl: porosité libre ; nt : porosité totale ; le rayon moyen d'accès est relatif à la seconde injection) ____71
Tableau 15: classification des phyllosilicates (d'après Decarreau, 1990). _____78
Tableau 16: dimensions des axes cristallographiques de l'anhydrite II. _____81
Tableau 17: dimensions des axes cristallographiques du gypse. _____81
Tableau 18: pressions de gonflement in situ de divers argilites à anhydrite (d'après Steiner, 1993) ___84
Tableau 19: mesures de pressions de gonflement en laboratoire sur des argilites anhydritiques. _____85
Tableau 20:composition minéralogique deux échantillons du tronçons d'anhydrite (simulations ROCKJOCK). _____89
Tableau 21: composition minéralogique obtenue par simulation ROCKJOCK (rappel du Tableau 8). __89
Tableau 22: composition minéralogique (pourcentages massiques) de deux échantillons du tronçon d'argilite à anhydrite (extrait du Tableau 11). _____89
Tableau 23: concentrations des principaux ions contenus dans la saumure extraite du sondage 2200 (140 mètres du sondage 3129). La concentration de NaCl a été calculée à partir de celle de Cl _91
Tableau 24 : Méthodes analytiques de dosage en solution (IRH) et incertitudes correspondante. A ces incertitudes sur la mesure de concentration, s'ajoute, pour les saumures, celle concernant la dilution et qui vaut 2%. _____93
Tableau 25: analyses couplées à l'expérience batch. _____93
Tableau 26 : évolution macroscopique du faciès anhydrite en fonction de la durée d'immersion et du liquide d'imprégnation (1 niveau de gris en vertical= 1cm). _____94
Tableau 27 : évolution macroscopique du faciès argilite anhydritique en fonction de la durée d'immersion et du liquide d'imprégnation (1 niveau de gris en vertical= 1cm). _____95
Tableau 28: comparaison entre l'évolution de la concentration en $CaSO_4 2H_2O$ calculée à partir des dosages en calcium dissout, et la solubilité du gypse dans les conditions P/T de l'expérimentation 99
Tableau 29: analyses quantitatives du pourcentage massique de strontium à coeur en bordure de cristaux automorphes issus de l'évaporation de la saumure SOLVAY (analyses ponctuelles au MEB à 30kV). _____114
Tableau 30: résultats des essais de compression triaxiale (Vouille, 1984). _____122
Tableau 31: origine et faciès des éprouvettes destinées aux essais _____125
Tableau 32: propriétés physiques _____126
Tableau 33: résultats des essais de compression sur argilite à anhydrite. _____127
Tableau 34: critères de rupture pour l'argilite anhydritique _____129
Tableau 35: lithofaciès et propriétés physiques des éprouvettes destinées aux essais (ρ_s : masse volumique des grains ; ρ_h: masse volumique naturelle ; ρ_d : masse volumique à l'état sec ; W : teneur en eau ; n : porosité totale) _____131
Tableau 36: coefficient de Poisson, modules de déformabilité axiale et transversale (nd : non défini). 131

Tableau 37: comparaison des vitesses de déformations axiales en début et en fin de palier en saumure (les valeurs de l'éprouvette ne sont pas présentées en raison de la dissolution intervenue durant le palier 1). _____134
Tableau 38: propriétés physique de l'éprouvette NOV1._____137
Tableau 39: paramètres élastiques avant et après le premier palier. _____137
Tableau 40: propriétés physiques des Marnes brun-chocolat_____142
Tableau 41: minéralogie des "Marnes brun-chocolat". _____142
Tableau 42: évolution du module de Young et du coefficient de Poisson entre avant chaque palier de chargement. _____143
Tableau 43: origine et faciès des éprouvettes destinées aux essais _____145
Tableau 44: masse volumique naturelle, masse volumique du solide et porosité totale. _____145
Tableau 45 : valeurs de K1C en fonction de la lithologie, du fluide d'imprégnation, de la durée d'immersion et de la période d'entaille. _____147

LISTE DES ANNEXES

Annexes	Nombres de pages
1 : GEOLOGIE ET GEOMETRIE DES CAVITES AU NIVEAU DES CONCESSIONS DE GELLENONCOURT (CSME) ET DE LA RAPE (RHODIA-NOVACARB) – PROCEDURE DE TRAVAIL	10
2 : COURBES CONTRAINTES DEFORMATIONS DES ESSAIS DE COMPRESSIONS UNI-AXIALES SUR ARGILITES A ANHYDRITE	2
3 : COURBES CONTRAINTES DEFORMATIONS RELATIVES AUX CYCLES DE CHARGEMENT/DECHARGEMENT ENTRE CHAQUE PALIER DE FLUAGE DES MARNES BRUN–CHOCOLAT.	3

CHAPITRE 1. INTRODUCTION

En France, l'exploitation souterraine de matières premières minérales est à l'origine de plusieurs dizaines de kilomètres cubes de vides miniers correspondant à l'extraction de plusieurs milliards de tonnes de minerai de fer, de charbon ou encore de sel. Ces chiffres suffisent à souligner l'importance des travaux réalisés dans les grands bassins miniers français et permettent de comprendre pourquoi l'impact de ces travaux sur l'environnement a pu être considérable pendant l'exploitation : affaissements ou effondrements, modification de la circulation et pollution des eaux superficielles et souterraines, émanations de gaz en surface…

Les arrêts progressifs d'exploitation ou de quartiers de celles-ci n'ont pas systématiquement fait l'objet d'études des conséquences environnementales qu'ils entraînent aux moyen et long termes. Ainsi, de nombreuses régions de France sont confrontées aux risques de l'après-mine. Dans un tel contexte, il est nécessaire de développer et de structurer la recherche afin d'anticiper et de résoudre les problèmes posés. C'est pourquoi le GISOS, Groupement d'Intérêt Scientifique de recherche sur l'Impact et la Sécurité des Ouvrages Souterrains fut créé le 5 juillet 1999 par le BRGM, l'INERIS, l'INPL et l'Ecole des Mines de Paris. La recherche y est organisée selon trois axes dont les objectifs sont de comprendre, analyser et modéliser les phénomènes élémentaires en jeu et les différents mécanismes qui peuvent intervenir et interagir, d'en prédire et en prévenir les conséquences techniques, socio-économiques et en terme de sécurité publique. Ces recherches mettent en œuvre des travaux de terrain, des essais en laboratoire, des rétroanalyses d'événements, de l'analyse de données, des travaux de modélisation et des expérimentations in situ.

Dans la continuité des recherches sur les conséquences de l'arrêt de l'exploitation des mines de fer, GISOS entreprend un programme de recherches sur les ouvrages souterrains dans le sel. Ce programme est destiné à répondre aux questions qui se posent, ou qui sont pressenties, dans le domaine opérationnel, telles que :

- Comment détecter et reconnaître les ouvrages miniers anciens dans le sel ?
- Pourquoi et comment surveiller les anciennes exploitations de sel ?
- Peut-on dégager des méthodes globales de gestion des risques dans les bassins salifères?
- Comment évaluer les aléas liés aux différentes méthodes d'exploitation de sel en France ?

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire et réalisés au LaEGO-INPL visent à répondre à cette dernière question. Une démarche expérimentale multi-échelle a permis de comprendre et d'étudier les effets de saumures saturées sur la microstructure et le comportement mécanique de l'encaissant direct des exploitations de sel de Lorraine.

Les expérimentations ont été financées sur des crédits du Ministère de la Jeunesse, de L'Education Nationale et de la Recherche ainsi que sur des crédits de la région Lorraine. Le Ministère de la Jeunesse, de L'Education Nationale et de la Recherche a octroyé une allocation de recherche.

1.1. LES EXPLOITATIONS SOUTERRAINES DE SEL EN LORRAINE

1.1.1. Historique

En Lorraine, les sources d'eau salée (Vic-sur-Seille, Marsal) furent exploitées dès l'âge de Bronze grâce à la méthode du briquetage. En 1818, la découverte des couches de sel gemme lors d'un forage à Vic-sur-Seille marque le début de l'industrie salifère lorraine. De 1855 à 1873, cette industrie s'intensifie avec la création de quatre mines sèches ainsi que de nombreuses salines (Einville, Rosières, Varangéville), la mise en place d'un procédé de fabrication de Na_2CO_3 par Ernest Solvay et de sa première usine française à Dombasle. Les quatre mines de sel de Lorraine sont celles de Varangéville, toujours en activité, d'Einville, de Dieuze et de Vic-sur-Seille actuellement abandonnées. Parallèlement à l'exploitation par chambres et piliers, les techniques d'extraction par dissolution, plus rentables, se sont développées au niveau du plateau de Haraucourt situé à l'est de Nancy (fig. 1). Actuellement, trois compagnies : CSME, SOLVAY et RHODIA-NOVACARB exploitent le gisement de sel Keupérien de Lorraine, assurant une production annuelle de 1,183 millions de tonnes en 2004 soit près de 37% de la production annuelle française de sel cristallisé (SFC, 2004).

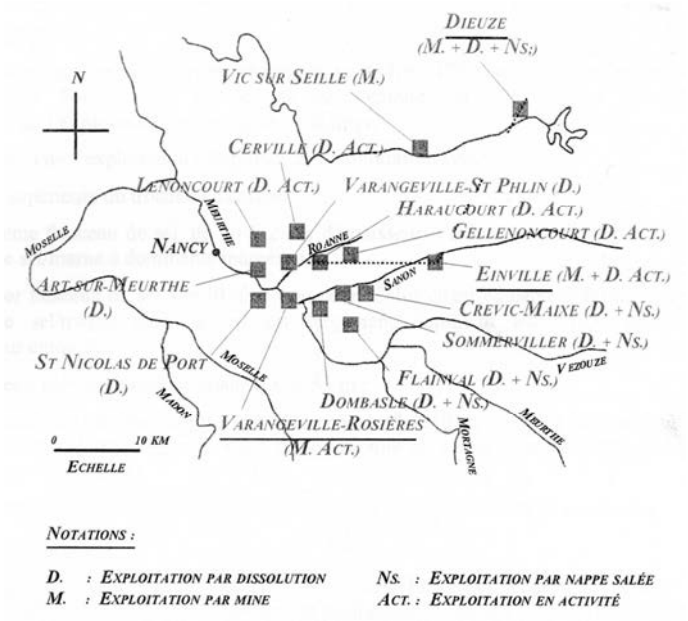


Figure 1 : localisation des exploitations de sel de Lorraine.

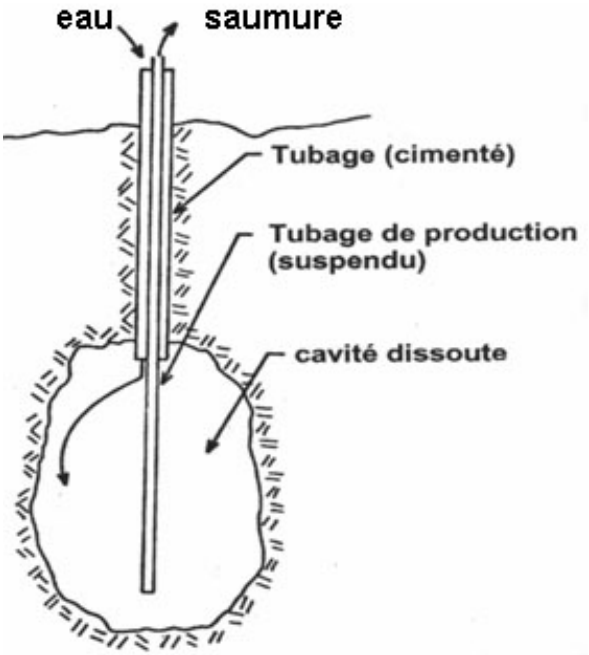


Figure 2: principe de l'exploitation par dissolution.

1.1.2. Techniques d'exploitation

1.1.2.1. Mines sèches

Une évolution notable de la technique d'exploitation par chambres et piliers au niveau des mines de sel de Lorraine réside dans la diminution de la valeur du taux de défruitement (rapport de la surface des vides sur la surface totale), diminuant ainsi les contraintes appliquées aux piliers. Concernant la mine de Varangéville, ce taux dépassait les 80% entre 1858 et 1873 ; il fut réduit à 75% en 1880 pour atteindre une valeur comprise entre 37 et 52% dans les panneaux exploités actuellement (Daupley et al.; 2004).

1.1.2.2. Lixiviation

Le principe de l'exploitation par lixiviation (ou dissolution) consiste à injecter de l'eau douce depuis la surface jusqu'au gisement via un premier tubage, tandis qu'un ou plusieurs tubages permettent de récupérer la saumure ainsi produite. Il en résulte la formation d'une cavité de dissolution (fig.2). Les tubages peuvent être localisés au niveau d'un seul puits (sondages isolés) ou être alignés suivant une

piste (techniques des pistes). Dans cette dernière configuration, un chenal de dissolution au niveau des couches de sel est mis en œuvre, permettant un écoulement de saumure entre les différents sondages.

La réalisation de tels chenaux a été initialement effectuée par simple dissolution puis par hydrofracturation ; mais cette méthode a été proscrite en raison de la géométrie aléatoire des chenaux qu'elle induisait, pouvant alors aboutir à des communications non désirées de cavités. La technique actuelle consiste à dissoudre horizontalement à l'aide d'un « chapeau d'air » empêchant toute dissolution verticale.

Parmi les exploitations par dissolution, on distingue la méthode extensive de la méthode intensive. La première permet de préserver la stabilité des terrains en conservant une garde de sel au toit et au mur de la cavité isolée ; cette méthode est actuellement employée par la CSME et RHODIA-NOVACARB. La seconde, propre à l'entreprise SOLVAY, consiste à exploiter toute l'épaisseur du gisement le long d'une piste de sondage : sur une droite de 1.5 kilomètres, des puits sont forés tous les 50 mètres jusqu'à la base de l'unité salifère. De petites cavités y sont crées. Par injection d'air, l'extension radiale de la dissolution permet l'interconnexion des cavités. A une extrémité de la piste, on injecte alors de l'eau douce et la saumure est récupérée à l'autre extrémité. L'injection dans un puits est maintenue jusqu'à effondrement ; le puits contigu sert alors de puits d'injection (fig. 3).

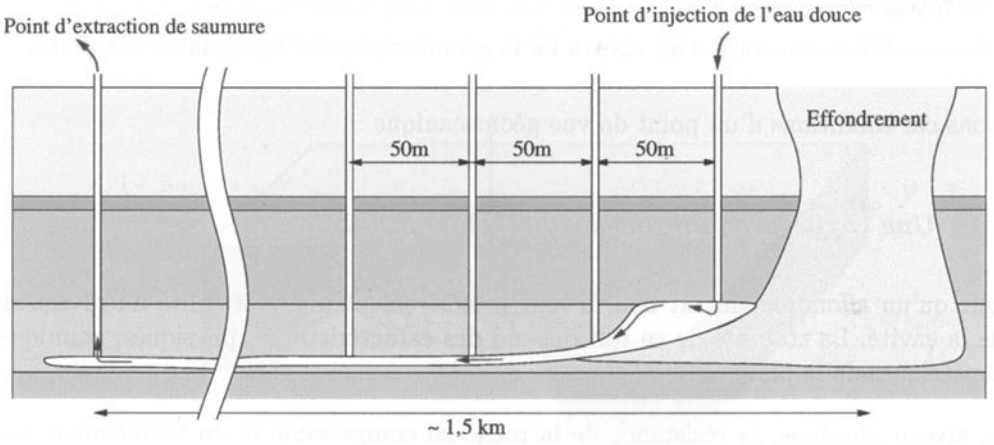


Figure 3: schéma de l'exploitation intensive par piste (d'après Nothnagel, 2003)

2. OBJECTIFS DE LA THESE

2.1.1. Devenir à long terme des exploitations

Les premières méthodes d'initiation de cavité et de création de pistes, notamment l'hydrofracturation, ont pu endommager la garde de sel qui assure la stabilité des cavités isolées ou encore engendrer des communications non désirées entre cavités. Cette dernière situation a été celle des cavités SG4-SG5 de Gellenoncourt : en raison d'une coalescence non souhaitée avec des puits exploités et l'absence de méthode efficace permettant le contrôle de la géométrie des cavités, la dissolution s'est poursuivie après l'exploitation ; la cavité a alors atteint le toit argilo-anhydritique qui s'est progressivement délité. La cavité s'est ensuite propagée jusqu'à la dolomie de Beaumont dont la rupture a entraîné l'effondrement en surface de 1998 (Buffet, 1998). Un scénario similaire a affecté les cavités LR50-51 situées à une dizaine de kilomètres de SG4-SG5 : bien que toute exploitation ait été stoppée dès lors que le toit argilo-anhydritique fut atteint par la cavité, cette dernière a progressivement traversé les formations de couverture jusqu'à effondrement en surface (Jeanneau, 2005). Dans le champ de cavités de Hengelo aux Pays-Bas, le même schéma de remontée de cavités remplies de saumure au travers de la couverture argilo-anhydritique est à l'origine d'affaissements (Bekendam, 2000). Pour toutes ces situations, la saumure de cavité pourrait avoir entraîné des modifications physico-chimiques des roches du toit et contribué de fait à leur délitage.

Les instabilités survenues au cours d'exploitation par chambres et piliers sont souvent associées à une invasion par de l'eau ou une saumure (Bérest et al., 2003 ; Daupley et al., 2004). En Lorraine, l'effondrement d'un quartier de la mine de Varangéville en 1873 est attribué à un taux de défruitement

élevé, couplé à la présence de saumure non saturée ayant pu altérer les propriétés mécaniques du mur constitué d'argilites et d'anhydrite et de ce fait contribuer au poinçonnement des piliers (Bérest et al., 2003).

2.1.2. Objectifs et démarche scientifique de la thèse

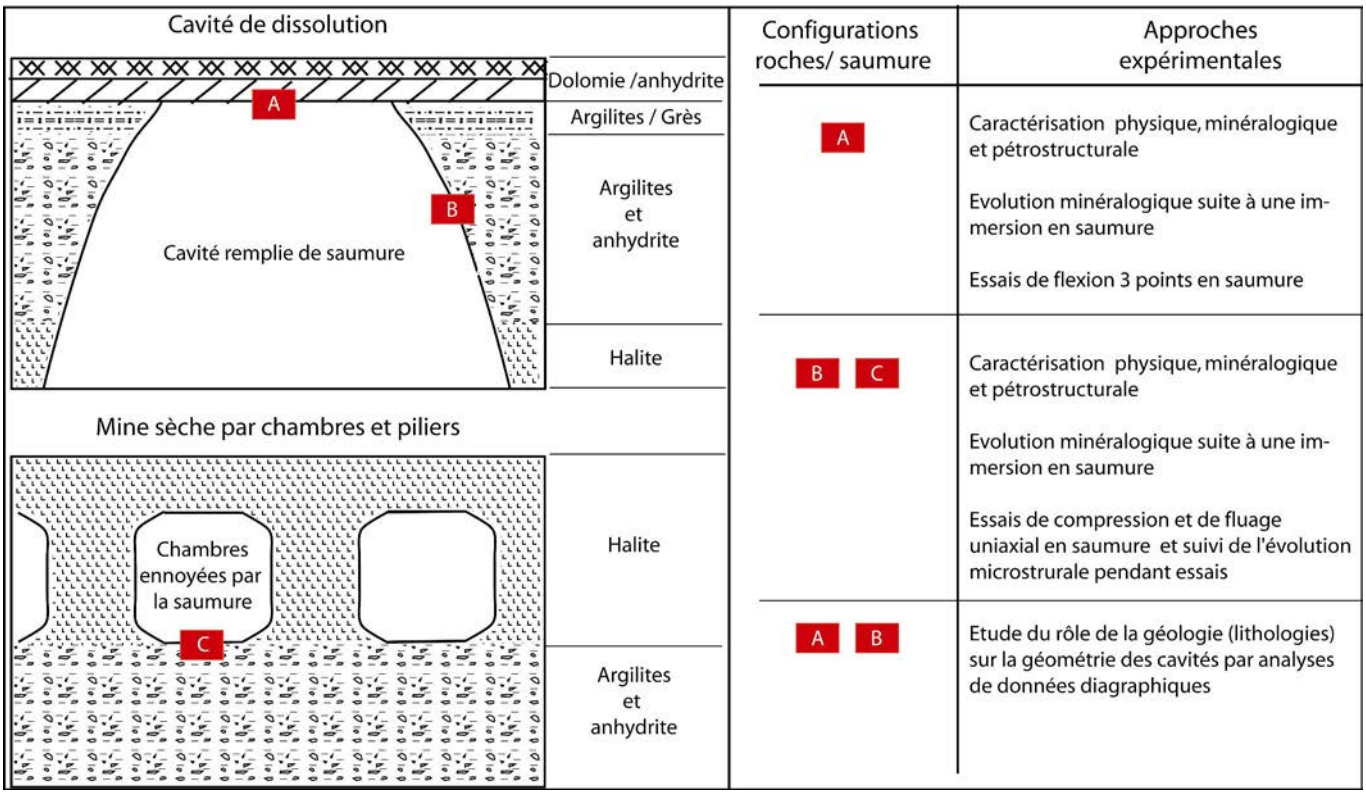


Figure 4: configurations roches/saumures étudiées dans le cadre la thèse et approches expérimentales correspondantes.

Les effondrements ou affaissements ayant eu lieu au niveau d'exploitations souterraines de sel se produisent le plus souvent en présence d'eau ou de saumure. Tandis que l'effet d'une saumure non saturée sur le vieillissement des évaporites n'est plus à démontrer et s'explique par un mécanisme de dissolution, celui d'une saumure saturée est souvent invoqué sans être jamais prouvé, identifié ni quantifié.

La problématique de la thèse présentée dans ce manuscrit est d'étudier les interactions microscopiques entre des saumures et l'encaissant du gisement halitique de Lorraine, et d'en comprendre les effets sur le comportement mécanique. Dans ce but, les roches ont été caractérisées en termes de lithologie, pétrofabrique, propriétés physiques et mécaniques.

Une première expérimentation de type batch a été entreprise. Elle a mis en jeu différentes saumures au contact des « Marnes Irisées Inférieures et moyennes » afin d'étudier le micromécanisme responsable de cette évolution.

Différentes configurations roches/saumures interviennent selon le type d'exploitation et le type de lithologie rencontrée:

- au niveau des cavités de dissolution, la saumure d'exploitation peut rentrer au contact des Marnes irisées inférieures affectées de contraintes en compression (B sur fig. 4),
- le retour d'expérience des effondrements de cavités indiquerait des sollicitations en traction pour la Dolomie de Beaumont et son chapeau d'anhydrite (A sur fig.4),
- dans le cas de mines sèches, on s'intéresse au comportement mécanique à long terme du mur en présence de saumure (C sur fig.4).

Compte tenu de ces différentes situations, des essais en compression avec et sans saumure ont été réalisés pour étudier le comportement mécanique à court terme des Marnes irisées inférieures. L'étude du comportement à long terme a été menée à bien par la mise en œuvre et l'analyse d'essais de fluage uni-axial. La comparaison de la géologie locale et de la géométrie des cavités remplies de saumure a été menée à bien par l'analyse de données de sondages à l'aide du logiciel GOCAD®.

CHAPITRE 2. LA REMONTEE DES CAVITES DE DISSOLUTION AU TRAVERS DES MARNES A ANHYDRITE - INFLUENCE DE LA GEOLOGIE

2.1. INTRODUCTION

Les retours d'expériences d'effondrements de cavités remplies de saumure, en particulier les cavités SG4/5 et LR50/51, rendent compte d'une remontée discontinue de ces dernières au travers de la formation située directement au toit du sel : les Marnes à anhydrite. Pendant 3 ans, le sommet de la cavité LR51 s'est stabilisé quelques mètres au dessus du toit de l'unité N, avant d'atteindre, 3 ans plus tard, la Dolomie de Beaumont située 50 mètres plus haut (Jeanneau, 2005), comme indiqué sur la Figure 5. Nothnagel (2003) souligne le fait que la remontée des cavités SG4/5 au travers des « Marnes à anhydrite » s'est également produite de manière discontinue. Pour expliquer un tel phénomène, celui-ci évoque des processus chimiques résultants du contact Marnes à anhydrite/saumure et la présence et l'épaisseur de différentes couches d'anhydrite. En d'autres termes, chaque lithologie constitutive des Marnes à anhydrites aurait son propre comportement mécanique et/ou chimique en présence de saumure. Si tel est le cas, les vitesses de remontée d'une cavité devraient varier en fonction de la lithologie traversée. De plus, si le mode de rupture est propre à chaque lithologie, il est probable que la géométrie des bordures de cavité varie en fonction de la roche traversée.

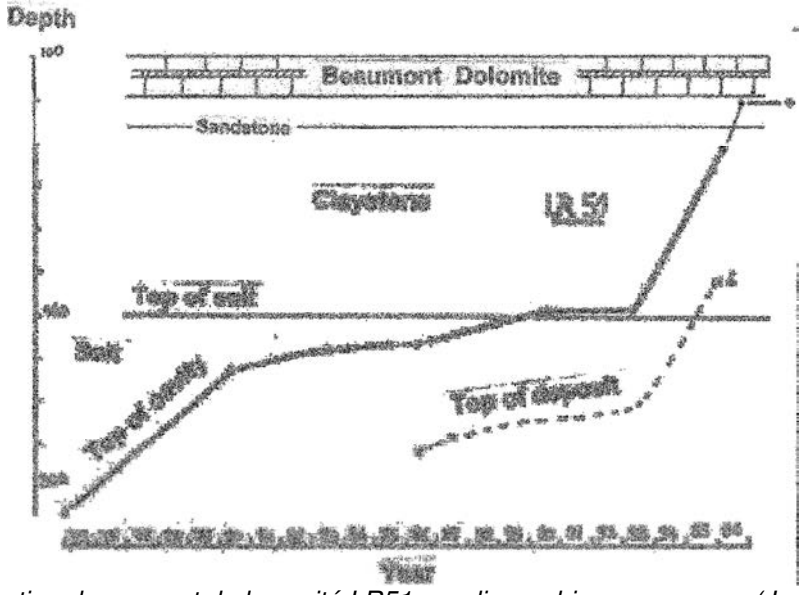


Figure 5: migration du sommet de la cavité LR51 par diagraphies gamma-ray (Jeanneau, 2005).

Les travaux présentés dans ce chapitre visent à tester ces hypothèses en comparant la géologie (lithologies, pendages) avec la géométrie des cavités au niveau des Marnes à anhydrite. Après une première partie présentant le contexte géologique local, l'hypothèse de continuité latérale des bancs d'anhydrite évoquée par Nothnagel (2003) sera étudiée grâce à des corrélations diagraphiques à l'échelle d'une piste de sondages du plateau de Haraucourt. La troisième partie traite de la comparaison de la géologie locale au toit du sel keupérien avec la géométrie des cavités, et ce à l'aide de données diagraphiques (gamma-ray naturel et sonar) insérées dans le logiciel GOCAD®. Dans une quatrième partie, on présente une méthode permettant de calculer le coefficient de foisonnement des « Marnes à anhydrite + Formation intermédiaire ». Une discussion sur le comportement des « Marnes anhydrite » en contexte de cavité remplie de saumure clot le chapitre.

2.2. ÉLEMENTS DE GEOLOGIE REGIONALE ET LOCALE

2.2.1. Mise en place du bassin évaporitique du Keuper Lorrain : la naissance du Bassin de Paris

A la fin de l'ère Paléozoïque (Carbonifère supérieur), les accidents ayant contribué à l'effondrement de la chaîne Varisque, qualifiés de tardi-hercyniens, délimitent une vaste dépression en forme de gouttière orientée est-ouest entre le massif Armoricain, le massif Central et le bouclier Ardennais (BRGM, 1980). Au Permien, cette dépression est comblée par des dépôts continentaux localisés dans des sillons relativement limités et caractérisés par des faciès fluviatiles et de cônes alluviaux. Le bassin de Paris ainsi initié ressemble alors « à une surface molle, bosselée mais sans grandes différences de dénivelée » (Lucas, 1962). C'est suite à ce contexte que la sédimentation triasique, sensiblement

différente de la sédimentation permienne, va s'installer. Au Keuper, les accidents tardi-hercyniens contribuent à la structuration du bassin. En Lorraine, ils délimitent quatre éléments structuraux majeurs (fig. 6) dont la géométrie et la subsidence vont contrôler la sédimentation triasique :

- le synclinal du Luxembourg limité par le bloc ardennais au nord et par la faille de Metz au sud. Le plissement correspondant aurait fonctionné durant la période de dépôt des évaporites et prend toute son importance à partir des Marnes Irisées Supérieures (fig.7),
- l'anticlinal de Lorraine, bordé au nord par une série de failles dont la principale est celle de Metz et, au sud, par une série de failles en échelons,
- le synclinal de Sarreguemines situé au nord-Est de Nancy. Il est en fait formé par les synclinaux de Landroff, et de Château Salins séparés par la ride anticlinale de Morhange. Il est relayé dans la région de Nancy par le synclinal de Savonnières. L'axe de ce bloc structural coïncide avec les épaisseurs maximales de sel Keupérien et correspond donc au bloc le plus subsident à cette époque de sédimentation,
- la faille de Vittel, portion orientale du grand accident médio-Parisien. D'orientation est-ouest, elle limite l'extension méridionale du gisement halitique des Marnes Irisées Inférieures.

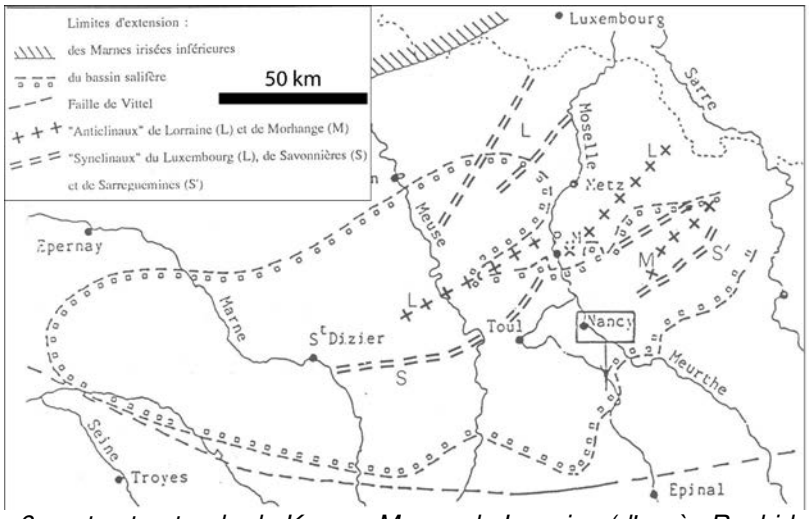


Figure 6: carte structurale du Keuper Moyen de Lorraine (d'après Rashid, 1995).

2.2.2. Caractères généraux de l'environnement de dépôt au Trias

Au Trias inférieur, tandis que la subsidence synrift perdure, les dépôts fluviatiles évoluent vers des dépôts plus fins correspondants à un environnement deltaïque : la sédimentation n'est pas suffisante pour combler l'affaissement crée par la subsidence et l'altitude des dépôts se rapproche du niveau de la mer. Au Trias moyen (Muschelkalk), la connexion entre la mer germanique et le synclinal de Sarreguemines s'établit : des transgressions successives remanient les dépôts continentaux et créent un paysage de vasière littorale plus ou moins ensablée. Puis les apports détritiques cessent, permettant la mise en place d'une sédimentation lagunaire argilo-évaporitique où la halite est présente dans la région de Sarralbe. Enfin, le Muschelkalk supérieur se caractérise par une sédimentation franchement marine de type carbonatée. Le Keuper correspond à une période de transgression majeure qui dépasse largement les limites des précédentes. Une lagune sursaturée est le lieu d'une sédimentation argilo-évaporite. Les dépocentres localisés dans l'axe du synclinal de Sarreguemines sont de nature essentiellement halitique et passent latéralement à des argilites carbonatées et sulfatées. Au Keuper moyen, un système fluviatile anastomosé dépose des sédiments argilo-gréseux passant latéralement à des argilites silteuses. Puis, une sédimentation carbonatée envahit de manière homogène la lagune : la Dolomie de Beaumont (ou encore Dolomie moyenne, Dolomie moellon) se met en place. Enfin, avec les Marnes Irisées supérieures, les faciès argilo-dolomitiques et évaporitiques reprennent possession du bassin.

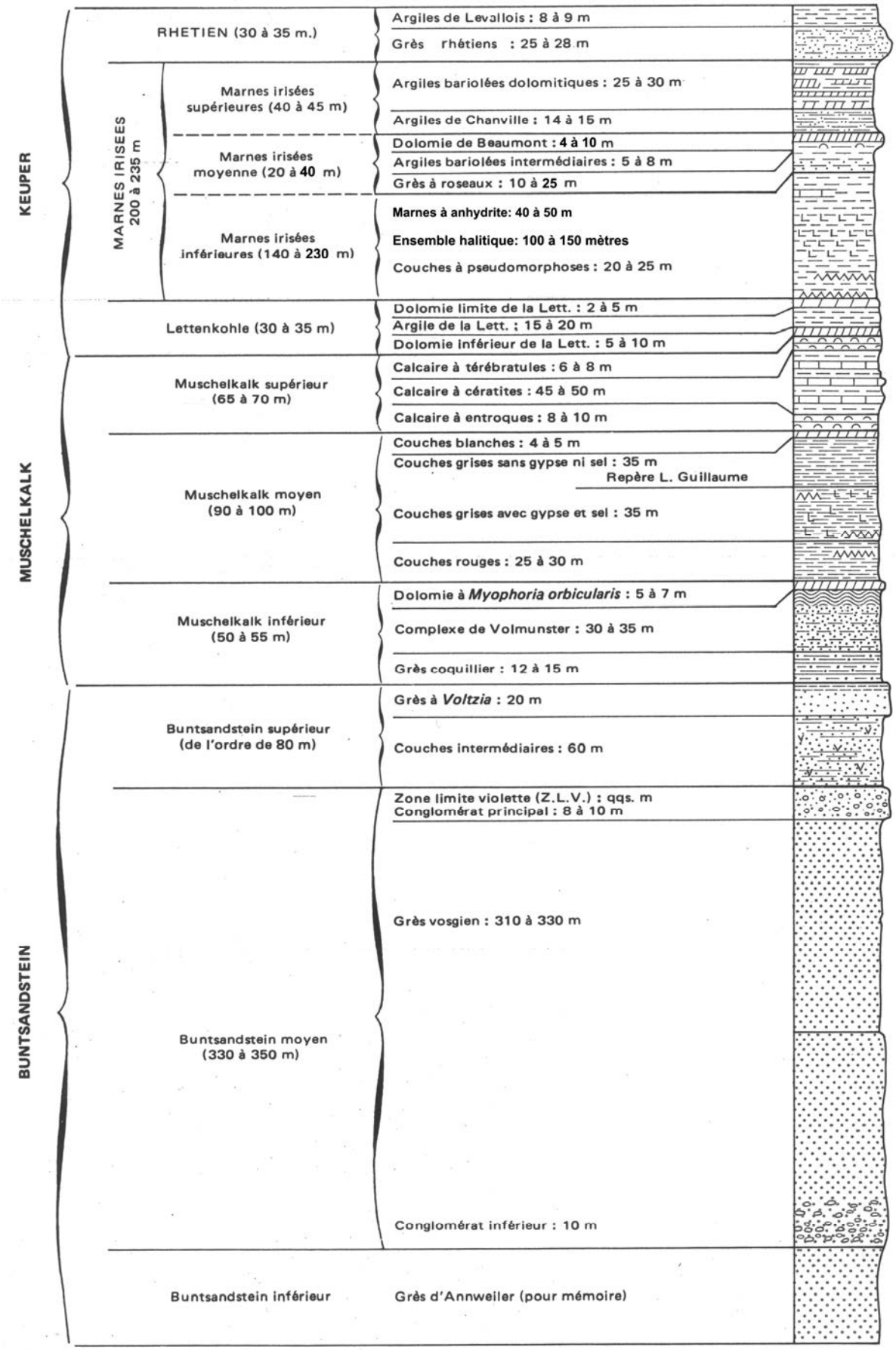


Figure 7: log lithostratigraphique du Trias Lorrain (modifié d'après BRGM, 1980).

2.2.3. Lithostratigraphie

La synthèse lithologique présentée ci-dessous concerne un ensemble d'unité allant de la Dolomie de Beaumont à l'Ensemble halitique. Les Couches à pseudomorphoses, unité basale des Marnes irisées inférieures, n'interviennent pas dans le cadre de la problématique de la thèse et de ce fait, ne sont pas décrites ici.

2.2.3.1. Découpages stratigraphiques des Marnes Irisées Inférieures et Moyennes

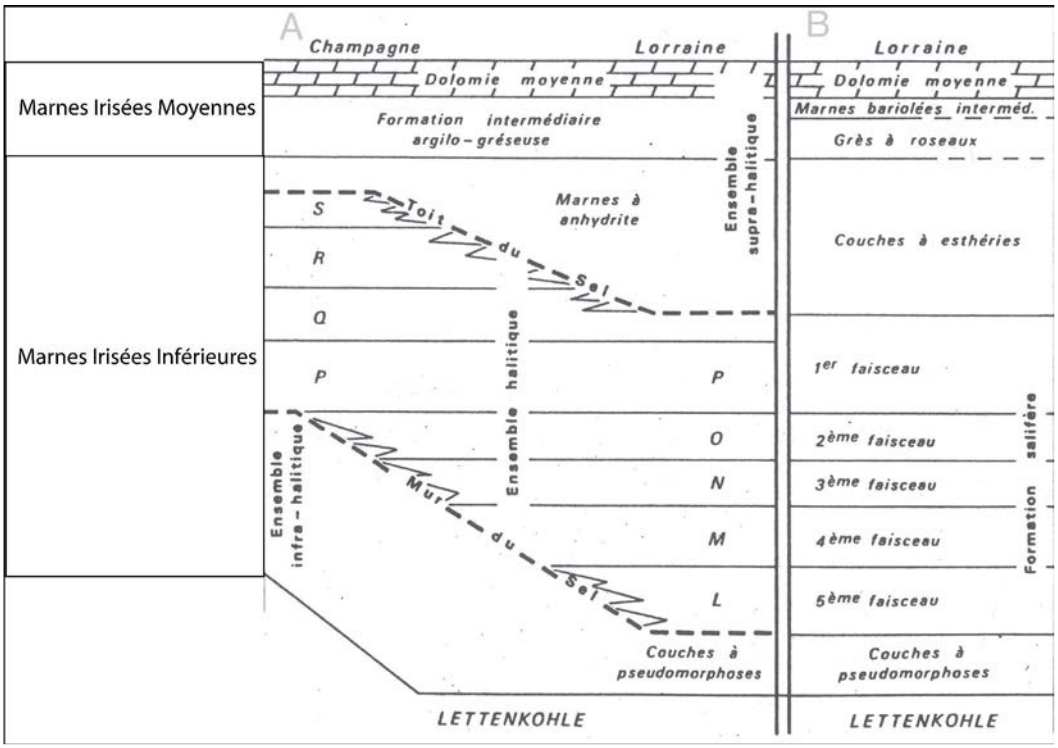


Figure 8: ancien (B) et nouveau découpage (A) des Marnes Irisées Inférieures et Moyennes en Champagne-Lorraine (modifié d'après Marchal, 1983).

Deux découpages stratigraphiques principaux ont été proposés pour les Marnes irisées inférieures et Moyennes (fig. 8). Le plus ancien est basé sur des critères de faciès et classifie les faisceaux de sel lorrains de 1 à 5 à partir du toit du gisement, à la manière des sondeurs. Or, le faciès Grès à roseaux, confiné dans des paléo-chenaux, passe latéralement à des argilites ; quant aux esthéries contenues dans les marnes, elles sont difficilement identifiables en sondage (Marchal, 1983). En ce qui concerne les faisceaux salifères, leur numérotation n'a de sens qu'en domaine lorrain. Tenant compte de ces considérations, Marchal (1983) propose une nomenclature permettant l'identification de chaque niveau à partir de diagraphies. Cette nomenclature rend compte des faciès proximaux et distaux, de plus, elle permet la corrélation entre domaines lorrain et champenois. Pour ces raisons, cette nomenclature est la seule utilisée dans ce mémoire.

2.2.3.2. La Dolomie de Beaumont

Les travaux d'Elie de Beaumont (1828) ont permis de mettre en évidence la présence de cette unité dans toute la partie orientale du Bassin de Paris, justifiant ainsi son utilisation en tant qu'horizon repère. En profondeur, sa puissance est d'une très grande homogénéité; d'une épaisseur moyenne de l'ordre de 10 mètres, elle atteint six mètres au niveau des bordures du bassin. Au voisinage des zones d'affleurement, elle accuse une épaisseur moyenne moindre par dissolution de l'anhydrite sommitale (Marchal, 1983). Cette unité regroupe deux lithologies formées par la lithification de dépôts lagunaires.

On distingue :

- un chapeau d'anhydrite dont l'épaisseur moyenne dépasse le mètre. Dans la région de Metz, cette anhydrite présente des niveaux ondulés et des lentilles dolomitiques à sa base tandis que son sommet est constitué de nodules anhydritiques « baignant dans une dolomie blanche » (Baroz, 1967). Les sondages CB3129 (SOLVAY) et C10 (NOVACARB) effectués au niveau du plateau de Haraucourt, présentent une anhydrite de 3,5 et 1,7mètres d'épaisseurs respectives. Au niveau de ces deux sondages, de fines lamines sont recoupées par des taches de dolomie secondaire ainsi que par des cristaux centimétriques et subautomorphes de gypse,
- la dolomie basale ; au droit des exploitations actuelles de sel gemme de Lorraine (Varangéville et plateau de Haraucourt), elle se présente sous forme d'un dolomudstone gris-beige à lamines gris-sombre plus argileuses avec localement des niveaux millimétriques de gypse. Cette lithologie est recoupée par des fentes à remplissage calcitique d'épaisseur infracentimétrique.

Dans son mémoire portant sur la géologie structurale du bassin salifère Lorrain, Laugier (1981) a comparé l'épaisseur de la couverture de la dolomie moyenne avec la lithologie de cette dernière. La corrélation entre épaisseur de la couverture et altération est alors évidente et l'auteur définit quatre situations distinctes :

- lorsque la couverture est supérieure ou égale à 150m, la coupe de type de la Dolomie de Beaumont correspond à celle décrite ci-dessus et la roche est considérée comme chimiquement intacte,
- entre 150 et 100 m de couverture, le chapeau d'anhydrite est plus ou moins hydraté en gypse sans que l'horizon carbonaté soit altéré,
- entre 50 et 100m de couverture, le gypse est dissous et la dolomie est corrodée ; on ne distingue pas la dolomie massive de sa base argilo-dolomitique : l'ensemble est uniformément blanc,
- en dessous de 50 mètres de couverture. L'épaisseur totale est réduite à moins de 5 mètres. L'ensemble est carié et recristallisé.

2.2.3.3. La Formation Intermédiaire Argilo-Gréseuse

Cette unité est constituée de deux sous-ensembles :

- des argilites bariolées au sommet, d'épaisseur variable mais toujours faible (quelques mètres),
- des roches issues de la lithification de dépôts fluviatiles, nommées Grès à Roseaux. La composante gréseuse est concentrée que dans des paléo-chenaux qui évoluent latéralement vers des argilites plus ou moins silteuses et micacées. Les grès sensu stricto sont également micacés, feldspathiques, toujours argileux, riches en empreintes végétales et présentent de fréquentes stratifications obliques. Ce niveau admet localement des lentilles de houille dont la puissance n'excède pas un mètre. L'épaisseur moyenne du Grès à Roseaux est d'une quinzaine de mètres (Palain, 1966).

2.2.3.4. Les Marnes à anhydrite

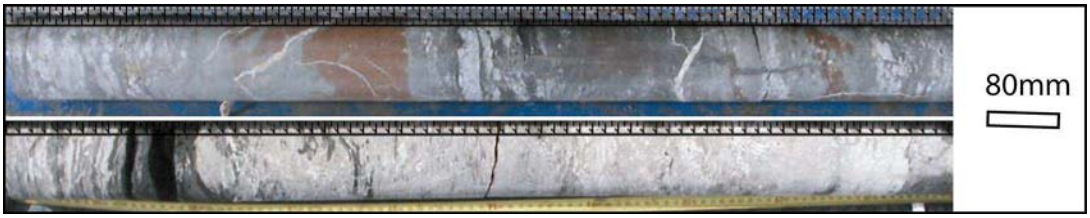


Figure 9: exemple de la variabilité d'organisation des sulfates (en blanc) dans les Marnes à anhydrite (sondage CB3129).

Composante sommitale des Marnes irisées inférieures, cette unité accuse en Lorraine une puissance de l'ordre de 40 mètres et peut atteindre 50 mètres au niveau des « fenêtres à toit du sel déprimé », comme c'est le cas à Cerville (Marchal, 1983). Leur dénomination, en particulier le terme « marnes » n'est pas représentatif des lithologies en présence : une quantification minéralogique du sondage CB-1 (Cerville-Buissoncourt) atteste de la prédominance des sulfates sur les carbonates (68% des échantillons) dans

les passées argileuses (Rashid, 1995). Cette unité est en fait composée d'une alternance d'argilites à anhydrite et d'anhydrite massive. Les faciès à dominante argileuse se présentent en niveaux d'épaisseur variable, atteignant 1 à 2 mètres pour les plus épais. Leurs teintes vont du noir au rouge en passant par le vert ou encore le brun. Tantôt friables, tantôt indurées, ces argilites peuvent être d'aspect massif, feuilleté ou encore franchement laminé. Enfin, ces faciès sont recoupés par différentes familles de fractures plus ou moins sinueuses, attestant de différentes périodes de compaction (fig.9). L'anhydrite est organisée sous formes de mouchetures millimétriques, de nodules (chicken-wire shaped) ou de lamines plus ou moins plissées. A l'échelle du bassin, l'anhydrite est plus abondante dans la moitié supérieure de l'unité qui se termine, sur les cinq derniers mètres, par une série de bancs d'anhydrite suffisamment rapprochés pour paraître contigus à première vue (Marchal, 1983). L'analyse lithostratigraphique du sondage CB1 a permis de proposer trois séquences de dépôts types (fig.10) permettant de décrire une certaine cyclicité dans l'agencement des différents faciès. Au niveau de ce même sondage, Rashid (1995) distingue trois sous-ensembles :

- une partie inférieure, ne dépassant pas 5 mètres d'épaisseur, limitée à la base par le toit du sel massif et au somment par la première apparition des argilites versicolores ; cette partie inférieure est caractérisée d'une part par les teintes sombres et d'autre part par la présence du faciès mixte formé par la fine alternance de lamines argileuses et anhydritiques ; on y trouve également une anhydrite orangée nodulaire communément appelée « gypse corail » par les sondeurs et qui annonce la proximité métrique du toit de l'unité P lors de forages,
- une partie moyenne, de l'ordre de 14 mètres d'épaisseur au niveau de CB1, caractérisée par la fréquence des lits d'argilites versicolores ; le sommet correspond au retour des argilites ; une autre caractéristique est la présence de fissures à remplissage d'anhydrite rose,
- Une partie supérieure, puissante d'environ 23-24m, débute avec la réapparition des argilites sombres et s'achève au niveau d'un banc épais de « brèche anhydritique » qui doit correspondre à la base du Grès à roseaux.

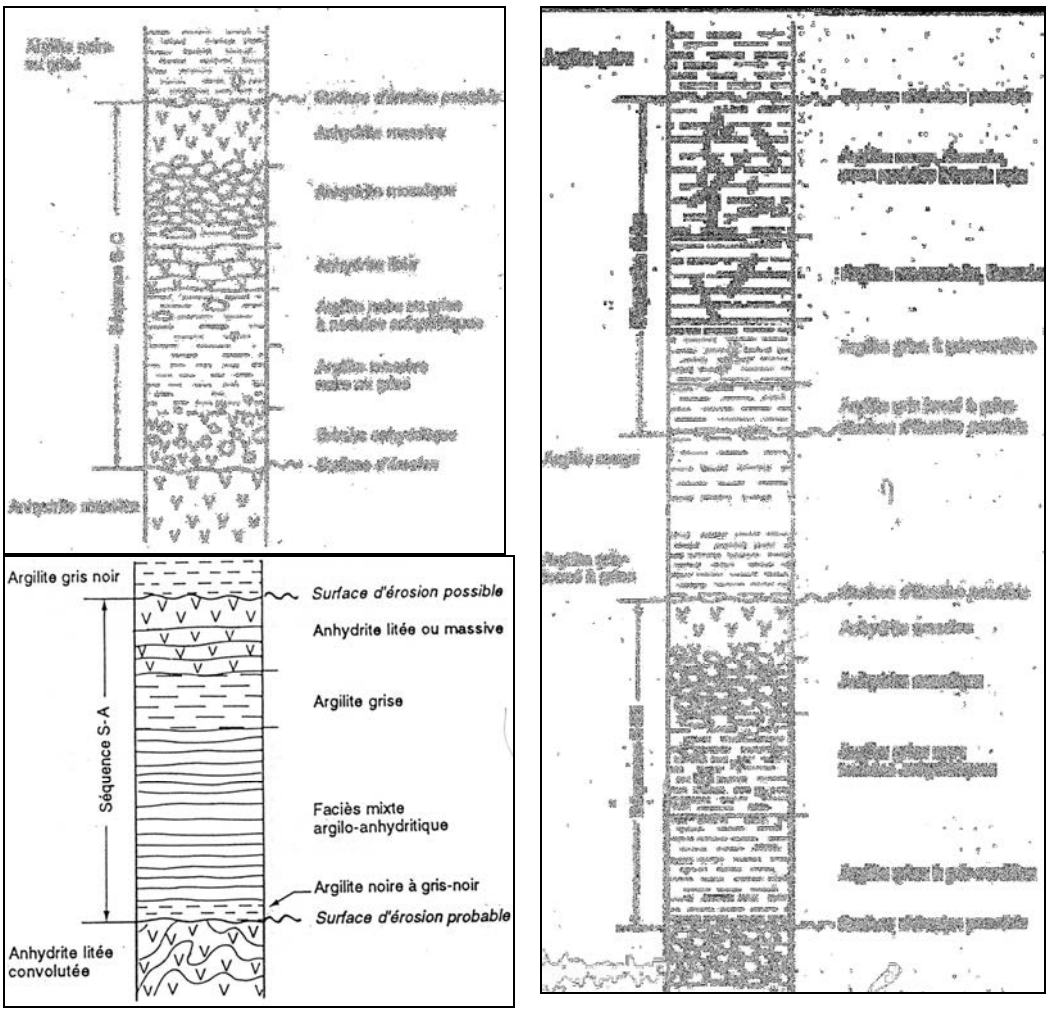


Figure 10 : séquences lithostratigraphiques « types » des Marnes à anhydrite (Rashid, 1995).

2.2.3.5. L'Ensemble Halitique

D'une puissance dépassant 150 mètres au centre du bassin lorrain, cette unité est constituée d'une alternance de niveaux halitiques et d'argilites et/ou marnes à anhydrite. En Lorraine, les exploitants individualisent 6 faisceaux productifs ou stériles selon leur teneur en halite. Chaque faisceau est constitué d'une alternance de niveau halitique et d'intercalaires argilo-anhydritiques. Le sel gemme montre une fine stratification, plane, à peine inclinée et remarquablement constante (Hilly et Marchal, 1999). Cette stratification est soulignée par des variations répétées de la teinte du sel, sombre ou claire selon son pourcentage d'impuretés (Geisler et Cussey, 1986). Les passées argilo-sulfatées sont interstratifiées et d'épaisseur très variables. L'alternance de ces faciès constitue des séquences lithostratigraphiques superposées, pluridécimétriques à plurimétriques. Chacune montre, de la base au sommet, une diminution des apports argileux et corrélativement une évolution vers un sel pur. A des niveaux bien particuliers, cette stratification monotone est affectée localement par des structures en V (Hilly et al, 1998) qui redressent et déforment les couches sur une épaisseur pouvant atteindre 2 mètres (fig.11). L'allure de ces structures diffère selon la lithologie des niveaux concernés. Leur remplissage (argilites et halite secondaires) est grossièrement lité verticalement et symétrique par rapport au plan médian, ce qui caractérise des fentes de dessication (Robelin et al., 1990)

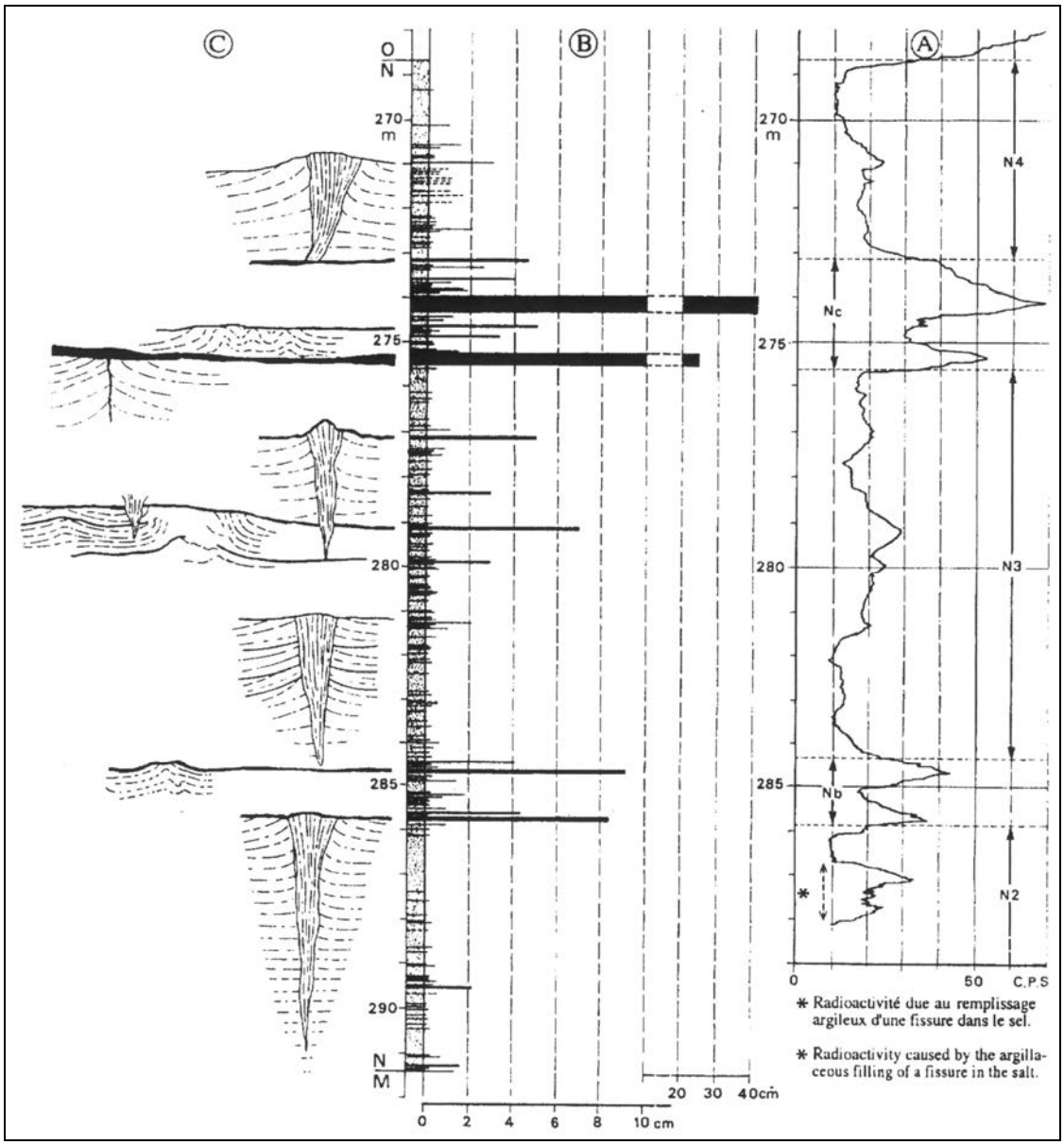


Figure 11: coupe de l'unité N. A: log gamma ray du sondage SG 26 de Gellenoncourt. B: répartition des intercalations argileuses dans les carottes de ce sondage. C: tepees et fissures observés dans la mine de Varangéville (Hilly et al, 1998).

2.3. INTERPOLATIONS DIAGRAPHIQUES AU NIVEAU DES MARNES A ANHYDRITE DU PLATEAU DE HARAUCOURT

Comme précisé dans la partie 2.2.3.4, les Marnes à anhydrite correspondent à la superposition de niveaux à dominante argileuse et d'anhydrites massives. Or, dans sa thèse, Nothnagel (2003) invoque des niveaux d'anhydrite pour expliquer la remontée par à coups de la cavité au travers des Marnes à anhydrite. En effet, cette lithologie possède des caractéristiques mécaniques instantanées supérieures aux faciès argileux (Homand, 2003). L'anhydrite présente une matrice extrêmement raide de classe DE1 (AFTES) et une résistance à la compression très élevée de classe RC2. Ainsi, si l'anhydrite est disposée en véritables bancs, dans le sens où sa continuité latérale est vérifiée à l'échelle d'une concession de cavités, elle peut ralentir la remontée d'une cavité par rapport à ce qui se passe dans les faciès argileux. Voilà pourquoi nous nous sommes intéressés à étudier l'extension latérale des niveaux d'anhydrite au sein des Marnes à anhydrite. Pour ce faire, nous avons tenté d'interpoler les lithologies entre différents sondages du plateau de Haraucourt.

Au niveau des cavités du plateau de Haraucourt, les diagraphies gamma-ray sont employées de manière systématique afin:

- de déterminer le toit et la base des unités salifères avant exploitation en vue de positionner de manière optimale la tête de puits,
- d'identifier le sommet des cavités pendant et après la période d'exploitation pour s'assurer que l'épaisseur de la garde de sel au toit des cavités est bien respectée, voire pour suivre la remontée d'une cavité instable au travers des Marnes à anhydrites.

Dans notre problématique, cet outil diagraphique se révèle d'un grand intérêt. En effet, les Marnes à anhydrite sont constituées de lithologies dont les réponses en termes de signal gamma-ray sont bien distinctes, les argiles contenant des éléments radioactifs comme le potassium, contrairement au minéral anhydrite.

De plus, la présence systématique du Chapeau d'anhydrite surmontant la Dolomie de Beaumont permet, pour chaque sondage, d'établir une calibration du faciès « anhydrite massive pure» en termes de signal gamma-ray. Les anhydrites massives des Marnes irisées inférieures peuvent contenir une certaine fraction d'argile. Dans ce cas, l'amplitude du signal-gamma ray correspondant est supérieure à celle du Chapeau d'anhydrite des Marnes irisées moyennes. La comparaison du log lithostratigraphique du sondage carotté CB3129 sa diagraphie m'a permis de définir un seuil d'amplitude gamma-ray en dessous duquel on rencontre une anhydrite massive. Ce seuil est de 40 cps. Afin que cette méthode d'identification des niveaux d'anhydrite puisse être exploitable à toutes les diagraphies gamma-ray et ce quel que soit le matériel d'acquisition, le seuil a été normalisé par rapport à l'amplitude maximale enregistrée au niveau de l'ensemble argilo-gréseux des Marnes Irisées moyennes (cette amplitude a été admise comme constante au niveau du plateau de Haraucourt) qui vaut 180 cps.

Les données diagraphiques présentées correspondent à la piste de sondage 2200 exploitée de manière intensive par la compagnie SOLVAY.

La technique d'interpolation peut être décrite comme suit :

- choix d'un horizon repère à partir duquel l'identification des différents niveaux peut débuter. Le toit du sel du Keuper ne peut jouer ce rôle en raison de son diachronisme local en Lorraine (Marchal, 1983) ; la Dolomie de Beaumont a été choisie comme horizon repère,
- définition de signatures particulières (exemple, un maximum d'amplitude, encadré par deux minima locaux) reproductibles d'un sondage à l'autre en termes de tendance mais pas forcément d'amplitude, étant donné qu'on envisage des variations latérales de proportions anhydrite/argiles.

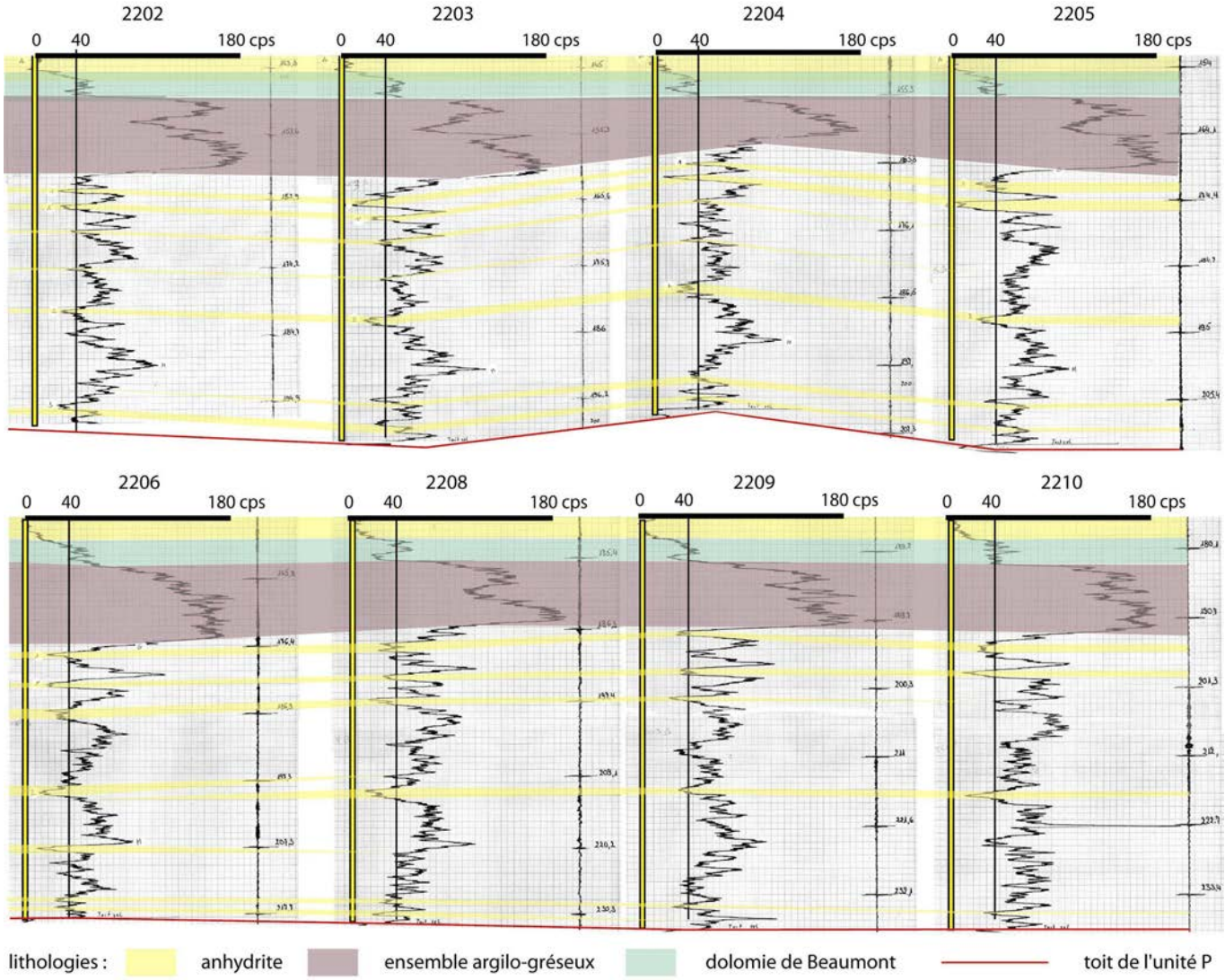


Figure 12: diagraphies gamma-ray de la piste 2200 au niveau des Marnes Irisées Moyennes et des Marnes à anhydrite; interpolation en termes de lithologies.

Les résultats sont présentés sur la Figure 12. Pour des raisons de clarté, la Dolomie de Beaumont a été reportée sur un niveau horizontal. De cette manière on observe clairement la constance de l'épaisseur des Marnes à anhydrite pour la piste 2200.

Compte tenu des interpolations lithologiques, il existe donc des niveaux d'anhydrite dont l'extension varie entre une et plusieurs centaines de mètres, les sondages étant espacés de 50 m. Pour un même niveau d'anhydrite, l'amplitude du signal gamma-ray varie d'un sondage à l'autre. D'ailleurs, les niveaux d'extension hectométrique évoluent latéralement vers des lithologies de plus en plus riches en argiles. On remarquera également la constance des épaisseurs d'argilites entre 2 bancs d'anhydrite, renforçant ainsi la correspondance d'un sondage à l'autre des niveaux d'anhydrite identifiés.

A l'échelle d'une cavité de dissolution, les niveaux d'anhydrite représentent donc de véritables bancs bien continus.

2.4. COMPARAISON DE LA VITESSE DE REMONTEE AVEC LA LITHOLOGIE DU TOIT DES CAVITES

A l'échelle d'une cavité de dissolution, les bancs d'anhydrite constituent des plaques soumises au poids des terrains à l'aplomb et en appuis sur les flancs argileux des cavités. Si ces plaques sont peu fissurées (pas de défauts verticaux) et suffisamment raides et épaisses, elles peuvent retarder la remontée de la cavité. Afin de tester un tel modèle, je me suis intéressé à comparer les vitesses de remontée des cavités ayant traversé les Marnes à anhydrite avec l'organisation verticale des

alternances anhydrite/argilites : si le «ralentissement du foudroyage» intervient à une période pendant laquelle la cavité est directement surmontée d'un banc d'anhydrite, ce banc a alors un rôle mécanique.

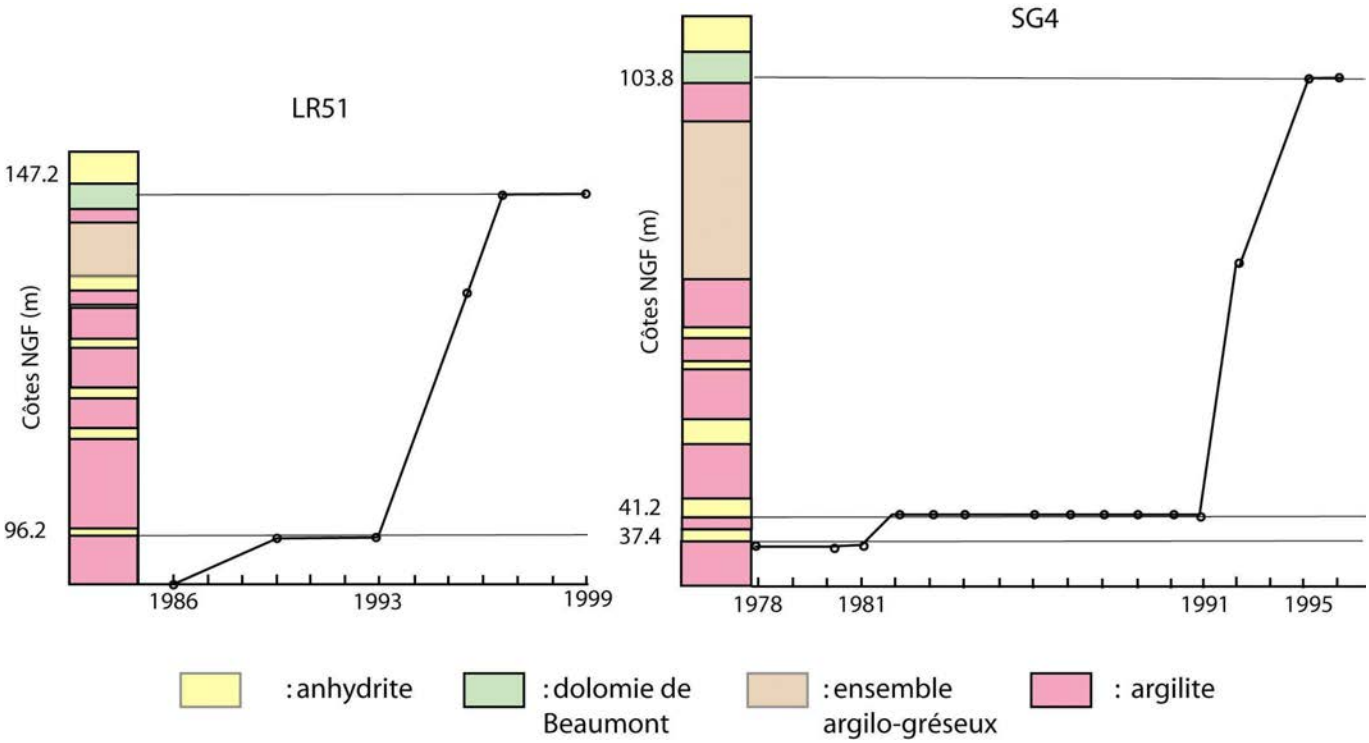


Figure 13: cote NGF du toit des cavités LR51 et SG4 en fonction du temps et de la lithologie rencontrée.

Sur le plateau de Haraucourt, deux cavités exploitées de manière extensive ont vu leur garde de sel du toit se dégrader : Les cavités LR 51/50 (RHODIA-NOVACARB) et SG4-SG5 qui se sont alors propagées au travers des « Marnes à Anhydrite ». L'acquisition de diagraphies gamma-ray pendant l'exploitation et au cours de ces remontées a permis, d'une part, de reconstruire un log lithostratigraphique, et d'autre part, de déterminer les profondeurs du toit de ces cavités en fonction du temps. La comparaison de ces deux paramètres est reportée sur la Figure 13.

Pour les deux cavités (LR51 et SG4), la remontée du toit s'est effectuée par à-coups. Dans une première étape, les premiers mètres d'argilite de la base des Marnes à anhydrite sont traversés en quelques années ; puis le toit se stabilise quatre ans à une profondeur correspondant à la base d'un niveau d'anhydrite. Concernant la cavité LR51, la suite de la remontée est relativement brutale puisque les trois quarts des Marnes à anhydrite ainsi que la totalité de l'ensemble argilo-gréseux sont recoupés en trois ans maximum. Un phénomène identique se produit pour la cavité SG4 avec néanmoins une différence notable : avant la traversée de la majeure partie des Marnes à anhydrite et de la Formation intermédiaire, le toit de la cavité se stabilise pendant dix ans à la base du deuxième niveau d'anhydrite.

Ainsi, les bancs d'anhydrite situés à la base des Marnes à anhydrite ralentissent la progression des cavités remplies de saumure. Il est intéressant de constater que ces bancs ne sont pas les plus épais de l'unité. Si tous les niveaux d'anhydrite correspondent à de véritables bancs (ou plaques) non fissurés et de propriétés mécaniques identiques, on doit s'attendre à une corrélation entre durée de stagnation du toit de la cavité au niveau d'un banc d'anhydrite et épaisseur de ce dernier. Les données présentées sur la Figure 13 ne rendent pas compte d'un tel phénomène. Il semblerait donc que les niveaux d'anhydrite n'ayant pas «ralenti» la progression de la cavité ne correspondent pas à de véritables bancs et/ ou qu'ils possèdent des caractéristiques mécaniques plus médiocres que les niveaux basaux.

Enfin, on constate que le toit de la cavité a partiellement traversé la Dolomie de Beaumont et que cette situation est restée stable au moins 3 ans. Ce qui semble indiquer que la Dolomie de Beaumont est fissurée. La modélisation numérique de la rupture d'une plaque de Dolomie de Beaumont doit tenir compte de ce paramètre ainsi que de la fissuration ainsi que de la présence du chapeau d'anhydrite. Dans sa thèse, Nothnagel (2003) a assimilé les dix mètres de l'ensemble anhydrite/dolomie aux propriétés mécaniques du faciès dolomie non fissuré ; ce qui en surestime largement la raideur.

Cette première étape de l'étude de la lithologie au droit des cavités de dissolution nous indique que la lithologie influence la vitesse de remontée des cavités de dissolution. Lorsque des bancs d'anhydrite non fissurés constituent le toit d'une cavité remplie de saumure, la remontée de cette dernière peut être stoppée pendant plusieurs années tandis que les faciès argileux sont très rapidement recoupés. Soit la rupture brutale des bancs d'anhydrite entraîne les argilites situées eu dessus, soit les niveaux argileux se délitent progressivement.

2.5. INFLUENCE DE LA LITHOLOGIE SUR LA GEOMETRIE DES CAVITES

2.5.1. Matériels et méthode

Dans le but de décrire au mieux la remontée des cavités de dissolution au travers des Marnes à anhydrite, la comparaison de la géométrie 3D de ces cavités avec les paramètres géologiques a été entreprise. Ces travaux ont pu être menés à bien grâce au géomodeleur GOCAD® dont l'intérêt est double :

- après numérisation de données sonar, ce logiciel permet de visualiser en 3D des cavités géoréférencées,
- GOCAD® permet également de visualiser des interfaces lithologiques à partir d'interpolations de données de puits (diagraphies gamma-ray).

De telles caractéristiques ont permis la réalisation de blocs 3D incorporant la géologie et les cavités. Il a alors été possible d'étudier le rôle du pendage et des lithologies sur la géométrie des cavités recoupant les Marnes à anhydrite.

2.5.1.1. Présentation des données

Tableau 1: présentation des données diagraphiques

	Diagraphies			
	Gamma-ray		**Sonar**	
Puits	**Dates**	**Unités recoupées**	**Dates**	**Unités recoupées**
LR50	De 1986 à 2000	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »		
LR 51	De 1986 à 2000	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »	1986-1997	De l'unité N aux Marnes irisées Moyennes
SG1	1999	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »		
SG2	1999	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »		
SG4	De 1978 à 1993	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »	1986-1991-1994- 1995	De l'unité N aux Marnes irisées Moyennes
SG5	De 1991 à 1992	Du sommet des « Marnes à anhydrite » au sommet des « Marnes Irisées moyennes »	1986-1990-1991-1994-1995	De l'unité N aux Marnes irisées Moyennes

Les données diagraphiques présentées dans le Tableau 1 ont été fournies par les sociétés CSME et RHODIA-NOVACARB et concernent des cavités actuellement effondrées (diagraphies gamma-ray et sonars) et d'autres stables (gamma-ray). Les cavités stables correspondent aux cavités les plus proches de celles effondrées de manière à reconstituer la géologie (interpolation de gamma-ray) le plus finement possible.

Tableau 2: reconstitution lithostratigraphique au niveau des puits SG1, 2, 4, et 5.

Formations	Litho (base)	SG4		SG2		SG1		SG5	
		Côte mur NGF (m)	Epaisseur (m)	Côte mur NGF (m)	Epaisseur (m)	Côte mur NGF (m)	Epaisseur (m)	Côte mur NGF(m)	Epaisseur (m)
Couverture		250.2_ 113.1	137.1	246.9_108. 7	138.2	245.1_ 107.9	137.2	248.2_ 111.4	136.8
Dolomie de Beaumont	Chapeau d'anhydrite	108.3	4.8	104.9	3.8	103.1	4.8	106.4	5
	Dolomie	103.8	4.5	100.5	4.40	98.8	4.3	101.8	4.6
Argilites intercalaires	Argilites	98.7	5.1	97.4	3.1	91.1	7.7	96.2	5.6
Grès à roseaux	Grès	76	22.7	76.9	20.5	76.1	15	75	21.2
Marnes Irisées Inférieures	Argilite					70.1	6		
	Anhydrite					68.6	1.5		
	Argilite1	69.1	6.9	65.3	11.6	66.1	2.5	68.2	6.8
	Anhydrite1	67.5	1.6	63.5	1.8	63.6	2.5	65.2	3
	Argilite			59.7	3.8			Pas de données	
	Anhydrite			59.1	0.6				
	Argilite2	64.2	3.3	58.1	1	59.6	4		
	Anhydrite2	62.6	1.6	56.2	1.9	57.6	2		
	Argilite3	55.3	7.3	49.6	6.6	54.1	3.5		
	Anhydrite3	51.7	3.6	48.1	1.5	50.6	3.5		
	Argilite 4	44	7.7	40.1	8	40.1	10.5		
	Anhydrite Argilite			39.3	0.8				
				38.7	0.6				
	Anhydrite4	41.2	2.8	37.7	1	38.1	2	Pas de données	
	Argilite 5	39.3	1.9	32.3	5.4	36.1	2		
	Anhydrite5	37.4	1.9	31.25	1.07	33.6	2.5		
	Argilite			30.64	0.61				
	Anhydrite			30	0.64				
	Argilite 6	31.2	6.2	28.4	1.6	31.1	2.5		
Formation Salifère	Sel	29.2	2	27	1.4	25.2	5.9		
	Argilite	26.2	3	25.5	1.5	23.6	2.6		

Tableau 3: reconstitution lithostratigraphique au niveau des puits LR50 et LR 51.

Formations	Litho (base)	Rape 51		Rape 50		
		Côte NGF (m)	Epaisseur (m)	Côte NGF (m)	Epaisseur (m)	Ecart (m)
Surface	/	252.5_152	100.5	250.59_152.5 9	98	(+0.59)
Dolomie de Beaumont	Chapeau d'anhydrite	147.2	4.8	149.59	3	(+2.39)
	Dolomie	143.5	3.7	145.39	4.2	(+1.89)
Argilites intercalaires	Argilites	141.5	2	143.09	2.3	(+1.59)
Grès à roseaux	Grès	133.9	7.6	135.09	8	(+1.19)
Argilites à anhydrite	Anhydrite1	131.5	2.4	131.89	3.2	(+0.39)
	Argilite	129	2.5	129.89	2	(+0.89)
	Anhydrite2	128.5	0.5	128.59	1.3	(+0.09)
	Argilite	123.9	4.6	125.29	3.3	(+1.39)
	Anhydrite3	122.5	1.4	123.89	1.4	(+1.39)
	Argilite	116.8	5.7	117.6	5.41	(+1.59)
	Anhydrite4	115.3	1.5	114.49	3.9	(-0.81)
	Argilite	111.2	4.1	112.59	5	(+1.39)
	Anhydrite5	109.5	1.7	108.59	4	(-0.91)
	Argilite	97	12.5	95.59	13	(-1.41)
	Anhydrite6	96.2	0.8	92	3,6	(-2.2)
	Argilite	90.5	5.7	88.39	6.6	(-2.11)

Les données sonar, acquises par les sociétés SOCON, FLODIM et PRAKLA, correspondent à des sections horizontales de cavités obtenues tous les mètres avec un modèle de propagation isotrope des ondes ultrasoniques (c=1800m/s). Chaque donnée sonar a été digitalisée à l'aide d'une tablette du même nom puis géoréférencée en coordonnées NGF, à l'instar des logs lithostratigraphiques reconstruits.
On remarquera que la couverture des diagraphies gamma-ray au niveau du sondage SG5 n'est pas totale : les trois quarts des Marnes à anhydrite ne sont pas couvertes. Cette lacune a été comblée par l'interpolation des données issues des puits contigus.

2.5.1.2. Interprétation lithostratigraphique

Pour chaque puits, les diagraphies gamma ray ont permis de reconstituer l'agencement des différentes lithologies depuis le toit de l'unité N jusqu'au sommet des Marnes Irisées inférieures. La méthode de correspondance entre lithologies et amplitude du signal est identique à celle décrite dans la partie 2.3.

Les Tableaux 2 et 3 regroupent les différentes coupes lithostratigraphiques ainsi reconstruites.

2.5.1.3. Interpolation lithologique

Cette étape permet de reconstruire en 3D l'agencement des différentes lithologies entre les différents puits. Dans le logiciel GOCAD®, il a été choisi de représenter la base de chaque banc ou niveau, à partir de la création d'une surface horizontale passant par la plus faible profondeur d'un banc donné. Cette surface, constituée d'un nombre déterminé de triangles définissant des nœuds, a été ensuite ajustée numériquement pour passer par les données de puits correspondant au même niveau lithologique. De cette manière, chaque surface représente la base d'un niveau lithologique avec son pendage local ; le pendage est apparent (LR50/51) ou non (SG1/2/4/5) suivant le nombre de puits considérés.

2.5.1.4. Présentation des résultats

Les résultats sont présentés sous formes de coupes permettant d'observer les contacts entre bordures de cavités à une période donnée et bancs recoupés (lithologie, épaisseur, pendage).

Les surfaces présentent des variations de couleurs comprises entre 2 pôles (ex : bleu et blanc) rendant compte des variations de profondeur (pendage apparent) de ces bancs. Le code couleur correspondant est présenté dans le Tableau 4.

Tableau 4 : code couleur représentant le pendage apparent des divers bancs.

Lithologie	Couleur de la côte NGF maximale	Couleur de la côte NGF minimale
Chapeau d'anhydrite	rouge	bleu
Dolomie de Beaumont	vert	jaune
Grés-argilite silteuse	marron-bleu	bleu
Argilite	blanc	bleu
Anhydrite	cyan	rouge

Monocavité SG4-SG5

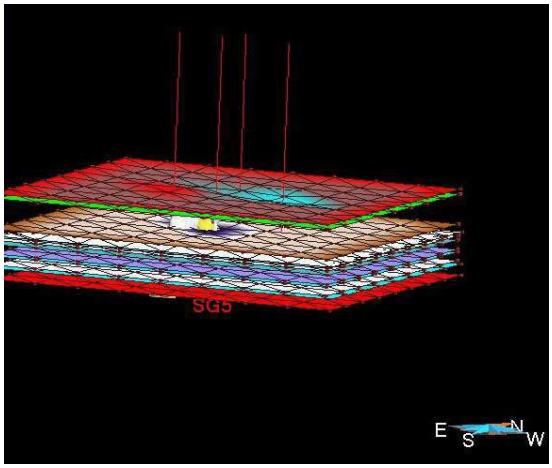


*Figure 14: bloc diagramme 3D représentant la monocavité SG4/5 et la géologie locale (exagération verticale =*3).*

L'interpolation lithologique concernant la Dolomie de Beaumont et le Chapeau d'anhydrite (fig.14) fournit des surfaces dont le pendage réel (4 puits non alignés) vaut (N135; 1°SW); valeur en accord avec le pendage global du secondaire dans la partie orientale du bassin de Paris (BRGM, 1980). Les différents niveaux des Marnes à anhydrite pendent suivant la même orientation et le même ordre de grandeur d'angle. Le modèle numérique de terrain au niveau des sondages SG1/2/4/5 semble donc réaliste.

Les coupes présentées sur les Figures 15 et 16 sont orientées suivant le plan vertical correspondant à l'allongement horizontal maximal de la monocavité, et qui intègre les axes des puits SG4 et SG5. De cette manière, on observe la cavité suivant le plan dans lequel les plaques (ou niveaux au sens large) d'anhydrite ont été le plus sollicitées mécaniquement.

Les volumes d'insolubles en fond de cavité durant la période d'acquisition empêchent la visualisation de toute l'épaisseur des Marnes à anhydrite. De cette manière, le contact géométrique entre cavité et niveaux d'anhydrite ayant ralenti la remontée de la cavité ne peut être étudié ici.

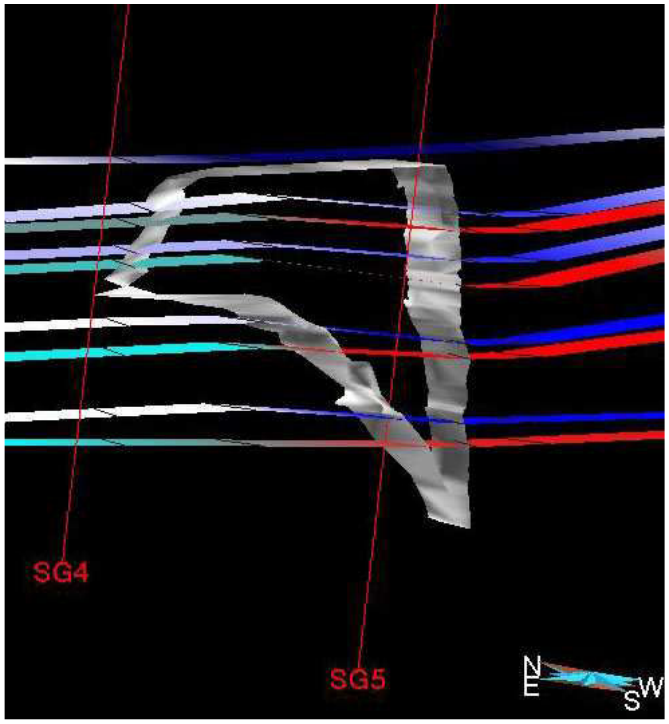


*Figure 15: contact entre les niveaux lithologiques et la cavité SG4/5 en 1991 (exagération verticale =*3).*

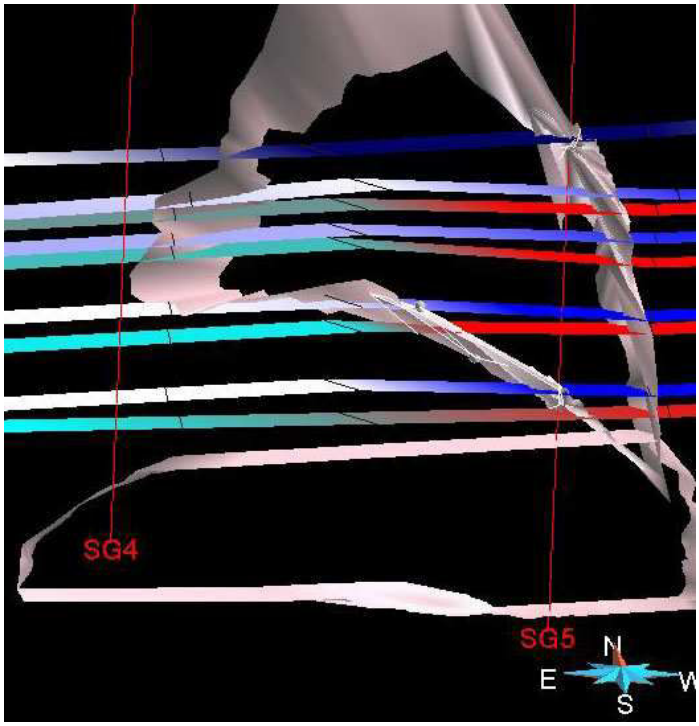


*Figure 16: contact entre les niveaux lithologiques et la cavité SG4/5 en 1986 (volume basal) et 1994 (exagération verticale =*3).*

La Figure 15 représente la cavité en coupe en 1991, limitée à sa base par les éboulis de Marnes à anhydrite et en son sommet par la Formation intermédiaire. Si l'on s'intéresse à comparer l'angle de

foudroyage suivant la lithologie traversée, on ne remarque pas de relation nette : selon l'axe vertical, la cavité s'élargit ou diminue de diamètre aussi bien dans les niveaux d'argilites que dans les niveaux d'anhydrites. Ce résultat est en accord avec ceux concernant la vitesse de remontée de la cavité (2.4) : les niveaux d'anhydrite sommitaux n'ont pas «ralenti» la remontée de la cavité et il est donc fort probable que ces plaques se soient rompues à la manière des argilites encaissantes. Une telle similitude n'est cependant pas un critère discriminant quant aux mécanismes de rupture. De plus, l'interpolation lithologique tend à montrer la continuité latérale de ces niveaux d'anhydrite, à l'instar de ceux qui ont ralenti la remontée de la cavité. L'hypothèse d'une fissuration (préexistante ou induite par l'excavation) affectant les niveaux d'anhydrite sommitaux permet d'expliquer la remontée rapide de la cavité au travers de ces niveaux.

La Figure 16 représente la cavité SG4/SG5 en coupe en 1986 (en bas de Figure) et en 1994. A l'instar de la Figure précédente, aucune relation nette entre valeur de l'angle de foudroyage et lithologie traversée n'est identifiable. En termes de morphologie, il semble exister une relation entre pendage des différents niveaux et géométrie de la base de la cavité en 1986 : en effet, la base de la cavité dans l'unité salifère (1986) présente une inflexion à pendage Ouest. D'autre part, les différents niveaux de Marnes à anhydrite pendent également vers l'Ouest (suivant la coupe présentée) et la variation maximale de pente (changement de teinte des surfaces) se situe tout à fait à l'aplomb de l'inflexion située à la base de la cavité en 1986. Un lien génétique entre ces deux géométries semble donc très probable et peut s'expliquer par une inflexion des couches sédimentaires. Compte tenu de la stagnation du toit de la cavité SG4/5 à la base de deux niveaux d'anhydrite situés quelques mètres au dessus du l'unité N (cf. 2.4), la série ne semble pas être affectée par une faille. Par contre, la présence d'une telle discontinuité au sein de l'unité N est envisageable selon le schéma présenté sur la Figure 17.

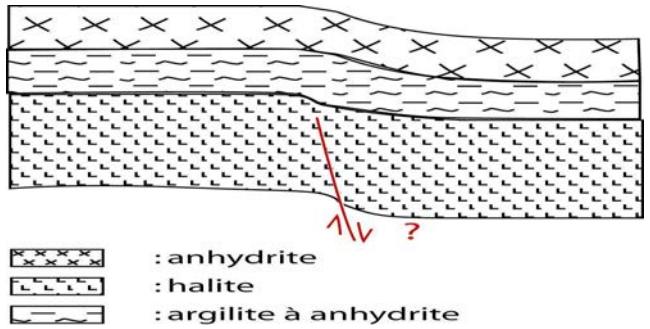


Figure 17: schéma du modèle géologique proposé pour expliquer la géométrie de la base de la cavité SG4/5 en 1986 et le pendage des « Marnes à anhydrite » (proportions non respectées).

Monocavité LR50/51

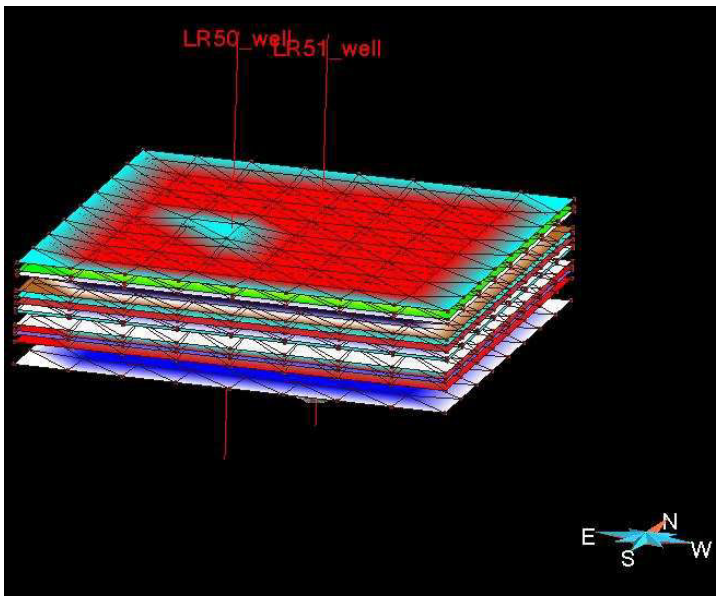


*Figure 18: bloc diagramme 3D représentant la monocavité LR50/51 et la géologie locale (exagération verticale =*3)*

L'interpolation lithologique concernant la Dolomie de Beaumont et son chapeau d'anhydrite fournit des surfaces dont le pendage apparent (2 puits) vaut (N135; 1,2°NW); valeur qui diffère peu de celle obten ue au niveau de la concession Drouville. Les différents niveaux des Marnes à anhydrite pendent suivant la même orientation et le même ordre de grandeur d'angle.

Tout comme la monocavité SG4/5, les volumes d'insolubles en fond de cavité durant la période d'acquisition empêchent la visualisation de toute l'épaisseur des Marnes à anhydrite. De cette manière, le contact géométrique entre cavité et niveaux d'anhydrite ayant ralenti la remontée des la cavité ne peut être étudié ici.

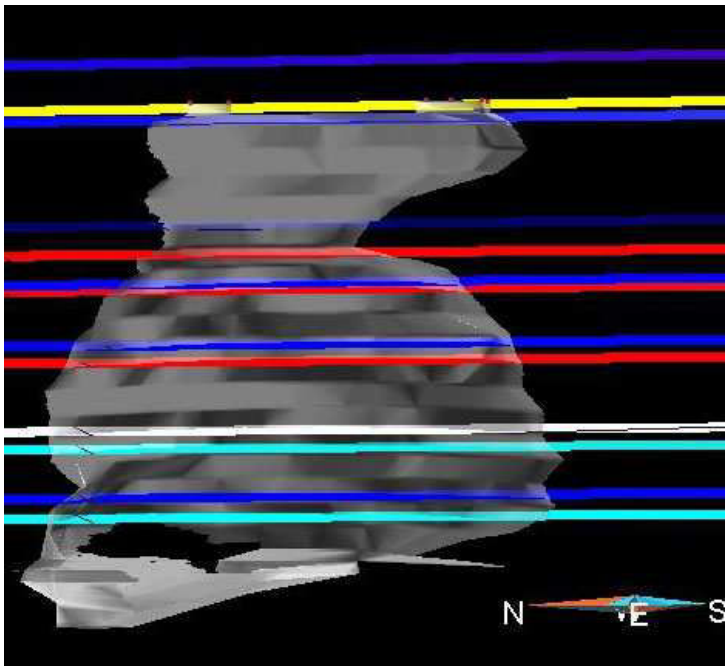


*Figure 19: coupe de la cavité LR50/51 en 1997 suivant le plan vertical passant par les axes des 2 puits (exagération verticale : *2).*

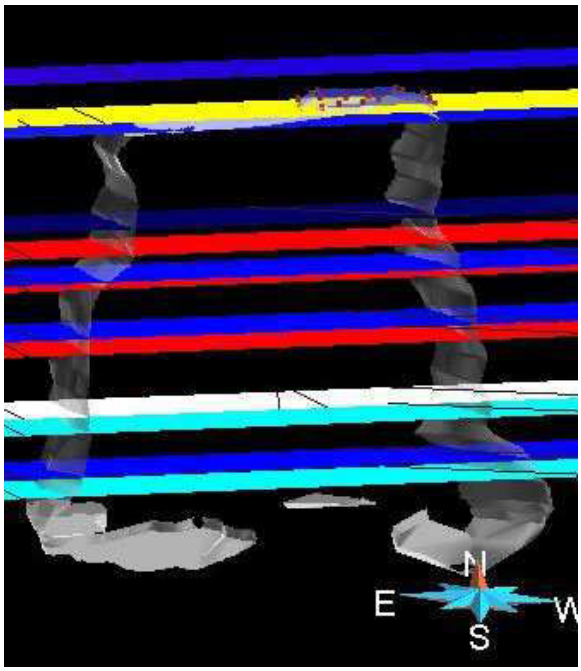


*Figure 20: coupe de la cavité LR50/51 en 1997 suivant le plan vertical contenant la largeur maximale de cavité (exagération verticale : *2).*

Suivant le plan vertical passant par les axes des puits LR50 et 51 (fig. 19), la géométrie de la cavité varie sensiblement avec la profondeur :

- de la base de la cavité jusqu'au sommet des Marnes à anhydrite (banc rouge sommital sur la Figure 19), la cavité possède une forme voûtée relativement symétrique par rapport au plan vertical dont la normale est orientée Nord-Sud ; au sein de cette voûte, il ne semble pas exister de relation entre l'angle de foudroyage et la lithologie au contact (argilite ou anhydrite),
- à partir de la base de la Formation intermédiaire, la cavité s'élargit pour atteindre et même dépasser de 1m la base de la Dolomie de Beaumont. La géométrie globale de la cavité est de type sablier avec un goulet localisé au niveau d'un banc d'anhydrite.

Cette dernière caractéristique ne vaut pas pour la cavité SG4/5 dont la géométrie est de type voûte au travers de la Formation intermédiaire ; en d'autres termes, l'angle de foudroyage ne change pas sensiblement entre les Marnes à anhydrite et la Formation intermédiaire.

Au droit des deux cavités, la Formation intermédiaire est essentiellement représentée par le faciès grès. Une variation latérale de faciès ne peut donc expliquer la différence de géométrie (voûte ou sablier) des deux cavités effondrées au travers des lithologies argilo-gréseuse.

La lithologie au contact de la base du Grès à roseaux pour la cavité LR50/51 est une anhydrite. D'ailleurs, c'est à ce niveau que se situe le « goulet » d'étranglement de la géométrie globale en forme de sablier. A l'opposé, la base du « Grès à roseaux » au droit du sondage SG4 est constituée d'un niveau argileux et aucun « goulet » n'existe à ce niveau. Ainsi, l'étranglement en termes de diamètre de la cavité LR50/51 entre Marnes à anhydrite et Formation intermédiaire s'explique par la présence d'une plaque relativement raide: une fois cette plaque d'anhydrite recoupée en son centre par la cavité, les bordures de la plaque sont suffisamment raides pour supporter le poids des terrains de couverture.

Ainsi, la présence ou l'absence d'un banc raide, en particulier une anhydrite massive, à la base de la Formation intermédiaire, influence sensiblement la géométrie et les dimensions globales de la cavité dans les Marnes irisées moyennes. En effet, si, au niveau de la cavité LR50/51, aucun banc d'anhydrite n'avait été présent à la base de la Formation Intermédaire, il est fort probable que cette cavité aurait acquis une géométrie globale en forme de voûte (angle de foudroyage relativement constant de la base des Marnes à anhydrite jusqu'à la Dolomie de Beaumont). Suivant une telle configuration, la surface de contact entre cavité et Dolomie de Beaumont aurait été sensiblement plus petite que celle correspondant à la situation de 1997.

Enfin, il semble important de remarquer qu'en 1997, le toit de la cavité LR50/51 avait dépassé la base de la Dolomie de Beaumont. Cette observation, déjà présentée dans la partie 2.4, est confirmée en trois dimensions sur les Figures 19 et 20. L'effondrement des terrains de couverture ayant eu lieu en 2003, ceci implique que la Dolomie de Beaumont était fissurée pendant au moins six ans avant l'effondrement.

2.6. CALCUL DU COEFFICIENT DE FOISONNEMENT

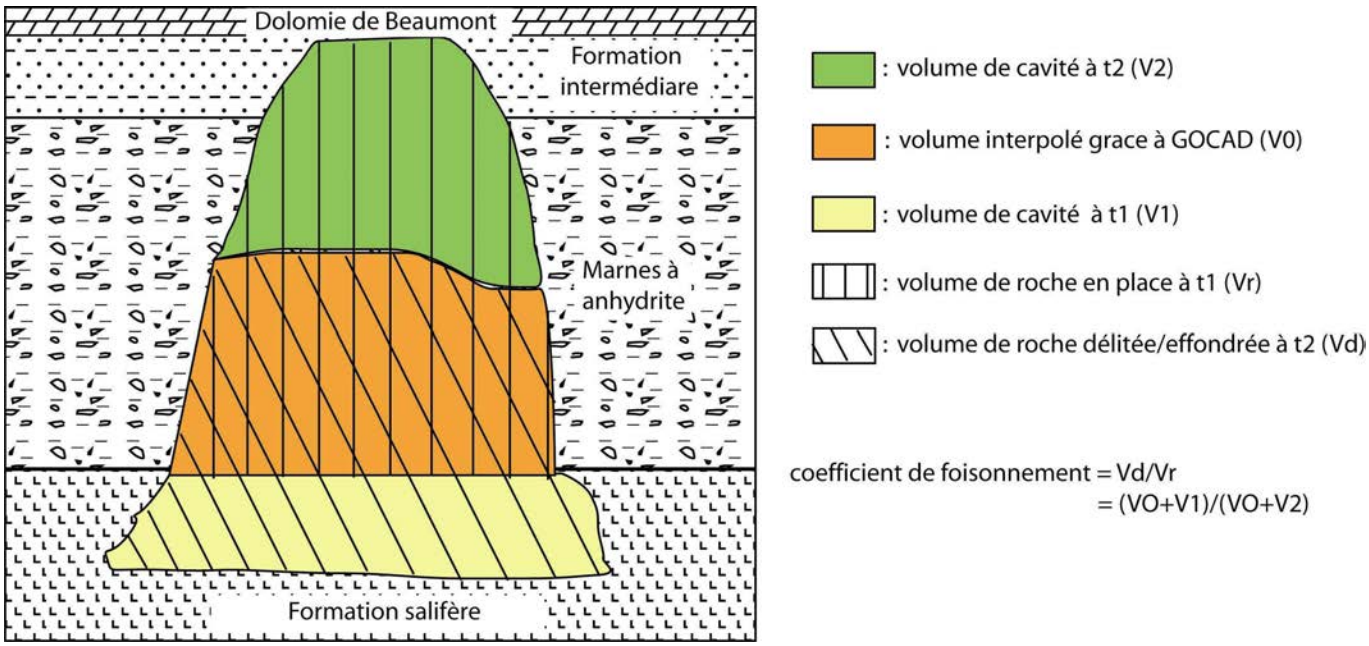


Figure 21: schéma représentant les différents volumes de cavités nécessaires au calcul du coefficient de foisonnement.

L'effondrement ou encore le délitage d'un massif rocheux entraîne la formation d'éboulis dont le volume est supérieur à celui du matériau en place. Pour rendre compte de cette augmentation volumique, on utilise le coefficient de foisonnement qui correspond au rapport volumique de la roche effondrée (ou encore délitée) sur la roche en place. La digitalisation de données sonar des cavités SG4/5 et LR50/51 dans le logiciel GOCAD® permet d'obtenir une estimation réaliste du coefficient de foisonnement.

Les données sonar relatives aux cavités SG4/5 et LR50/51 fournies par les sociétés CSME et RHODIA-NOVACARB correspondent au minimum à deux séries d'acquisition, définissant deux volumes distincts. Pour chaque cavité, la série de données sonar la plus ancienne date de la période à laquelle la cavité était restreinte aux niveaux salifères (t1 sur fig.21). La série la plus tardive correspond à la période (t2 sur fig. 21) pendant laquelle la cavité est limitée en son sommet par la Dolomie de Beaumont et à sa base par le toit des éboulis. Si la cavité est considérée comme un système fermé (pas de dissolution par l'eau provenant des sondages voisins ni de transport d'éboulis vers une autre cavité via un chenal de dissolution), l'interpolation volumique entre toit de la cavité à l'instant 1 et base de la cavité à l'instant 2 permet le calcul du coefficient de foisonnement. En effet, le volume de roche en place à la période 1 qui s'est effondré entre la période 1 et la période 2 est égal à la somme du volume de la cavité à la période 1 et du volume interpolé. Le volume d'éboulis correspondant est égal à la somme du volume de cavité à la période 1 et le volume interpolé (fig. 21).

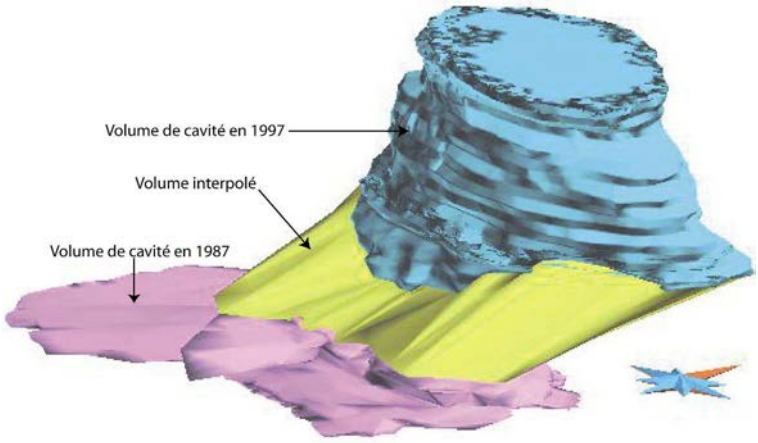


Figure 22: cavité LR50/51 en 1987 et 1997.

La remontée de la cavité LR50/51 au travers des Marnes à anhydrite peut être assimilée à une remontée verticale (fig. 22). Le volume interpolé entre celui de la cavité en 1987 et celui datant de 1997 possède une forme trapézoïdale et les angles de foudroyage correspondant ne représentent en rien ceux observables pour les volumes mesurés. Ainsi, il nous a paru trop hasardeux de calculer le coefficient de foisonnement des Marnes à anhydrite et de la formation intermédiaire pour la cavité LR50/51.

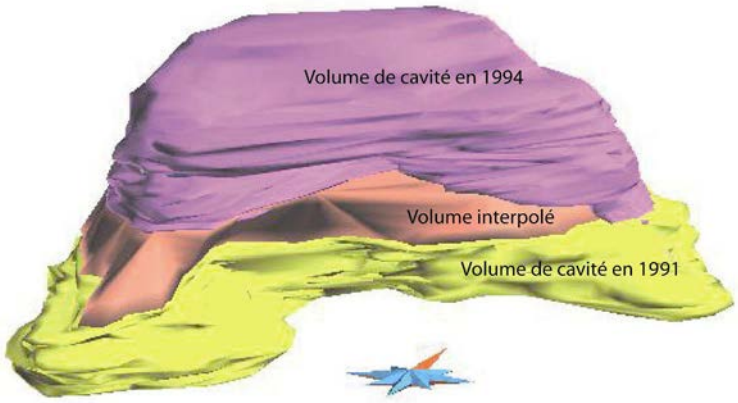


Figure 23: cavité SG4/5 en 1991 et 1994.

La remontée de la cavité SG4/5 est relativement verticale depuis les niveaux salifères jusqu'à la dolomie de Beaumont. Par conséquent, il est aisé de reconstruire un volume réaliste de cavité comblée par les éboulis en 1994 (volume interpolé sur fig. 22). Les valeurs de volume de cavités calculées avec GOCAD®, ainsi que le coefficient de foisonnement de l'ensemble « Marnes à anhydrite + Formation intermédiaire » sont présentés dans le Tableau 5.

Tableau 5: volumes de la cavité SG4/5 et coefficient de foisonnement des Marnes à anhydrite + Formation intermédiaire.

Volume en 1991 (m^3)	Volume en 1994(m^3)	Volume interpolé (m^3)	Coefficient de foisonnement
371798	262760	167049	**1.25**

Notons que la valeur du coefficient de foisonnement présentée dans le Tableau 5 est une estimation par défaut ; en effet, la cavité SG4/5 n'est pas un système fermé : il a pu se produire, lors de la remontée de la cavité, des transferts de masse d'éboulis depuis le fond de la cavité vers les chenaux de dissolution.

2.7. SYNTHESE ET DISCUSSION

Les travaux présentés dans ce chapitre rendent compte de l'influence de la lithologie sur la vitesse de remontée de cavités remplies de saumures au travers de Marnes à anhydrite et Marnes Irisées moyennes:

- certains bancs d'anhydrite massive ralentissent la remontée des cavités par rapport aux faciès argileux. D'autres niveaux d'anhydrite ne joueraient pas ce rôle. La présence d'une fissuration (préexistante ou non) significative de ces niveaux au travers desquels la cavité remonte aussi rapidement que dans les faciès argileux semble très probable,
- la comparaison de la géométrie des cavités LR50/51 et SG4/5 avec la lithostratigraphie atteste de l'influence de la lithologie du sommet des Marnes à anhydrite sur la géométrie de la cavité au niveau de la Formation intermédiaire ; suivant l'absence ou la présence d'un banc continu d'anhydrite à la base de la Formation intermédiaire, la cavité va prendre la forme d'une voûte ou d'un sablier. Ces deux géométries induisent des surfaces de contact entre cavité et Dolomie de Beaumont de dimensions sensiblement différentes.

La Dolomie de Beaumont a été recoupée par la cavité LR50/51 six ans avant l'effondrement en surface, attestant alors d'une fissuration préexistante ou induite au droit de la cavité. Le chapeau d'anhydrite joue alors un rôle mécanique. A l'inverse, les faciès argileux sont traversés très rapidement par les cavités remplies de saumures.

En 1995, le pompage de la saumure contenue dans la cavité SG4/5 a été effectué dans le but de supprimer la contre-pression exercée par le fluide (Buffet, 1998), la base de la dolomie devait alors subir des sollicitations supplémentaires. Pendant un an et demi, aucune réaction sur cet abaissement du niveau de saumure n'a été détectée. La rupture a été obtenue par dissolution des niveaux salifères à partir des puits voisins. Nous sommes cependant en droit de nous interroger sur le rôle de la saumure : outre l'effet stabilisant induit par la pression de fluide qu'elle impose aux parois de cavité, il peut exister un effet inverse par interactions chimiques avec l'encaissant, ce qui va être étudié dans le chapitre 4.

CHAPITRE 3. PETROFABRIQUE DES MARNES IRISEES INFERIEURES ET MOYENNES

3.1. INTRODUCTION

L'étude des interactions chimiques entre une roche et un fluide, en particulier les Marnes Irisées inférieures et saumures, doit être précédée de la caractérisation des produits de départ. De telles interactions mettent en jeu des minéraux ; par conséquent, la caractérisation des Marnes Irisées inférieures et moyennes doit être axée, dans le cadre de la problématique de la thèse, sur la pétrofabrique. On entend ici par pétrofabrique l'ensemble des paramètres suivants :

- minéralogie qualitative et quantitative,
- dimensions et distribution spatiale des différentes phases minérales,
- volume et distribution du réseau poreux connecté, qui joue le rôle de conduit préférentiel pour les fluides, notamment une saumure.

Ce chapitre traite de ces différents paramètres.

3.2. CARACTERISATION MINERALOGIQUE

3.2.1. Matériel et méthode

3.2.1.1. Echantillonnage et préparation des roches

De par leur caractère majoritairement évaporitique, les lithologies décrites dans la première partie de ce chapitre présentent une forte altérabilité à l'eau et notamment aux eaux météoriques. Tous les échantillons analysés dans cette thèse proviennent donc de sondages.

Les sondages fournis par la CSME, SOLVAY, NOVACARB et GEODERIS, sont localisés sur la Figure 24.

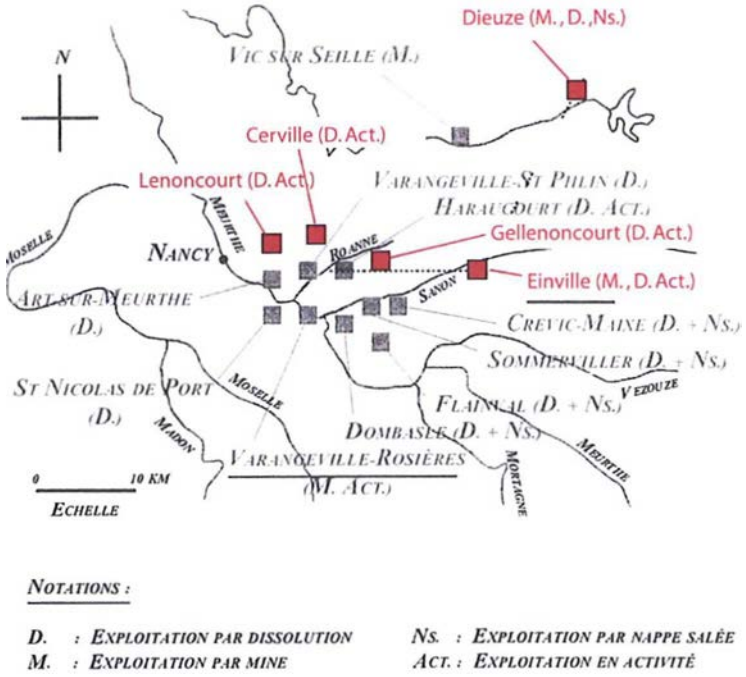


Figure 24: localisation des sondages analysés lors de la thèse (en rouge).

Comme précisé dans le chapitre précédent, les argilites des Marnes Irisées inférieures possèdent des hétérogénéités macroscopiques dues à l'organisation des sulfates : nodules centimétriques d'anhydrite, veinules d'anhydrite…. Afin que l'échantillon soit minéralogiquement représentatif, au moins 200 g de roches ont été prélevés par échantillon. Une telle masse permet en effet de prélever une proportion de nodules ou de veinules visiblement équivalente à celle de la carotte d'origine.

Chaque échantillon a été séché à l'étuve conformément à la norme NF P 94-410-1, puis broyé finement. Les premières analyses diffractométriques sur argilites ont montré une très faible résolution aux petits angles, domaine de diffraction des argiles. C'est pourquoi les phyllosilicates ont été purifiés par dissolution des sulfates, sulfures et carbonates : 5 g de poudre sèche ont été introduit dans une membrane de dialyse (14000 dalton) remplie d'eau déminéralisée. La membrane fermée est ensuite placée dans un bac rempli également d'eau déminéralisée : les minéraux solubles se dissolvent alors. Une agitation journalière des membranes a permis d'accélérer le phénomène. L'avancement de la dissolution est suivi par la mesure régulière de la conductivité électrique. Lorsque cette valeur n'évolue que très peu dans le temps, l'eau est renouvelée. Cette procédure est répétée jusqu'à ce que, 48h après le renouvellement, la conductivité électrique de la solution au contact des membranes de dialyse ne dépasse pas celle de l'eau déminéralisée. Le produit final est alors une pâte constituée des minéraux insolubles de l'échantillon.

3.2.1.2. Identification des minéraux

La qualification minéralogique a été réalisée par diffractométrie RX. Cette méthode est basée sur la loi de Wulff-Bragg qui relie des caractéristiques du faisceau de rayons X incident, en particulier sa longueur d'onde et son angle d'incidence sur l'échantillon, avec les caractéristiques géométriques du minéral analysé (distance inter-réticulaire) :

$$2d\sin\theta = n.\lambda$$

Avec :

- d distance inter-réticulaire (distance entre 2 plans cristallographiques),
- Θ demi-angle de déviation (l'angle entre le plan de l'échantillon et la source RX),
- n ordre de réflexion,
- λ longueur d'onde des rayons X.

L'analyse diffractométrique fournit les résultats sous forme d'un diffractogramme, projection de l'intensité du faisceau diffracté en fonction de 2Θ, c'est-à-dire 2 fois l'angle d'incidence du faisceau de rayon X. La comparaison des diffractogrammes de roche totale et d'argiles purifiées avec des bases de données répertoriant les diffractogrammes de chaque espèce minérale permet d'identifier l'assemblage minéralogique constitutif de l'échantillon. L'analyse des argiles a nécessité la réalisation de trois préparations par échantillon, chacune correspondant à une pâte orientée sur lame de verre :

- une première préparation analysée dans les conditions d'hygrométrie et de température ambiante,
- une deuxième saturée à l'éthylène glycol en phase vapeur. Ce traitement permet de distinguer les argiles gonflantes (ex : smectites) des non-gonflantes (ex : illite),
- une dernière chauffée 4h à 550°C ; ce traitement engendre l' « effondrement des smectites ».

Les 3 diffractogrammes ainsi obtenus ont été interprétés en termes de distances basales (d002) et comparés aux résultats de diffractions RX des travaux antérieurs (Holtzapfell, 1985).

Les poudres et pâtes d'argiles ont été analysées à l'aide d'un diffractomètre Bruker de type D8 (émissions K-alpha du Cobalt, λ=1.7905 nm). L'identification minéralogique des minéraux non argileux a été menée à bien grâce au logiciel EVA (suite logiciel DIFFRAC-plus de la société Socadim).

3.2.1.3. Minéralogie quantitative

La quantification minéralogique sur roche totale est classiquement obtenue par dosage des éléments traduit en pourcentages d'oxydes. Connaissant les divers minéraux, un système d'équations reliant le pourcentage d'oxydes à la teneur de cet élément dans chaque minéral permet d'obtenir la teneur de ces derniers. Cette méthode est donc adaptée à des associations minéralogiques pour lesquelles la composition chimique des cristaux est parfaitement connue. Les premières analyses qualitatives effectuées sur les Marnes Irisées inférieures mettent en évidence la présence de minéraux sulfatés et

carbonatés qui répondent à ces critères. Mais d'autres minéraux, en particulier certaines argiles, ont des compositions relativement variables ; cette composition, notamment celles des interstratifiés irréguliers argileux ne peut être, par définition, connue.

Ce problème peut être résolu en décomposant la formule d'un interstratifié A et B de proportions respectives xA et xB en une somme d'argiles A et d'argiles B. Il n'en reste pas moins que le nombre de substitutions isomorphiques au sein des smectites et la méconnaissance des cations interfoliaires impliquent une grande variabilité de formules chimiques pour ce groupe de phyllosillicates monocliniques. Cette variabilité vaut également pour les chlorites. De plus, l'association systématique de quartz et d'argiles, et l'association ponctuelle de dolomite et de calcite (voire dolomite et magnésite) dans nos échantillons ne permettent pas, en termes de proportions, de déterminer l'origine minérale du silicium et du calcium dosés (voire du magnésium). Ainsi, un système d'équation reliant les pourcentages d'oxydes issus de dosage et les proportions minéralogique d'un échantillon est, dans notre système, sous dimensionnée et de ce fait, la méthode utilisée par Rashid (1995), n'a pas été retenue.

La quantification des minéraux des Marnes Irisées doit donc être effectuée par une méthode qui s'affranchit de la teneur en espèce chimique. Une telle procédure est réalisable par la simulation des diffractogrammes (méthode de Rietveld). Dans ce but le logiciel RockJok5 (Eberl, 2003) a été testé. Ce logiciel simule un diffractogramme relatif aux émissions K-alpha du cuivre grâce une base de données régulièrement enrichie et l'algorithme SOLVER. Une macro-commande permet de convertir des diffractogrammes issus de divers types de rayonnement en un autre relatif à une émission de rayons à partir de la radiation K-alpha du cuivre.

L'identification des minéraux argileux requiert trois préparations (identification minéralogique) fournissant chacune un diffractogramme. Or, le logiciel ROCKJOCK 5 ne tient pas compte de ces traitements pour l'identification des pics nécessaire à la quantification. De plus, ce logiciel ne comporte pas de diffractogrammes de références pour les interstratifiés. Pour ces raisons, j'ai décidé d'utiliser ROCKJOCK uniquement pour la quantification des minéraux non argileux des Marnes Irisées inférieures. Les Marnes irisées Moyennes ne comportant pas de minéraux argileux gonflants, ROCKJOCK a été employé pour quantifier la totalité des minéraux de ce membre.

Afin de tester l'efficacité de ROCKJOCK, un échantillon artificiel constitué des mêmes minéraux que ceux identifiés dans les Marnes Irisées ont été préparés à l'aide d'une balance de précision à 0,00001 g près. L'échantillon a ensuite été analysé au diffractomètre puis simulé par RockJok5. Les proportions des minéraux sont comparées aux teneurs simulées par le logiciel dans le Tableau 6.

Tableau 6 : comparaison entre compositions vraies et simulées par RockJok5 d'un échantillon artificiel.

	Anhydrite (% massique)	**Quartz (% massique)**	**Halite (% massique)**	**Calcite (% massique)**
Composition vraie (pesée)	59.5	10.1	9.8	20.5
Composition simulée	59.4	8.5	7.9	24.2
Erreur absolue	0.1	1.6	1.9	3.7

Compte tenu des valeurs d'erreur jugées faibles (Tab. 6), la simulation des diffractogrammes par RockJok a été retenue comme méthode de quantification des minéraux non argileux.

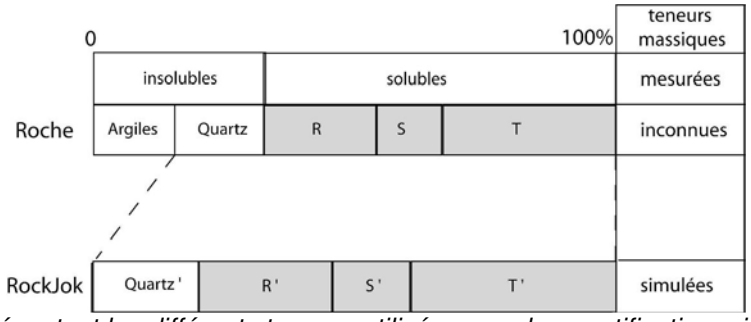


Figure 25: schéma représentant les différents teneurs utilisées pour la quantification minéralogique des Marnes irisées inférieures.

Pour les Marnes irisées inférieures, ROCKJOCK n'a été utilisé que pour quantifier les minéraux non argileux. La composition minéralogique totale nécessite donc l'obtention de la teneur en argiles totale (fig. 25). Cette valeur a été déterminée en couplant les résultats issus de ROCKJOCK à ceux relatifs à la pesée de la fraction insoluble à l'eau: une aliquote de la fraction d'insoluble en suspension issue de la dissolution en membrane de dialyse des 5g de poudre de roche a été prélevée, pesée puis séchée 24h à 100°C. Les insolubles contiennent d'une part, la fraction argileuse, et d'autre part, des minéraux quantifiés grâce au logiciel Rockjok5. Pour les Marnes irisées inférieures, les premières analyses et les résultats des travaux antérieurs attestent d'un seul et unique minéral insoluble non argileux : le quartz. Cette particularité m'a permis d'obtenir un système d'équation fermé ; en d'autres termes, le nombre d'équations est égal au nombre d'inconnues. Ces équations sont les suivantes:

Soit « RJi » la teneur du minéral i soluble obtenue par simulation Rockjok5 (R', S' et T' sur fig.25)
Soit « Soli » la teneur du minéral i soluble au sein de la fraction soluble (ex : R/(R+S+T) sur fig.25)
Soit « QRJ », la teneur en quartz fournit par Rockjok, c'est-à-dire la teneur du quartz dans la fraction non argileuse (Quartz' sur fig. 25),
Soit « i » la teneur du minéral i soluble dans l'échantillon (R, S et T sur fig. 25),
Soit « Sol » la teneur en minéraux solubles de l'échantillon.

Soli est obtenu en normalisant %RJi par la somme des teneurs simulées des minéraux solubles :

$$Soli = 100 * RJi / (\Sigma\ RJi)$$

La teneur d'un minéral i s'obtient comme suit :

$$i = Sol * Soli$$

Le rapport entre la teneur du quartz dans la fraction non argileuse et la somme des teneurs en minéraux solubles obtenues dans la fraction non argileuse est égal au rapport entre la teneur du quartz et la somme des minéraux solubles:

$$QRJ /(\Sigma\ \%\ RJi) = Q/ (\Sigma.\ I)$$

Ainsi : $Q= (\Sigma.\ I)*QRJ / (\Sigma\ \%\ RJi)$

La teneur en argile de l'échantillon est alors obtenue par différence entre la teneur en insolubles et Q.

3.2.1. Les Marnes Irisées Moyennes

3.2.1.1. Echantillonnage

Les échantillons de dolomie Dol_A et Dol_D proviennent du sondage C1O (Lenoncourt) et correspondent aux profondeurs respectives de 109.4 et 109.65m. Les échantillons 1A, 1B et 3A d'argilites silteuses proviennent, quant à elles, du sondage CB-3129 et correspondent respectivement aux profondeurs de 137.0, 136.9 et 136.7 m.

3.2.1.2. Résultats

La Dolomie de Beaumont

L'identification minéralogique a confirmé la présence de dolomite et révèle la présence de quartz ainsi que de gypse dans l'échantillon Dol_A. Dans l'échantillon Dol_D, une faible proportion de phyllosilicates à 14 Å a été décelée (fig.26). Les résultats des analyses quantitatives sont présentés dans le Tableau 7.

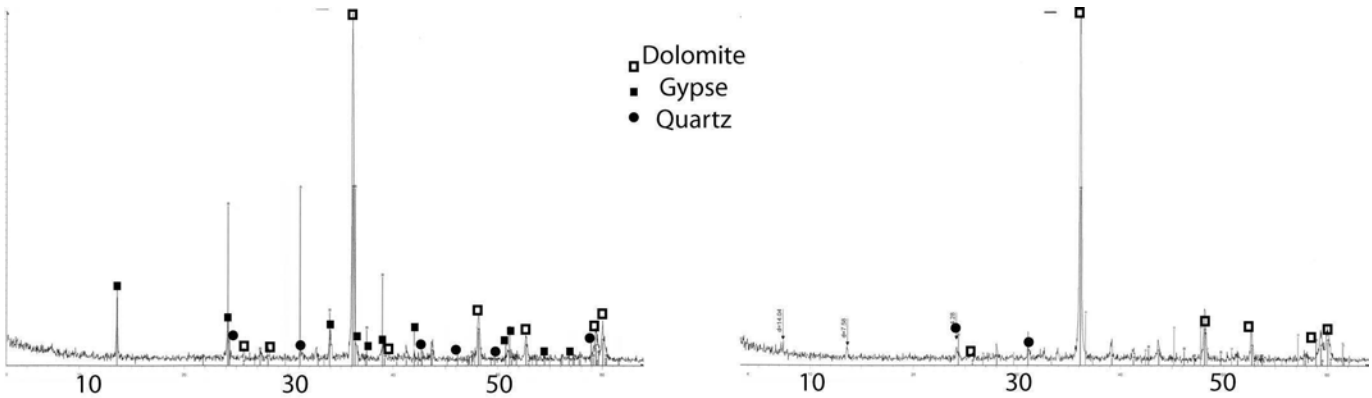


Figure 26: diffractogrammes des échantillons Dol_A (gauche) et Dol_D et identification minéralogique à l'aide du logiciel EVA (abscisse : 2theta en degré ; ordonnée : unité arbitraire).

Tableau 7: teneurs massiques des échantillons de dolomie et obtenues par simulation ROCKJOCK.

Echantillons	Teneurs massiques (%)			
	Dolomite	Quartz	Gypse	phyllosilicates
Dol_A	85.5	1.6	11.9	0.9
Dol_D	97.7	2.3		

Les valeurs des teneurs en dolomite et quartz présentées dans le Tableau 7 sont comprises dans la gamme de celles obtenues par Homand (2003) sur les échantillons de Dolomie de Beaumont du sondage CB 3129. La nature du sulfate de calcium accessoire diffère cependant : du gypse est localement présent au niveau du sondage C10 tandis que les trois échantillons de dolomie de sondage CB3129 ne contiennent que quelques pourcents d'anhydrite (Homand, 2003).

L'argilite silteuse de la Formation intermédiaire argilo-gréseuse

Qualitativement, les échantillons sont semblables en termes de minéralogie : l'assemblage est constitué de quartz, de muscovite, d'illite et de chlorite (fig. 27 et 28). Ce résultat est en accord avec ceux des travaux antérieurs (Palain, 1966). Quantitativement, les amplitudes de chaque pic se superposent d'un échantillon à l'autre, traduisant une certaine homogénéité des teneurs minéralogiques. Cette homogénéité, notamment au niveau des teneurs en argiles, est confirmée par les résultats de simulation ROCKJOCK présentés dans le Tableau 8.

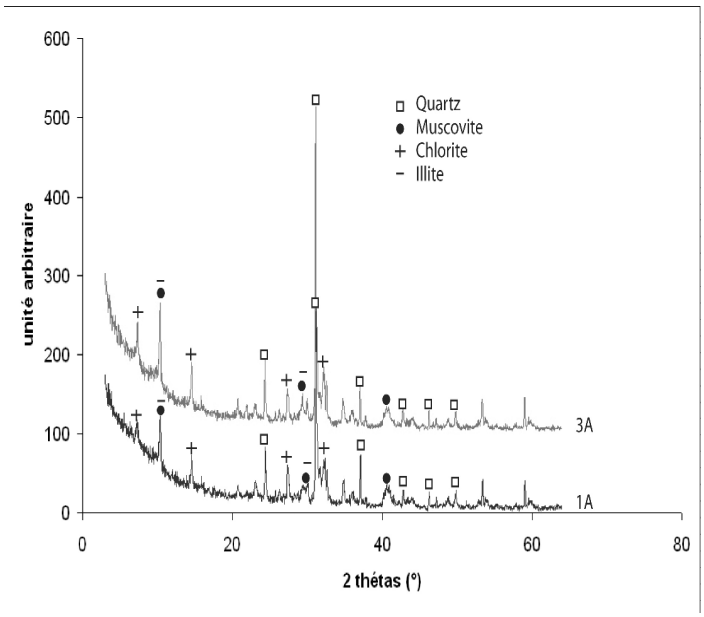


Figure 27: diffractogrammes des échantillons 1A et 3A et identification minéralogique à l'aide du logiciel EVA.

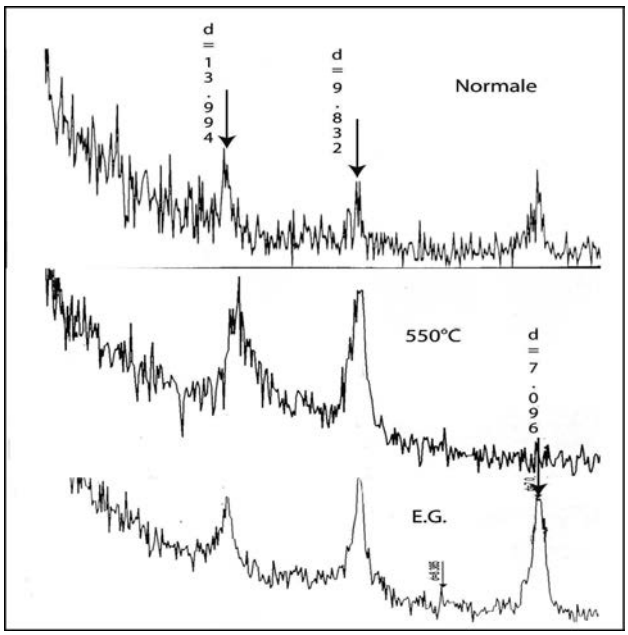


Figure 28: diffractogrammes de la fraction argileuse de l'échantillon 1A.

Tableau 8 : teneurs massiques des minéraux constitutifs des échantillons d'argilite silteuse (simulation ROCKJOCK)

Echantillons	Teneurs massiques (%)			
	Quartz	Muscovite	Illite	Chlorite
1A	2.6	18.7	39.6	39.1
1B	10.2	13.6	39.9	36.6
3A	7.7	20.3	34.3	37.7

3.2.2. Les Marnes Irisées inférieures

3.2.2.1. Synthèse des travaux antérieurs

Les travaux recensés portant sur la minéralogie des Marnes Irisées inférieures se résument à la thèse de Rashid (1995). Celui-ci a effectué des analyses qualitatives et quantitatives sur des échantillons provenant du sondage CB1 situé dans la concession SOLVAY de Cerville-Buissoncourt (plateau de Haraucourt). La méthode de diffraction des rayons X a été employée afin d'identifier les assemblages minéralogiques et d'obtenir des résultats semi-quantitatifs. Des dosages sur roche totale traduits en pourcentage d'oxydes ont permis de dresser les proportions minéralogiques dans le système anhydrite-magnésite-dolomite et le diagramme ternaire Al_20_3-K_2O-MgO de la phase argileuse. Rashid identifie ainsi une association à anhydrite et carbonates représentés par la dolomite et/ou la magnésite. La calcite serait absente de la formation. Le quartz et des feldspaths constituent des minéraux accessoires. La phase argileuse est représentée par des interstratifiés chlorite/smectite, de la chlorite, de l'illite ainsi que de la smectite seule. Les proportions relatives entre argiles et anhydrite peuvent varier de 0 à 100%. Dans plus de 62% des échantillons, la phase sulfatée domine la phase carbonatée qui n'excède pas 15% en moyenne, justifiant ainsi le terme argilite et non celui de marnes pour les faciès argileux. En termes de minéralogie, les trois sous-ensembles de lithologies décrites par Rashid (1995) au niveau du sondage CB1 sont caractérisés de la manière suivante :

- une partie inférieure est représentée par des argilites riches en sulfates (>40%) et relativement pauvres en carbonates (environ 10%) qui sont exclusivement représentés par la magnésite; l'association argileuse est constituée de corrensite (interstratifiés régulier chlorite-smectite), d'illite et de chlorite,
- la partie moyenne présente des argilites bariolées à teneur en anhydrite très variable ; « beaucoup en sont d'ailleurs dépourvues ». La magnésite peut atteindre des valeurs supérieures à 30%. La dolomite est toujours minoritaire. Illite, chlorite, smectite et interstratifiés irréguliers chlorite-smectite constituent la phase argileuse dans des proportions variables,
- la partie supérieure possède des teneurs en sulfates très contrastées. En remontant la série, la dolomite prend progressivement de l'importance par rapport à la magnésite qui disparaît progressivement dans les 9 derniers mètres. L'association argileuse est identique à celle de la partie moyenne.

3.2.2.2. Présentation des résultats

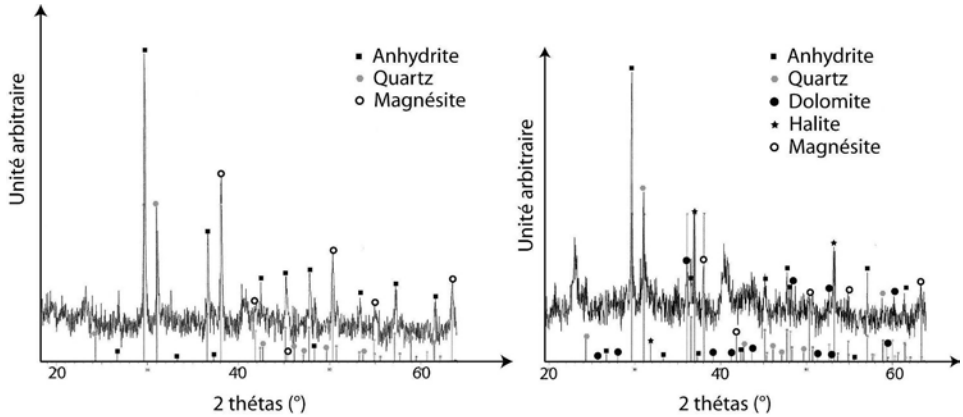


Figure 29: exemples de diffractogrammes sur roche totale et identification des non-argileux par l'intermédiaire du logiciel EVA.

Seules les Marnes à anhydrite et les intercalaires de l'Ensemble halitique sont étudiés ici. Les résultats des analyses sont reportés dans les Tableaux 9, 10 et 11 ainsi que sur la Figure 30 selon leur profondeur et sondage respectifs.

Tableau 9: concentrations massiques issues des simulations Rockjok et teneurs en insolubles

		teneurs simulées (% massique)							% insolubles
Sondages	**Profondeurs**	**Anhydrite**	**Gypse**	**Halite**	**Quartz**	**Magnésite**	**Dolomite**	**Calcite**	
SG57	S1A	75,7	0,0	4,5	11,9	0,0	7,9	0,0	39,9
	S2A	59,0	0,0	11,8	9,0	0,0	20,2	0,0	49,2
	S2B	34,8	0,0	27,6	18,5	0,0	19,2	0,0	48,0
	S5A	64,9	0,0	11,2	19,5	30,0	4,4	0,0	44,3
	S6A	82,0	0,0	3,0	8,0	0,0	7,0	0,0	29,0
CB3129	142,5	0,0	0,0	100,0	0,0	0,0	0,0	0,0	89,1
	145	0,0	0,0	0,0	10,5	0,0	89,5	0,0	49,2
	151	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	100,0	0,0	63,3
	153,4	28,0	0,0	0,0	0,0	30,0	43,0	0,0	52,0
	159,3	74,2	0,0	4,8	0,0	21,0	0,0	0,0	32,7
	162,6	92,3	0,0	0,3	1,9	5,6	0,0	0,0	16,4
	165,8	89,9	0,0	0,0	10,1	0,0	0,0	0,0	41,3
	166	51,6	0,0	8,3	5,4	34,7	0,0	0,0	45,9
	168	45,0	0,0	12,1	3,9	49,1	0,0	0,0	54,0
	172,5	4,1	0,0	10,1	40,3	45,6	0,0	0,0	56,0
	174,4	29,2	0,0	15,5	0,0	55,3	0,0	0,0	35,6
Einville	3	33,6	0,0	6,5	22,2	37,7	0,0	0,0	40,3
	4	38,0	0,0	5,0	25,0	32,0	0,0	0,0	26,2
SG79	198,15(6)	63,5	0,0	0,0	6,3	30,2	0,0	0,0	57,1
	200(5)	81,1	0,0	0,0	11,3	7,6	0,0	0,0	45,6
	200,9(4)	87,6	0,0	0,0	5,5	6,9	0,0	0,0	40,9
	201,3(3)	72,9	0,0	0,0	19,2	7,9	0,0	0,0	52,1
	202,1 (2)	17,0	0,0	1,8	3,2	78,1	0,0	0,0	82,3
SC-1	30,55	0,0	0,0	0,0	59,0	0,0	41,0	0,0	66,7
	36,6	0,0	0,0	0,0	5,0	0,0	0,0	95,0	33,7
	46,65	0,0	100,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	62,6
	75	94,0	0,0	0,0	6,0	0,0	0,0	0,0	20,5
	88,5	11,1	0,0	18,7	32,2	38,0	0,0	0,0	54,9
	96,15	88,4	0,0	0,0	4,6	7,0	0,0	0,0	16,3
	120,9	68,0	0,0	0,0	19,2	12,0	0,0	0,0	26,4
	128,7	11,0	0,0	22,0	67,0	0,0	0,0	0,0	69,9

Tableau 10:pourcentages massiques des minéraux solubles dans la fraction soluble, teneur du quartz

		Normalisation solubles (% massique)							%solubles
Sondages	**Profondeurs**	**Anhydrite**	**Gypse**	**Halite**	**QRJ /Σ % RJi**	**Magnésite**	**Dolomite**	**Calcite**	
SG57	S1A	85,9	0,0	5,1	13,5	0,0	9,0	0,0	60,1
	S2A	64,8	0,0	13,0	9,9	0,0	22,2	0,0	50,8
	S2B	42,6	0,0	33,8	22,7	0,0	23,5	0,0	52,0
	S5A	58,7	0,0	10,1	17,6	27,1	4,0	0,0	55,7
	S6A	89,1	0,0	3,3	8,7	0,0	7,6	0,0	71,0
CB3129	142,5	0,0	0,0	100,0	0,0	0,0	0,0	0,0	10,9
	145	0,0	0,0	0,0	11,7	0,0	100,0	0,0	50,8
	151	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	100,0	0,0	36,7
	153,4	27,7	0,0	0,0	0,0	29,7	42,6	0,0	48,0
	159,3	74,2	0,0	4,8	0,0	21,0	0,0	0,0	67,4
	162,6	94,0	0,0	0,3	1,9	5,7	0,0	0,0	83,6
	165,8	100,0	0,0	0,0	11,2	0,0	0,0	0,0	58,8
	166	54,6	0,0	8,8	5,7	36,7	0,0	0,0	54,1
	168	42,4	0,0	11,4	3,7	46,3	0,0	0,0	46,0
	172,5	6,9	0,0	16,9	67,4	76,3	0,0	0,0	44,0
	174,4	29,2	0,0	15,5	0,0	55,3	0,0	0,0	64,4
Einville	3	43,2	0,0	8,4	28,5	48,5	0,0	0,0	59,7
	4	50,7	0,0	6,7	33,3	42,7	0,0	0,0	73,8
SG79	198,15(6)	67,8	0,0	0,0	6,7	32,2	0,0	0,0	42,9
	200(5)	91,4	0,0	0,0	12,7	8,6	0,0	0,0	54,4
	200,9(4)	92,7	0,0	0,0	5,8	7,3	0,0	0,0	59,1
	201,3(3)	90,2	0,0	0,0	23,8	9,8	0,0	0,0	47,9
	202,1 (2)	17,5	0,0	1,9	3,3	80,6	0,0	0,0	17,7
SC-1	30,55	0,0	0,0	0,0	143,9	0,0	100,0	0,0	33,3
	36,6	0,0	0,0	0,0	5,3	0,0	0,0	100,0	66,3
	46,65	0,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	37,4
	75	100,0	0,0	0,0	6,4	0,0	0,0	0,0	79,5
	88,5	16,4	0,0	27,6	47,5	56,0	0,0	0,0	45,1
	96,15	92,7	0,0	0,0	4,8	7,3	0,0	0,0	83,7
	120,9	85,0	0,0	0,0	24,0	15,0	0,0	0,0	73,6
	128,7	33,3	0,0	66,7	203,0	0,0	0,0	0,0	30,1

Tableau 11: composition minéralogique (pourcentages massiques) des échantillons de Marnes Irisées inférieures.

Sondages	Profondeurs	Anhydrite	Gypse	Halite	Quartz	Magnésite	Dolomite	Calcite	Argiles
SG57	S1A	51,6	0,0	3,1	8,1	0,0	5,4	0,0	31,8
	S2A	32,9	0,0	6,6	5,0	0,0	11,3	0,0	44,2
	S2B	22,2	0,0	17,6	11,8	0,0	12,2	0,0	36,2
	S5A	32,7	0,0	5,6	9,8	15,1	2,2	0,0	34,5
	S6A	63,3	0,0	2,3	6,2	0,0	5,4	0,0	22,8
CB3129	142,5	0,0	0,0	10,9	0,0	0,0	0,0	0,0	89,1
	145	0,0	0,0	0,0	6,0	0,0	50,8	0,0	43,2
	151	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	36,7	0,0	63,3
	153,4	13,3	0,0	0,0	0,0	14,3	20,5	0,0	52,0
	159,3	50,0	0,0	3,2	0,0	14,1	0,0	0,0	32,7
	162,6	78,6	0,0	0,2	1,6	4,8	0,0	0,0	14,8
	165,8	58,8	0,0	0,0	6,6	0,0	0,0	0,0	34,6
	166	29,5	0,0	4,7	3,1	19,8	0,0	0,0	42,8
	168	19,5	0,0	5,2	1,7	21,3	0,0	0,0	52,3
	172,5	3,0	0,0	7,4	29,7	33,6	0,0	0,0	26,3
	174,4	18,8	0,0	10,0	0,0	35,6	0,0	0,0	35,6
Einville	3	25,8	0,0	5,0	17,0	28,9	0,0	0,0	23,2
	4	37,4	0,0	4,9	24,6	31,5	0,0	0,0	1,5
SG79	198,15(6)	29,1	0,0	0,0	2,9	13,8	0,0	0,0	54,2
	200(5)	49,7	0,0	0,0	6,9	4,7	0,0	0,0	38,7
	200,9(4)	54,8	0,0	0,0	3,4	4,3	0,0	0,0	37,4
	201,3(3)	43,2	0,0	0,0	11,4	4,7	0,0	0,0	40,7
	202,1 (2)	3,1	0,0	0,3	0,6	14,3	0,0	0,0	81,7
SC-1	30,55	0,0	0,0	0,0	48,0	0,0	33,3	0,0	18,7
	36,6	0,0	0,0	0,0	3,5	0,0	0,0	66,3	30,2
	46,65	0,0	37,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	62,6
	75	79,5	0,0	0,0	5,1	0,0	0,0	0,0	15,4
	88,5	7,4	0,0	12,4	21,4	25,3	0,0	0,0	33,5
	96,15	77,6	0,0	0,0	4,0	6,1	0,0	0,0	12,2
	120,9	62,6	0,0	0,0	17,7	11,0	0,0	0,0	8,7
	128,7	10,0	0,0	20,1	61,2	0,0	0,0	0,0	8,7

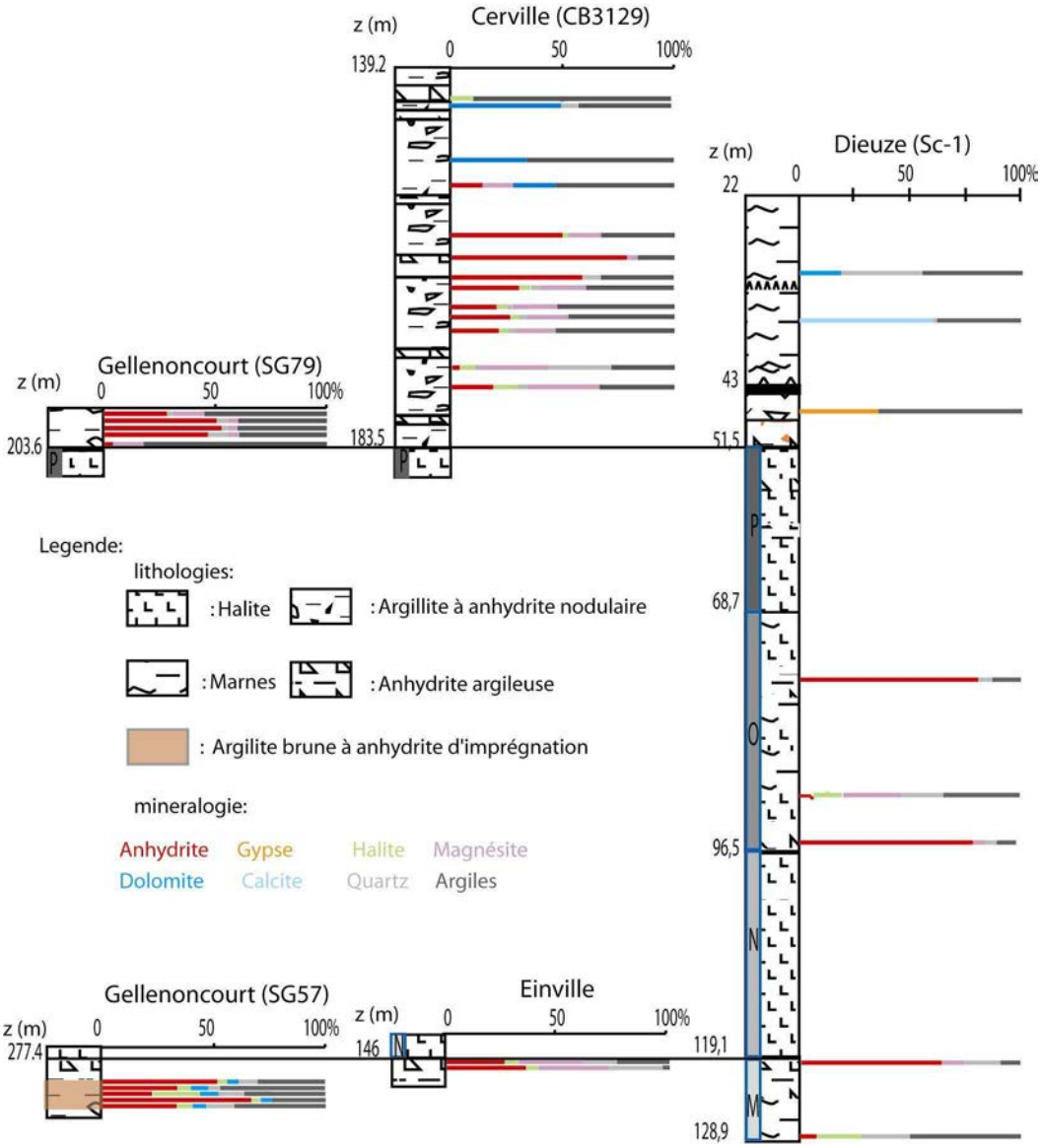


Figure 30: minéralogie des Marnes Irisées Inférieures issues des sondages CB3129, SG 79, SG57, Einville (Mine), et GEODERIS- SC1.

Tous les échantillons analysés sont donc constitués d'un assemblage de type sulfate de calcium, carbonate, argiles ; halite et quartz étant des minéraux accessoires. L'anhydrite est le sulfate de calcium prédominant sur le gypse qui n'est représenté qu'au niveau des Marnes à anhydrite de Dieuze. Dans ce secteur, la présence d'une nappe salée au toit de l'unité P (Monthel, 2002), le caractère affleurant des Marnes à anhydrite ainsi que l'organisation macroscopique du gypse sous forme de veinules indiquent nettement une origine récente pour ce sulfate de calcium di-hydraté : une dissolution puis recristallisation de l'anhydrite par des eaux météoriques semble en être la cause. Néanmoins une origine partiellement évaporitique au Keuper n'est pas à exclure. Les carbonates sont représentés par la calcite, la dolomite et la magnésite. La calcite est exclusivement localisée au niveau du sondage de Dieuze sans être associée à des sulfates : les lithologies correspondantes sont des marnes sensu stricto. La dolomite se rencontre dans le tiers supérieur des Marnes à anhydrite, conformément aux résultats de Rashid (1995). Concernant les échantillons du plateau de Haraucourt (CB3129, SG79, SG57) ce carbonate mixte de calcium et de magnésium disparaît à partir du tiers moyen des Marnes à anhydrite, pour laisser place à la magnésite, seul carbonate identifié du tiers basal des Marnes à anhydrite jusqu'à la base du l'unité N au sein des intercalaires argileux de l'ensemble halitique de l'unité P à l'unité O. Au niveau du sondage SG57 recoupant les premiers mètres sommitaux de l'unité M, des argilites rouges à brunes à anhydrite diffuse voire nodulaire sont notamment composées de dolomite.

Pour la phase argileuse, l'ensemble des échantillons comprend une association à interstratifiés irréguliers chlorite-smectite, Illite et chlorite, la smectite étant une phase accessoire (.fig 32). Au niveau de la partie basale des Marnes à Anhydrite, Rashid identifie, au niveau du sondage CB-1, la corrensite (interstratifiés réguliers chlorite-smectite) comme seul interstratifié. Concernant le sondage SG79 qui recoupe le toit de l'unité P et les premiers mètres basaux des Marnes à anhydrites, les faciès argilo-

anhydritiques correspondent à ceux décrits par Rashid au niveau de CB-1. Cependant, le caractère nettement évasé des pics de diffraction (pour les distances interatomiques de 14 Å et plus) des échantillons de SG79 et plus ainsi que les tests à l'ethylène-glycol et à 550°C attestent de la présen ce d'interstratifiés irréguliers de type chlorite-smectite. Un diachronisme du toit du sel entre CB-1 et SG 79 peut expliquer la contradiction qui existe entre ces résultats et ceux de Rashid.

MINERAL d(002) in Å	10	11	12	13	14	15	16	17
(I-C)			N EG 500					
(I-C_g)			N 500		EG			
(I-V)	500		N EG					
(I-M)	500			—N—			EG	
(C-V)			500		N EG			
(C-M)			500		—N—		EG	
(C-C_g)					N 500		—EG—	
(V-M)	500			—N—			EG	
(V-C_g)			500		N		EG	
(C_g-M)			500		N			EG

Position in Å and behaviours of the (002) reflection in some of the main types of regularly interstratified minerals after glycolation and heating to 500°C.

Figure 31: effets des différents traitements sur des minéraux interstratifiés à 2 composants (Holtzapfell, 1985).

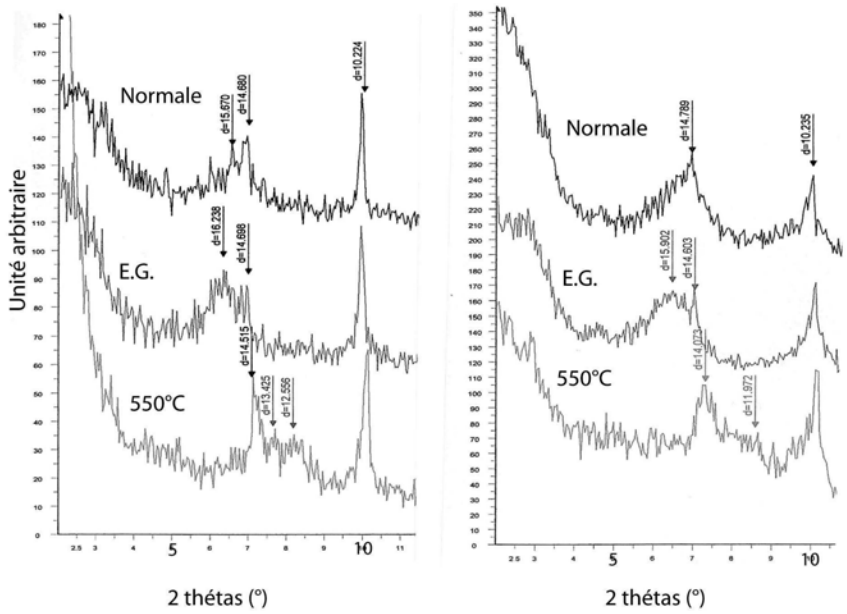


Figure 32: exemples de diffractogrammes de la phase argileuse des Marnes Irisées Inférieures ; normale : lame normale ; E.G. : saturée en éthylène-glycol, 550°C : chauffée à 550°C).

3.2.2.3. Synthèse

Les travaux de caractérisations minéralogiques présentés ici sont globalement en accord avec ceux de Rashid. Lorsqu' aucune trace d'altération récente n'a été décelée, le seul sulfate de calcium présent dans les Marnes à anhydrite est bien l'anhydrite. Les teneurs en argiles et en sulfate de calcium sont comprises dans une gamme allant de 0 à 100%. La magnésite est le seul carbonate identifié entre le tiers moyen des Marnes à anhydrite et la base de l'unité N de l'ensemble halitique. La calcite est exclusivement localisée au niveau du tiers supérieur des Marnes à anhydrite, en association ou non avec de la dolomite. Cette dernière est également représentée au somment de l'unité M. D'un point de vue quantitatif, l'anhydrite domine nettement les carbonates dans les faciès argileux ; néanmoins la teneur en magnésite peut atteindre ponctuellement plus de 30%. Les Marnes à anhydrite sont donc constituées de deux grands pôles lithologiques : des argilites à anhydrite, des anhydrites.

3.3. ETUDE DE LA PETROFABRIQUE

La pétrofabrique est définie ici comme l'ensemble des propriétés microscopiques d'une roche, à savoir, l'habitus minéralogique, l'agencement des minéraux (texture) et les caractéristiques du volume poreux (géométrie, localisation, volume). L'étude de tels paramètres constitue une première étape dans la compréhension des interactions chimiques roches/saumures, leur évolution en saumure étant traitée dans le quatrième chapitre.

L'étude de la distribution des minéraux à l'échelle microscopique ainsi que les dimensions de ces derniers a été réalisée par des analyses en microscopie optique et électronique. Les propriétés du réseau poreux ont été étudiées par porosimétrie au mercure.

3.3.1. Analyses microscopiques

3.3.1.1. Méthodologie

Deux types d'analyses ont permis d'étudier la microtexture des échantillons :

- des analyses « rapides » au microscope électronique à balayage sur esquilles préalablement séchées à 40°C pendant au moins 48 heures,
- des analyses dites fines en microscopie électronique et optique sur lames-minces. L'intérêt de ce type de préparation réside dans la possibilité d'observer des sections planes et orientées (suivant S0 ou perpendiculairement).

La préparation de lames-minces (litholamellage) comprend une phase d'imprégnation en résine et une phase abrasion/polissage. Une résine Epoxy de type EPON a été préférée à une résine à base de méthacrylates ; certes cette dernière possède une faible viscosité mais elle est également connue pour gonfler sensiblement lors de sa polymérisation et être instable sous un faisceau d'électrons. La déshydratation des échantillons nécessaire à une bonne polymérisation de la résine a été réalisée par chauffage à 40°C pendant 48 heures. Les échantillons secs ont ensuite été immergés dans des bains constitués de mélange acétone/ résine, le pourcentage de résine dans les bains augmentant pour atteindre 100%. Afin d'optimiser la pénétration de la résine, les échantillons immergés ont été placés sous vide jusqu'à ce qu'aucune bulle d'air ne sorte de l'échantillon. La polymérisation à 40°C a ensuite pu s'effectuer. Une fois les talons collés sur lames de verre dépoli, ces derniers ont ensuite été abrasés puis polis en employant un lubrifiant anhydre de type Kerdane. L'épaisseur des lames-minces (30 microns plus ou moins 2 microns) a été contrôlée par observation en microscopie optique de la biréfringence du troisième ordre de l'anhydrite.

Chaque lame-mince a été observée en microscopie optique de la manière suivante :

- observation texturale globale en lumière polarisée non-analysée,
- observation texturale globale en lumière polarisée analysée,
- caractérisation minéralogique basée sur les mesures de pléochroïsme, de biréfringence, d'extinction, d'angles inter-clivages et du caractère automorphe ou xénomorphe ainsi que l'habitus minéralogique,
- détermination des assemblages minéralogiques,
- prises de vue photographiques d'éléments représentatifs.

L'identification des minéraux en microscopie électronique a été effectuée par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à des analyses semi-quantitatives ponctuelles.

3.3.1.2. Les Marnes Irisées Inférieures

Synthèse des travaux antérieurs

Dans le cadre de la thèse Rashid (1995), des lames-minces avaient été réalisées exclusivement dans des faciès « anhydrite » afin de déterminer l'habitus prismatique du minéral anhydrite. Rashid identifie plusieurs faciès :

Faciès mixte argilo-anhydritique

Selon Rashid, ce faciès comprenant argiles et anhydrite correspond à une alternance fine de lamines planes millimétriques à centimétriques argileuses et anhydritiques blanchâtres. Or, le levé du log lithostratigraphique effectué dans le cadre de la thèse présentée ici atteste de nombreux niveaux d' argiles et anhydrites coexistent sans que des lamines y soient forcément présentes. C'est pourquoi il est préférable de remplacer la dénomination « Faciès mixte argilo-anhydritique » par « anhydrite à lamines ». Microscopiquement, Rashid distingue deux types de lamines sulfatées :

- des lamines à bords nets constituées d'anhydrite microgranulaire très pure (.fig 33),
- des lamines formées de microbrèches anhydritiques intraformationnelles dont les intraclastes sont repris à des lits anhydritiques assez proches, semblables à ceux des lamines à bords nets (.fig 34).

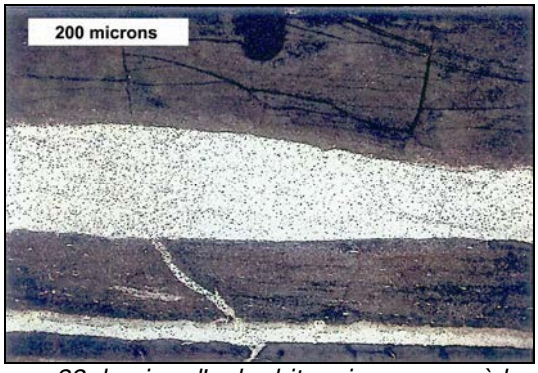


Figure 33: lamine d'anhydrite microgrenue à bords nets (en blanc) dans une matrice argileuse (lumière polarisée).

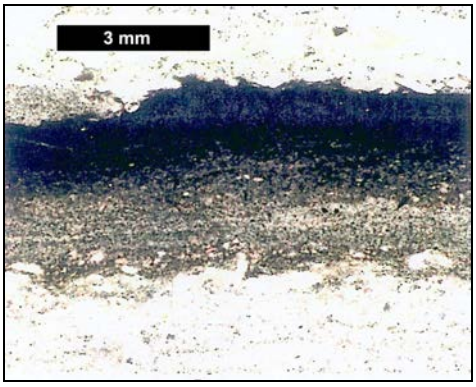


Figure 34: lamines d'anhydrite à bords irréguliers (lumière polarisée).

Faciès anhydrite nodulaire massive (chicken-wire)

Microscopiquement, ce faciès correspond à des nodules d'anhydrite encadrés par une matrice argileuse. Tous les nodules identifiés sont constitués d'anhydrite microgranulaire xénomorphe à subautomorphe. Les cristaux sont équidimensionnels et leurs dimensions n'excèdent pas 60 microns. Dans la matrice argileuse, les cristaux d'anhydrite sont sensiblement plus grands et leur habitus automorphe est de type prismatique (en lattes). D'après la Figure 36, on constate cependant que ce type d'anhydrite est également présent au cœur des nodules.

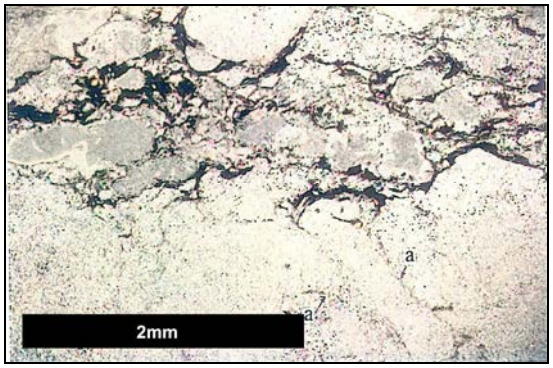


Figure 35: nodules d'anhydrite microgrenue (lumière polarisée).

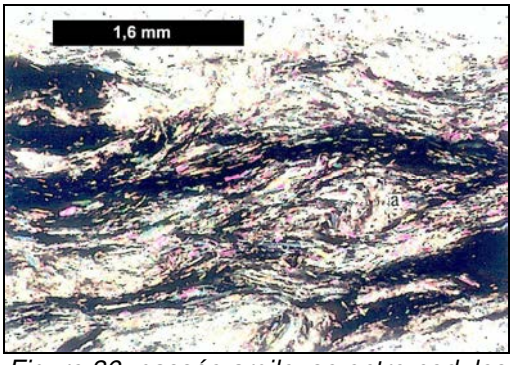


Figure 36: passée argileuse entre nodules d'anhydrite (lumière polarisée analysée).

Faciès anhydrite entérolitique

Ce faciès correspond macroscopiquement à des lamines déformées sous formes de convolutes à la manière de certaines stromatolithes. La microtexture des lamines correspond en tous points à celle des lamines planes ou encore à celle des nodules: l'anhydrite est de type microgranulaire. Dans la matrice argileuse encadrant ces convolutes, on retrouve des cristaux dispersés d'anhydrite prismatique (fig. 37).

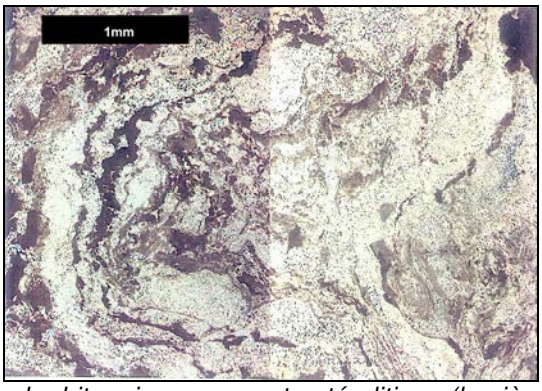


Figure 37: anhydrite microgrenue et entérolitique (lumière polarisée).

Faciès fissurés

Des fissures macroscopiques, d'une puissance allant du millimètre à plusieurs centimètres peuvent recouper tous les faciès d'anhydrite présentés plus haut. Les fissures analysées par Rashid ont toutes un remplissage anhydritique. Le grand axe des prismes d'anhydrite est généralement perpendiculaire aux épontes et les dimensions des cristaux sont nettement supérieures à celles de l'anhydrite présente dans les lamines ou les nodules.



Figure 38: fissure à remplissage anhydritique tabulaire (lumière polarisée analysée).

Selon Rashid, la lacune d'observation des carbonates s'explique par la localisation de cette phase au niveau de la matrice argileuse et également par des faibles dimensions de cristaux (microniques à submicroniques). Du quartz sous formes de mégacristaux isolés et de microcristaux groupés en taches ou en lits discontinus est également identifié.

Les analyses microscopiques décrites ci-dessus permettent d'obtenir une première vision de l'organisation de l'anhydrite dans les faciès du même nom. On retiendra que l'anhydrite est majoritairement de type microgranulaire lorsqu'elle est présente sous forme d'agrégats quasi purs (lamines ou nodules) tandis que la matrice argileuse contient des cristaux d'anhydrite prismatiques isolés. Afin, d'obtenir une vision exhaustive de la microstructure des Marnes à anhydrite et des intercalaires de l'Ensemble halitique, cette description doit être complétée par des analyses microscopiques sur les faciès argileux ainsi que par des analyses porosimétriques. Une telle caractérisation permettra de distinguer les modifications faisant suite à un lessivage de saumure.

Echantillonnage

Les levés de log lithostratigraphiques réalisés dans le cadre de la thèse et issus des travaux antérieurs révèlent la présence d'une grande variabilité d'organisation des sulfates (cf. 2.2.3.4). Cette variabilité constitue un ensemble de sous-lithologies qui se superposent les unes aux autres à l'échelle métrique entre la base de l'unité N et le sommet des Marnes à anhydrite. Aussi, un échantillonnage régulier en fonction de la profondeur n'a ici pas de sens. C'est pourquoi les tronçons de carottes destinés aux analyses microtexturales ont été prélevés en fonction de leur faciès lithologiques de manière à représenter l'ensemble des différents agencements argile/anhydrite répertoriés depuis la base de l'unité N jusqu'au toit des Marnes à anhydrite (niveaux de halite exceptés). Le Tableau 12 présente la classification choisie ici pour représenter les faciès rencontrés dans les Marnes Irisées inférieures ainsi que les échantillons correspondants.

Tableau 12: faciès lithologiques des Marnes Irisées inférieures et échantillonnage correspondants pour les analyses microscopiques.

Faciès lithologiques	**Echantillons (sondage-profondeur)**
Argilite à anhydrite d'imprégnation	CB3129 – 177,1 m Geoderis SC1 – 88,5 m
Argilite à lamines planes d'anhydrite	CB3129 – 175,3 m SG79 – 198,4 m Geoderis SC1 – 96,15 m
Argilite à nodules d'anhydrite	CB3129 – 175,0m CB3129 – 165.8 Geoderis SC1 – 125,7 m
Anhydrite entérolitique	SG79 – 199, 3 m
Anhydrite nodulaire	CB3129 – 162,6 m
Anhydrite de remplissage de fracture	CB3129 – 166,5 m

Résultats

Argilite à anhydrite d'imprégnation

Ce faciès correspond à des argilites sans anhydrite apparente macroscopiquement mais dont la densité en suggère la présence. L'anhydrite est organisée sous forme de micronodules (ellipsoïdes à contours nets), de microagrégats (aux formes irrégulières et aux contours diffus, fig.39) et sous forme de microveinules. Dans toutes ces structures, l'anhydrite forme une texture microgrenue (dimensions < 60 microns). La matrice argileuse est localement parcourue par de l'anhydrite microprismatique et également des porphyroblastes d'anhydrite, en d'autres termes, des cristaux subautomorphes à automorphes dans les dimensions sont supérieures à 200 microns. La fraction carbonatée n'a pas été identifiée. Comme l'a suggéré Rashid, cette fraction serait donc de très petite taille (de l'ordre du micron) et concentrée dans la matrice argileuse. Notons également la présence de quartz au contact de certains nodules avec la matrice argileuse.

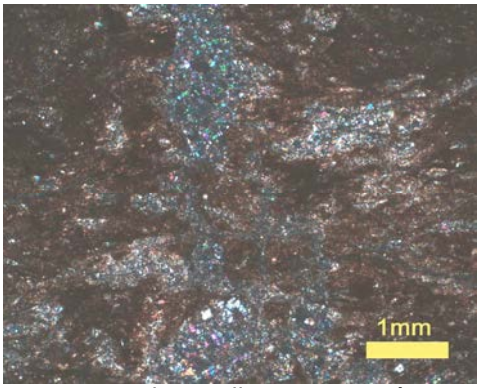


Figure 39: matrice argileuse recoupée par des agrégats et veinules d'anhydrite microgrenue (lumière polarisée analysée).

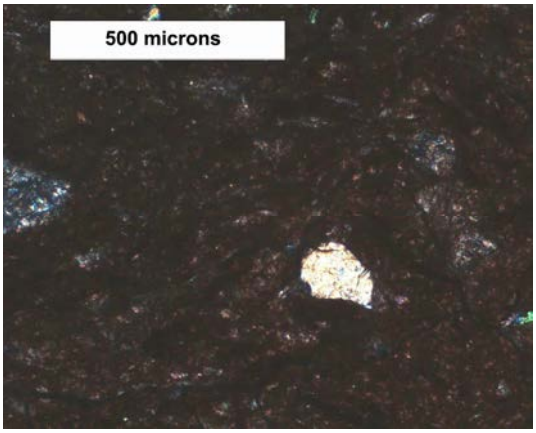


Figure 40: porphyroblaste d'anhydrite dans une matrice argileuse.

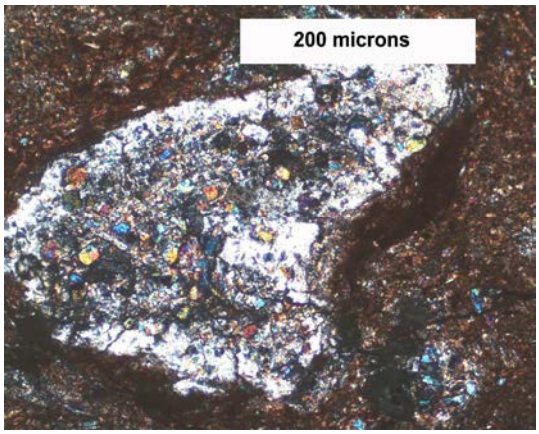


Figure 41: nodule à cortex de quartz et nucléus d'anhydrite (lumière polarisée analysée).

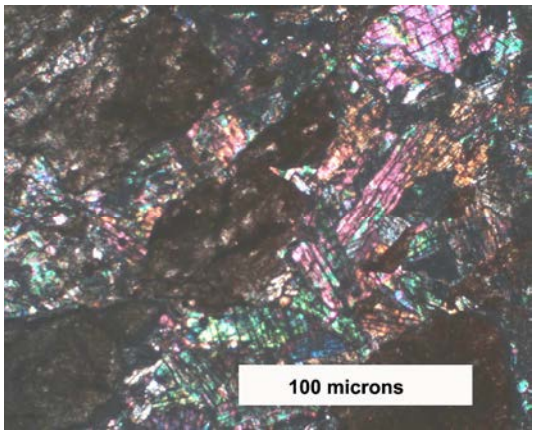


Figure 42: anhydrite microprismatique (lumière polarisée analysée).

Argilite à lamines planes d'anhydrite

Ce faciès correspond en tous points à celui décrit par Rashid : des lamines centimétriques d'anhydrite alternent avec des passées argileuses. A l'instar des agrégats décrits dans le faciès à anhydrite d'imprégnation, l'anhydrite se présente sous la forme de cristaux prismatiques en plages microgrenues (Figures 43 et 44). On dénote la présence ponctuelle de magnésite (fig. 45) qui peut donc être associée aux sulfates. Deux minéraux non identifiés par diffractométrie rX (DRX) ont été mis en évidence par les analyses microscopiques : le sulfate de strontium (céléstine) sous la forme de cristaux xénomorphes (fig.46) et de la pyrite sous la forme de grains microniques (fig.47).

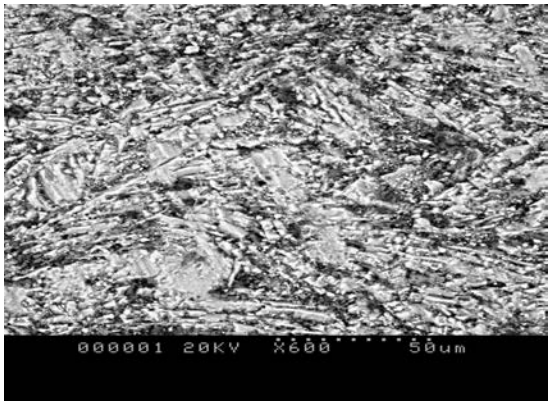


Figure 43: anhydrite microgrenue en tablettes constitutive des lamines (imagerie en électrons rétrodiffusés).

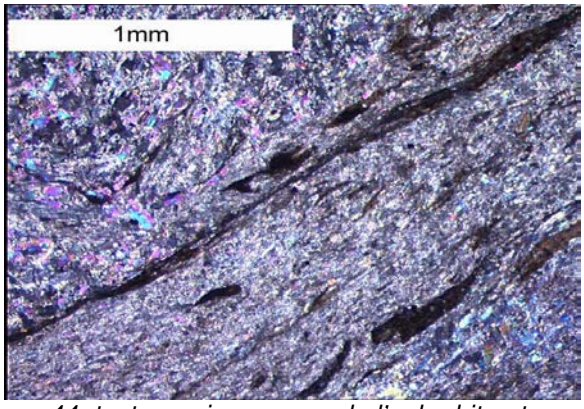


Figure 44: texture microgrenue de l'anhydrite et passée argileuse (lumière polarisée analysée)

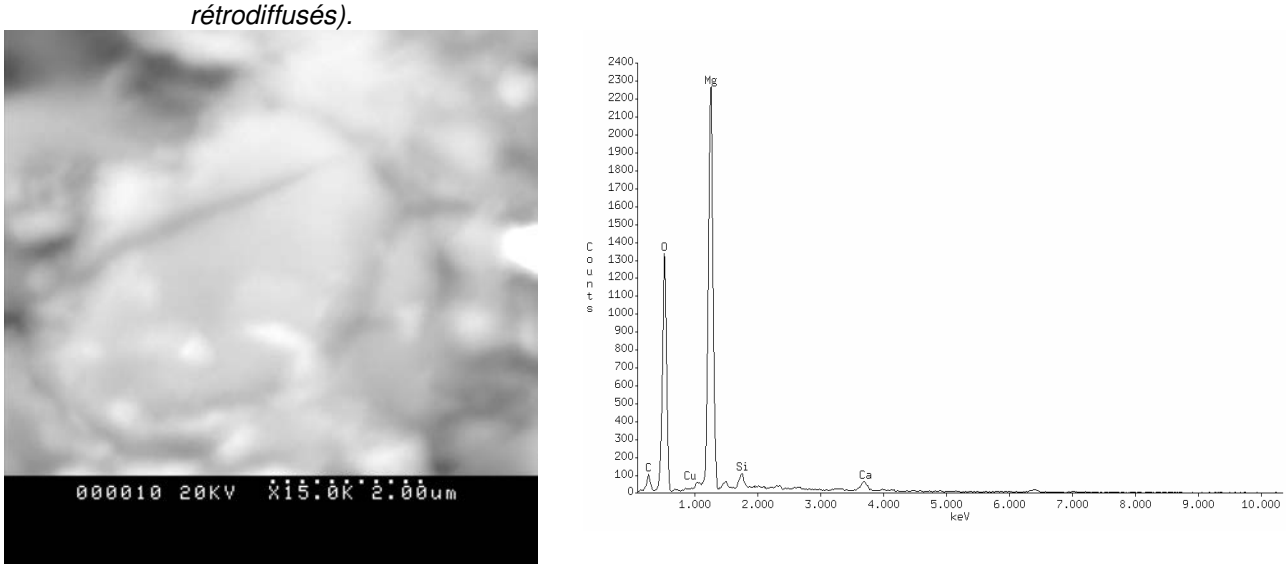


Figure 45 : mise en évidence de magnésite au sein de l'anhydrite microgrenue par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à une analyse semi-quantitative.

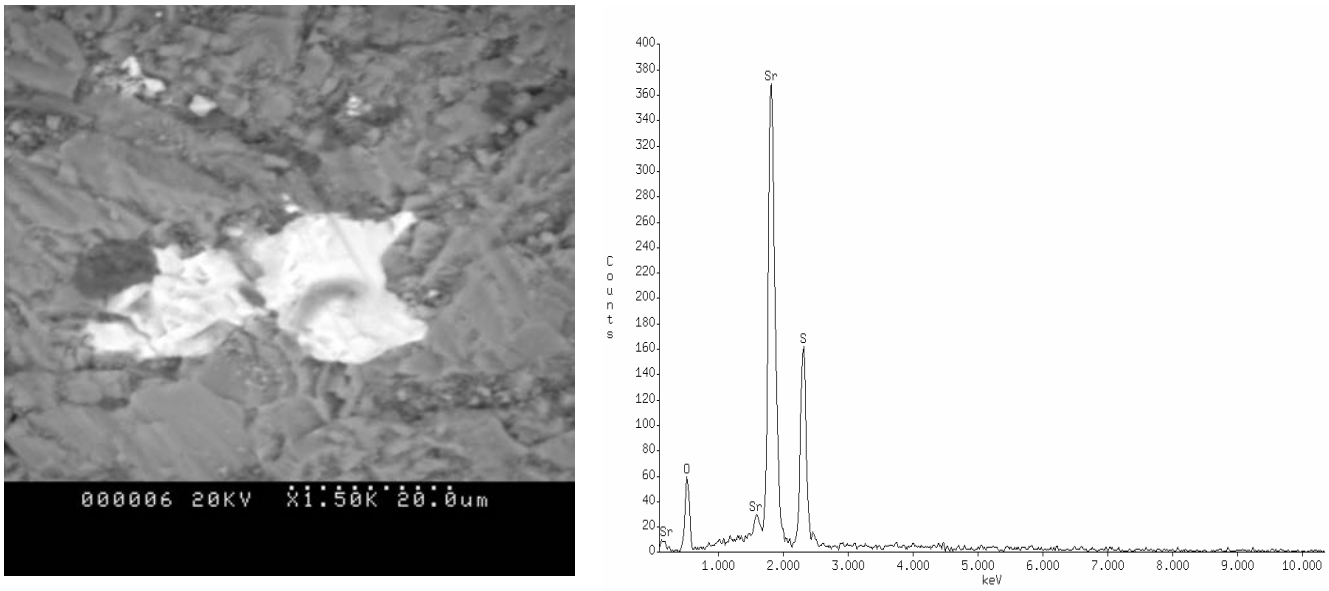


Figure 46: mise en évidence de célestine ($SrSO_4$) au sein de l'anhydrite microgrenue par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à une analyse semi-quantitative.

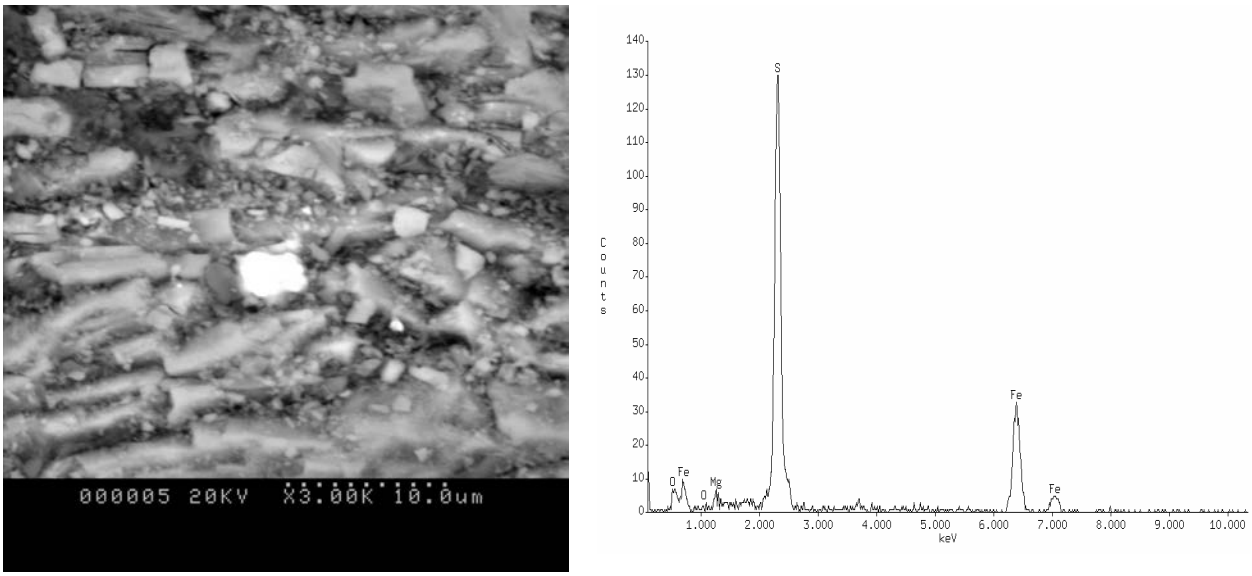


Figure 47 : mise en évidence de pyrite au sein de l'anhydrite microgrenue par imagerie en électrons rétrodiffusés couplée à une analyse semi-quantitative.

Argilite à nodules d'anhydrite

Cette dénomination regroupe ici l'ensemble des tronçons pour lesquels on distingue macroscopiquement une matrice continue contenant des nodules ellipsoïdaux dont les dimensions sont comprises entre le millimètre et plusieurs centimètres. A l'échelle microscopique, on retrouve le même type de micronodules que ceux identifiés au sein du faciès « argilite à anhydrite d'imprégnation » : un nucléus d'anhydrite microgrenue est soit en contact avec une matrice argileuse, soit séparé de celle-ci par un cortex de quartz (en blanc sur fig. 48). Des fentes à remplissage exclusivement anhydritique recoupent localement la matrice argileuse (fig. 52 et 53). Cette dernière peut également contenir une part non négligeable de porphyres d'anhydrite (grands cristaux) et d'anhydrite microgrenue diffuse.

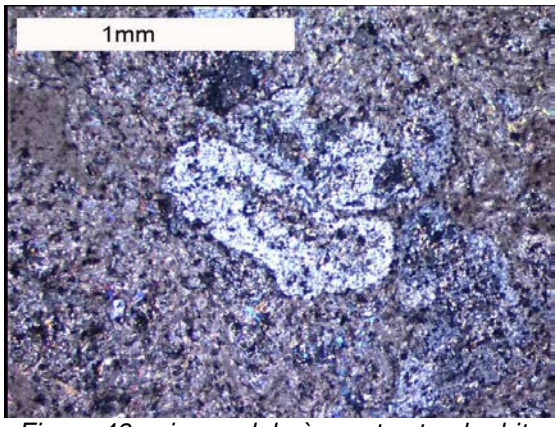


Figure 48: micronodule à quartz et anhydrite dans une matrice argileuse à anhydrite microprismatique diffuse (lumière polarisée analysée).

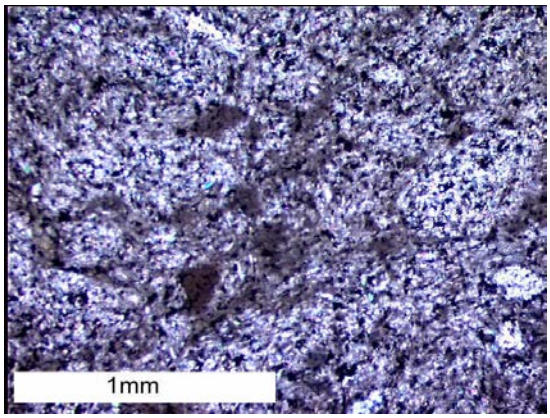


Figure 49: texture microgrenue des micronodules d'anhydrite (lumière polarisée analysée).

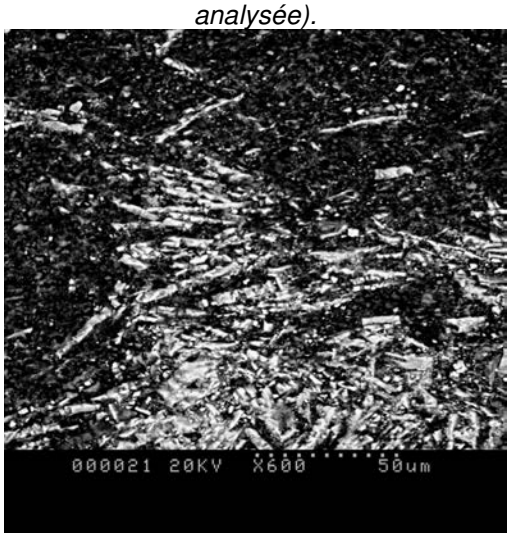


Figure 50 : anhydrite microprismatique (imagerie en électrons rétrodiffusés).

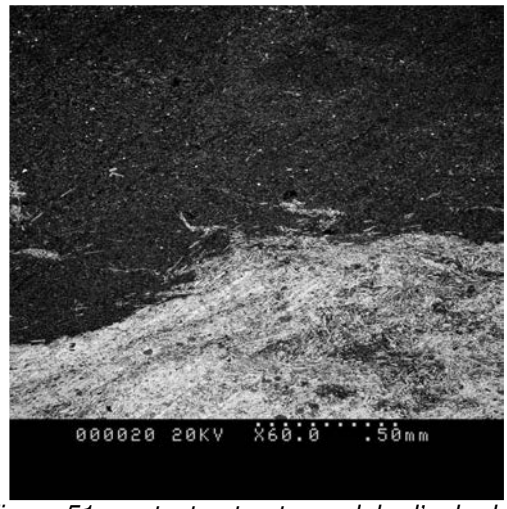


Figure 51: contact net entre nodule d'anhydrite microprismatique et matrice argileuse (imagerie en électrons rétrodiffusés).

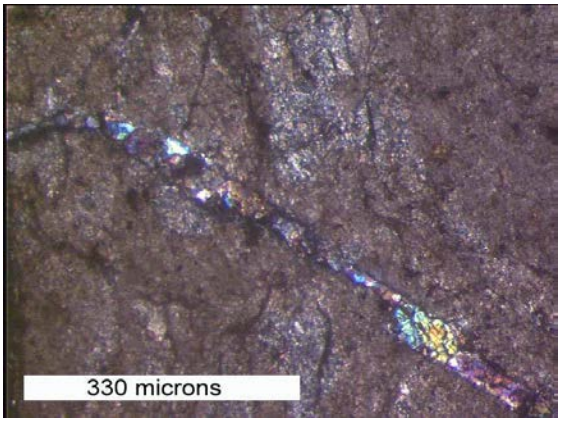


Figure 52: fentes en échelons à remplissage anhydritique (lumière polarisée analysée).

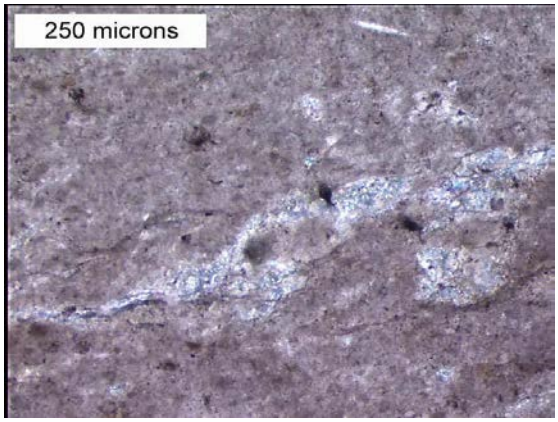


Figure 53: microveines sinueuses d'anhydrite (lumière polarisée).

Anhydrite massive

Sont regroupés sous cette dénomination les faciès d'anhydrite nodulaires et entérolitiques, tant leur distinction est difficile, les nodules évoluant latéralement en entérolite et vice-versa. Cette lithologie est d'une grande homogénéité microtexturale. Lorsque aucune passée argileuse n'est présente, l'anhydrite microprismatique forme une texture régulière microgrenue. Associée à des niveaux argileux, l'anhydrite est au contact de quartz subautomorphes (fig. 55), à la manière des micronodules des argilites.

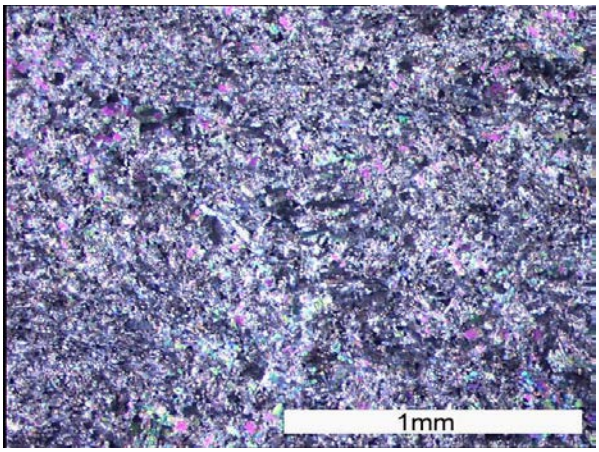


Figure 54: texture microgrenue d'une anhydrite « pure » (lumière polarisée analysée).

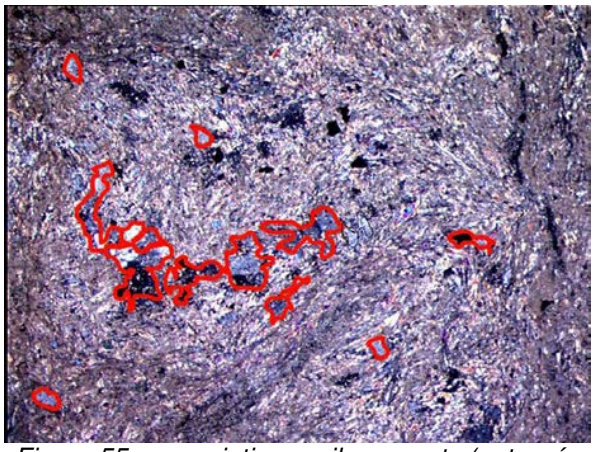


Figure 55 : association argiles- quartz (entourés artificiellement de rouge) et anhydrite dans une anhydrite argileuse (lumière polarisée analysée).

Anhydrite de remplissage

La totalité des faciès décrits précédemment est parcourue par des fissures macroscopiques à remplissage millimétrique à centimétrique de teinte blanchâtre ou rose saumon. Des analyses en microscopie électronique sur esquilles révèlent une structure de remplissage de type fibreux (fig.56). Les fibres, essentiellement anhydritiques, sont perpendiculaires aux épontes et peuvent localement être constituées de sulfate de strontium (célestine, fig. 56).

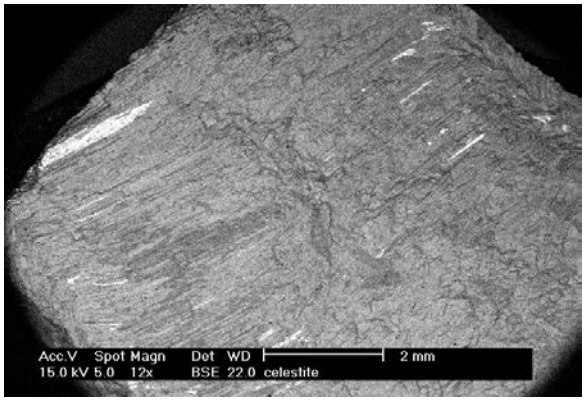


Figure 56: fibres millimétriques de célestine (en blanc) et d'anhydrite constituant le remplissage blanchâtres de fractures (imagerie en électrons rétrodiffusés).

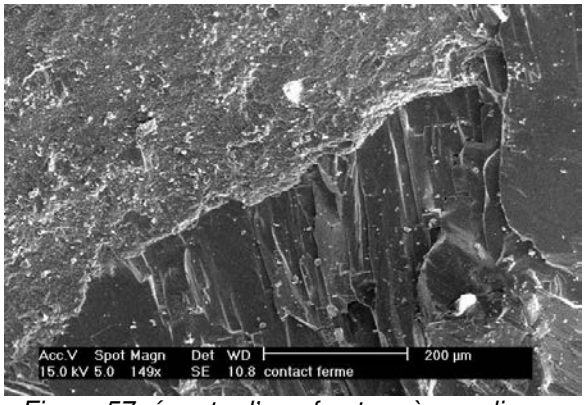


Figure 57: éponte d'une fracture à remplissage de type anhydrite fibreuse (imagerie en électrons secondaires).

A la base de l'unité N et en particulier au travers d'argilites pourpres à anhydrite d'imprégnation (sondage SG57), des fractures à remplissage essentiellement halitique ont été observées. Macroscopiquement, elles ne se distinguent pas des fractures à remplissage anhydritique si ce n'est par leur caractère relativement rectiligne et subvertical. Microscopiquement, les fibres millimétriques de halite incorporent localement des prismes automorphes d'anhydrite et de magnésite dont les grands axes sont compris entre 100 et 300 microns. On rencontre également au travers de ces fibres, des plages de glauberite (sulfate double de calcium et de sodium).

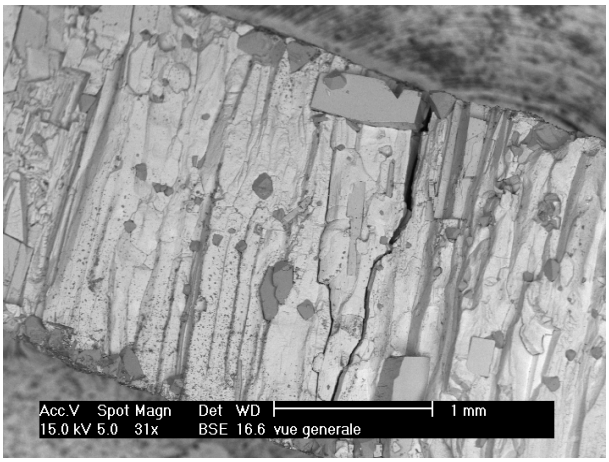


Figure 58: vue d'ensemble d'une section fente à remplissage essentiellement halitique (imagerie en électrons rétrodiffusés).

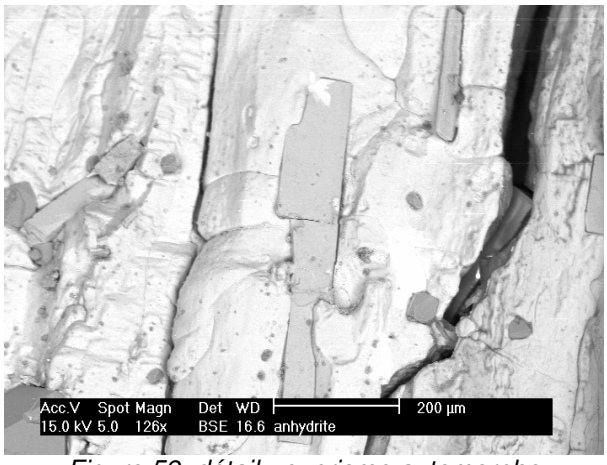


Figure 59: détail un prisme automorphe d'anhydrite au travers de fibres de halite (imagerie en électrons rétrodiffusés).

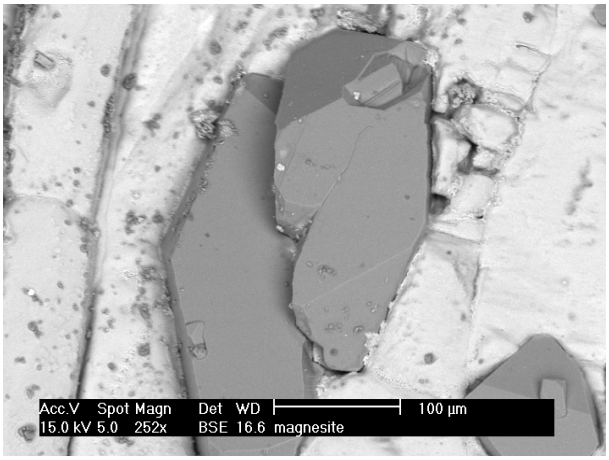


Figure 60: prismes de magnésite automorphe (imagerie en électrons rétrodiffusés).

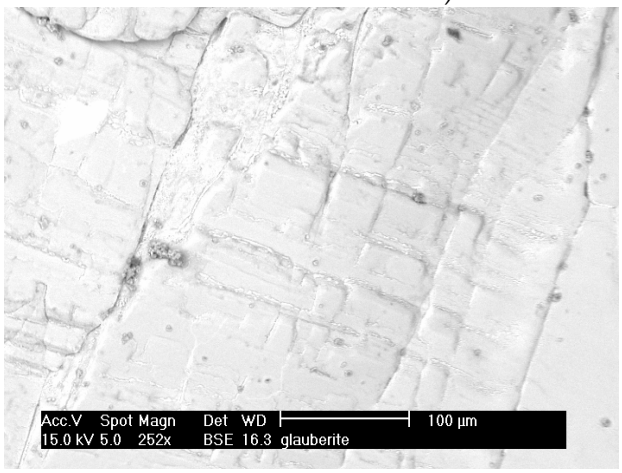


Figure 61: plage de glauberite au travers des fibres de halite (imagerie en électrons rétrodiffusés).

Synthèse sur les analyses microscopiques des Marnes Irisées Inférieures

Les analyses microscopiques rendent compte notamment de l'organisation du minéral anhydrite. Lorsque l'anhydrite est concentrée, sous forme de microagrégats irréguliers, de micronodules ou encore de lamines, elle forme une texture microgrenue par un assemblage de cristaux microprismatiques, leurs dimensions étant inférieures à 60 microns. Cet habitus est également celui de l'anhydrite « diffuse » au sein des matrices argileuses. Ainsi, l'hétérogénéité de l'organisation macroscopique de l'anhydrite contraste avec la constance de son organisation à l'échelle microscopique. En d'autres termes, quel que soit le faciès lithologique considéré, les dimensions de minéral anhydrite sont essentiellement inférieures à 60 microns et son habitus est de type prismatique automorphe à subautomorphe. Localement, la matrice argileuse peut cependant englober de l'anhydrite microprismatique et quelques cristaux dont les dimensions sont supérieures à 100 microns. Concernant les carbonates, l'hypothèse proposée par Rashid à propos de cristaux microniques est vérifiée par nos analyses. Cette phase se localise aussi bien à cœur d'agrégat d'anhydrite microgrenue que dans la matrice argileuse. Deux minéraux à l'état de trace (non identifiés par diffractométrie) ont été détectés :

- la pyrite sous forme de cristaux xénomorphes et de dimensions microniques associés aux argiles,
- de la célestite sous forme de fibres (fractures) ou de cristaux xénomorphes en association systématique avec l'anhydrite.

Enfin, du quartz est présent, sous forme de mégacristaux poecilitique, de plages xénomorphes en bordure de nodules ou encore sous forme de microcristaux dispersés dans la matrice argileuse.

3.3.1.3. Les Marnes Irisées moyennes

La Formation intermédiaire argilo-gréseuse

Echantillonnage

Les échantillons analysés ici proviennent du sondage CB3129 au niveau duquel on distingue, de haut en bas, une portion de 4 mètres d'épaisseur présentant les caractéristiques macroscopiques des argilites des Marnes Irisées inférieures : argilite bariolée à nodules et fractures d'anhydrite. Ce tronçon correspond aux Argiles intermédiaires de l'ancienne dénomination (2.3.1). A la base de son tronçon, on rencontre le faciès distal des Grès à Roseaux, en d'autres termes, une argilite silteuse et micacée de couleur grise. Tandis que la partie sommitale de ces argilites est relativement pulvérulente (débris centimétriques), la partie basale est relativement homogène en termes de teinte et possède une certaine unité macroscopique. Les analyses présentées ici font référence à des échantillons provenant de ce tronçon basal aux profondeurs respectives de 137.3, 137.2 et 137.0 mètres.

Résultats

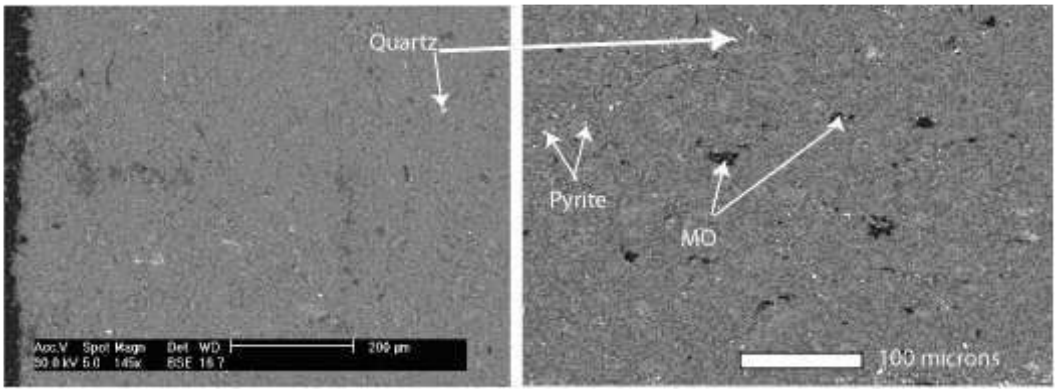


Figure 62: texture microscopique de l'argilite silteuse de l'ensemble argilo-gréseux.

Les 3 échantillons présentent une texture identique : une matrice argilo-micacée est recoupée par des quartz de dimensions comprises entre 10 et 50 microns (fig.62), des traces de matière organique et de la pyrite xénomorphe de dimensions allant de quelques microns à 10 microns.

La Dolomie de Beaumont

Echantillonnage

Les échantillons proviennent de deux sondages situés sur le plateau de Haraucourt : NOVACARB C10 et SOLVAY CB 3129 aux profondeurs respectives de 109,4-109,65 m et 123.65- 124,2 m.

Résultats

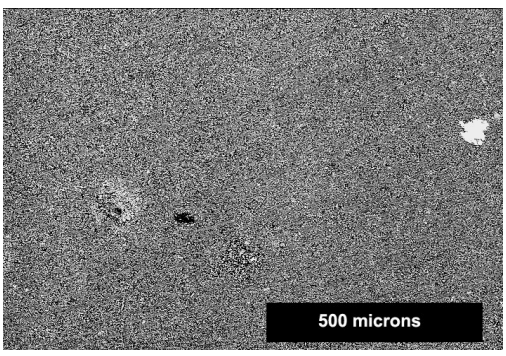


Figure 63: texture homogène de dolomite microprismatique à quartz ponctuels (en blanc). (imagerie en électrons rétrodiffusées).

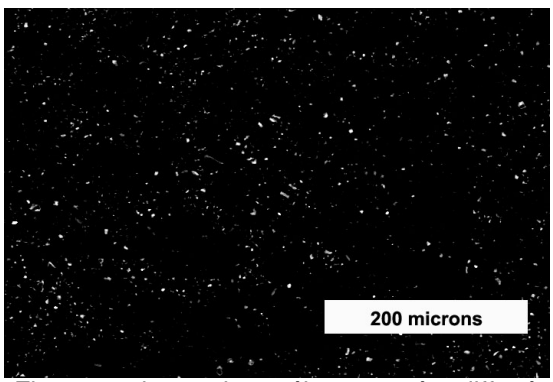


Figure 64: imagerie en électrons rétrodiffusés à fort contraste mettant en évidence des microprismes d'anhydrite diffuse.

Les échantillons de Dolomie de Beaumont sont constitués de plage microprismatique de dolomite (fig. 63), propre à tout dolomudstone. On rencontre ponctuellement des quartzs xénomorphes de dimensions proches de la centaine de microns. La Dolomie de Beaumont renferme des cristaux microniques d'anhydrite distribués de manière diffuse dans la plage dolomitique (fig. 64).

3.3.2. Analyses porosimétriques

Dans le cadre de l'étude des interactions entre des roches et un fluide, il convient de caractériser, en termes de volume, de géométrie et de distribution spatiale, les chemins préférentiels par lesquels le dit fluide peut pénétrer la roche. C'est dans ce but que des analyses au porosimètre à mercure ont été entreprises sur les roches d'intérêt.

3.3.2.1. L'Essai au porosimètre à mercure

Mode de calcul des paramètres

Le principe de l'essai est fondé sur le comportement non mouillant du mercure vis-à-vis d'une surface solide. L'équilibre capillaire du ménisque à l'interface entre le mercure et la vapeur de mercure (fluide mouillant) est contrôlé par une pression capillaire. L'injection de mercure dans un tube de rayon r sera réalisable sous une pression P supérieure à la pression capillaire :

$$P > 2\sigma.\cos\theta/r \quad \text{(Loi de Laplace)}$$

Avec :

- σ, tension interfaciale du mercure, cette valeur, qui dépend de la nature du solide est fixée à $485.10^{-3} N.m^{-1}$,
- θ angle de contact du mercure sur le capillaire et r rayon du capillaire, fixé à 140°.

Lors de l'injection de mercure dans un échantillon rocheux, l'approximation du milieu poreux à un faisceau de capillaires droits et cylindriques (Wardlaw, 1976), conduit à l'équivalence entre pression d'injection et rayon de pore envahi par le mercure par l'intermédiaire de la loi de Laplace. Cette approximation permet d'accéder, par une injection de mercure, au diamètre moyen du rayon d'accès d'un pore et non à son rayon propre, comme l'illustre la Figure 65.

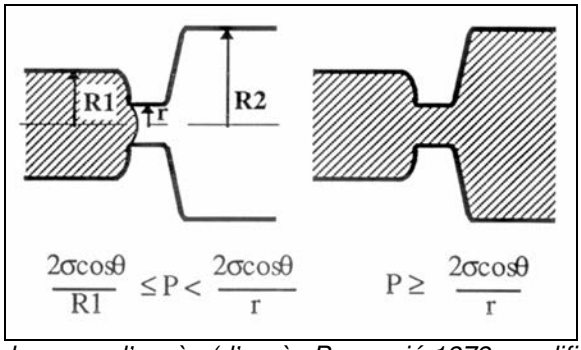


Figure 65 : notion de rayon d'accès (d'après Bousquié.1979, modifié par Remy, 1993)

La mesure de volume de mercure injecté découle d'une mesure de la variation de capacitance électrique du réservoir de mercure. Associée à la pesée de l'échantillon, cette mesure permet d'obtenir la masse volumique de ce dernier.

Procédure et exploitation des données

Un échantillon poreux, sec (48 h dans une étuve à 50°C) et désaéré, de quelques centimètres cubes, subit une pénétration de mercure en appliquant des pressions croissantes. Le volume de mercure intrusif est mesuré à des paliers de pressions donnés. L'essai complet comprend un double-cycle injection–retrait du mercure et conduit à l'établissement de courbes cumulées rayon d'accès/ volume de mercure intrusif, ce volume correspondant à la part de la porosité totale envahie par le mercure (fig. 66).

La première injection correspond au déplacement et au remplacement, lors de la montée en pression, du fluide mouillant (vapeur de mercure) par le fluide non mouillant (mercure). Elle fournit la courbe de répartition du volume de mercure intrusif en fonction d'un rayon d'accès donné par l'intermédiaire de la loi de Laplace. Le volume intrusif final correspond au volume poreux total de l'échantillon accessible au mercure. Les points d'inflexion I, sur la courbe cumulée, donnent les pressions P et les rayons d'accès R pour lesquels le volume intrusif est maximal. Ces rayons représentent les rayons d'accès moyen du volume poreux connecté. Un seul rayon d'accès sur la courbe d'injection traduit un réseau poreux connecté unimodal ; plusieurs rayons d'accès moyens correspondent à un réseau multimodal.

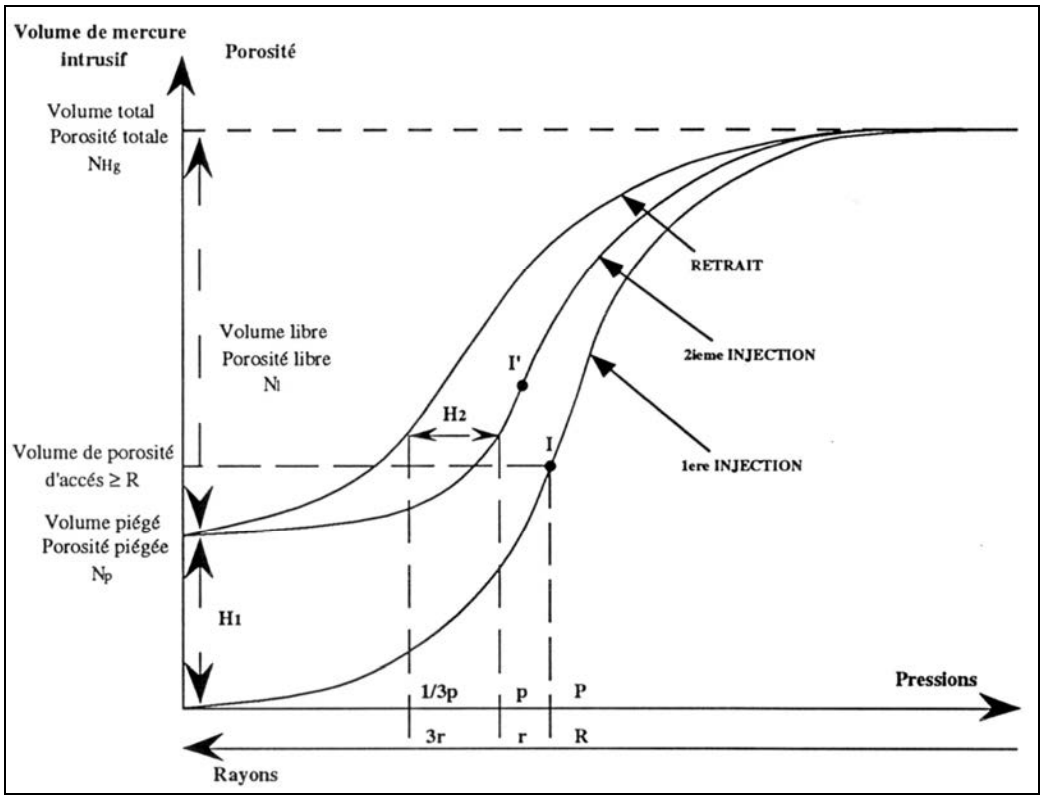


Figure 66 : courbes porosimétriques types (Remy, 1993).

A la suite de la première injection, la diminution progressive de la pression appliquée provoque l'imbibition progressive du réseau poreux par la vapeur de mercure. Les espaces abandonnés par le mercure correspondent à un volume poreux dit libre, c'est-à-dire accessible par le fluide mouillant. Au terme de la phase de retrait, la désorption du mercure reste incomplète : une partie du mercure demeure dans le réseau poreux où il occupe le volume poreux dit piégé (Np sur fig. 66) représenté par l'hysteresis géométrique H1. Ce phénomène de piégeage est du à des ruptures du film de mercure liées à des variations dimensionnelles du réseau poreux.

Une seconde injection conduit à l'envahissement de la porosité libre N1. La courbe de répartition qui en découle diffère de celle de première injection par le volume poreux piégé qui ne participe plus au stockage du mercure. Un phénomène d'hysteresis (H2 sur fig. 66) apparaît entre les courbes de répartition de la porosité libre obtenues au retrait et à la deuxième injection. Tandis que H1 s'explique par une différence d'angle de contact dynamique d'avance et de retrait, contrôlée par l'irréversibilité de la mouillabilité et les caractéristiques de la surface des pores, l'hysteresis H2 est étudié par la théorie de la percolation. Cette théorie, appliquée aux milieux poreux par Gennes et Guyon (1978) permet de relativiser les paramètres obtenus à partir d'essais porosimétriques :

- la courbe d'injection du mercure donne une distribution de taille des accès aux pores déplacée vers les faibles rayons du fait d'une intrusion différée de mercure. Par contre, certains accès fins, connectés à des volumes poreux déjà remplis de mercure, ne sont pas comptabilisés lors de l'injection,
- la courbe de désorption du mercure donne une distribution d'accès aux pores resserrée autour des rayons médians. Une fraction des pores « larges » piège le mercure par court-circuit et n'est pas prise en compte sur la courbe de retrait (Remy, 1993).

Le volume poreux piégé lors du retrait du mercure est un paramètre global du milieu poreux. Il traduit une certaine structure du réseau résultant des conditions nécessaires à l'initialisation du piégeage. Une forte porosité piégée correspond à un réseau à porosité de pores sensu stricto et structuré comme suit :

- pore élémentaire limité par des accès fins (rayon de pores/rayon d'accès élevé)
- domaine de pores larges à accessibilité réduite (Bousquié, 1979 ; Wardlaw et MacKellar, 1981).

A l'inverse la porosité libre traduit un réseau de type capillaire (le rapport rayon de pore/rayon d'accès est égal à 1).

La mesure de volume de mercure injecté découle d'une mesure de la variation de capacitance électrique du réservoir de mercure. Associée à la pesée de l'échantillon, cette mesure permet d'obtenir la masse volumique de ce dernier.

3.3.2.2. Résultats et interprétation

Les Marnes irisées moyennes

Compte tenu des très faibles valeurs de porosité totale du faciès dolomie (2%), seul le faciès argilite silteuse de l'unité « Grés à roseaux » a été analysé au porosimètre à mercure. Les échantillons correspondent à ceux analysés en diffractométrie et en microscopie. Les résultats sont présentés dans le Tableau 13 et sur les Figures 67 et 68.

Tableau 13: paramètres quantitatifs du réseau poreux connecté des argilites silteuse (nl: porosité libre ; nt : porosité totale ; le rayon moyen d'accès est relatif à la seconde injection)

Sondage	profondeur (m)	lithologie	nl (%)	rayon moyen d'accès				nl/ nt
				gamme1 (µm)	rayon1 (µm)	gamme2 (µm)	rayon 2 (µm)	
CB-3129	137,2	Argilite silteuse et micacée	9,84	0,86-0,0018	0,0241	101-,3,5101	3,5101	0,514375
CB-3129	137	Argilite silteuse et micacée	10,59	0,086-0,0018	0,0241	101-3,5101	3,5101	0,573673

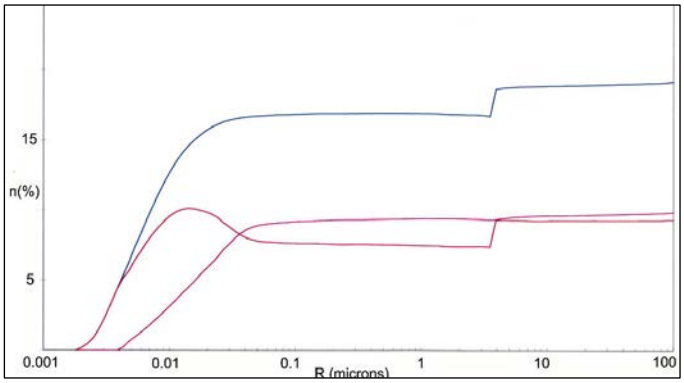


Figure 67: courbe cumulée croissante de répartition de porosité en fonction du rayon d'accès pour l'échantillon prélevé à 137,2m (bleu : porosité totale ; rose : libre ; rouge : piégée).

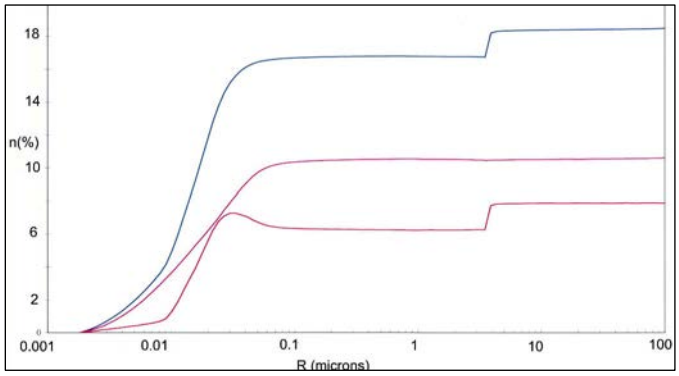


Figure 68: courbe cumulée croissante de répartition de porosité en fonction du rayon d'accès pour l'échantillon prélevé à 137m (bleu : porosité totale ; rose : libre ; rouge : piégée).

Les échantillons possèdent une porosité connectée de type bimodale : un premier mode étant centré sur la valeur de 3,5 microns (macroporosité) et un second sur 24 nanomètres (microporosité). Les proportions de volumes libre et piégé sont équivalentes. Cette caractéristique ne permet pas d'identifier la géométrie du réseau poreux connecté global (Remy, 1993). Cependant, le mode centré sur un rayon d'accès de 3,5 microns est concentré uniquement dans la part piégée du volume intrusif (fig. 67 et 68). De ce fait, la macroporosité posséderait une géométrie de type « collier de perles » (pores connectés par des goulets) à la manière d'une porosité intergranulaire (Remy, 1993).

La valeur du rayon d'accès moyen de la macroporosité correspond à la résolution maximale des microscopes utilisés dans le cadre de la thèse. Ainsi, il n'a pas été possible d'observer la macroporosité et donc de déterminer la représentativité de cette dernière ; en d'autres termes, la macroporosité est elle présente in situ ou reflète-t-elle la dilatation brutale des échantillons lors du séchage à l'étuve ?

Les Marnes Irisées inférieures

Tableau 14: paramètres quantitatifs du réseau poreux connecté des « Marnes Irisées inférieures » (nl: porosité libre ; nt : porosité totale ; le rayon moyen d'accès est relatif à la seconde injection)

Sondage	profondeur (m)	lithologie	n_l (%)	rayon moyen d'accès gamme(µm)	rayon (µm)	n_l / n_t	ρs (g.cm^{-3})
SC-1	29,45	argilite rouge à nodules d'anhydrite	13,65	0,261-0,0018	0,00734	0,73624595	2,2
	30,55	argilite grise à lamines d'anhydrite	11,6	0,627-0,0018	0,00819	0,70473876	2,2
	69,25	argilite grise à lamines d'anhydrite	3,34	0,109-0,0018	0,00344	0,51226994	2,6
	88,5	argilite pourpre	7,71	0,236-0,0018	0,00344	0,53578874	2,2
	96,15	argilite grise à lamines d'anhydrite	3,03	0,00734-0,0018	0,00344	0,50668896	2,6
	120,9	argilite grise à lamines d'anhydrite	8,56	0,0712-0,0018	0,00344	0,76978417	2,4
	125,2	argilite rouge à nodules d'anhydrite	12,03	0,0414-0,0018	0,00344	0,75281602	2,2
	128,7	argilite grise à lamines d'anhydrite	10,64	0,137-0,0018	0,00308	0,74146341	2,2
Einville	146,5	argilite noire	9,23	0,0985-0,003	0,00383	0,6064389	2,2
	146,6	argilite noire	10,88	0,0794-0,0018	0,00344	0,75242047	2,2
CB 3129	165,2	argilite grise à nodules d'anhydrite	2,45	0,152-0,0018	0,00249	0,68627451	2,8
	165,5	argilite grise à nodules d'anhydrite	10,86	0,109-0,0018	0,00277	0,76857749	2,5
	166	argilite grise à nodules d'anhydrite	4,12	0,0986-0,0020	0,002	0,67763158	2,7
SG 57-S1A	281,75	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	17,15	0,23-0,0018	0,00378	0,90933192	2,2
S1B	281,85	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	16,64	0,45-0,0018	0,00476	0,88983957	2,2
S2B	282,1	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	17,35	0,079-0,0018	0,00344	0,85933631	2,2
S5A'	282,2	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	9,73	0,326-0,0018	0,00592	0,60888611	2,8
S5A	286,3	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	13,86	0,510-0,0018	0,00383	0,83093525	2,3
S5B	286,4	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	16,43	0,354-0,0018	0,00386	0,8145761	2,2
S6A	284,5	argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation	9,6	0,152-0,0018	0,00385	0,62378168	2,4

Rôle de la conservation des échantillons

La mesure du volume poreux d'une roche au porosimètre à mercure nécessite une phase préliminaire de déshydratation. Or, les argiles sont hydratées en surface et la perte de cohésion par fissuration des roches argileuses lors de leur prélèvement par sondage est en partie attribuée à leur déshydratation. L'objectif des mesures présentées étant de mesurer des propriétés in-situ du réseau poreux et non des artefacts liés au séchage, la représentativité des mesures à été testée. Pour ce faire, les valeurs de rayons d'accès moyen de deuxième injection (rayon correspondant à la porosité libre qui constitue la majeure partie de la porosité connectée) ont été reportées en fonction de la profondeur d'échantillonnage. Les résultats sont reportés sur la Figure 69.

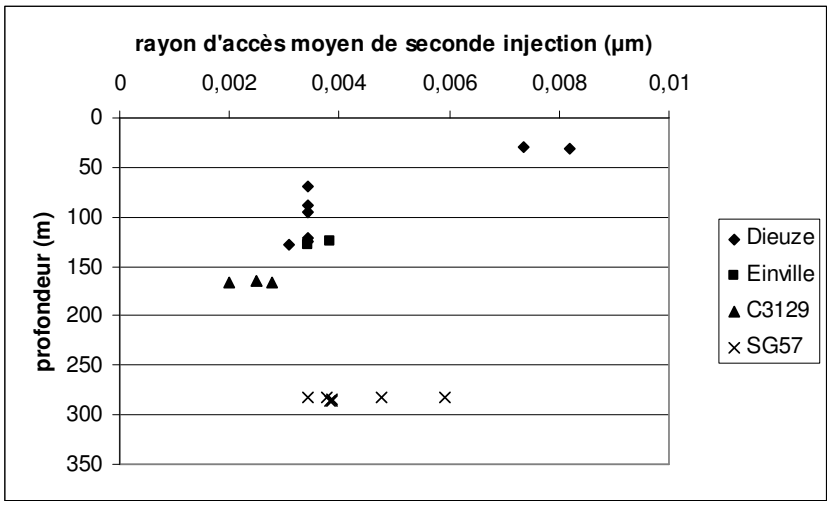


Figure 69: relations entre la profondeur des échantillons et le rayon d'accès moyen de seconde injection ; SG57 : séchage pendant 1 mois ; autres : séchages 48 heures.

On y observe une tendance décroissante du rayon d'accès avec l'augmentation de la profondeur pour les échantillons séchés 48h à 60°C (Dieuze, Einvill e, CB3129). Les argilites possèdent un comportement mécanique ayant une composante plastique. Ainsi, il est possible de relier la tendance observée pour cette série d'échantillons avec une déformation irréversible des pores induite par le chargement lors de la lithification des argiles et le dépôt des sédiments adjacents. Si cette hypothèse est vraie, le chargement du aux terrains de couverture entraînerait une fermeture des pores croissante suivant une augmentation de profondeur. Or, cette tendance est observée pour les échantillons ainsi séchés 48 heures. Ainsi, il semblerait que le réseau poreux analysé représente, du moins en partie, celui in situ. Les échantillons séchés un mois à la même température ne suivent pas cette tendance (SG57 sur Figure 69). Leurs valeurs de rayons d'accès sont nettement supérieures à ceux des échantillons prélevés 100 mètres plus haut. On peut évoquer ici un séchage trop poussé pour conserver les déformations plastiques induites par la roche au cours de son chargement naturel.

Géométrie et dimensions du réseau poreux connecté

D'après les résultats présentés dans le Tableau 14, la porosité totale moyenne (connectée) des faciès argileux des « Marnes Irisées inférieures » vaut 13.83% ; l'écart type étant de 4.90%.

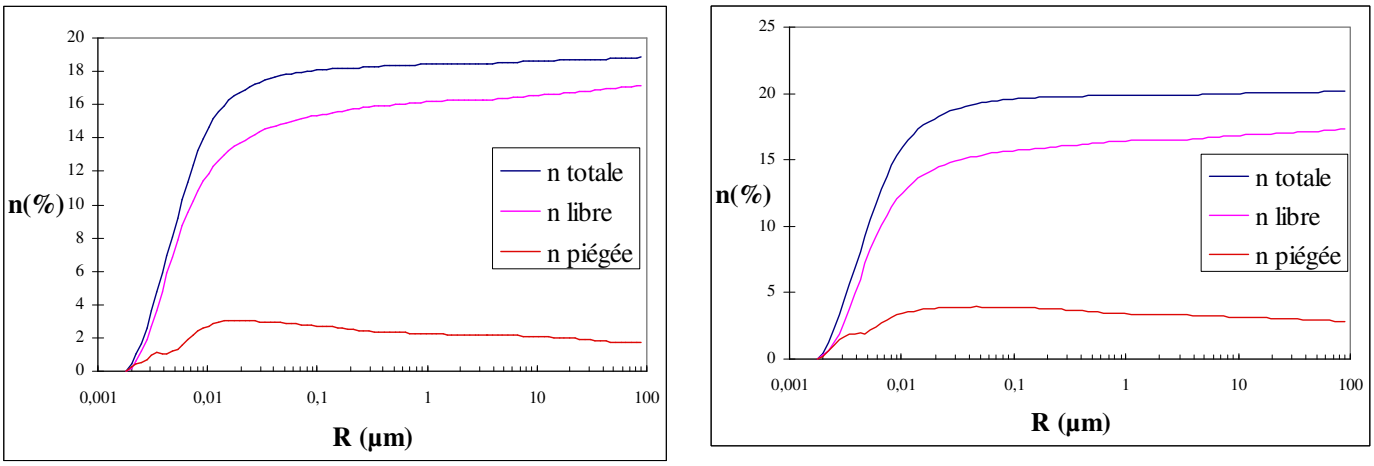


Figure 70: exemples de répartitions de porosités connectées représentatives des Marnes irisées inférieures : courbes cumulées unimodales dominées par le volume libre.

Concernant le faciès argileux, une première tendance réside dans le caractère dominant des valeurs de a porosité libre face à celles de la porosité piégée (fig.70). Ainsi, les faciès argileux possèdent un réseau poreux majoritairement de type capillaire, à l'inverse d'un réseau à élargissements reliés par des canaux ou fissures étroits. Une autre caractéristique propre à tous les échantillons réside dans le caractère unimodal de leur courbe cumulée de porosité. Le mode correspondant est compris dans une gamme de rayons d'accès allant de 627 nanomètres à 1.8 nanomètres, caractérisant une microporosité. Cette limite inférieure de 1.8 nm correspond à la pression d'injection maximale de l'appareil de mesure. Il existerait donc une part de la porosité connectée correspondant à des rayons d'accès inférieurs à 1.8 nanomètre. A chaque palier de pression correspond un volume intrusif. Dans une certaine gamme de pressions correspondant aux plus grands rayons d'accès, ce volume est relativement faible et constant (fig. 70) puis, pour des rayons d'accès inférieurs, les volumes augmentent pour atteindre une valeur maximale correspondant au rayon d'accès moyen. Le rayon d'accès pour lequel s'initie l'augmentation d'intrusion avec la pression correspond à la valeur supérieure de la gamme de rayons d'accès présentée dans le Tableau 14.

Les Figures 71 et 72 représentent respectivement la porosité libre en valeur absolue et en fraction de la porosité totale en fonction de la porosité totale. Nl a tendance à augmenter avec Nt tout comme Nl/Nt. Pavone (1982) explique cette dernière augmentation par une augmentation statistique des connexions dans le réseau poreux du fait d'un volume poreux plus important. Sur la Figure 72, cette augmentation est décelable pour des valeurs de porosité libre supérieures à 15%. Cependant, le nuage de points correspondant est relativement diffus, témoignant ainsi d'écarts à la théorie de Pavone. Cet écart peut s'expliquer par les variations importantes de proportions relatives d'anhydrite et d'argiles comme en témoignent les analyses minéralogiques.

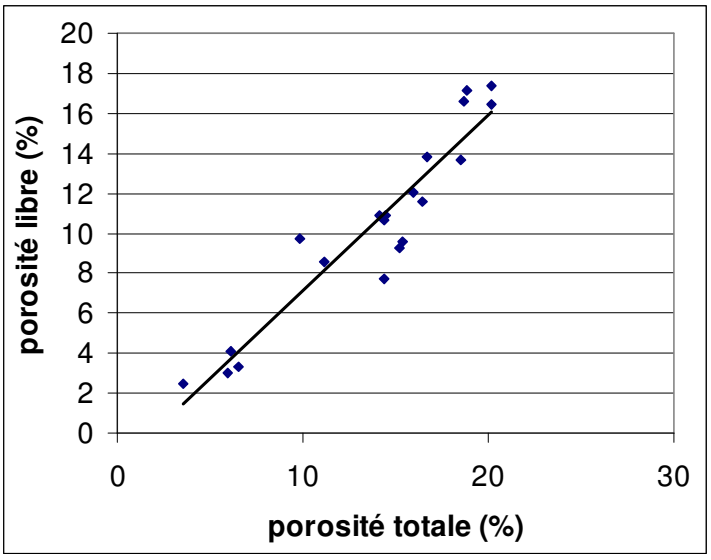


Figure 71 : porosité libre en fonction de la porosité totale pour les faciès argileux des Marnes Irisées inférieures.

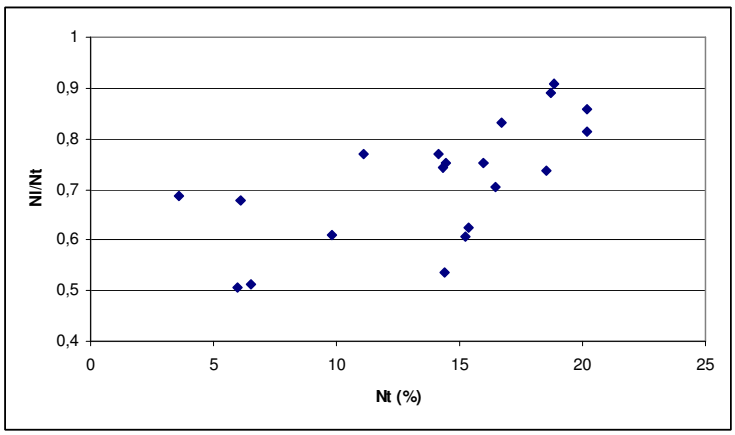


Figure 72 : relation entre porosité connectée totale (Nt) et fraction de la porosité libre (Nl/Nt).

Localisation du réseau poreux connecté

Les paramètres d'un échantillon d'anhydrite sont également reportés dans le Tableau 14. Les volumes obtenus sont présentés à titre indicatif car ils se confondent avec les incertitudes correspondantes. On retiendra que le faciès anhydrite possède un volume poreux connecté quasi-nul. Or, les analyses microscopiques attestent d'une relative homogénéité de l'habitus de l'anhydrite au travers des différents faciès. Il semblerait donc que la porosité intergranulaire de l'anhydrite microgrenue soit négligeable. On en déduit alors que le volume poreux connecté se localise au sein de la matrice argileuse ou à ses bordures avec les micro-agrégats d'anhydrite. La confrontation des masses volumiques du solide des échantillons, obtenues par pesées et mesures de variation de capacitance du réservoir de mercure, avec la porosité totale confirme cette tendance (fig. 73) : plus le solide est dense est moins le volume de porosité connecté est important. Pour une valeur de masse volumique donnée, on note une dispersion significative des valeurs de porosité totale. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que les échantillons ne sont pas des solutions solides parfaites entre argiles et anhydrite : la magnésite, associée à la fois à la matrice argileuse et aux agrégats d'anhydrite, peut atteindre des proportions de l'ordre de celle de l'anhydrite et les masse volumiques de ces deux minéraux sont relativement similaires (2,97 et 2.98).

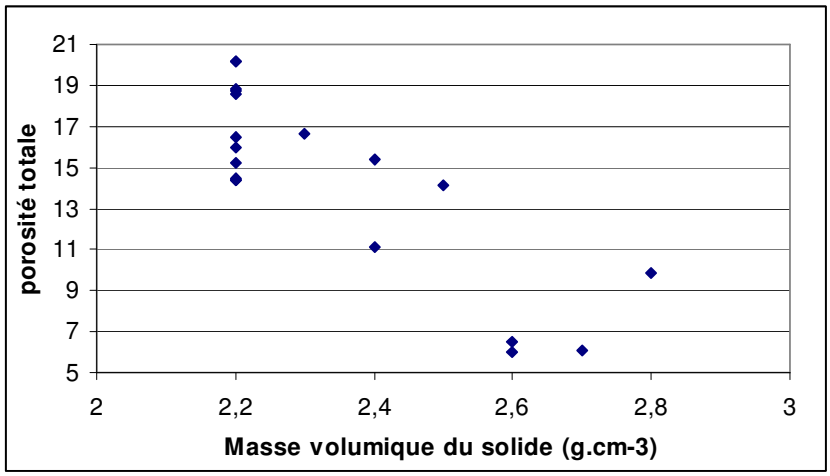


Figure 73: porosité totale en fonction de la masse volumique du solide.

3.4. CONCLUSION

La caractérisation de la pétrofabrique des Marnes Irisées inférieures et moyennes présentée dans ce chapitre constitue une première étape de l'étude des interactions microscopiques de ces roches avec des saumures.

L'association minéralogique des faciès argilo-sulfatés des Marnes Irisées inférieures est dominée par deux types de minéraux connus pour leur propriétés gonflantes en milieu aqueux, les smectites et l'anhydrite. Les proportions relatives de ces minéraux varient à la manière d'une solution solide ; en d'autres termes, les différentes lithologies sont comprises entre un pôle « argilite » et un pôle « anhydrite ».

Les carbonates sont représentés essentiellement par la magnésite dont les teneurs varient entre 0 et 35%. La dolomite se rencontre au sommet de l'unité des « Marnes à anhydrites » ainsi qu'à la base de l'unité N. L'origine de la calcite rencontrée uniquement dans un échantillon du sondage Sc-1 de Dieuze est ambigüe : le caractère affleurant des Marnes à anhydrite dans ce secteur et la présence de gypse en filonets laissent penser à une origine récente de carbonates de calcium par altération ; cependant le caractère distal du sondage Sc-1 permet aussi d'envisager une origine plus ancienne avec un accroissement de la teneur den calcium des carbonates vers le centre du bassin (Dieuze correspondant à une bordure de ce dernier).

Quartz, halite, pyrite et célestine constituent les minéraux accessoires des Marnes Irisées inférieures.

L'homogénéité d'organisation microscopique de l'anhydrite contraste nettement avec la grande hétérogénéité d'organisation macroscopique de ce même minéral ; l'anhydrite est essentiellement de type microprismatique, et ce quel que soit le faciès considéré : lorsqu'elle est concentrée sous la forme de nodules, lamines et d'enterolithes, elle forme des plages pure d'anhydrite microgrenue. La matrice argileuse contient principalement de l'anhydrite microprismatique diffuse ou sous forme de veinules.

La comparaison des masses volumiques du solide et des valeurs de porosité connectée indique que les faciès argileux sont relativement poreux face à l'anhydrite massive dont la porosité connectée totale n'excède pas 2%. Ce résultat, couplé à l'homogénéité de l'habitus de l'anhydrite quelle que soit la lithologie, permet d'affirmer que la porosité intergranulaire des plages d'anhydrite est quasi-nulle. La porosité connectée est donc concentrée dans la matrice argileuse ou à ses bordures (contact anhydrite/matrice).

En termes de géométrie du réseau poreux connecté, les faciès argileux des Marnes irisées inférieures sont définis par une porosité de type fissure, à l'inverse de la géométrie du réseau poreux des argilites silteuses des Marnes Irisées Moyennes : de véritables pores sont reliés entre eux par des goulets.

CHAPITRE 4. EVOLUTION MICROSCOPIQUE DES MARNES IRISEES INFERIEURES ET MOYENNES EN PRESENCE DE SAUMURES

4.1. INTRODUCTION

Ce chapitre est axé sur l'étude des phénomènes chimiques résultant du contact entre roches et saumures saturées. Les roches argilo-sulfatées sont connues pour leurs propriétés gonflantes en présence d'eau. Ces caractéristiques sont liées à la présence de phyllosilicates gonflants et du sulfate de calcium anhydre. Les modalités de gonflement de ces deux types de minéraux en milieu aqueux sont régies par des mécanismes sensiblement différents. La propension des argiles à gonfler est relativement bien décrite dans la littérature et ce quel que soit la force ionique de la solution aqueuse en contact. Cependant, la capacité de l'anhydrite à s'hydrater en gypse en présence de saumure saturée est moins documentée et les travaux qui font référence dans ce domaine sont relativement anciens (Hardie, 1967).

Dans le cadre de sa thèse, Nothnagel (2003) a suivi l'évolution macroscopique (fissuration) d'échantillons de Marnes Irisées Inférieures immergés un an dans une saumure saturée synthétisée à partir de sel de table. Ces résultats attestent d'une fissuration macroscopique pour les faciès argileux en présence de saumure et en présence d'eau. Les « saumures d'exploitation » extraites au niveau des cavités de dissolution et provenant du lessivage des Marnes Irisées inférieures ne sont pas que de simples saumures de chlorure de sodium. Ainsi, l'extrapolation des résultats de Nothnagel (2003) aux interactions roches-saumure se produisant au niveau des exploitations souterraines de sel de Lorraine paraît hasardeuse. De plus, la minéralogie et la microtexture des échantillons utilisés n'a été ni caractérisée, ni suivie après immersion.

Afin d'étudier les mécanismes responsables des modifications microscopiques et macroscopiques des Marnes Irisées Inférieures et Moyennes en saumure, nous avons mis en œuvre une démarche expérimentale de type batch reposant sur un contact prolongé d'échantillons de roche et de saumures. Les paramètres suivis en fonction du temps ont été :

- les modifications macroscopiques,
- la composition de la solution,
- la conductivité ionique des solutions,
- la pétrofabrique.

Enfin, l'évaporation contrôlée des saumures utilisées lors de cette expérience couplée à l'analyse minéralogique des précipités ont été effectués afin de comparer les résultats de l'expérimentation décrite dans ce chapitre avec ceux des travaux antérieurs.

La première partie de ce chapitre présente les interactions physico-chimiques entre roches et minéraux identifiés par les analyses minéralogiques et un milieu aqueux ; la seconde partie traite de la mise en œuvre de l'expérimentation, une troisième présente les résultats et une dernière constitue une discussion et une synthèse.

4.2. MODALITES DE GONFLEMENT DES MARNES IRISEES INFERIEURES : SYNTHESE DES TRAVAUX ANTERIEURS

La caractérisation minéralogique des Marnes Irisées Inférieures a permis l'identification de minéraux particulièrement sensibles à la présence d'un milieu aqueux en raison de leur propriété gonflante : des argiles de type smectite et interstratifiés irréguliers chlorite/smectite ainsi que le sulfate anhydre de calcium : l'anhydrite. A l'exception des échantillons de Dieuze (cf. 2.2) où les Marnes Irisées Inférieures auraient été altérées en raison de leur affleurement, anhydrite et argiles gonflantes sont présentes à chaque niveau de la formation.

Une saumure saturée, d'un seul ou de plusieurs sels, constitue un milieu aqueux à part entière. Le gonflement de l'anhydrite et/ou d'argiles au contact d'un tel fluide doit donc faire l'objet d'une attention toute particulière. Cette partie dresse un état de l'art sur les modalités de gonflement de l'anhydrite et des argiles.

4.2.1. Le gonflement des argiles 2 :1

4.2.1.1. Nature et propriétés de surface des argiles

Les minéraux silicatés dits argileux appartiennent à la famille des phyllosilicates : ils sont constitués d'un empilement régulier de couches bidimensionnelles d'atomes en symétrie :

- tétraédrique reliés par des atomes d'oxygène ; la couche correspondante est notée « T »,
- octaédrique reliés par des groupements hydroxyles; la couche correspondante est notée « O ».

Ces couches sont reliées entre elles par des oxygènes communs, formant ainsi un feuillet ; un assemblage de feuillet est désigné ici par le terme agrégat. Certains feuillets ne sont constitués que d'une couche tétraédrique reliée à une octaédrique (feuillets T-O ou encore 1 :1) tandis qu'un second groupe de feuillets est caractérisé par une couche octaédrique entre deux autres tétraédriques (feuillets T-O-T ou encore 2 :1). Des substitutions isomorphiques dans les cavités des empilements peuvent donner place à des cations Al^{3+} ou Fe^{3+} en position tétraédrique à la place des Si^{4+}, et à des cations Mg^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+} ou Li^{+} en position octaédrique à la place des cations Al^{3+}. Ce non respect des valences provoque un excès de charges négatives dans le feuillet, qui est neutralisé par la présence de cations compensateurs dans les espaces inter-foliaires (Van Olphen, 1964). Le nombre d'équivalents cationiques nécessaires pour compenser ce déficit de charge structurale est appelé capacité d'échange cationique (CEC), car ces cations sont échangeables avec le milieu environnant. La CEC est un paramètre intrinsèque d'une argile.

Les argiles sont classées selon différents critères :

- le type de feuillet : T-O, T-O-T,
- l'occupation des sites octaédriques : série dioctaédriques quand deux sites sur trois sont occupés par des cations trivalents, et série trioctaèdrique quand tous les sites sont occupés par des cations divalents,
- le déficit de charge par maille, et la localisation de ces déficits (octaédrique ou tétraédrique).

Tableau 15: classification des phyllosilicates (d'après Decarreau, 1990).

Groupe	Nature du feuillet	Nature de la Couche octaédrique	Charge par ½ maille	Exemples
1- kaolin	1:1	dioctaédrique	0	kaolinite, dickite, nacrite,
serpentine		trioctaédrique		chrysotile, antigorite, lizardite
2- pyrophyllite	2:1	dioctaédrique	0	pyrophyllite, ferripyrophyllite
talc		trioctaédrique		talc, willemseite
3- mica	2:1	dioctaédrique trioctaédrique	1	muscovite, paragonite, phlogopite, biotite, lepidotite
mica dur		dioctaédrique trioctaédrique	2	margarite clintonite, anandite
4- chlorite	2:1:1 feuillet hydroxyle	dioctaédrique di-trioctaédrique trioctaédrique	variable	donbassite cookeite, sudoite clinichlore, chamoisite, nimite
5- smectite	2:1	dioctaédrique trioctaédrique	0,2 – 0,6	montmorillonite, beidellite saponite, hectorite, sauconite
vermiculite	2:1	dioctaédrique trioctaédrique	0,6 – 0,9	vermiculite dioctaédrique vermiculite trioctaédrique
6- palygorskite	2:1		variable	palygorskite
sépiolite	rubans			sépiolite

4.2.1.2. Gonflement cristallin et gonflement osmotique

Pour des activités de l'eau comprises entre 0.25 et 0.95, un gonflement cristallin se produit. Il correspond à l'hydratation des cations échangeables dans les espaces interfoliaires de l'argile (Cases et

al., 1992 ; Sposito, 1992). Du fait de l'énergie d'hydratation des cations interfoliaires, les molécules d'eau fixées sur ceux-ci rompent les forces d'attraction électrostatiques entre cations et feuillets, et, permettent une ouverture plus ou moins grande des espaces interfoliaires. Cases et al. (1992, 1998) et Bérend et al. (1995) ont suivi par gravimétrie d'adsorption de vapeur d'eau , par diffraction des rayons X sous humidité relative) et par microcalorimétrie d'adsorption l'évolution structurale et texturale de montmorillonites homoïoniques au cours de l'hydratation (P/P0<0.98). Ils ont montré que pour des pressions relatives supérieures à 0.25, les cations interfoliaires s'hydratent et provoquent l'écartement discontinu des feuillets en trois paliers successifs. Chaque palier est interprété comme une ouverture supplémentaire de 3 Å de l'espace interfoliaire, correspondant à la distance nécessaire pour loger une nouvelle couche de molécules d'eau dans la sphère d'hydratation du cation compensateur. La distance basale peut ainsi croître jusqu'à 20 Å au cours du gonflement cristallin.

L'écartement des feuillets varie selon :

- la localisation et la densité des déficits de charge dans la structure (Slade et al., 1991),
- la valence des cations compensateurs ; elle est favorisée avec des cations ayant une grande énergie d'hydratation. Bérend et al., (1995) et Cases et al. (1998) ont démontré qu'en présence de cations monovalents, c'est l'état d'hydratation à une couche qui est prépondérant sur un large domaine de pressions partielles, alors que pour les cations divalents, l'espace interfoliaire s'hydrate à deux couches dès les faibles pressions partielles.

Le gonflement osmotique intervient pour des pressions partielles en vapeur d'eau proches de 1, sans discontinuité d'hydratation par rapport au gonflement cristallin. Il correspond à une ouverture continue et beaucoup plus large des espaces interfoliaires. Au-delà de 3 à 5 couches de molécules d'eau, cet espace est suffisamment grand pour laisser pénétrer l'eau « libre » et les ions de la solution. Ces derniers s'organisent alors en une couche diffuse autour de la particule. Le gonflement résulte alors de la différence de pression osmotique entre la surface de la particule et l'eau interstitielle (Delville, 1991). Son amplitude dépend donc essentiellement de la concentration en cations à la surface de la particule. Or, les cations monovalents étant plus nombreux que les multivalents, ils sont plus propices au gonflement osmotique. L'ion potassium constitue un cas particulier puisque, en raison de son encombrement très proche des dimensions de la cavité trigonale, il est fortement lié au feuillet et provoque une faible hydratation (Jin, 1994).

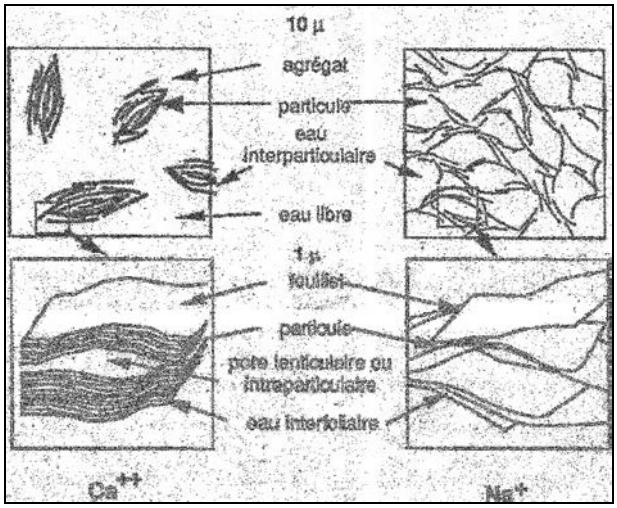


Figure 74: représentation schématique de montmorillonites homoïoniques Ca++ et Na+ suite à un gonflement osmotique (Jin, 1994).

Cette distribution des cations en deux couches peut être décrite par le modèle de la double-couche. Ce modèle comprend la couche de Stern (fig.75) dans laquelle les ions de charge contraire à la charge de surface (cations compensateurs) sont en interaction directe avec les sites de surface (groupements Me-OH amphotères). Les molécules d'eau sont structurées à la fois par interaction avec les sites de surface qui traduisent la structure cristalline du solide, et par hydratation des cations compensateurs. Le plan moyen de la couche de Stern est nommé plan interne de Helmholtz (IHP). Le plan externe de la couche de Stern, ou plan externe de Helmholtz (OHP) de cette couche n'est pas électriquement neutre, en raison d'une part des répulsions électrostatiques des contre-ions entre eux et d'autre part de l'agitation thermique. La charge de l'OHP est inversement corrélée à la concentration de l'électrolyte en solution. A

cette couche de Stern est associée une couche diffuse de contre-ions en interaction électrostatique avec la charge de surface, dans laquelle l'eau est libre.

.

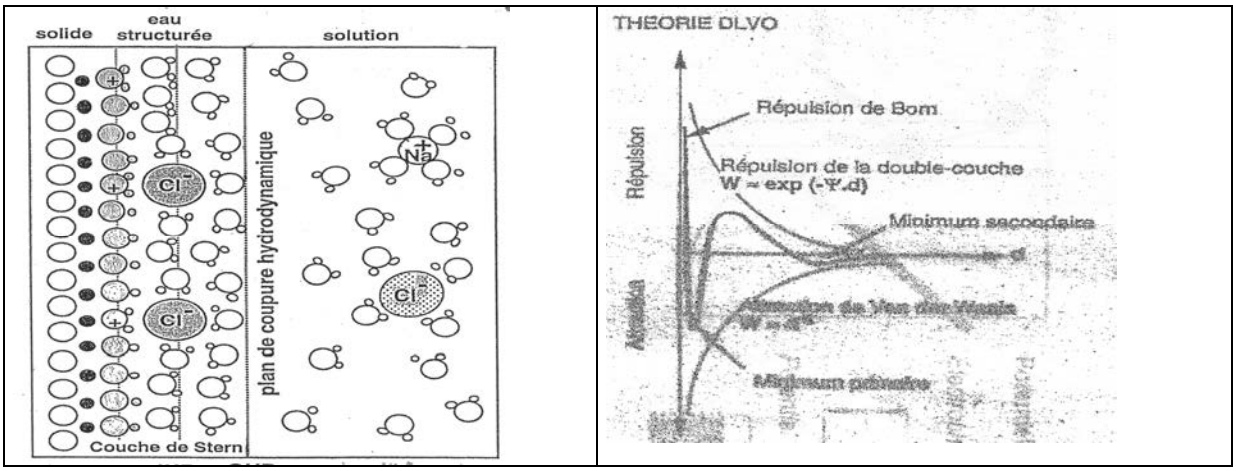


Figure 75 : aspects chimique et physique de la double couche.

Le bilan entre forces de Van der Walls et pression osmotique rend compte d'un puits énergétique (minimum primaire) (fig.75), expliquant ainsi la stabilité de la couche diffuse (Thomas, 1998). Au delà de cette couche, le bilan, dominé par la pression osmotique, est de type répulsif. Le gonflement résultant est appelé gonflement osmotique.

4.2.1.3. Gonflement en présence de saumure saturée

Etats énergétiques de l'eau

pF log P (cm eau)	Activité de l'eau P/Po	Pression gazeuse (bar)	Taille pores Kelvin (µm)	Force ionique (M)	Temp. congélation (°C)
1	0,999993	0,01	150	$2,2\ 10^{-4}$	
2	0,999927	0,1	15	$2,2\ 10^{-3}$	
3	0,99927	1	1,5	$2,2\ 10^{-2}$	-0,08
4	0,9927	10	0,15	$2,2\ 10^{-1}$	-0,8
4,2	0,9888	15,8	0,095	$3,4\ 10^{-1}$	-1,26
4,67	0,9669	46,4	0,032	1,0	
5	0,927	100	0,015	2,2	-8,37
5,48	0,8	305	0,005	6,0	
5,7	0,695	500	0,003		
6	0,484	1000	0,0015		

Méthodes d'étude en relation avec l'activité de l'eau et l'échelle d'observation

- Gonflement cristallin
  - Faibles activités : P/Po ≤ 0,97
  - Gravimétrie d'adsorption d'eau
  - Diffraction X sous pression de vapeur contrôlée
- Gonflement osmotique
  - Fortes activités : P/Po ≥ 0,97
  - Oedométrie
  - Microcapillarité
  - Diffusion X aux petits angles

Figure 76: états énergétiques de l'eau et gonflement des argiles (Jin, 1994).

Le gonflement des argiles, et en particulier leur hydratation, est fonction de l'activité de l'eau. Pour des activités de l'eau supérieures à 0.96, les répulsions électrostatiques et les forces osmotiques engendrent un gonflement à l'échelle macroscopique, dans le sens ou les déformations du géomatériau considéré sont perceptibles (Mulder et al., 1992). Dans le cas d'un gonflement cristallin, l'augmentation volumique liée à l'hydratation des feuillets est compensée par une décroissance du volume poreux : le matériau correspondant ne gonfle pas à l'échelle macroscopique (Bihannic, 1998). Voilà pourquoi le gonflement cristallin est également appelé gonflement microscopique.

4.2.2. Le gonflement de l'anhydrite

Le sulfate de calcium se présente sous des formes différentes suivant son degré d'hydratation :

- complètement hydraté, à raison de deux molécules d'eau fixées par une molécule de calcium. Cette configuration correspond au gypse (di-hydrate),
- partiellement hydraté – chaque molécule de sulfate de calcium fixant une demi-molécule d'eau – c'est l'hémi-hydrate ou encore bassanite, corps instable à toutes les températures, absent dans la nature et constituant l'essentiel des plâtres,
- anhydre ; on rassemble sous le vocable « anhydrite » les diverses variétés cristallines du sulfate de calcium anhydre (Sahores, 1962).

Le gonflement de l'anhydrite désigne ici la conversion de l'anhydrite en gypse ; le terme « gonflement » étant justifié par l'accroissement volumique induit par l'hydratation en di-hydrate (gypse).

Après une présentation des propriétés cristallographies de ces sulfates de calcium, on s'intéressera aux modalités d'hydratation de l'anhydrite (température, activité de l'eau, catalyseurs) et à son effet sur le comportement mécanique des roches dont elle fait partie.

4.2.2.1. Propriétés cristallographiques

L'anhydrite

Le terme anhydrite regroupe 3 formes cristallines du sulfate de calcium anhydre. Selon la classification de Kruis et Sprath (Sahores, 1962), les diverses variétés sont désignées par des chiffres romains, le sens de numérotation permettant d'indiquer la succession thermodynamique des phases. Suivant l'usage, la numérotation commence par la phase stable se formant à partir de l'état fondu ; l'anhydrite I obtenue par refroidissement en dessous de 1193°C. L'anhydrite III, ou encore anhydrite soluble, a été découverte par Van t'Hoff en 1900. Elle passe sous forme d'anhydrite II par transformation monotropique.

Au niveau des Marnes Irisées inférieures, seule l'anhydrite II, communément appelée anhydrite naturelle, a été identifiée. L'anhydrite II cristallise dans la classe bypiramidale du système orthorhombique. Sa structure est composée de chaînes Ca…SO4….Ca (alternance des atomes de calcium et des groupements tétraèdriques sulfate à une distance de 3.1 Å) avec existence de canaux de section sensiblement rectangulaire et de faibles dimensions, parallèles à l'axe a.

Tableau 16: dimensions des axes cristallographiques de l'anhydrite II.

a (Å)	b (Å)	c (Å)	auteurs
6.21	6.95	6.96	Rinne et al., 1925
6.19	6.94	6.94	Dickson, 1926
6.991	6.996	6.238	Deer et al., 1962

Le gypse

Le sulfate de calcium di-hydraté cristallise dans le système monoclinique. Les paramètres de la maille élémentaire sont regroupés dans le Tableau 17.

Tableau 17: dimensions des axes cristallographiques du gypse.

a (Å)	b (Å)	c (Å)	auteurs
5.6	15.2	6.5	Sipple, 1999

4.2.2.2. Processus physico-chimique

Au XIX^{e} siècle, deux théories s'opposaient pour expliquer le processus physico-chimique de l'hydratation de l'anhydrite. Certains auteurs proposaient un processus colloïdal pour décrire le phénomène : au contact de l'eau, il se forme un gel intermédiaire, à partir duquel se développent les cristaux aciculaires de gypse. Mais ce modèle fut abandonné au profit de celui proposé par Le Chatelier en 1887 dans le cadre plus général de la Théorie de l'Hydraulicité (Sahores, 1962): Au contact de l'eau, l'anhydrite se dissout jusqu'à saturation en donnant une solution sursaturée par rapport au di-hydrate qui seul est stable dans les conditions normales de température et de pression. et, qui, par conséquent, précipite. Le sulfate de calcium se dépose ainsi sous forme de gypse dont la cristallisation commence dans la solution, soit spontanément, soit à partir de nuclei sulfatés de germination. Une nouvelle quantité d'anhydrite peut alors se dissoudre à son tour et le processus continue, s'il y existe suffisamment d'eau, jusqu'à l'hydratation et la recristallisation sous forme de gypse de la totalité de l'anhydrite initiale. En réalité, ces différents phénomènes ont lieu simultanément, la dissolution continuelle de nouvelles quantités d'anhydrite compensant l'appauvrissement de la solution causé par la cristallisation du di-hydrate. Tel est l'essentiel de la théorie, aujourd'hui unanimement adoptée, d'Henry Le Chatelier.

$$CaSO_4 \quad + \quad 2H_2O \longrightarrow (CaSO_4, 2H_2O) \qquad (1)$$

Dans l'équation (1), on constate qu'une mole d'anhydrite réagit avec 2 moles d'eau pour former une mole de gypse. Sachant qu'anhydrite et gypse ont une masse volumique de 2.96 et 2,31 g.cm^{-3} respectivement et que leurs masses molaires valent 136 et 172 g.mol-1, l'augmentation volumique de la phase solide est :

$$\varepsilon vol= (\Delta V)/V=-(172/2.31 – 136/2.96)/(136/2.96) *100=68\%$$

Ainsi, lorsque de l'anhydrite, contenue dans un milieu poreux accessible à une eau saturée vis-à-vis du gypse, s'hydrate, le produit formé occupe un volume égal à 1,68 fois le volume occupé par le sulfate de calcium initial. Cet accroissement génère des contraintes qui peuvent déstructurer le volume poreux initial, on parle alors de gonflement de l'anhydrite.

L'accélération de l'hydratation peut être obtenue de trois façons (Delporte, 1988):

- soit en augmentant la solubilité de la phase anhydre par rapport à celle du di-hydrate (mécanisme 1),
- soit en augmentant la vitesse de dissolution de l'anhydrite (mécanisme 2),
- soit en favorisant la formation de cristaux de gypse (mécanisme 3).

4.2.2.3. Les catalyseurs ioniques (mécanismes 2 et 3)

Dans l'industrie des liants hydrauliques sulfatés, divers promoteurs sont ajoutés aux mélanges anhydrite/eau et bassanite/eau en vue d'obtenir une prise relativement rapide en gypse de grande taille. Dans cette partie sont présentés les catalyseurs les plus couramment utilisés.

La présence de potassium dissout dans une solution saturée en sulfate de calcium (par rapport au gypse) accélère la vitesse de dissolution de l'anhydrite par consommation rapide des ions solvatés Ca^{2+} et $S0_4^{2-}$ pour former de la syngénite, sulfate mixte de calcium et potassium ; ce dernier composé étant très peu soluble face au gypse (Delporte, 1988). L'ion potassium présente l'effet accélérateur le plus important en milieu sulfaté, la séquence d'ions par influence décroissante est la suivante : K+>NH4+>Na+>Ca2+>Cu2+>Al3+ (Clifton, 1973).

Certains sulfates peuvent favoriser la germination du gypse en constituant des germes de nucléation. Outre le gypse lui-même, la jarosite, sulfate mixte de calcium et de fer, en constituant un exemple (Delporte, 1988). Dans le même ordre d'idée, le strontium favorise la nucléation du gypse en tant qu'élément se substituant au calcium dans le réseau du di-hydrate (Génin, 1985).

4.2.2.4. Effets de l'activité de l'eau et de la température (mécanisme 1)

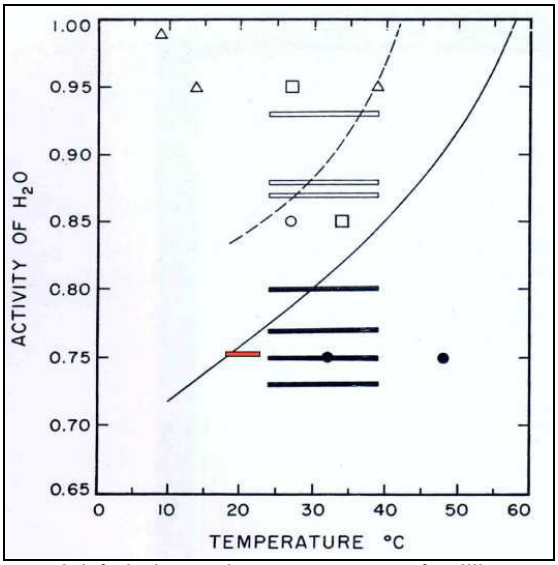


Figure 77:diagramme température-activité de l'eau de saumures en équilibre avec du gypse (figurés à fond blanc) ou de l'anhydrite (figurés noirs) dans des évaporites naturelles. Courbe d'équilibre gypse/anhydrite en pointillé : Bock, 1961 ; courbe pleine : Hardie.1967.

Afin de proposer des modèles génétiques pour la formation des évaporites sulfatées, de nombreux auteurs se sont intéressés aux conditions de stabilités du gypse et de l'anhydrite dans diverses saumures. En d'autres termes, ces travaux sont axés notamment sur l'effet de l'activité de l'eau et de la température vis-à-vis du système $CaSO_4$-H_20. Les résultats correspondants sont reportés sur la Figure 77. Ce diagramme dénote clairement des désaccords au niveau des droites d'équilibre gypse=anhydrite+$2H_2O$. Ces contradictions semblent s'expliquer par l'utilisation de valeurs thermodynamiques entachées d'incertitudes importantes d'une part, et également par la diversité des procédures expérimentales ayant permis l'obtention des courbes de solubilité du gypse et de l'anhydrite d'autre part. Tandis que Bock (1961) a obtenu ces courbes à partir de l'évaporation de solution sous-saturées en calcium et sulfates, Hardie a placé en système fermé des solutions d'acide sulfurique ou de sulfates de sodium afin d'imposer l'activité de l'eau désirée ; ces solutions saturées en sulfates et calcium ont été ensuite mise au contact de cristaux de gypse et ou d'anhydrite à température constante. Selon Hardie, la température d'équilibre du système gypse-anhydrite aux fortes activités de l'eau (>0.95) serait supérieure à 50°C. En regard des travaux exp érimentaux plus récents (Delporte, 1988) et basés sur de simples études solubilité, cette valeur semble anormalement élevée. Un autre point remarquable dans les travaux de Hardie réside dans l'emploi d'acide sulfurique très concentré pour imposer une activité de l'eau. Une nouvelle variable, apparemment négligeable pour l'auteur, est ainsi introduite dans son étude : le pH et en particulier l'effet de pH très acides sur la solubilité des sulfates de calcium. Pour conclure, bien que les résultats de Hardie semblent correspondre le mieux aux analyses effectuées sur des évaporites actuelles, la position de la courbe d'équilibre gypse/anhydrite dans le plan température/ activité de l'eau semble floue. Pour obtenir une telle courbe, il faudrait obtenir les solubilités des sulfates de calcium à partir d'une procédure fixant de manière rigoureuse le pH et la pression du système.

Comme précisé plus haut, l'activité de l'eau dans une saumure saturée en chlorure de sodium est de l'ordre de 0.75. Si l'on considère la part des sulfates sur l'activité de l'eau comme étant négligeable, cette valeur s'applique également pour une saumure de cavité saturée en chlorure de sodium et sulfate de calcium. La température des Marnes irisées inférieures au niveau du plateau de Haraucourt (position des exploitations de sel par dissolution de Lorraine) est de l'ordre de 12 à 13°C (Nothnagel, 2003). D'après la Figure 77, ces valeurs d'activité de l'eau et de température s'inscrivent dans le domaine de stabilité du gypse d'après Hardie (1967), et dans celui de l'anhydrite pour Bock (1961).

En d'autres termes, les Marnes irisées inférieures au contact d'une saumure de cavité peuvent, d'après les derniers travaux portant sur la stabilité du sulfate de calcium en saumure (Hardie, 1967), d'un point de vue purement chimique, être affectées d'un gonflement de l'anhydrite. Il paraît donc intéressant de connaître les valeurs de pression de gonflement relative à une telle hydratation au sein de roches argilo-anhydritiques.

4.2.3. Pression de gonflement associée aux roches argilo-sulfatées

Cette partie dresse un bilan des diverses valeurs de pression de gonflement obtenues in situ et en laboratoires sur des roches argilo-anhydritiques. L'influence de la procédure expérimentale sur les résultats est présentée.

4.2.3.1. Mesures in situ

Steiner (1993) a recensé diverses pressions de gonflement mesurées dans de tunnels européens recoupant des roches anhydritiques. Ces résultats sont reportés dans le Tableau 18. Les valeurs maximales de pression de gonflement mesurées in situ dépassent 4MPa. Les valeurs moyennes se situent entre 1,6 et 2,0 MPa.

Tableau 18: pressions de gonflement in situ de divers argilites à anhydrite (d'après Steiner, 1993)

Ouvrage/ localité	Valeur moyenne de pression de gonflement (MPa)	Gamme de pression de gonflement (MPa)	Technique de mesure	Références
Tunnel de base de Hauenstein	1,8 1,2	1,4 -2,5	Vérins plats	Steiner et al., 1989
Tunnel de Belchen	 1,6 2,27	>1,2 0-3 Max=4,36	Capteurs de pressions	Grob et al., 1972 Schilinger, 1970 Werder, 1989 Gysel, 1992
Tunnel de Engelberg		0,1- 0,2	Capteurs de pressions placés entre béton projeté et massif	Spaun, 1979
Tunnel , Stuttgart	<0,5		Déduite des déformations	Wittke et al. 1979
Tunnel de Wagenburg	2 3 2,8 2	<4 <4,8 1-5	Cellules de contraintes placées en dessous de l'aboutement	Krause et al., 1979 Henke et al., 1979 Wichter, 1989, 1985 Paul et Wichter, 1992
Tunnel de Heslach		Max= 3,3	Cellules de contraintes	Beiche, 1990
Tunnel de Freudenstein	2,4		Cellules de contact entre radier et extrados	Prommersberger, 1989 Ted et al, 1992

4.2.3.2. Mesures en laboratoire

Les valeurs de pression de gonflement mesurées en laboratoire sont regroupées dans le Tableau 19. Celles-ci varient sensiblement en fonction de la procédure expérimentale. Sahores (1962), fut l'un des premiers à étudier le comportement gonflant de l'anhydrite dans les tunnels. Le gonflement d'une anhydrite massive se caractérise par une pellicule superficielle de gypse (Huder et Amberg, 1970) tandis que pour l'anhydrite contenue dans les sols, l'eau accède aux grains individualisés et le matériau gonfle. Concernant les anhydrites argileuses du tunnel de Wagenburg (Henke et al., 1975), la « valeur équivalente de pression de gonflement » obtenue est la contrainte nécessaire pour compenser les déformations : les éprouvettes se sont déformées puis on été chargées jusqu'à retrouver leurs dimensions initiales. Durant la phase d'expansion, du gypse s'est formé.

D'après Steiner, le raccourcissement mécanique jusqu'à sa hauteur initiale tend à déshydrater les néoformations gypseuses, ce qui requiert une pression relativement importante (60 Mpa). Ainsi les pressions obtenues sont des combinaisons de pression de gonflement et de pression de reconversions du gypse en anhydrite. Sans même évoquer de déshydratation du gypse, les échantillons recomprimés possèdent alors une pétrofabrique sensiblement différente de celle initiale. De ce fait, les valeurs de pression de Henke ne sont pas représentatives du gonflement des échantillons.

Les valeurs extrêmes de pression de gonflement obtenues par Kirschke (1987,1992) correspondent à trois fois la valeur du chargement uni-axial imposé aux éprouvettes. Le détail de la procédure employée par Beiche (Beiche, 1990) et Wichter (1992) n'est pas connu ; il est seulement fait état de l'utilisation de bâtis très rigides. Madsen et Nüesch (1990,1991) (fig.78) ont mesuré des pressions de gonflement selon les recommandations de la SMRI. L'eau utilisée était saturée en sulfates de calcium vis-à-vis du di-

hydrate. Les déformations de l'échantillon ont été compensées uniquement lors des premiers jours d'essai, lorsque le gonflement argileux a eu lieu. La valeur maximale de pression de gonflement (4,7 MPa) a été obtenue pour une teneur en argile comprise entre 10 et 15%. Utilisant la même procédure, Steiner (1993) obtient des valeurs équivalentes après 700 jours d'essais.

Tableau 19: mesures de pressions de gonflement en laboratoire sur des argilites anhydritiques.

Situation ou source	Gamme de pression de gonflement	Moyenne de pression de gonflement	Procédure expérimentale	Commentaires	Références
Université de Toulouse		1,6 MPa			Sahores, 1962
Anhydrite massive	0,1–0,2 MPa			Néoformation gypseuse en surface	Gassman et al., 1979
Sol anhydritique		1,4MPa			Gassman et al., 1979
Tunnel de Belchen	0-4MPa	1,6			Grob, 1972 Huder et Amberg, 1970
Tunnel de Wagenburg	1-16MPa		L'expansion de l'échantillon est compensée	Obtention d'une valeur équivalente de pression de gonflement	Henke et al., 1979
Tunnel de Freudenstein	>7MPa		Echantillons précontraints	Une fois la pression de gonflement stabilisée, la pression initiale a été appliquée	Kirschke, 1987, 1992
Tunnel de Helsach	>7MPa		Non spécifiée		
Tunnel de Hauenstein	1,7-4,7MPa		La déformation n'est pas compensée		Steiner, 1993
Forage en suisse	0,5-4,2MPa	2-3MPa	La déformation n'est pas compensée		Madsen and Nüesch, 1990, 1991

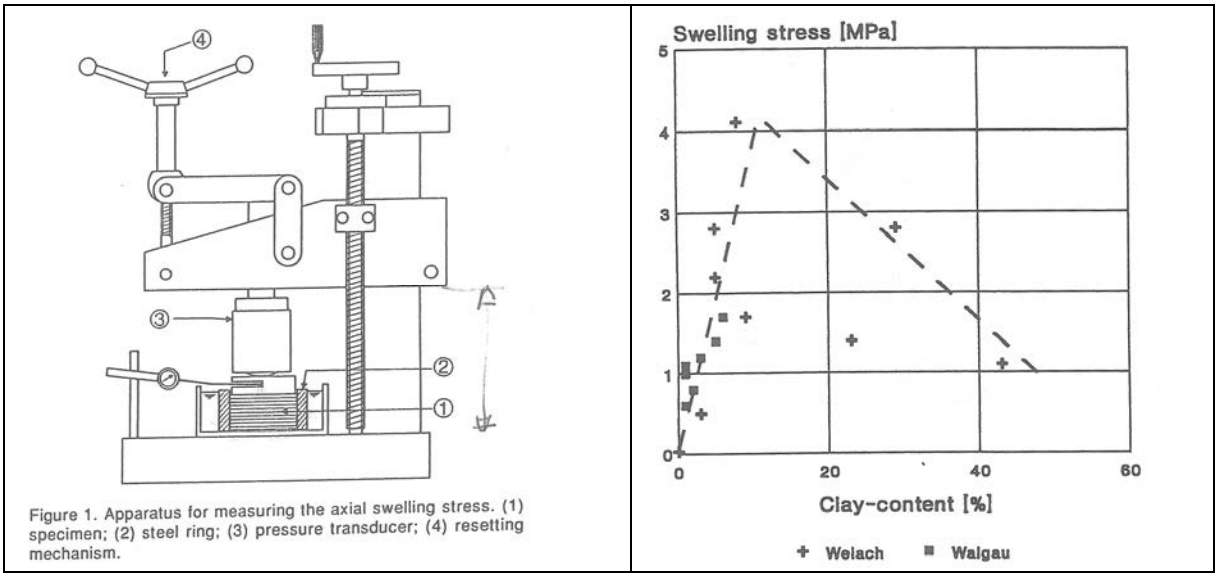


Figure 78: appareillage de Madsen et Nüesch et pressions de gonflement obtenues en fonction de la minéralogie.

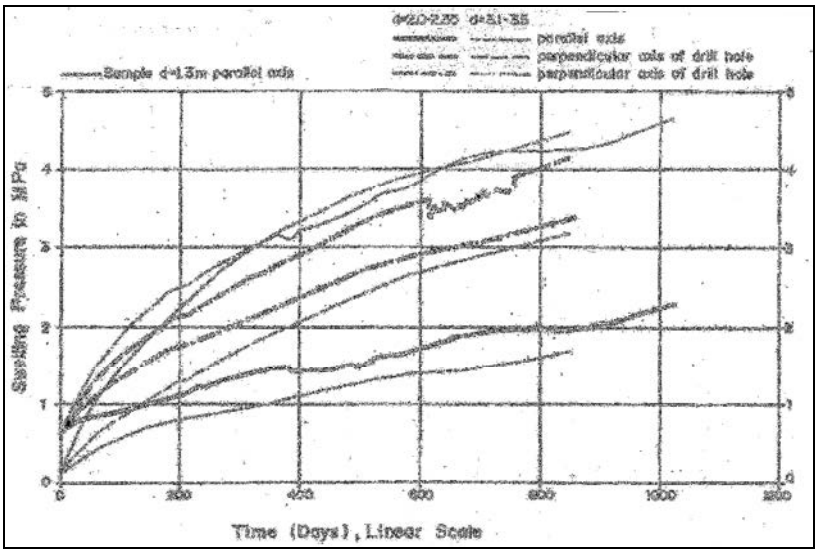


Figure 79: évolution en fonction du temps de la pression de gonflement pour des argilites à anhydrite (Steiner, 1992).

4.2.3.3. Conclusions sur les mesures et valeurs de pression de gonflement

Ainsi, l'hydratation de l'anhydrite se caractérise, au sein de roches argileuses, par une pression de gonflement pouvant atteindre 4,5 MPa. Cette réaction est réversible mais uniquement sous de fortes pressions (60 MPa). Lors d'un tel gonflement, le gypse néoformé modifie la pétrofabrique de l'échantillon, de ce fait, une pression exercée afin de compenser les déformations (colonnes de gauche et centrale sur fig.80) ne représente pas la pression de gonflement exercée par l'hydratation de l'anhydrite. Le seul dispositif de mesure permettant d'obtenir des valeurs représentatives des pressions de gonflement au sens strict du terme est celui utilisée par Madsen, Nüesch (1990,1991) et Steiner (1992) car les déformations n'y sont pas compensées (colonne de droite sur fig.80).

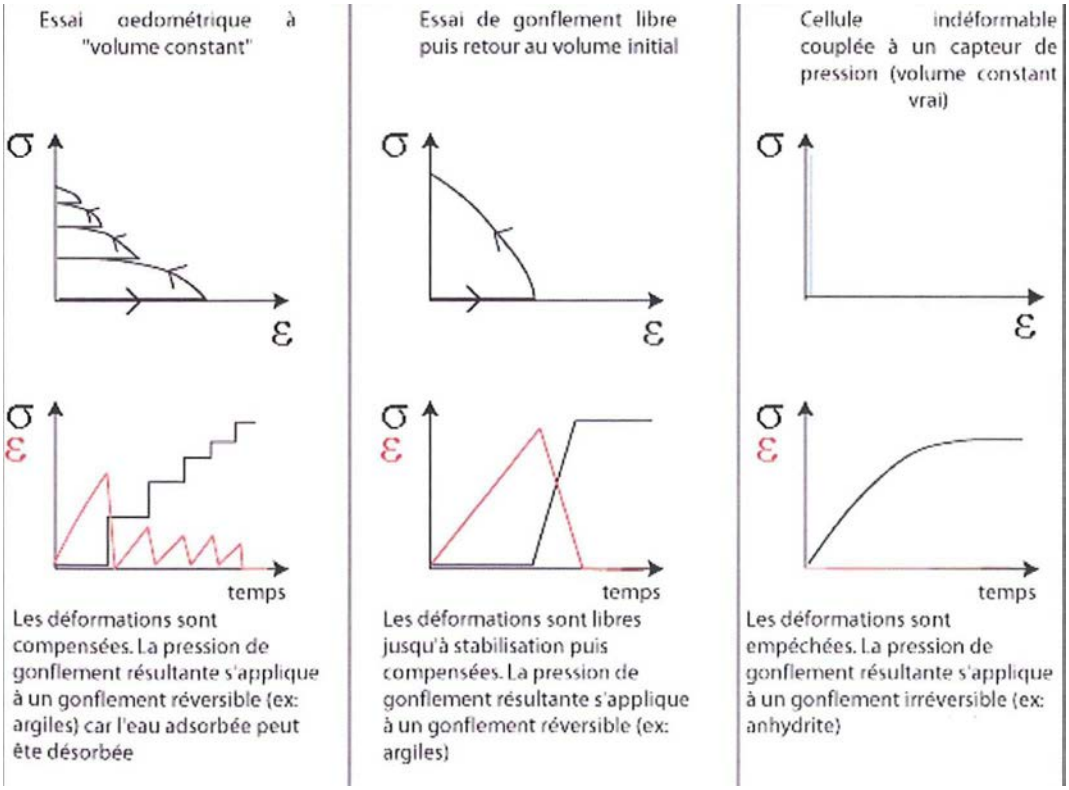


Figure 80: essais permettant de mesurer une pression relative au gonflement de roches argilo-sulfatées.

4.2.4. Modifications macroscopiques faisant suite à des interactions roche/saumure

Dans le cadre de sa thèse, Nothnagel (2003) a immergé deux faciès des Marnes à anhydrite dans une saumure saturée et dans de l'eau pendant un an.La saumure utilisée provient de la dissolution de sel de table. Les résultats sont illustrés par la Figure 81. Au contact de l'eau, l'argilite à anhydrite et l'argilite subissent clairement une fracturation isotrope importante. Celle-ci est maximale pour l'argilite qui se décompose en particules centimétriques. En présence de saumure saturée, seule l'argilite est affectée par des fissures relativement parallèles à la stratification.

Tous ces résultats sont en accord avec les résultats de travaux portant sur le gonflement des argiles et de l'anhydrite. Cependant, bien que le gonflement à l'eau soit plus important pour l'argilite que pour l'anhydrite, il est impossible de quantifier la part du gonflement argileux face à celle de l'anhydrite. En effet, aucune indication sur la composition minéralogique n'est fournie pour les faciès utilisés. De plus, l'emploi d'une saumure saturée issue de la dissolution du sel de table comme analogue d'une saumure de cavité s'avère constituer une extrapolation hasardeuse puisqu'on doit s'attendre à une dissolution des sulfates dans le premier cas (saumure de Nothnagel) tandis que les saumures de cavités sont saturées en sulfates de calcium (vis-à-vis du di-hydrate).

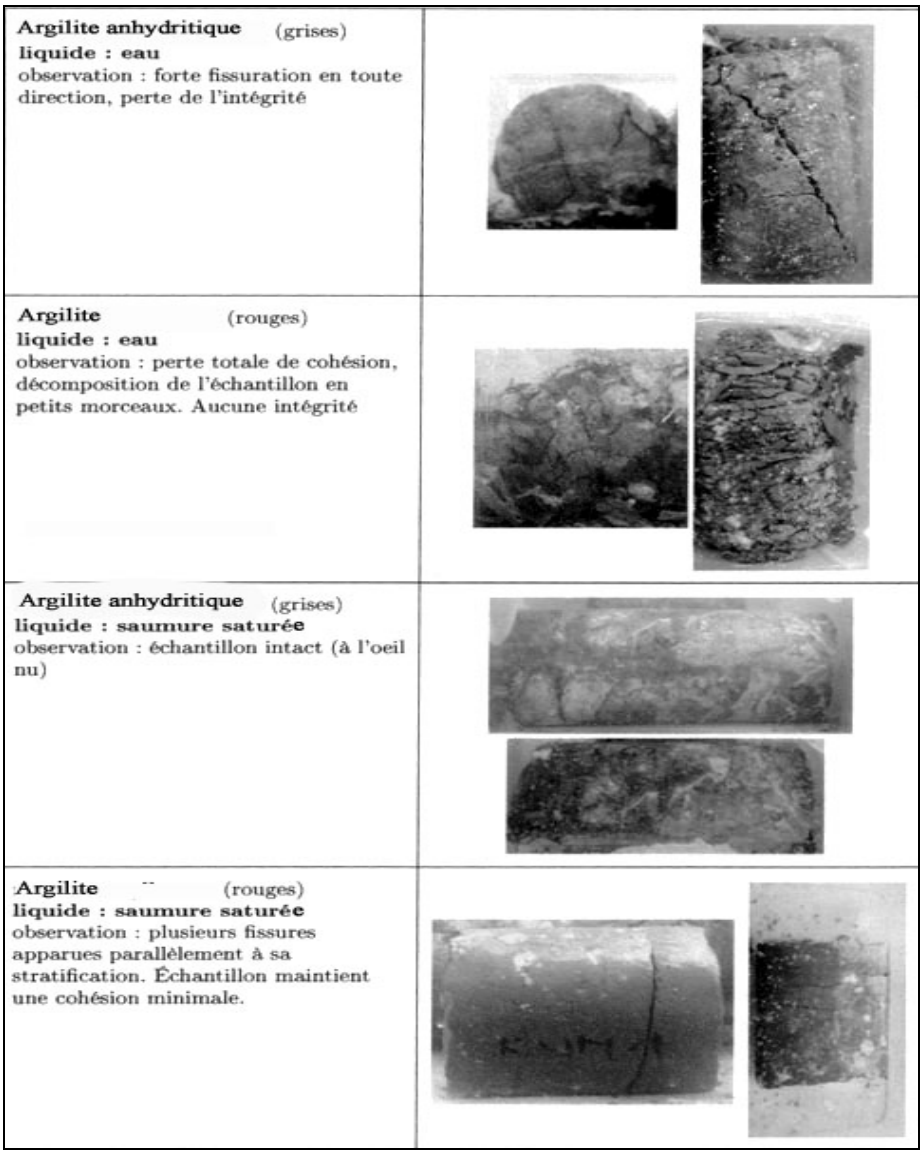


Figure 81: résultats d'un essai consistant à exposer les marnes à anhydrite à l'eau et à la saumure pendant un an (Nothnagel, 2003).

4.3. EXPERIMENTATION

4.3.1. Objectifs et démarche

L'expérimentation présentée dans cette partie vise à étudier l'origine de la dégradation de l'encaissant des niveaux de halite du Keuper Lorrain en présence de saumure. La démarche consiste à mettre en contact pendant un an les lithologies qualifiées de majeures avec des saumures saturées et d'étudier l'évolution de la phase solide et de la phase liquide durant cette période. La caractérisation minéralogique présentée en chapitre 3 rend compte de minéraux gonflants en présence d'une solution aqueuse, et en particulier l'anhydrite. Les analyses au cours de cette expérimentation tentent d'étudier la potentielle hydratation de ce minéral en gypse. Dans ce but, cinq séries de prélèvements ont été effectuées et ont permis l'analyse de la pétrofabrique des échantillons de roches ainsi que l'évolution des concentrations en ions mineurs des saumures.

4.3.1.1. Echantillonnage des roches

Faciès prélevés

Il a été montré dans le chapitre 2 que les « Marnes à anhydrite » regroupent un ensemble de lithologies comprises entre un pôle anhydritique et un pôle argileux. Pour ce qui est de la « Formation intermédiaire argilo-gréseuse », les seules lithologies disponibles au moment de la mise en œuvre de l'expérimentation (sondage CB3129) correspondent à une argilite silteuse et micacée.

Afin d'obtenir des échantillons comparables d'un réacteur à l'autre, chaque faciès a été prélevé de manière continue sur un même banc (sauf pour l'argilite anhydritique pour laquelle les deux tronçons sont séparés de 20cm). Tous les réactifs (roche et saumure) prévus pour être analysés à un même temps t contiennent des échantillons provenant d'un même tronçon de 6 cm de hauteur, chaque tronçon comprenant 3 échantillons. Pour chaque réacteur, un échantillon cylindrique de roche, obtenu par carottage au gazoil, a été introduit ; la masse de roche fixée pour l'expérimentation a été atteinte en ajoutant des fragments centimétriques. L'intérêt d'introduire des échantillons orientées et à géométrie contrôlée (cylindre) avait deux objectifs :

- pouvoir suivre l'évolution microscopique de la roche en fonction de la distance à l'interface solide liquide,
- observer des sections de roches orientées selon la stratification afin d'étudier un éventuel effet de cette surface sur l'évolution microscopique.

Les lithologies prélevées pour l'expérimentation sont les suivantes :

- une anhydrite massive

Le tronçon correspond au sous-faciès « anhydrite entérolithique » et a été prélevé entre les cotes 142 et 141.65 m (fig. 82). Ce sous-faciès a été préféré au faciès à « lamines de précipitation directe » car, à l'échelle du sondage CB3129, il est le plus représenté et correspond aux bancs d'anhydrite les plus épais.

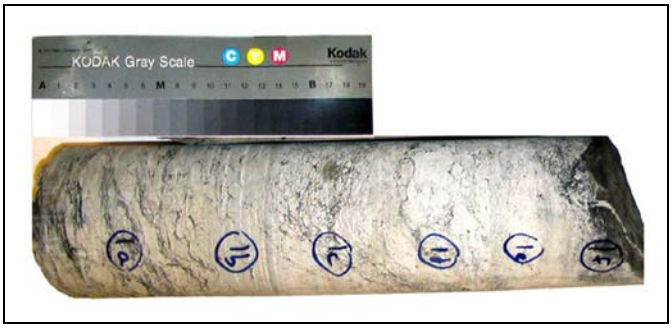


Figure 82 : tronçon d'anhydrite entérolithique prélevé pour l'essai batch. On y observe une proportion non négligeable d'argile (en gris) encadrant les entérolithes.

Tableau 20:composition minéralogique deux échantillons du tronçons d'anhydrite (simulations ROCKJOCK).

Echantillons	anhydrite	quartz
Anh 1a	98	2
Anh 1d	98.2	1.8

- une argilite silteuse et micacée de la « Formation intermédiaire argilo-gréseuse »

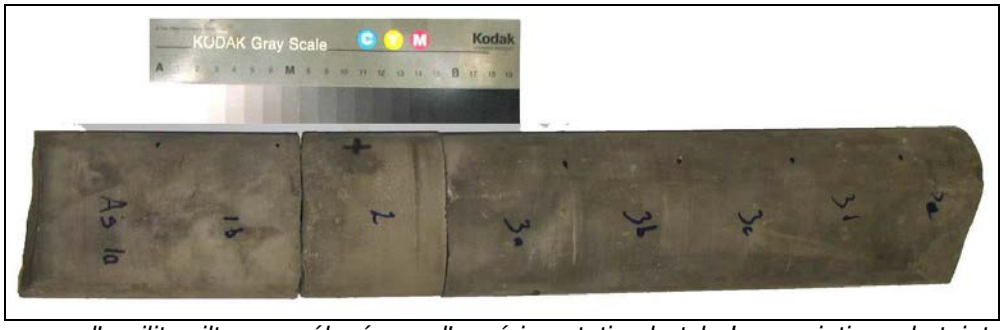


Figure 83: tronçon d'argilite silteuse prélevé pour l'expérimentation batch. Les variations de teinte ne sont que superficielles et proviennent probablement d'un artefact du sondage (boue, humidité…).

Tableau 21: composition minéralogique obtenue par simulation ROCKJOCK (rappel du Tableau 8).

Echantillons	Teneurs massiques (%)			
	Quartz	Muscovite	Illite	Chlorite
1A	2.6	18.7	39.6	39.1
1B	10.2	13.6	39.9	36.6
3A	7.7	20.3	34.3	37.7

Le tronçon, prélevé entre les cotes 137,30 et 136,80m (fig. 83), contraste avec le tronçon précédemment cité par sa relative homogénéité tant sur le plan macrocsopique (teinte), que sur la plan minéralogique (Tab. 21) : macroscopiquement, cette argilite d'un gris homogène contient des plans de stratification parallèles renfermant des micas blancs ainsi que des silts quartzeux. Encore une fois, ce sous-faciès a été choisi en raison de sa représentativité (1/3 de la série) et de son induration. En effet, nombreux sous-faciès sont réduits à l'état de fragments centimétriques voire à l'état de boue ; le conditionnement sous la pluie et /ou la désaturation du matériau sont certainement les causes de ce désordre.

- Une argilite anhydritique

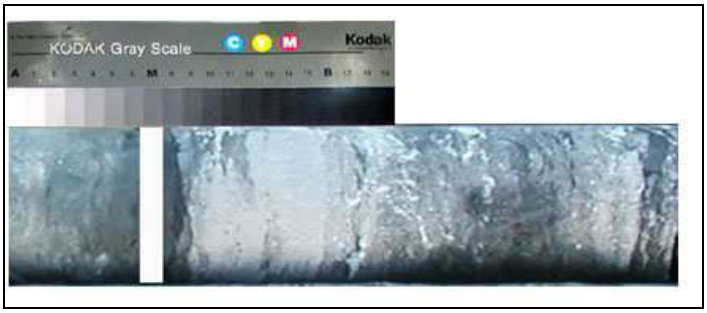


Figure 84: argilite anhydritique prélevée pour l'expérimentation batch. Des sulfates superficiels masquent localement l'aspect argileux de la matrice (cotes 165,20-166m, sondage C 3129).

Tableau 22: composition minéralogique (pourcentages massiques) de deux échantillons du tronçon d'argilite à anhydrite (extrait du Tableau 11).

Profondeur (m)	Anhydrite	Halite	Quartz	Magnésite	Argiles
165.8	58.8	0	6.6	0	34.6
166	29.5	4.7	3.1	19.8	42.8

Le faciès prélevé (fig. 84) correspond macroscopiquement à une argilite à nodules et veinules d'anhydrite. Le tronçon correspond a été choisi, encore une fois, pour des raisons de représentativité à l'échelle du sondage mais aussi pour sa relative homogénéité macroscopique et sa relative intégrité (absence de fractures ouvertes). Les résultats présentés dans le Tableau 22 attestent d'une certaine

variabilité des teneurs en minéraux au sein du tronçon prélevé, avec présence ou absence de carbonates.

Rapport massique solide/liquide

La quantité de roche a été fixée d'après la quantité globale nécessaire aux analyses. La microscopie optique demande quelques cm^3 et un porosimètre à mercure nécessite 15cm3 (17*17*25mm). En ce qui concerne la diffractométrie RX, il est possible d'analyser jusqu'à 20 à 30g. Ainsi, environ 130g sont nécessaires aux analyses. Mais l'emploi multiple d'une même analyse est envisagé, c'est pourquoi 200 g plus ou moins 2 g ont été prélevés.

Afin que les échantillons de roche soient complètement immergés dans la saumure au sein des réacteurs et qu'une quantité suffisante de fluide puisse être prélevée pour les analyses (200 ml), 1 litre de saumure et/ou d'eau a été introduit dans chaque réacteur.

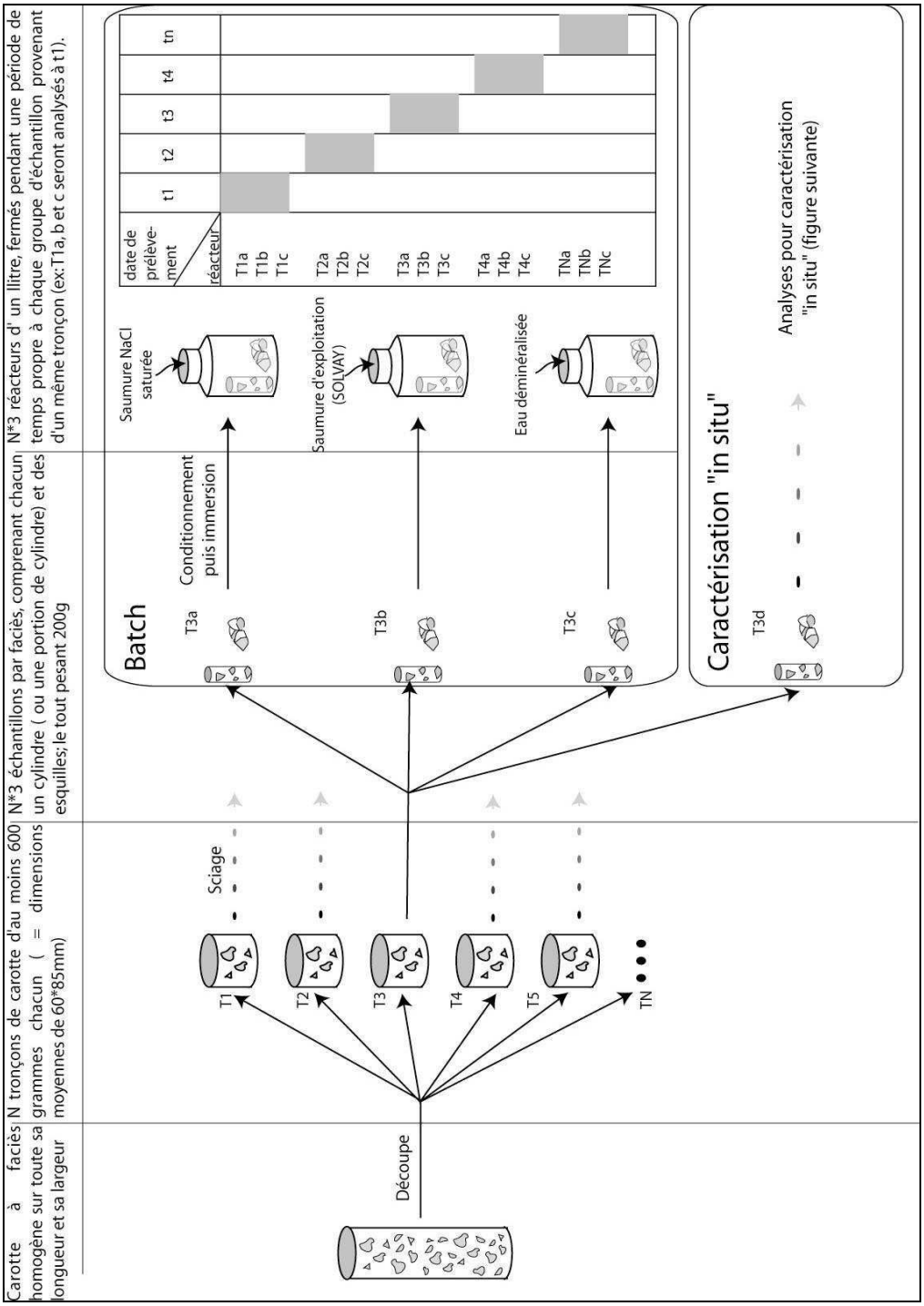


Figure 85: méthode de prélèvement et répartition des échantillons pour un faciès lithologique donné.

Choix de la saumure

Deux types de saumure sont employés pour l'expérimentation:

- une saumure SOLVAY issue des sites d'exploitation par dissolution et prélevée avant que la cavité correspondante ne se soit propagée dans les Marnes à anhydrite,
- une saumure synthétisée à partir de halite « pure » (dissolution de chlorure de sodium Labosi à 99,9%).

L'utilisation de la première permet de reproduire de manière plus réaliste les interactions in situ. Le Tableau 23 présente les concentrations en certains éléments majeurs de saumures extraites par Solvay : ces saumures ne sont pas de simples solutions de NaCl. Elles contiennent notamment des espèces utilisées dans l'industrie des ciments comme catalyseurs de l'hydratation de l'anhydrite tels que le sodium, le potassium ou encore le magnésium.

L'utilisation d'une saumure exclusivement halitique permet de tester le rôle des autres ions contenus dans la saumure Solvay et donc d'étudier l'effet de la composition chimique de la saumure au contact des roches d'intérêt.

Pour étudier l'effet d'une saumure sur les roches, c'est à dire l'effet de l'eau couplé à celui d'ions en solution, un témoin exempt de tout ion est nécessaire. Ainsi, des réacteurs témoins ont été remplis des faciès majeurs et d'eau déminéralisée. Ce fluide a été retenu pour son fort pouvoir comparatif face à une eau de la Meurthe (eau de dissolution des cavités) qui contient des ions communs avec la saumure.

Tableau 23: Concentrations des principaux ions contenus dans la saumure extraite du sondage 2200 (140 mètres du sondage 3129). La concentration de NaCl a été calculée à partir de celle de Cl-

	Concentration massique (g/l)				**Molarité**			
	NaCl	S04	Ca	Mg	NaCl	S04	Ca	Mg
	308,648	6,34	1	1	5,322	0,066	0,025	0,042
	310,624	6,44	1	1	5,356	0,067	0,025	0,042
	310,46	6,45	1	1	5,353	0,067	0,025	0,042
	310,789	6,46	1,01	0,97	5,358	0,067	0,025	0,040
	310,624	6,58	1,01	0,97	5,356	0,069	0,025	0,040
	311,777	6,8	1	0,95	5,375	0,071	0,025	0,040
	310,1789	6,63	1,02	0,96	5,348	0,069	0,026	0,040
	304,53	6,58	1	0,98	5,251	0,069	0,025	0,041
	311,118	6,77	1,04	1	5,364	0,071	0,026	0,042
	310,789	6,75	0,97	1,06	5,358	0,070	0,024	0,044
	307,264	6,77	0,97	1,05	5,298	0,071	0,024	0,044
	307,33	6,58	1	1,02	5,299	0,069	0,025	0,043
	310,954	6,73	0,94	1,06	5,361	0,070	0,024	0,044
	311,118	6,82	0,94	1,07	5,364	0,071	0,024	0,045
	310,789	6,73	0,97	1,06	5,358	0,070	0,024	0,044
	311,942	6,82	0,93	1,06	5,378	0,071	0,023	0,044
	310,954	6,85	0,98	1,04	5,361	0,071	0,025	0,043
	309,801	6,96	0,98	1,02	5,341	0,073	0,025	0,043
	312,93	7,04	0,96	1,03	5,395	0,073	0,024	0,043
Moyenne	**310,138**	**6,689**	**0,985**	**1,016**	**5,347**	**0,070**	**0,025**	**0,042**
Ecart-type	**1,955**	**0,186**	**0,029**	**0,038**	**0,034**	**0,002**	**0,001**	**0,002**

4.3.1.2. Température de l'expérimentation

Faute de pouvoir reproduire pendant un an une température constante de l'ordre de 13°C, valeur correspondant à la température des exploitations souterraines de sel de Lorraine, les réacteurs ont été placés dans une salle où la température est comprise entre 18 et 22°C sur un an.

4.3.1.3. Pas d'échantillonnage

Les analyses précédemment citées sont effectuées selon un pas de temps qui dépend de la cinétique des réactions, de la durée de l'expérimentation et du nombre de prélèvements. Une première expérience consistant à mettre en système fermé trois faciès de roche avec de l'eau montre que la conductivité évolue selon une fonction de type log. Les plus grandes variations de conductivité sont concentrées sur environ trois jours puis la courbe atteint progressivement une asymptote horizontale. En d'autres termes,

les échanges ioniques majeurs entre solide et liquide sont concentrés sur trois jours et l'équilibre chimique entre les deux phases semble quasiment atteint au bout de cette période.

Dans le cas de la saumure saturée, les trois réacteurs possèdent une conductivité constante (220 mS/cm) durant toute la durée de l'expérience (une semaine).

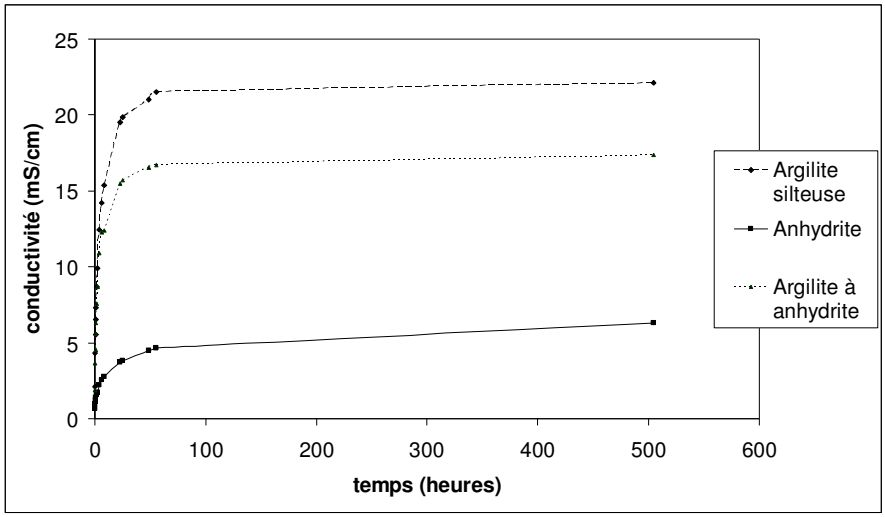


Figure 86:évolution de la conductivité électrique d'une eau déminéralisée au contact des roches d'intérêt.

Dans le cas des mélanges roche-eau, si cinq prélèvements sont effectués, un premier échantillonnage en vue d'analyse peut être effectué au bout de trois à quatre jours, c'est à dire une fois que les échanges ioniques sont stabilisés. Les quatres autres prélèvements peuvent ensuite être effectué à pas de temps constant pour la période restante, soit un prélèvement tout les 2, 5 mois.

En ce qui concerne les mélanges roches-saumure saturée, la conductivité n'a pas varié lors de l'expérience préliminaire. Ainsi, un premier échantillonnage est possible dès la mise en place de l'essai batch.

Compte tenu de ces résultats préliminaires, cinq séries de prélèvements on été réalisées pour chaque réacteur roche N / Fluide X sur une durée de un an. Compte tenu de la constance de la conductivité électrique des saumures au cours de l'expérimentation, seules les fluides échantillonnés lors des première (46 jours) et dernière (393 jours) séries de prélèvements ont été dosés.

4.3.1.4. Analyses

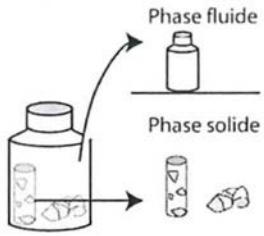
L'évolution microtexturale des échantillons de roche a été étudiée par des analyses en microscopie optique et électronique. Afin de préserver les minéraux « sensibles », la préparation des lames-minces nécessaires aux analyses microscopiques a fait l'objet d'une attention toute particulière ; ainsi, les esquilles de roches imprégnées de fluide (eau ou saumure) ont été figées dans une gélose de type agar-agar afin de prévenir toute fissuration ou reprise de fissuration induite par leur manipulation. La température de cette gélose lors de la phase d'enrobage était de 40°C ; cette valeur de température a été choisie car elle est suffisamment élevée pour conserver la fluidité de la gelose nécessaire à un bon enrobage, et suffisamment faible pour limiter les chocs thermiques entre gélose et roche. La suite de la procédure de préparation de lames-minces (déshydratation, imprégnation, litholamellage) est identique à celle décrite en chapitre 3. L'évolution minéralogique a été suivie par analyses microscopiques et également par une méthode indirecte consistant à doser le fluide après différentes durée de contact avec la roche : les diminutions de concentration d'un élément X au cours de l'immersion s'expliquent en terme d'adsorption (ex : en surface des feuillets argileux) ou en terme de précipitation. Les méthodes analytiques de dosage des espèces ioniques en solution sont présentées dans le Tableau 24.

La mesure des variations volumiques des échantillons au cours de l'immersion a été envisagée pour être finalement abandonnée en raison de considérations techniques ; en effet, une immersion des échantillons dans du Kerdane et l'application du théorème d'Archimède nécessite des échantillons gardant une certaine intégrité ; or, après immersion, les échantillons d'argilites se délitent notablement, rendant impossible une mesure fiable de volume.

Tableau 24 : Méthodes analytiques de dosage en solution (IRH) et incertitudes correspondante. A ces incertitudes sur la mesure de concentration, s'ajoute, pour les saumures, celle concernant la dilution et qui vaut 2%.

Espèces ioniques	Méthode analytique - norme	Incertitude relative (% à 60mg.l-1)
SO42-	Chromatographie ionique – NF EN ISO 10304-2	15
Cl-	Chromatographie ionique – NF EN ISO 10304-2	10
Na+	Adsorption atomique – NF T 90-020	10
K+	Adsorption atomique – NF T 90-020	10
Ca2+	ICP-AES – NF EN ISO 11885	15
Mg2+	ICP-AES – NF EN ISO 11885	15
Fe 3+	ICP-AES – NF EN ISO 11885	15

Tableau 25: Analyses couplées à l'expérience batch.

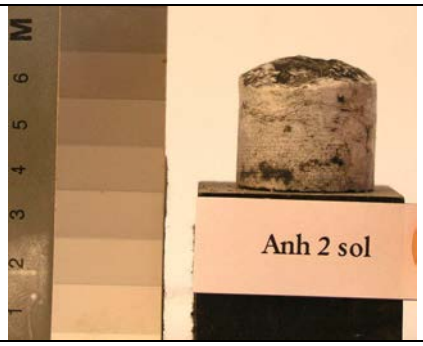
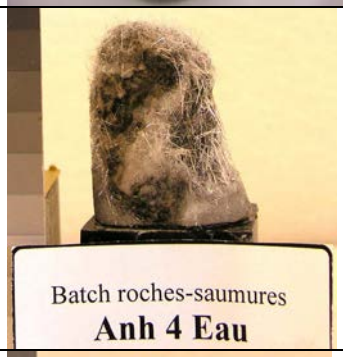
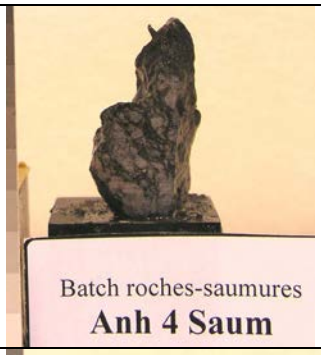
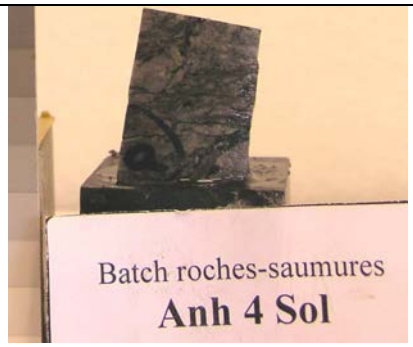
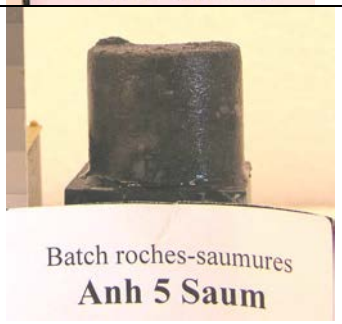
	Analyses	Paramètres recherchés	Intérêts
Ouverture du réacteur 	Analyse chimique en éléments majeurs	Variations de concentration au cours du temps et entre réacteurs	Etude des phénomènes de dissolution/précipitation et substitution en surface des argiles
	Microscopies optique et électronique	Texture, paragénèses, proportions gypse/ anhydrite, porosité	-hydratation de l'anhydrite -topologie du réseau poreux
	Mesures de masses volumiques	masses volumiques du solide (poudre) et totale	Couplés à la teneur en "Nacl fictif", permettent de calculer la porosité totale
Caractérisation pré-batch 	Mesures de masses volumiques	masses volumiques du solide (poudre) et totale	Couplés à la teneur en "Nacl fictif", permettent de calculer la porosité totale
	Microscopies optique et électronique	Texture, paragénèses, proportions gypse/ anhydrite, porosité	-hydratation de l'anhydrite -topologie du réseau poreux
	Porosimétrie au mercure	Porosités ouverte et fermée	comparaison avec porosité totale
	Diffractométrie rX	nature et proportions des argiles	comparaison gonflement observé dans les réacteurs
	Analyse chimique en éléments majeurs		composition initiale des fluides de réacteurs

4.3.2. Résultats et discussion

4.3.2.1. Observations macroscopiques

L'essentiel des échantillons du faciès anhydrite a conservé une intégrité macroscopique, quelle que soit la durée d'immersion et le liquide d'imprégnation. L'échantillon d'anhydrite immergé 106 jours dans l'eau présente la particularité d'être sectionnée en 2 suivant un plan constitué essentiellement d'argiles et qui recoupe transversalement l'éprouvette. Il semblerait qu'un tel niveau d'argiles constitue un plan de faiblesse mécanique dans lequel se serait produite la rupture dont l'origine reste à ce niveau indéterminée.

Tableau 26 : évolution macroscopique du faciès anhydrite en fonction de la durée d'immersion et du liquide d'imprégnation (1 niveau de gris en vertical= 1cm).

	Eau déminéralisée	Saumure NaCl	Saumure de cavité Solvay
46 jours		Echantillon intègre	Echantillon intègre
106 jours			
200 jours		Echantillon intègre	Echantillon intègre
287 jours			
383 jours			

On remarquera également la présence de cristaux aciculaires en bordure des échantillons immergés dans l'eau au moins 200 jours (Tab. 26). A ce niveau de l'étude, la conservation de l'intégrité du faciès anhydrite en présence de saumure peut s'expliquer de deux manières :

- l'hydratation de l'anhydrite n'est pas suffisamment favorisée par la chimie et les conditions pression/température du système

- cette réaction est favorisée mais la faible porosité du faciès (Homand, 2003) génère un phénomène de mottage qui bouche l'accès de la saumure aux sites réactionnels. Dans ce cas l'hydratation de l'anhydrite devrait pouvoir être observée en bordure de l'échantillon.

Tableau 27 : évolution macroscopique du faciès argilite anhydritique en fonction de la durée d'immersion et du liquide d'imprégnation (1 niveau de gris en vertical= 1cm).

	Eau déminéralisée	Saumure NaCl	Saumure de cavité Solvay
46 jours	Débris centimétriques		Débris centimétriques
106 jours			
200 jours	Débris centimétriques et baguette de gypse centimétriques	Débris centimétriques	Débris centimétriques
287 jours			
383 jours			

Pour le faciès argileux, le délitage est omniprésent (Tab. 27). Cette déstructuration est maximale pour les échantillons immergés 46 jours (tous prélevés sur un même tronçon de 6cm de haut), rendant compte ainsi d'une hétérogénéité texturale ou minéralogique au sein du tronçon de carotte prélevé pour l'expérience batch. A l'instar des échantillons d'anhydrite immergés dans l'eau, des cristaux aciculaires se sont formés dans les réacteurs argilite/eau prélevés à 200 jours d'immersion. Les fractures à l'origine du délitage se localisent préférentiellement dans les passées argileuses en contournant localement les nodules d'anhydrite.

La texture du faciès « argilite silteuse » est représentée sur la Figure 87 : le premier prélèvement réalisé après 46 jours d'immersion rend compte d'une fracturation stratiforme à substratiforme pour tous les réacteurs : eau et saumure. Les prélèvements suivants affichent le même type de fractures dans des densités similaires : deux à trois fractures pour un échantillon cylindrique de 6 cm de haut.



Figure 87: fractures substratiformes dans une éprouvette cylindrique d'argilite silteuse. Ces fractures font suite à une immersion d'au moins quelques heures dans une saumure saturée ou dans de l'eau déminéralisée.

4.3.2.2. Evolution de la composition chimique des liquides

Evolution de la conductivité électrique

Notions de conductivité électrique et limites de la méthode

Un électrolyte est un milieu conducteur caractérisé par la présence de plusieurs types de porteurs de charges : les anions et les cations. Sous l'action d'un champ électrostatique E, un ion acquiert une vitesse limite ω proportionnelle à E.

$\omega = +\mu+.E$ pour les cations,

$\omega = -\mu-.E$ pour les anions,

où μ+ et μ- représentent la mobilité ionique du cation et de l'anion considéré ; ces mobilités dépendent du solvant, de la taille de l'ion solvaté et de sa concentration.

La conductivité ionique molaire λ_i d'un ion M_i^{zi+} est obtenue comme le produit de la constante de Faraday F par la mobilité μ_i de l'ion et par la valeur absolue du nombre de charge zi.

$$\lambda_i = |z_i| . \mu_i . F$$

Pour une solution ionique contenant des ions A_i, chargés Z^{+i} ou Z^{-i} et à la concentration C_i, la conductivité de la solution, notée σ, vaut :

$$\sigma = \Sigma i. \lambda_i. (A_i z_i).C_i$$

avec σ en $S.m^{-1}$, λ en $S.m^2.mol^{-1}$. et C en $mol.m^{-3}$.

Dans le cas d'une solution diluée, on peut remplacer la conductivité ionique molaire par une conductivité ionique molaire limite. En ce qui concerne, les électrolytes concentrées, comme une saumure saturée, cette simplification n'a pas de sens et l'on doit tenir compte de la conductivité ionique molaire. Or cette valeur est difficilement accessible. De plus, les variations de conductivités des saumures saturées au contact de nos roches sont de l'ordre du $mS.cm^{-1}$. De ce fait, pour revenir à l'évolution des concentrations des espèces ioniques en solution à partir des mesures de conductivité électrique, il faudrait des valeurs extrêmement précises des conductivités ioniques molaires de chaque espèce, valeurs qui d'ailleurs varient avec la concentration… Pour ces raisons, l'évolution de la conductivité électrique n'est pas exploitable en terme d'indice quantitatif de variations de concentrations dans notre contexte d'étude. Elle est interprétée ici en tant qu'indice semi-quantitatif de la composition de la saumure.

Lors de l'introduction de la sonde dans le réacteur, les mesures de conductivité présentaient une évolution verticale. Une légère agitation du fluide à l'aide de la sonde a donc été effectuée afin d'obtenir une valeur moyenne de conductivité.

Présentation des résultats

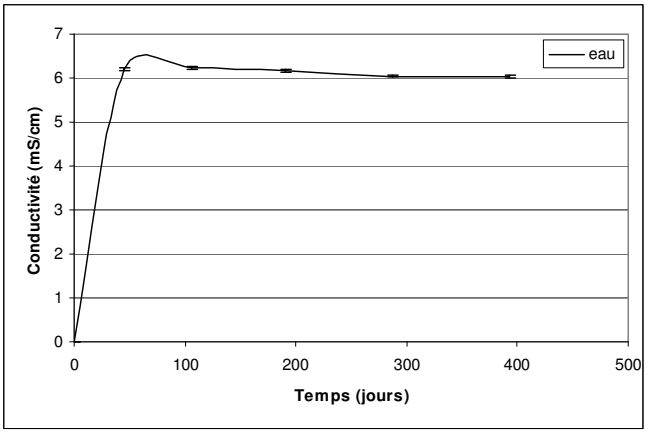


Figure 88: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs argilite à anhydrite/eau

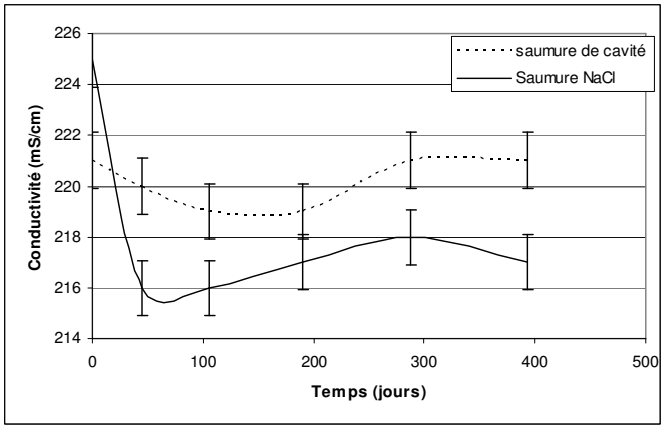


Figure 89: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs argilite à anhydrite/saumures.

La conductivité électrique mesurée dans les réacteurs remplis d'argilite à anhydrite et d'eau déminéralisé augmentent sensiblement pendant au plus les 46 premiers jours d'expérimentation pour ensuite se stabiliser autour de 6mS/cm (fig. 88). Concernant l'évolution de la conductivité relative aux réacteurs « saumure de cavité/argilite à anhydrite », aucune variation significative n'est observée durant les 393 jours d'expérimentation (fig. 89). Les réacteurs saumure NaCl/argilite à anhydrite voient leur conductivité sensiblement diminuer au cours des 46 premiers jours d'expérimentation pour ensuite se stabiliser dans une gamme comprise entre 220 et 215 mS/cm (fig. 89).

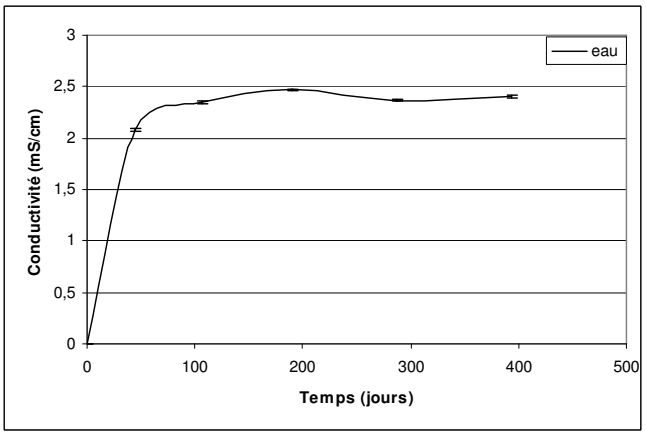


Figure 90: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs anhydrite /eau.

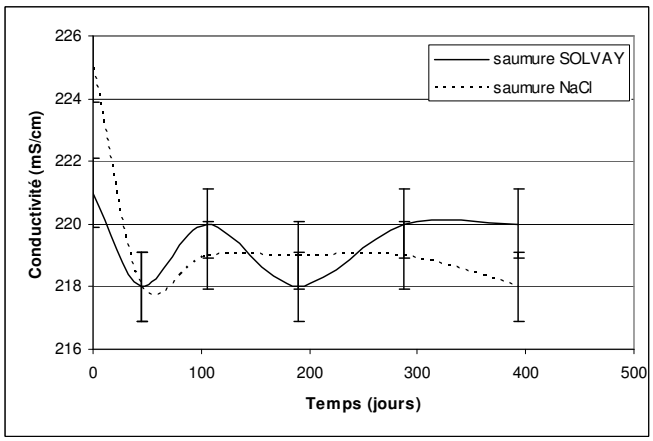


Figure 91: évolution de la conductivité électrique pour les réacteurs anhydrite/saumure.

Pour les réacteurs anhydrite/eau, la conductivité augmente relativement brutalement entre 0 et, au plus, 46 jours d'immersion pour ensuite se stabiliser dans une gamme de conductivité 3 fois moins importante que celle des réacteurs argilite à anhydrite/eau (fig. 90). Au sein des argilites à anhydrite et de l'anhydrite massive, la phase minérale la plus est soluble est l'anhydrite (à l'exception des quelques pourcents de halite). Or la comparaison des Figures 88 et 90 tend à montrer que la dissolution est quantitativement plus importante au sein de la lithologie renfermant le moins d'anhydrite. Pour expliquer ce résultat, on peut invoquer une dissolution d'autres minéraux tels que la magnésite présente dans l'argilite ou bien négliger les phases non sulfatées et on propose l'hypothèse suivante : au sein des réacteurs « eau », la majeure partie de la conductivité électrique rend compte de la dissolution de l'anhydrite qui est quantitativement plus importante dans les faciès argileux, relativement aux faciès anhydrite massive. Compte tenu de la faible valeur de porosité du faciès anhydrite, cette dernière hypothèse est privilégiée : la perméabilité de cette lithologie serait insuffisante pour permettre à l'eau d'accéder au cœur de l'échantillon ; la dissolution de l'anhydrite serait superficielle. Cette hypothèse est testée dans la suite du chapitre. Concernant les réacteurs anhydrite/saumure, l'évolution de la conductivité (fig. 91) suit une tendance identique à celle des conductivités des réacteurs argilite à anhydrite/saumure (fig.89).

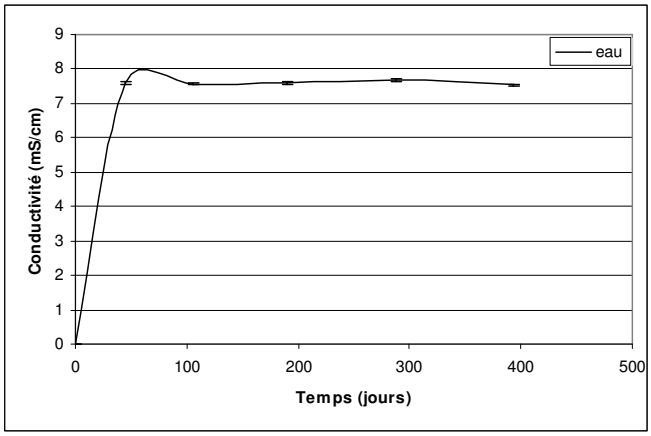


Figure 92: évolution de la conductivité pour les réacteurs argilite silteuse /eau.

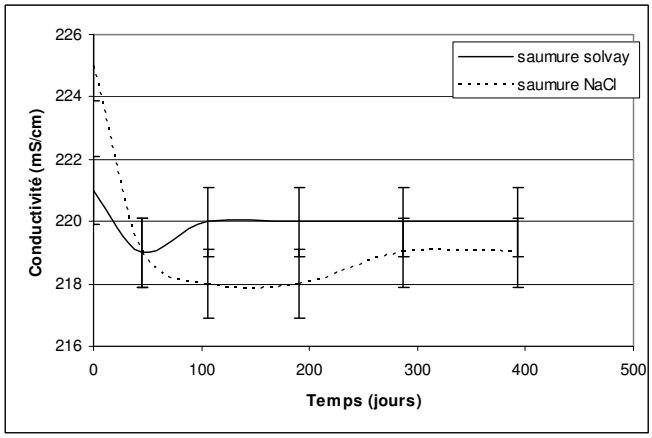


Figure 93: évolution de la conductivité pour les réacteurs argilite silteuse / saumure.

Concernant les réacteurs «argilite silteuse / eau déminéralisée», l'évolution de la conductivité peut être décrite en 2 étapes (fig. 92) :

- augmentation jusqu'à 7.5mS/cm entre 0 et 46 jours d'expérimentation,
- stabilisation autour de 7.5mS/cm entre 46 et 393 d'expérimentation.

Encore une fois la conductivité de la saumure de cavité au contact de l'argilite silteuse ne subit pas d'évolution significative au cours de l'expérience, et la saumure issue de la dissolution de halite pure voit sa conductivité diminuer sensiblement entre 0 et 46 jours d'immersion pour ensuite se stabiliser dans une gamme comprise entre 217 et 221mS/cm (fig. 93).

4.3.2.3. Echanges ioniques solide-solution

Evolution du faciès anhydrite

batch « eau »

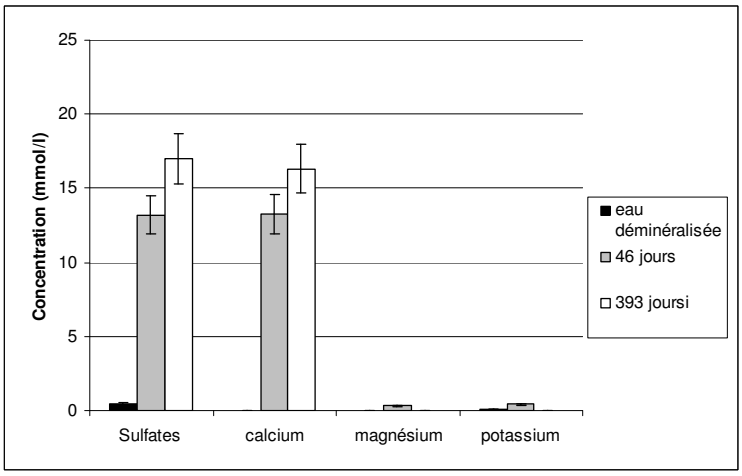


Figure 94: évolution chimique de l'eau au contact du faciès anhydrite.

Malgré des incertitudes importantes sur les mesures de concentrations (fig. 94), la composition de l'eau distillée évolue de manière notable. Au bout de 46 jours d'immersion, les molarités des ions calcium et sulfates atteignent des valeurs identiques, compte tenu le l'incertitude sur les dosages, attestant ainsi de la dissolution de sulfates de calcium. En regard des analyses minéralogiques précédant l'expérimentation, ces sulfates correspondraient majoritairement ou exclusivement à l'espèce anhydre : l'anhydrite. Après 393 jours d'immersion, les molarités du sulfate et du calcium atteignent respectivement 16.99 et 16.35 $mol.l^{-1}$ plus ou moins 15%. Ainsi, l'origine de ces ions en fin d'expérimentation s'explique toujours par la dissolution de l'anhydrite. Une comparaison entre la solubilité du gypse dans les conditions de pression et de température de l'expérience et l'évolution des concentrations en ions calcium nous permettrait de savoir à quel moment la solution devient saturée en sulfate de calcium di-hydraté, c'est-à-dire, à quel moment l'hydratation de l'anhydrite est activable. Le Tableau 28 regroupe ces valeurs. On y observe que l'incertitude sur les dosages est trop importante

pour savoir avec certitude si la solution est saturée ou non. Cependant, la conductivité électrique de la solution atteint son maximum entre 46 et 106 jours d'expérimentation (Figure 88). Si l'on néglige la solubilisation des ions autres que le calcium et le sulfate, on peut dire alors que l'augmentation de la conductivité est régie exclusivement par la dissolution de l'anhydrite et ainsi, on peut affirmer que cette réaction la solution est « saturée en gypse » entre 46 et 106 jours d'expérimentation. Ainsi, si le « gonflement de l'anhydrite » a eu lieu au cours de l'expérience batch, cette réaction aurait débuté au plus tard à 46 jours.

Concernant les autres ions dosés, potassium et magnésium auraient été dissous dans un premier temps, puis consommés à partir de la saumure. Les analyses minéralogiques expliquent la présence de magnésium dans l'eau par la dissolution de magnésite. Quant au potassium, son origine est plus floue, notamment en ce qui concerne l'espèce minérale originelle. Quoiqu'il en soit, la solubilisation puis la précipitation et/ou l'adsorption de ces ions mises en évidence par les dosages sont en accord avec une théorie basée sur l'hydratation de l'anhydrite par l'intermédiaire de sulfates de calcium et de magnésium.

Tableau 28: comparaison entre l'évolution de la concentration en $CaSO_4 2H_2O$ calculée à partir des dosages en calcium dissout, et la solubilité du gypse dans les conditions P/T de l'expérimentation

Durée d'immersion	[Ca2+] ($mmol.l^{-1}$)	CCaSO4.2H20 ($g.l^{-1}$)	Solubilité CaSO4.2H20 ($g.l^{-1}$)
46 jours	13,22 +ou- 15%	[1.93 – 2.61]	2,1 (25°C et 1 atm)
393 jours	16,33 +ou- 15%	[2.39 – 3.23]	

Batch « Saumure NaCl »

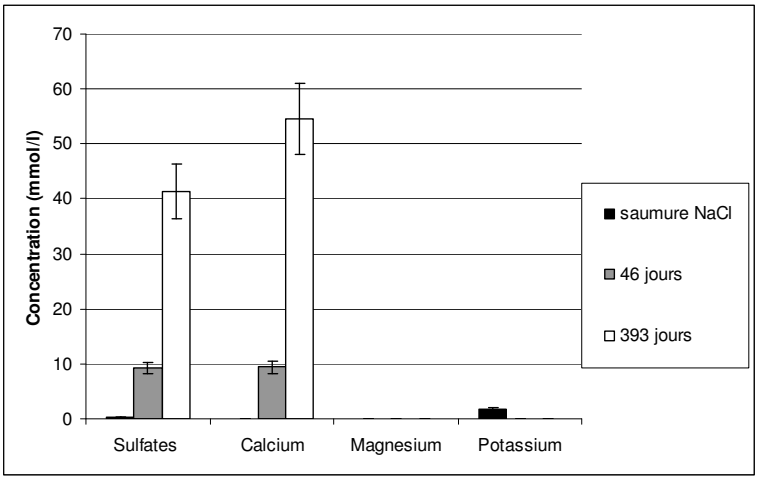


Figure 95: évolution de la saumure NaCl au contact du faciès anhydrite

De même que dans l'eau, la dissolution de l'anhydrite est congruente. Cependant, les cinétiques sont différentes, avec des quantités libérées plus faible à 46 jours pour la saumure et plus élevées à 393 jours. On note pour cette dernière durée une quantité d'ions calcium plus élevée que celle des sulfates. Ceci pourrait résulter de la précipitation d'un sulfate contenant un cation autre que Ca^{2+}. Par ailleurs, le potassium voit sa concentration décroitre sensiblement entre 0 et 46 jours. Cette décroissance est en accord avec une précipitation sous forme de sulfates tel que la syngénite ($K_2Ca(SO_4)_2$), catalyseur de la transformation anhydrite gypse (cf 4.2.2).

Batch « saumure de cavité »

Après plus d'un an d'essai, la seule variation significative observée réside dans une diminution de la concentration en potassium dans la saumure (fig. 96). Comme pour les autres batchs, nous envisageons ici une précipitation de syngénite.

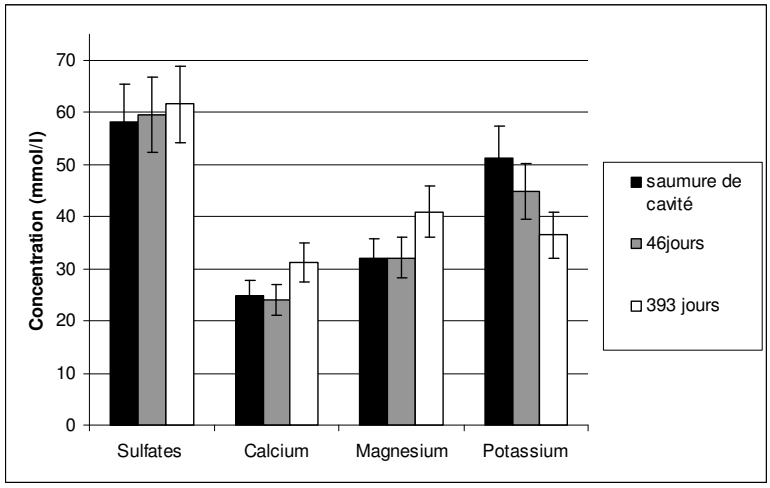


Figure 96: évolution de la saumure de cavité SOLVAY au contact du faciès anhydrite.

Le faciès « argilite anhydritique »

Batch « eau »

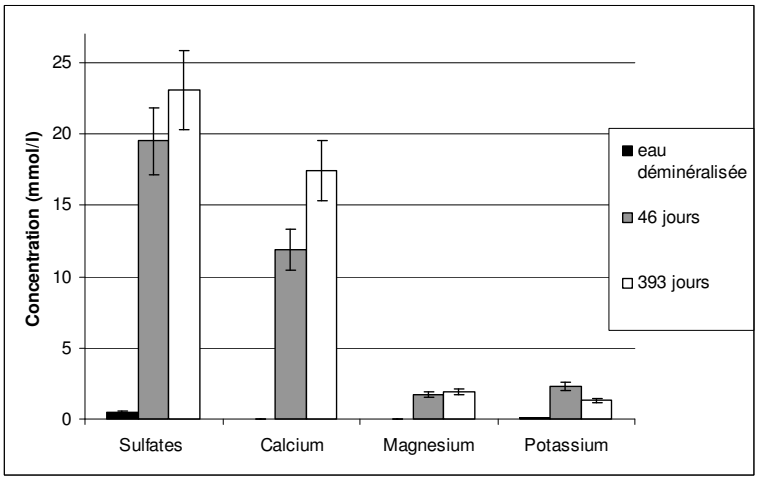


Figure 97: évolution de l'eau au contact du faciès argilite anhydritique.

Comme pour le batch anhydrite/eau, la dissolution de l'anhydrite est évidente (fig. 97). Cependant, pour les 2 séries de mesures (46 et 393 jours) les ions sulfates sont systématiquement plus concentrés que les ions calcium. Ces différences de concentrations sont respectivement 7.6 et 5.7 mmoles.l^{-1}. Compte tenu des incertitudes sur les dosages, ces différences de concentration ne sont pas significativement différentes. Il existerait alors d'autres sources de sulfates dans le faciès « argilite à anhydrite » (sulfates ou sulfures) et/ou une précipitation de l'ion calcium sous une forme indéterminée. La seconde source de sulfates dissouts mise en évidence par les analyses microscopiques correspond à de la pyrite (chapitre 2). Le fait que ce minéral n'a pas été décelé en DRX s'expliquerait par sa trop faible teneur par rapport à la résolution de l'instrumentation. Si l'excédent de sulfates dissous (relativement à la concentration du calcium) provient de l'oxydation chimique de la pyrite, on peut écrire l'équation :

$$2FeS_2 + 2H_2O + 7O_2 \rightarrow 2FeSO_4 + 4H^+ + 2SO_4^{2-} \text{ (Singer et Stumm, 1968)}$$

Si 7.6 mmoles de sulfates rentrent en jeu dans l'équation alors, 15.2 mmoles de protons sont libérés par la dissolution de la pyrite et pH correspondant vaut alors :

$$pH = -Log\,[H+] = 1.82$$

Or, la valeur du pH obtenue par l'IRH sur l'eau distillée prélevée à 393 jours de réactions est supérieure à 7. Cette neutralisation d'acidité peut s'expliquer par la dissolution de la magnésite d'après l'équation :

$$FeS_2(s) + 2\,MgCO_3(s) + 3.75\,O_2(g) + 1.5\,H_2O = Fe(OH)_3(s) + 2SO_4^{2-} + 2Mg^{2+} + 2CO_2(g)$$

On voit dans cette équation de neutralisation de l'acidité (modifiée d'après Singer et Stumm, 1968) que les nombres de moles de sulfates et de magnésium dissout sont identiques. Or, l'excédant de sulfates par rapport au calcium dissout est de l'ordre de 7 à 5 mmoles/l tandis que la concentration en magnésium n'excède pas 3 mmoles/L.

Les dosages, le mécanisme d'oxydation de la pyrite et la neutralisation de l'acidité correspondante n'expliquent pas quantitativement l'excédant de sulfates dissouts par rapport au calcium dissout. Ainsi, il semble très probable que les sulfates dosés proviennent exclusivement de la dissolution de l'anhydrite et que le calcium soit partiellement passé de la phase dissoute à la phase minérale. La nature de ce minéral reste, à ce niveau de l'analyse, indéterminée.

La solubilisation du magnésium est à relier avec une dissolution de la magnésite, seul carbonate présent dans tous les échantillons d'argilite à anhydrite utilisés pour l'expérimentation batch. Le dosage à 46 jours du potassium montre une solubilisation de ce dernier. A 393 jours de réaction, le potassium est moins concentré par rapport à l'échantillon précédent. Cette différence provient, soit d'une consommation de potassium par précipitation, soit d'une hétérogénéité en terme de composition minéralogique entre les deux fractions solides immergées à 46 et 393 jours.

Batch « saumure NaCl »

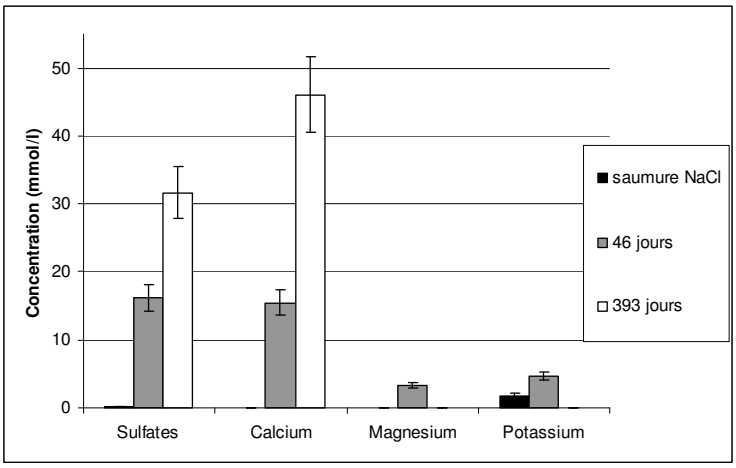


Figure 98: évolution de la saumure "NaCl" au contact de l'argilite à anhydrite.

A 46 jours d'essai, calcium et sulfates sont dissouts dans des quantités équivalentes, rendant compte alors de la dissolution de l'anhydrite (fig. 98). A 393 jours, les ions calcium sont significativement plus concentrés que les sulfates. Il semblerait donc que l'anhydrite de soit pas la seule source de calcium. Si cet écart de concentrations entre calcium et sulfates provenait de la dissolution de la dolomite (carbonate présent dans les Marnes Irisées inférieures) une quantité de magnésium dissout équivalente à celle de l'excédent de calcium relativement aux sulfates devraient être détectée. Or, à 393 jours d'immersion, les dosages n'ont pas permis de détecter du magnésium. Une autre hypothèse permettant d'expliquer l'origine de calcium excédentaire est liée à la présence d'argiles : par définition, ces phyllosilicates possèdent en bordure de feuillets des cations dits compensateurs qui annulent la charge négative du cristallite (4.2.1.). Ces cations sont également appelés échangeables car ils sont remplacés par le cation dominant dans la solution aqueuse au contact. Le fluide en présence est une saumure majoritairement constituée de sodium et chlorures. Ainsi, l'échange cationique entre calcium et sodium à la surface des argiles permet d'expliquer le fait que la concentration en calcium à 393 jours est plus importante que la concentration en sulfates. Un autre argument vient renforcer cette hypothèse : dans le réacteur contenant de l'eau déminéralisée, c'est-à-dire faible concentrée en calco-alcalins et alcalins, la concentration en sulfates n'est pas moins importante que celle du calcium au cours de l'essai.

Quant au magnésium et au potassium, une solubilisation précèderait une précipitation. Ce phénomène est en accord avec la dissolution de l'anhydrite puis son hydratation via des cations alcalins et ou métalliques (Delporte, 1988).

Batch « saumure de cavité »

A l'instar des batchs anhydrite/saumure de cavité, la seule évolution significative de la saumure réside ici dans une consommation des ions potassium en solution. Encore une fois, la cristallisation de syngénite est proposée pour expliquer ce résultat.

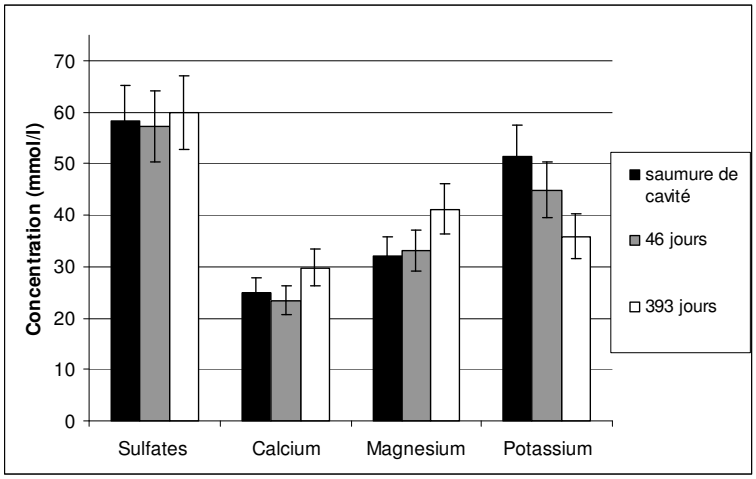


Figure 99: évolution de la saumure de cavité au contact d'une argilite anhydritique.

Evolution des batchs « argilite silteuse »

Batch « eau»

En raison d'une erreur de manipulation lors du prélèvement, l'échantillon a été contaminé par une saumure. Par conséquent, les résultats de dosage ne sont pas exploitables et ne sont donc pas présentés.

Batch «saumure NaCl»

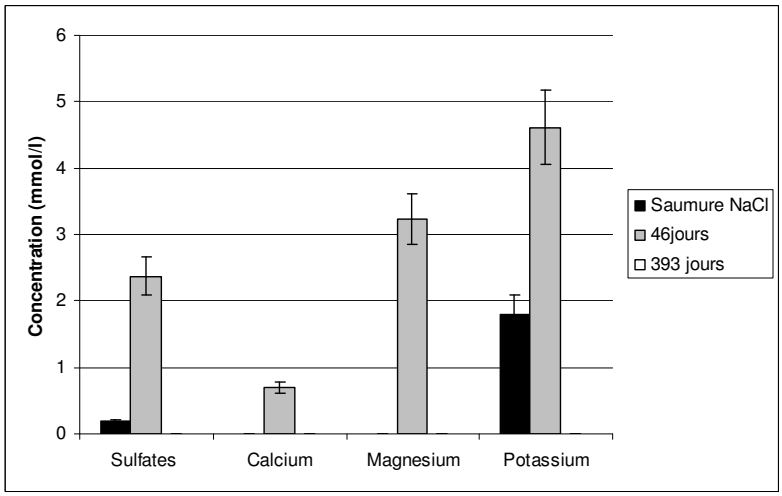


Figure 100: évolution des concentrations en ions majeurs de la saumure "NaCl" mise en contact avec une argilite silteuse.

Dans ce type de réacteur, les dosages indiquent une solubilisation de sulfates, d'ions calcium, magnésium et potassium. La minéralogie qualitative issue d'analyses microscopiques et diffractométrique rendent compte d'une association à Illite, chlorite, quartz, muscovite et pyrite (chapitre 3). De ce fait, le potassium dissout proviendrait exclusivement ou essentiellement des micas ; quant aux sulfates dissouts, l'absence d'un équivalent minéral (sulfates ou autre) et la présence de pyrite indiquerait une origine liée à l'oxydation de FeS_2. La mesure du pH effectuée à 393 jours indique une valeur de 8.25. Si la dissolution de la pyrite a bien eu lieu dans les réacteurs argilite silteuse/saumure NaCl, l'acidité correspondante a du être neutralisée. La réaction de neutralisation de l'acidité par les

carbonates proposée par Singer et Stumm (1968) est rappelée ici :

$$FeS_{2(s)} + 2\ MgCO_{3(s)} + 3.75\ O_{2(g)} + 1.5\ H_2O = Fe(OH)_{3(s)} + 2SO_4^{2-} + 2Mg^{2+} + 2CO_{2(g)}$$

A l'équilibre stœchiométrique, cette réaction fait intervenir autant de moles de sulfates dissouts que de magnésium dissout. Or, les dosages à 393 jours d'expérimentation indiquent des valeurs de concentrations en sulfates et magnésium de 2.42 et 3.20 moles/L respectivement. Ainsi, l'origine des sulfates dissouts correspondrait à une oxydation de la pyrite dont l'acidité aurait été neutralisée par une dissolution de carbonates de magnésium. Cette théorie permettrait d'ailleurs d'expliquer l'origine du calcium et du magnésium dissout : aucun carbonate n'a été détecté par les analyses minéralogiques. Cependant, ces minéraux, à l'instar de leurs homologues des Marnes irisées inférieures, sont probablement de trop faibles dimensions pour être détectés par les analyses microscopiques et en trop faible teneur pour être identifiés par analyses diffractométriques.

Batch « saumure de cavité »

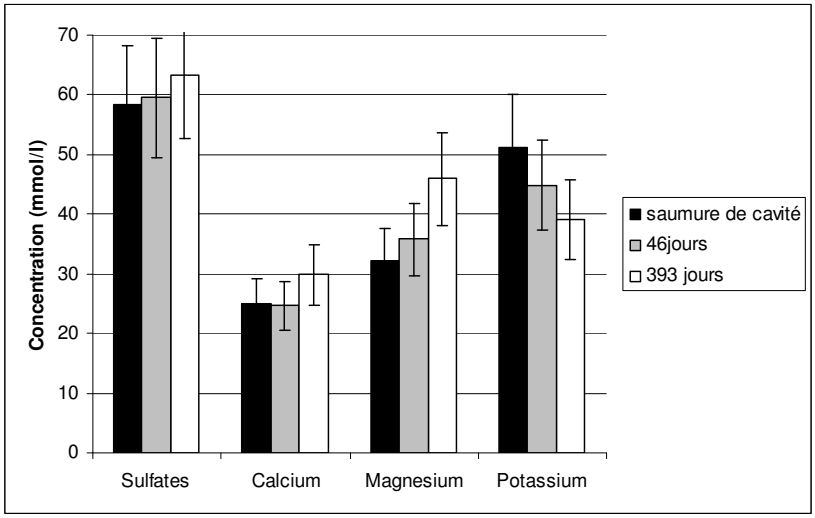


Figure 101 : évolution des concentrations en ions majeurs de la saumure de cavité mise en contact avec une argilite silteuse.

A l'échelle de 46 jours d'immersion, aucune variation significative des concentrations en ions majeurs n'est observable. Compte tenu des incertitudes relativement grandes, une évolution inférieure à 17% n'est cependant pas à exclure.

Evolution de la quantité de fer dissous

Dans les solutions aqueuses faiblement chargées, le fer, associé au potassium, est connu pour constituer un promoteur de l'hydratation de CaSO4. En effet, l'association Fe^{2+}, K^+ et SO_4^{2-} en solution conduit à la précipitation de jarosite ($KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$), sel insoluble, dont Delporte (1988) a mis en évidence le rôle de germe de nucléation du gypse. Dans nos batchs contenant des « marnes irisées inférieures », le fer est présent :

- sous forme de pyrite à l'état de trace comme observé aux analyses MEB,
- dans les batchs contenant de la saumure de cavité.

Dans ces derniers, les faibles teneurs de fer dissout diminuent sensiblement à l'échelle d'un an d'expérimentation. Ce résultat peut être interprété comme la précipitation de jarosite et/ou de natro jarosite ($Na_2Fe_3(SO_4)_2(OH)_6$) qui favoriseraient alors la précipitation de gypse. Bien entendu, la quantité de Fe dissout utilisée par Delporte (200g d'anhydrite par litre + 0.53M de sulfate ferreux) est nettement plus importante que celle contenue dans nos batchs. La jarosite de nos batchs peut donc être négligeable face à celle nécessaire pour contribuer sensiblement à l'hydratation de l'anhydrite. Il se peut également que cette faible quantité suffise à former des nuclei nanoscopiques (non observés au MEB). L'excès de potassium consommé, face à celui du fer s'expliquerait alors par une précipitation de syngénite (qui augmente la vitesse de dissolution de l'anhydrite).

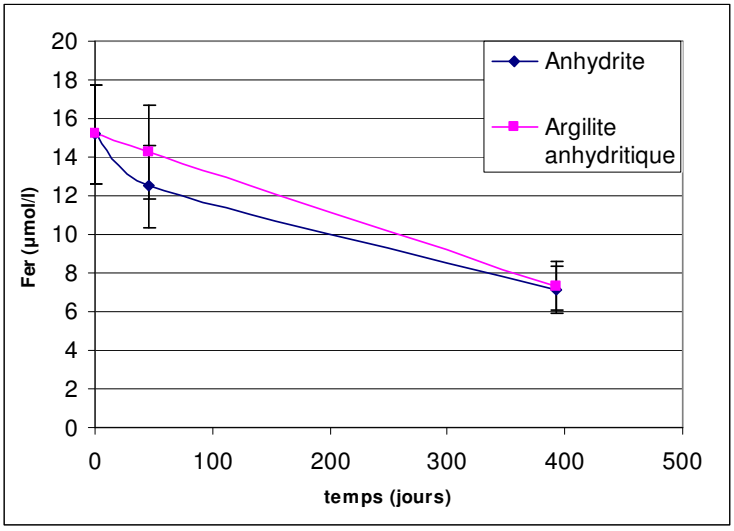


Figure 102: évolution des concentrations en fer dissous dans les batch contenants de la saumure de cavité et des "marnes irisées inférieures".

4.3.2.4. Conclusion sur les mesures de concentrations en éléments dissous

Les analyses concernant l'eau distillée et la saumure NaCl permettent la mise en évidence de variations de concentrations en éléments dissous malgré une incertitude de 17%. Les méthodes d'analyses employées (chromatographie liquide, ICP-MS, absorption atomique) sont donc applicables aux saumures concentrées (pour des variations supérieures à 17%).

Pour les batchs remplis initialement d'eau distillée et de Marnes irisées inférieures, la dissolution de l'anhydrite est clairement mise en évidence par les dosages successifs. Ce phénomène contribue sensiblement à la déstructuration du faciès argilite à anhydrite tandis que le faciès « anhydrite » conserve son intégrité macroscopique après un an d'immersion. Dans les deux cas, cette dissolution est suivie d'une précipitation de cristaux aciculaires centimétriques de sulfate(s) interprété(s) comme étant du gypse ou un mélange gypse/syngénite. Concernant le faciès argilite silteuse, le dosage à 393 jours d'immersion indique une forte augmentation des sulfates en solution. La concentration en Ca^{2+} au même moment n'est pas en accord avec une dissolution de sulfate de calcium. La valeur nettement basique (8,25) du pH correspondant ne peut justifier une dissolution de pyrite ou de marcassite. C'est pourquoi les sulfates dosés à 393 jours dans ce réacteur proviendraient d'une pollution de l'échantillon (découpe des esquilles ou mauvais rinçage des tubes à essais lors du dosage en solution).

L'évolution de la saumure NaCl est semblable à celle de l'eau distillée pour les batchs contenants de l'anhydrite et de l'argilite à anhydrite : la dissolution de $CaSO_4$ est indéniable tandis qu'une consommation de potassium a lieu en un an. Cette consommation peut être attribuée à la précipitation de syngénite. Aucune baguette macroscopique de gypse n'a été observée en bordure d'échantillon ; l'hydratation de l'anhydrite ne semble donc pas jouer un rôle prépondérant : la dissolution des sulfates serait le moteur du délitage des faciès argileux.

Un point commun reliant toutes les roches immergées dans la saumure de cavité réside dans la consommation du potassium dissous au profit de la phase solide. Ce résultat vaut également pour le fer, bien que présent en quantité infime. Les concentrations des autres ions dosés sont stationnaires à l'échelle de l'expérimentation. Ainsi, une précipitation de syngénite associée à de la jarosite ou natro-jarosite permettrait d'augmenter la vitesse de dissolution de l'anhydrite puis de favoriser la germination de gypse. Un tel modèle peut être testé à l'aide d'analyses issues de la microscopie.

4.3.3. Evolution de la pétrofabrique

4.3.3.1. Le faciès argilite silteuse

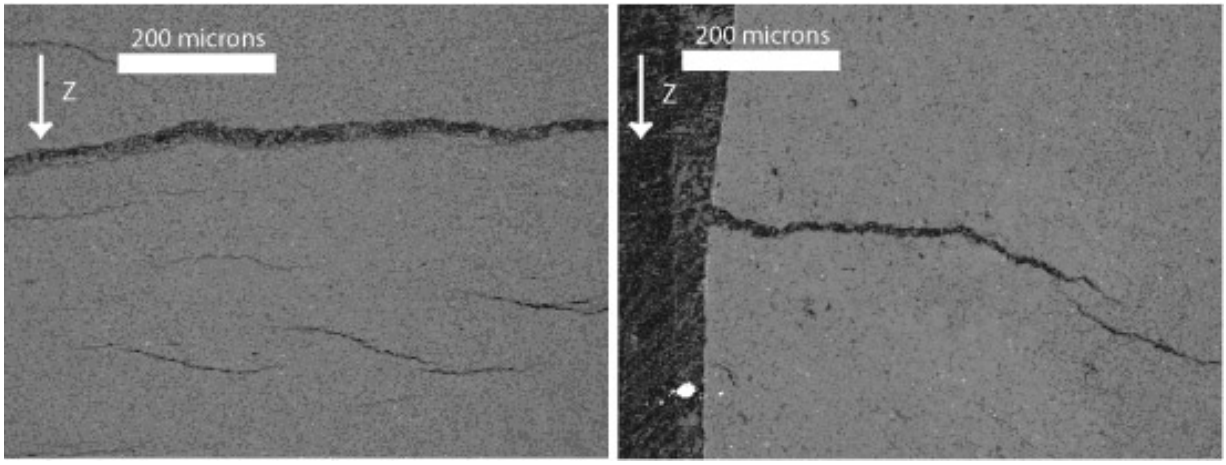


Figure 103: fractures ouvertes et substratiformes observées après une immersion d'au moins 46 jours en saumure saturée.

La seule particularité des échantillons immergés réside dans la présence d'un réseau de fractures substratiformes (fig. 103). Ces accidents seraient donc les prémices de ceux responsables du délitage macroscopique observé. Aucune minéralisation n'y a été observé : les copeaux observables dans les fractures sur la Figure 103 ne sont que des débris de l'encaissant.

4.3.3.2. Le faciès anhydrite

Pour les lames issues d'anhydrite immergée 46 jours dans l'eau déminéralisée, la texture est globalement similaire à celle de l'anhydrite non immergée. Dans les deux lames (sections verticale et horizontale), un minéral à biréfringence du premier ordre apparaît sous forme de prismes subautomorphes de dimensions supérieures à celles des primes d'anhydrite (encadrés rouges sur fig. 104).

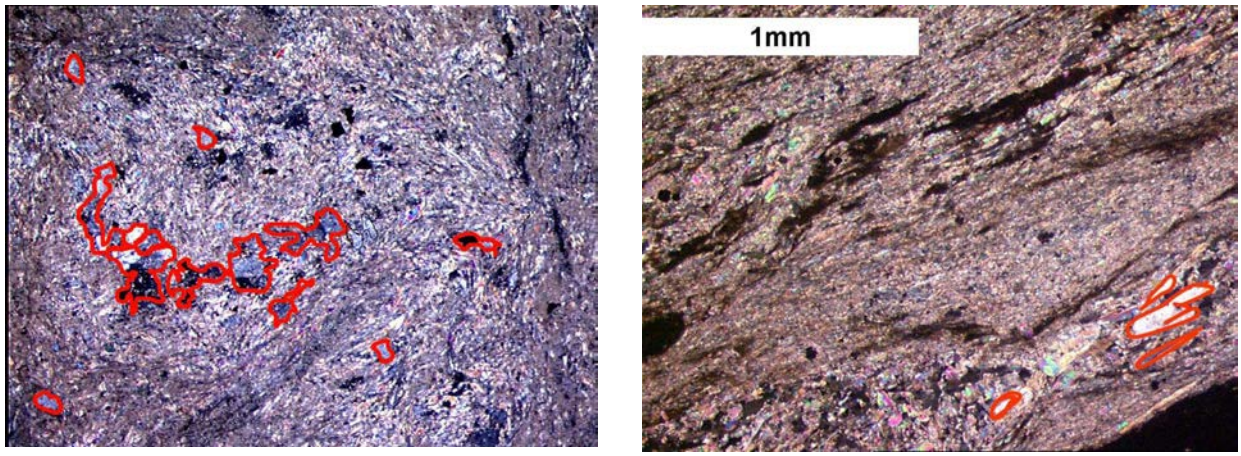


Figure 104: sections horizontale (à gauche) et verticale (à droite) du faciès anhydrite immergé 46 jours dans l'eau déminéralisée (lames Anh1eauH et Ah1eauV respectivement, LPA). L'échelle est valable pour les 2 images. Les principaux prismes de quartz sont encadrés de rouge.

Compte tenu des analyses réalisées au MEB, ces cristaux correspondent à du quartz, à l'instar des lames issues d'anhydrite non immergée.

Le cœur des lames issues d'échantillons d'immergés 190 jours sont relativement similaires : une texture microgrenue d'anhydrite est recoupée ponctuellement par des filonets d'argiles et/ou du quartz (fig. 105). Aucune évolution due à une intrusion n'y est observée.

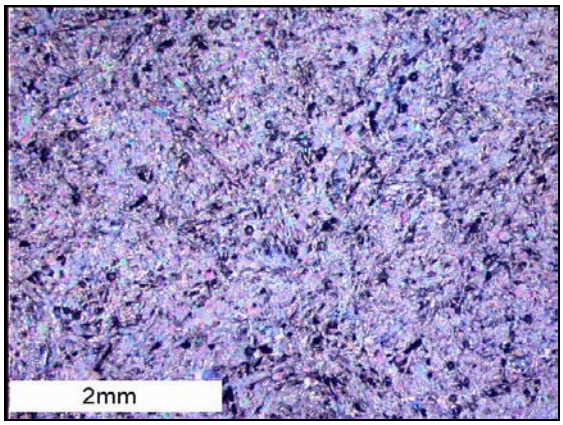


Figure 105: texture microgrenue d'anhydrite observée au cœur de lames minces issues d'échantillons immergés 190 jours dans l'eau (microscopie optique en Lumière Polarisée Analysée).

Une maîtrise fine de la technique de litholamellage associée à un polissage au carbure de silicium de deux microns de diamètres permet d'observer les bordures des esquilles immergées, c'est-à-dire le contact roche/eau (fig. 106).

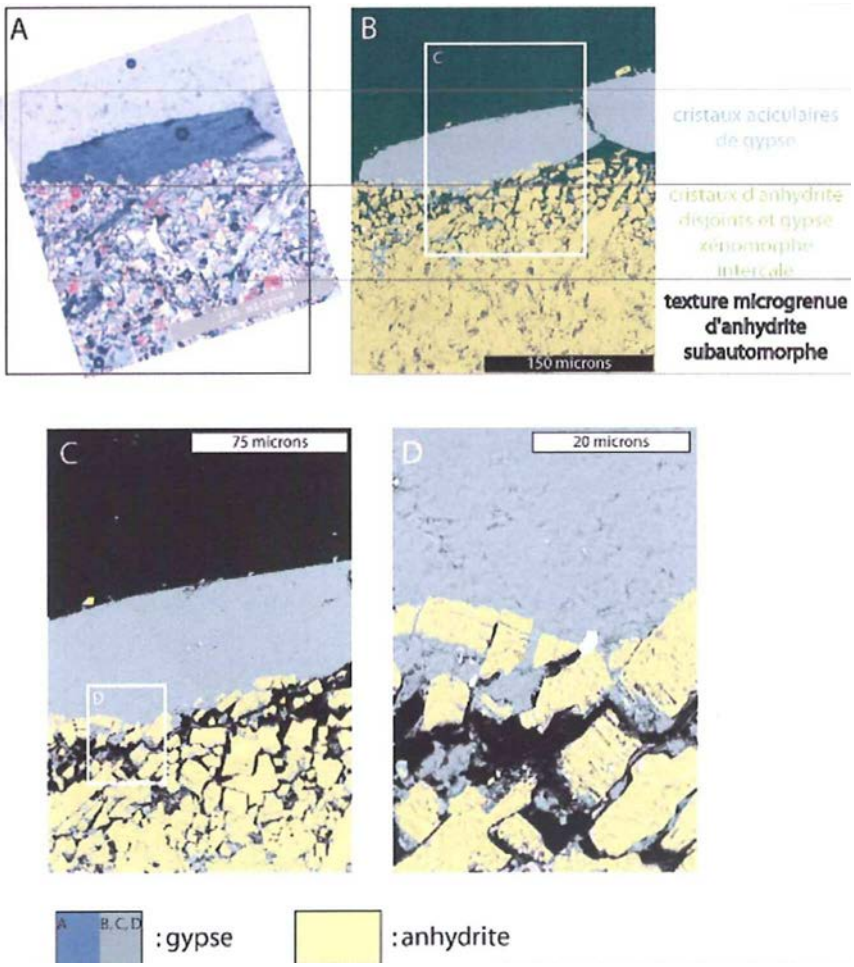


Figure 106 : microtexture et minéralogie du contact eau/anhydrite après 190 de réaction. A : microscopie optique en LPA ; B, C, D : microscopie électronique BSE, fausses couleurs.

En microscopie optique, on observe en bordure d'échantillon du gypse aciculaire automorphe au contact d'anhydrite à texture microgrenue (fig.107 A). Sur cette même image, la biréfringence homogène de la texture anhydritique atteste de l'épaisseur constante (à 2 microns près) de la lame réalisée. Cette même zone observée en microscopie à électrons rétrodiffusés comprend 3 franges distinctes (fig. 107 B):

- une frange basale comparable en tout point à la texture observée dans les échantillons non immergés et interprétée alors comme la frange non altérée par l'eau , ou encore le cœur de l'échantillon (fig. 106 B, C, D),
- une frange intermédiaire où les cristaux d'anhydrite sont disjoints et ponctuellement connectés par

du gypse xénomorphe néoformé. La présence du vide intercristallin et de cristaux isolés s'explique par l'arrachage partiel du ciment sulfaté lors du polissage. Tandis que certaines bordures d'un même cristal d'anhydrite sont orthogonales deux à deux, d'autres présentent des courbures pouvant être le fruit d'une consommation par hydratation ou bien d'une dissolution.

- Une frange supérieure constituée de gypse aciculaire néoformé bien plus grand que les cristaux d'anhydrite. En bordure, ces baguettes englobent de l'anhydrite subautomorphe.

Ainsi, l'hydratation de l'anhydrite dans le faciès du même nom est relativement superficielle en présence d'eau « pure » : la frange réactionnelle mesure 200 microns d'épaisseur pour des échantillons pluricentimétriques. De plus, cette réaction est relativement lente car les baguettes macroscopiques de gypse en bordure d'échantillon se sont formées entre 106 et 190 jours d'immersion (cf. 4.3.2.1) et les échantillons issus d'immersions plus longues présentent une frange gypseuse de même dimension.

D'après Delporte (1988) qui a étudié l'hydratation de l'anhydrite à partir de 200g de ce minéral dans un litre d'eau pure (même proportion que dans nos batch), cette faible vitesse de précipitation est due à l'absence de catalyseur permettant la cristallisation de gypse. Certes une consommation de K^+ a été mesurée mais cette consommation est trop lente et trop infime pour contribuer sensiblement à la formation de gypse comme le montre la cartographie X de ce élément dans ce minéral : aucune répartition préférentielle n'y a été observé (fig. 107 D).

A cette explication physico-chimique il est possible d'en ajouter une physique : la faible porosité connectée du faciès anhydrite est un facteur favorisant une vitesse lente d'hydratation en minimisant l'accès de l'eau chargée aux sites réactionnels (perméabilité faible).

Concernant le possible délitage de ce faciès en présence d'eau, ces résultats issus d'analyses microscopiques nous montrent l'écartement des cristaux d'anhydrite par formation d'un ciment gypseux. Ce phénomène, relativement superficiel (frange réactionnelle de 150 microns), semble être un état stable, le gypse néoformé obstruerait les pores connectés au cœur de l'échantillon.

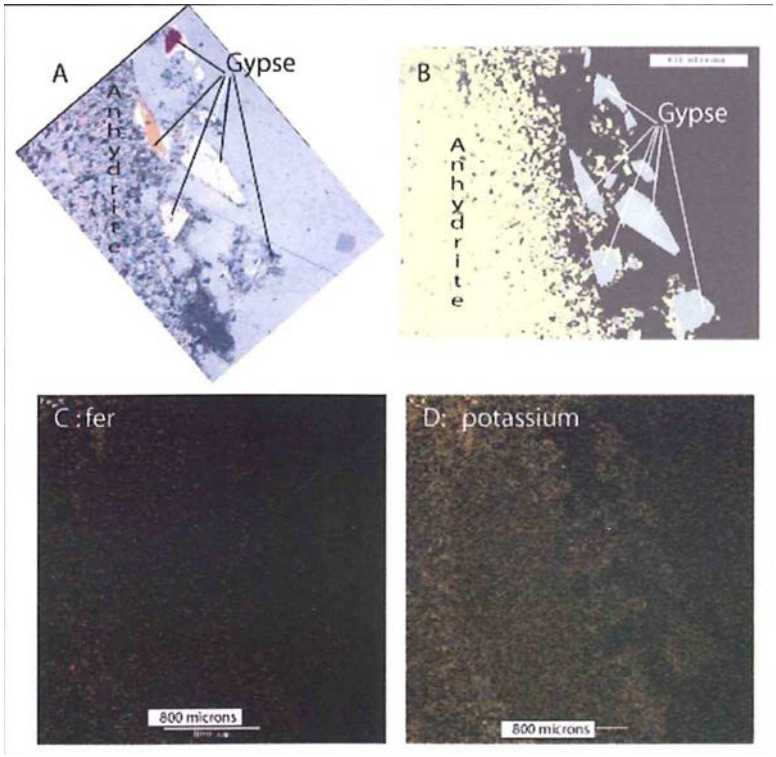


Figure 107 : section de la bordure du faciès anhydrite immergé dans de l'eau pendant 190 jours. A : microscopie optique, B : microscopie en électrons rétrodiffusés ; C : cartographie X du Fer ; D : cartographie X du potassium.

Lorsque la roche a été immergée dans une saumure (NaCl et saumure d'exploitation) la texture « à cœur » des lames-minces correspondantes est identique à celle observée sur les échantillons non-immergés : une texture d'anhydrite microgrenue est recoupée localement par des passées argileuses (cf. 3.3.1). Ce résultat est valable quelle que soit la période d'immersion (46 jours ,105 jours, 190 jours).

Néanmoins, une cristallisation gypseuse a été observée en bordure des échantillons immergés 46 jours. Cette néoformation se localise, à l'instar du gypse formé en présence d'eau et du faciès anhydrite, au niveau d'une frange de 150 microns d'épaisseurs en bordure d'échantillon (fig.108).

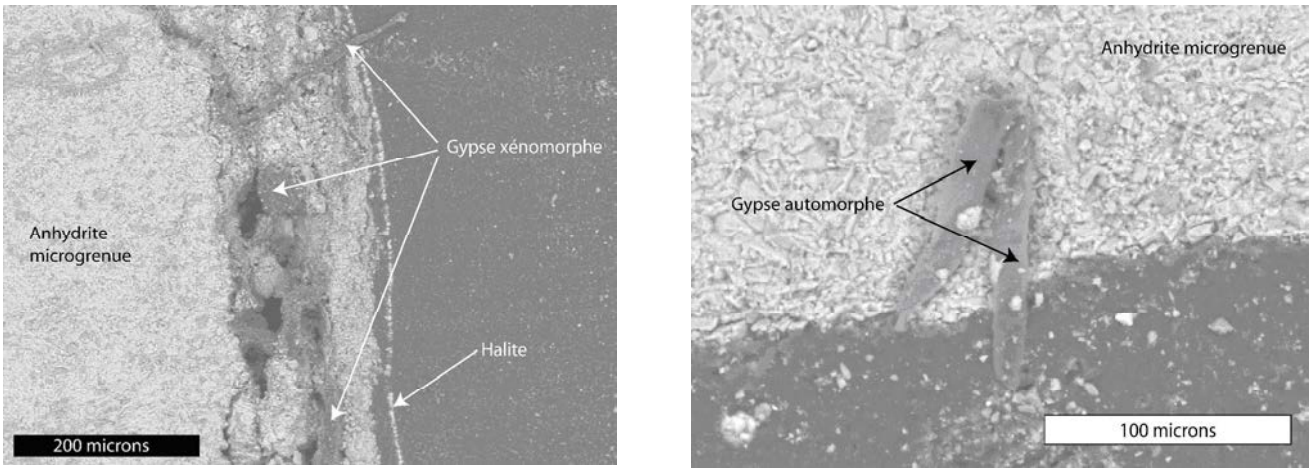


Figure 108 : gypse en bordure d'échantillons d'anhydrites microgrenues immergés 46 en saumures saturées (saumure de cavité).

Synthèse sur les analyses microscopiques d'anhydrite

Quel que soit le fluide en contact (saumures saturées ou eau déminéralisée), l'hydratation de l'anhydrite en gypse se produit en bordure des échantillons d'anhydrite massive, sur une frange de quelques centaines de microns d'épaisseur. En présence d'eau, les cristaux de gypse néoformés présentent un habitus prismatique automorphe bien prononcé. Pour les gypses issus d'une hydratation en saumure, ce caractère est moins marqué. Au-delà de la frange dans laquelle sont localisés les cristaux de gypse, l'anhydrite massive conserve en tous points sa texture microgrenue « in-situ ». Les néoformations gypseuses se développant vers une surface libre (la saumure ou l'eau), aucune pression de gonflement n'affecte la roche. Ce résultat explique la conservation de l'intégrité macroscopique des échantillons de l'expérimentation batch. Le caractère superficiel de l'hydratation du sulfate de calcium anhydre s'explique facilement par la très faible valeur de porosité intergranulaire de l'anhydrite microgrenue (3.3.2), induisant une perméabilité quasi nulle.

4.3.3.3. Le faciès argilite anhydritique

Lames issues d'une immersion dans l'eau

La lame issue d'un talon immergé 46 jours dans l'eau présente localement la texture représentative des lames issues de talons non immergés : une matrice argileuse encadre des nodules de sulfates et se voit recoupée par des veinules sulfatées (3.3.1)). Une différence notable réside dans la disparition des fentes à remplissage d'anhydrite. Celles-ci laissent place à des fentes remplies exclusivement ou partiellement de gypse (fig. 109).

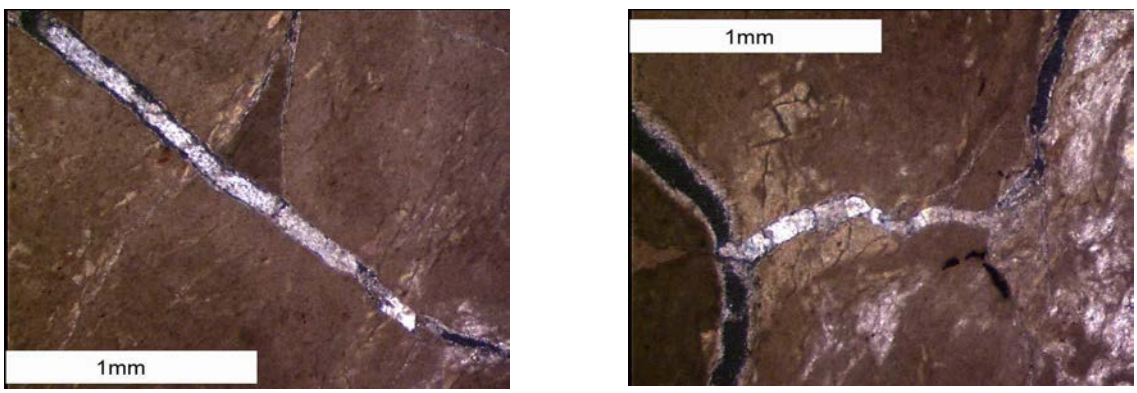


Figure 109: fractures à remplissage gypseux et recoupant une matrice argileuse non fracturée (lame Arganh1eauH1, LPA)

Au bout de 105 jours d'immersion, la texture d'argilite à sulfates nodulaires est toujours présente mais la plupart des nodules présente une fracturation et des minéraux particuliers :

- des vides de forme et de dimensions similaires à celles des nodules (fig. 110),
- des baguettes automorphes de gypse au pourtour des débris de roche, attestant d'une dissolution/ recristallisation (fig. 111).

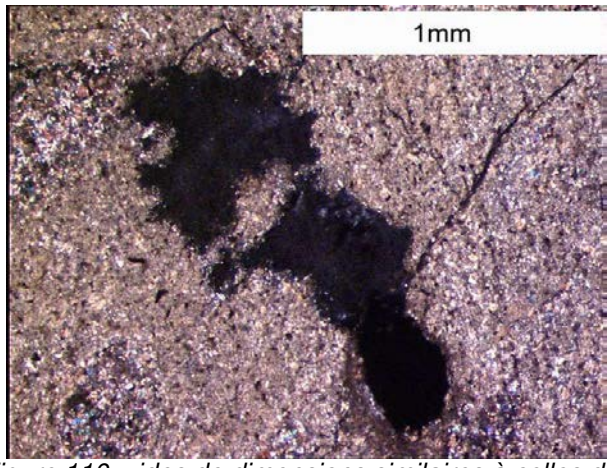


Figure 110: vides de dimensions similaires à celles des nodules de sulfates (lame Arganh2eauH en LPA)

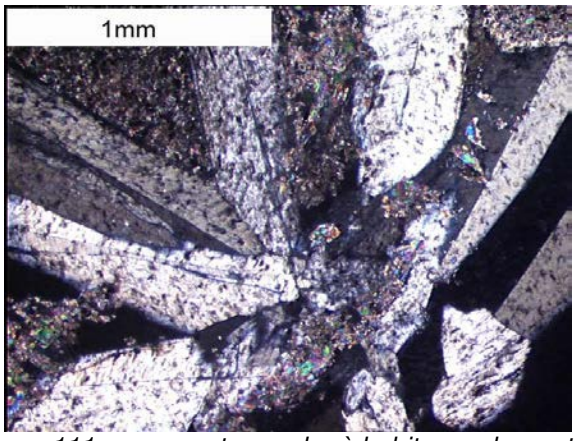


Figure 111: gypse automorphe à habitus en baguettes au pourtour des débris d'argilite anhydritique (lame Arganh2eauH en LPA).

Les échantillons immergés plus de 105 jours présentent les mêmes néoformations que celles décrites précédemment : la microtexture ne semble plus évoluer.

Lames issues d'immersion en saumure NaCl

Après 46 jours d'immersion en saumure NaCl, les échantillons observés présentent une fracturation similaire à celle décrite sur la lame « eau » : les zones essentiellement argileuses sont parcourues dans toutes les directions par des fractures sèches (fig. 112 et 113).

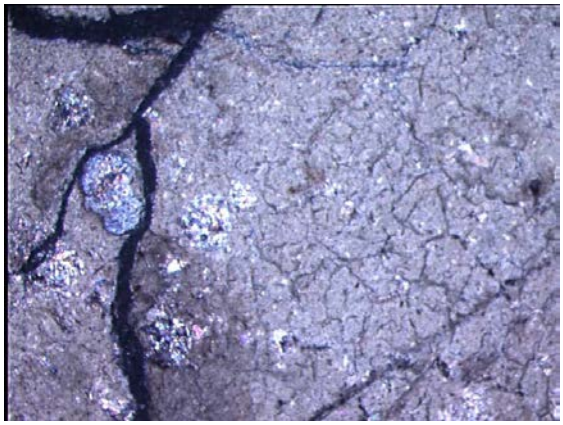


Figure 112: fractures sèches et ouvertes (lame Arganh1saumH en LPA)

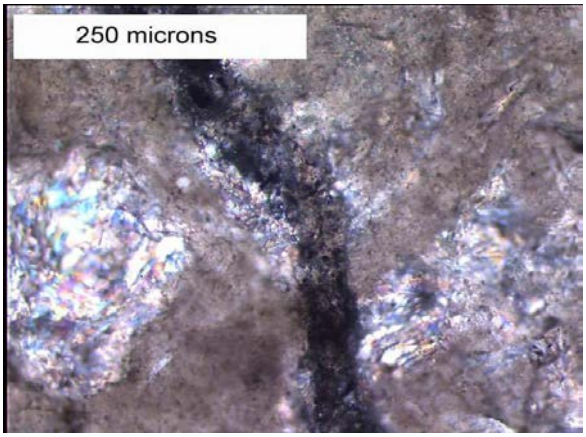


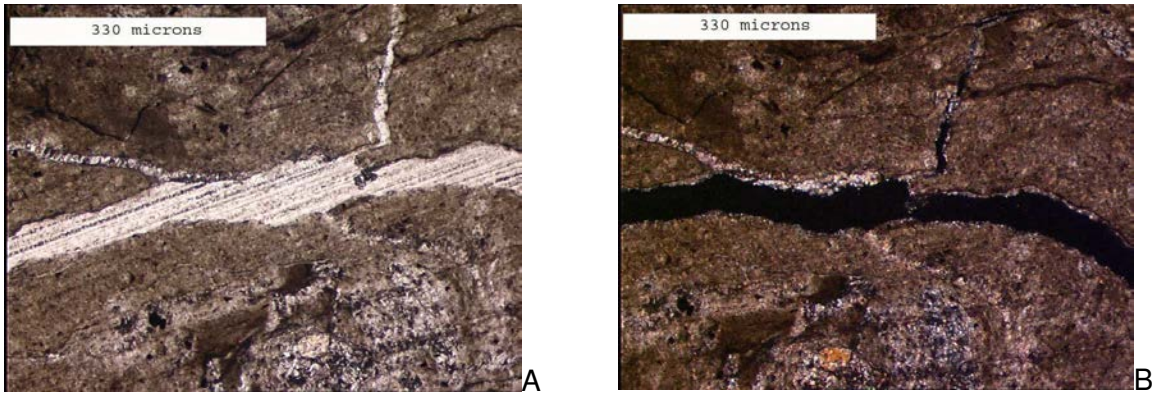
Figure 113: fracture sèche recoupant un nodule d'anhydrite (Lame Arganh1saumh LPA)

Des fracturations de même type sont observées sur les lames d'échantillons immergés 106 jours. Aucune frange réactionnelle n'a pu être observée au pourtour de ces fractures. Ainsi, la dissolution des sulfates constituerait l'origine de ces accidents.

Les lames issues d'échantillons immergés 287 jours présentent également ces fractures ouvertes. Ponctuellement, ces fractures se localisent en bordure des fentes remplies d'anhydrite (fig. 114). Aucun cristal de gypse n'a pu être décelé mais celui-ci aurait pu être abrasé lors du litholamellage.

Ainsi aucune néoformation gypseuse n'a été mise en évidence sur les échantillons immergés dans une saumure NaCl. Ce type de minéral n'est cependant pas à exclure car les dosages en phase fluide

indiquent une consommation de potassium dissout et du gypse néoformé a été mise en évidence au niveau d'anhydrite massive immergée en saumure NaCl



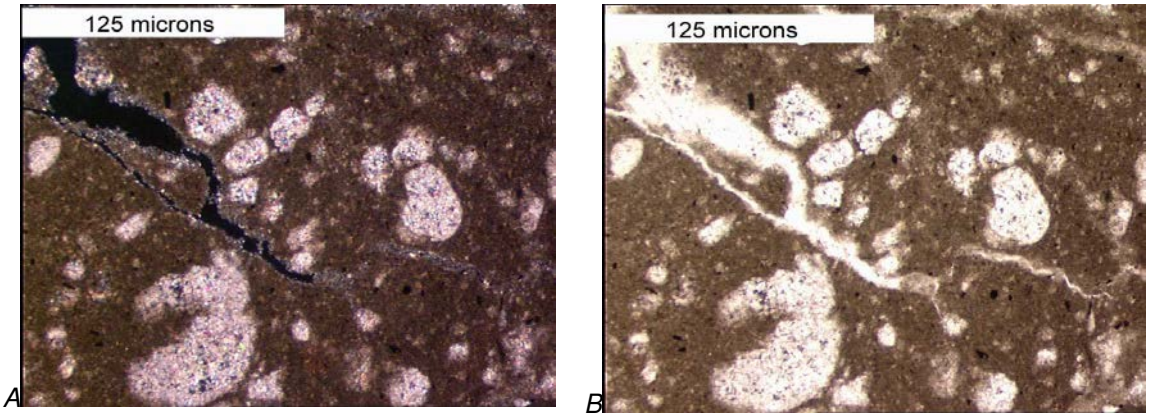
A B

Figure 114: fracture ouverte en bordure d'une fente remplie d'anhydrite ; A : Lumière polarisée non analysée ; B : lumière polarisée analysée (lame arganh4saumB).

Lames issues d'immersion en saumure de cavité

Outre la texture à anhydrite microgrenue et micronodulaire rencontrée pour le faciès initial, les lames minces issues d'une immersion en saumure de cavité présentent des discontinuités et cristaux particuliers :

- comme pour les échantillons immergés en saumure NaCl, des fractures ouvertes et sèches sont rencontrées essentiellement dans la matrice argileuse (fig. 115),
- certaines de ces fractures contiennent des agrégats gypseux au cœur desquels on peut observer de l'anhydrite xénomorphe. L'habitus du gypse y est aciculaire ou en tablette (fig. 116, 117, 118).



A B

Figure 115: fracture ouverte dans une matrice argileuse à micronodules d'anhydrite; A: Lumière polarisée analysée; B: lumière polarisée non analysée. Lame issue d'un échantillon immergé 287 jours dans une saumure de cavité.

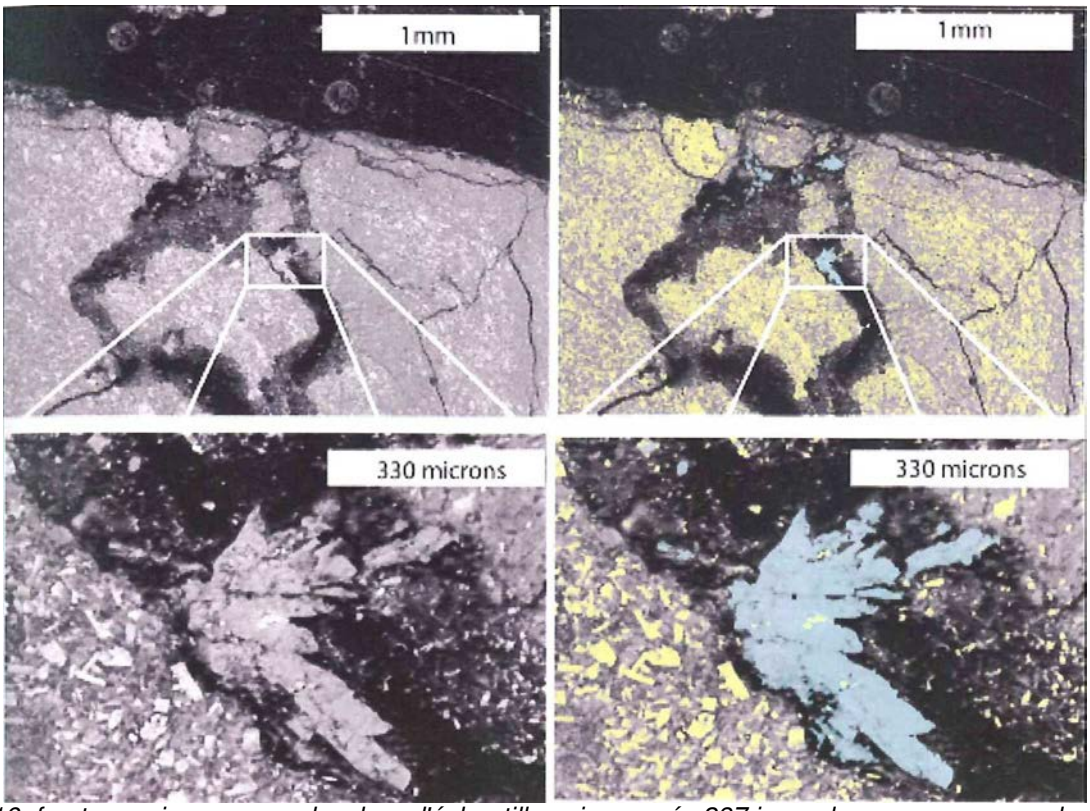


Figure 116: fractures sinueuses en bordure d'échantillons immergés 287 jours dans une saumure de cavité: du gypse constitue l'essentiel du remplissage; gauche: données brutes; droite: fausses couleurs avec gypse en bleu et anhydrite en jaune.

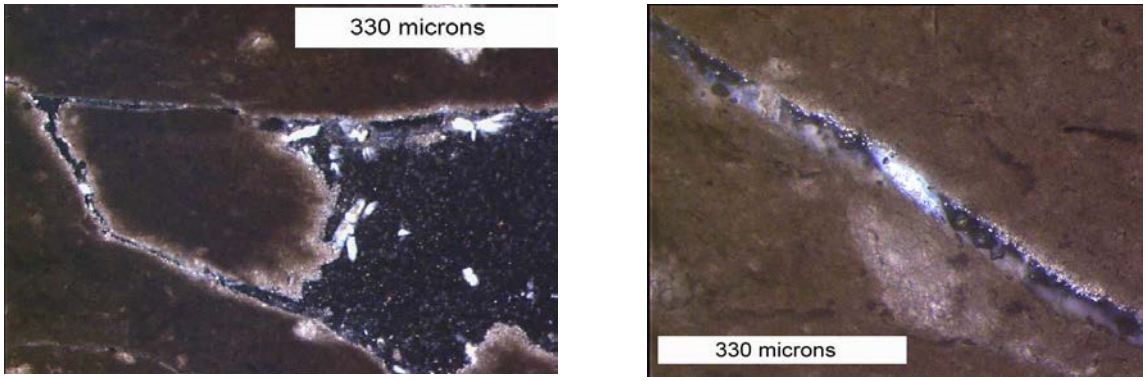


Figure 117: gypse (en blanc) localisé dans des fractures ouvertes. Echantillons immergés 190 jours dans une saumure de cavité. Lumière polarisée analysée.

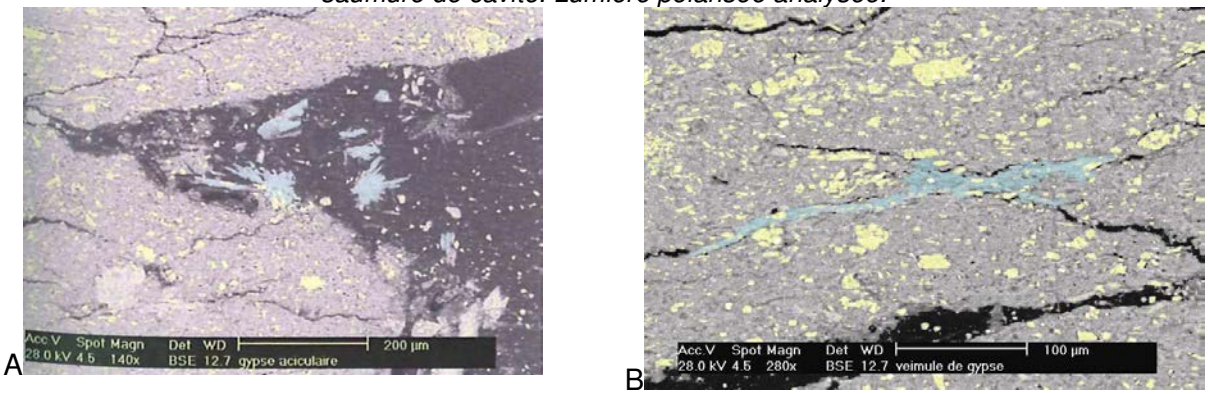


Figure 118: habitus du gypse (en bleu) de remplissage ; A: aciculaire et en tablette ; B : xénomorphe. Imagerie en électrons rétrodiffusés e traitement fausses couleurs (anhydrite en jaune et gypse en bleu).

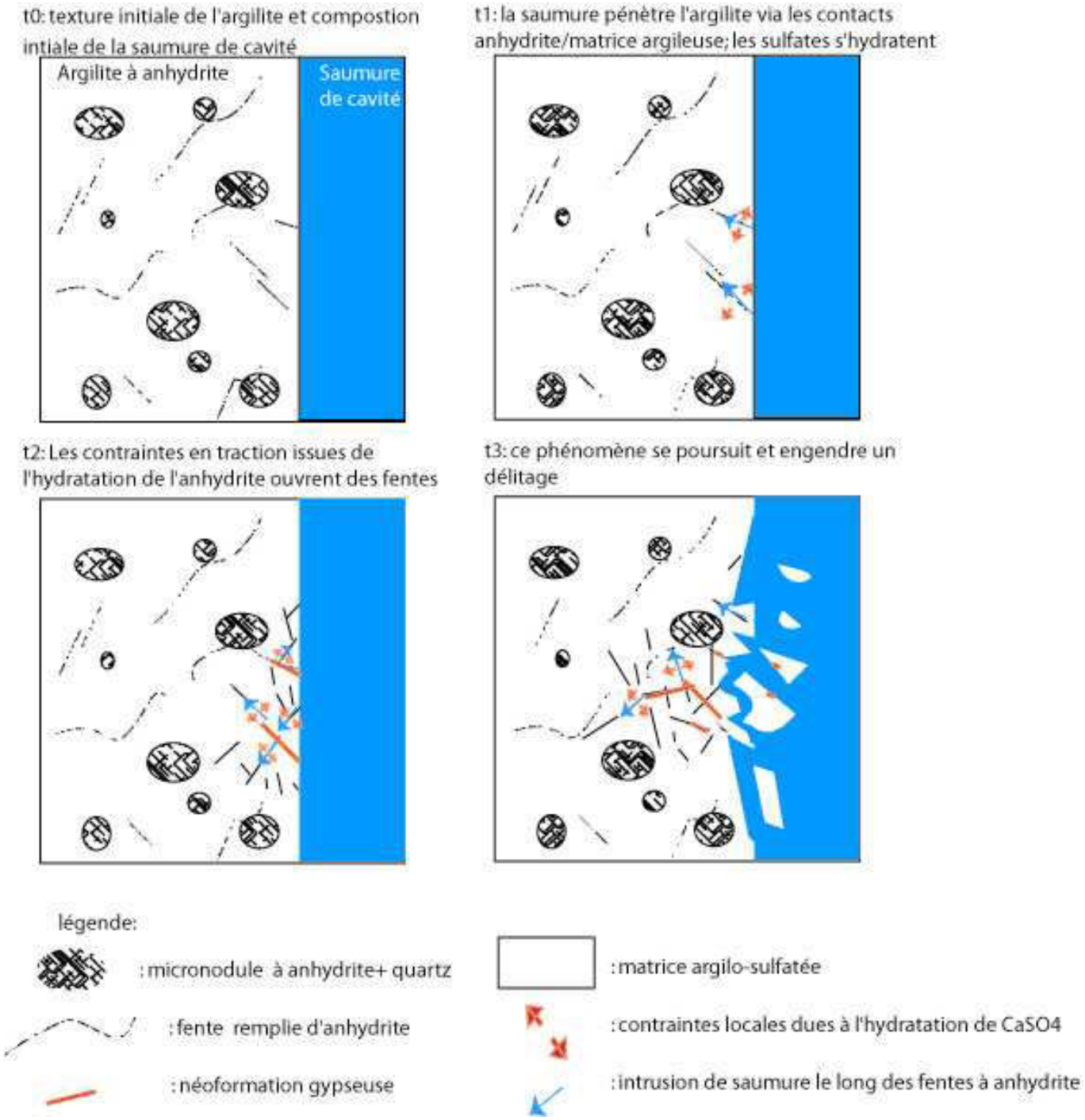


Figure 119: modèle de délitage de l'argilite à anhydrite immergé dans une saumure de cavité.

Ainsi, un minéral non détecté en diffractométrie rayons X sur échantillons non immergés, est clairement mis en évidence par des analyses microscopiques. Cette espèce s'avère être du gypse qui est exclusivement localisé dans des fractures ouvertes. Pour expliquer cette configuration, seul un modèle génétique basé sur l'hydratation de $CaSO_4$ nous semble acceptable : dans un premier temps, la saumure pénètre l'échantillon via des microfissures de la matrice argileuse ou bien aux contacts anhydrite/argile. A ce stade, une faible dissolution de l'anhydrite est probable. Celle-ci serait favorisée par la précipitation de syngénite (non décelée en microscopie). Ensuite la saumure hydraterait l'anhydrite accessible en gypse. L'accroissement volumique associé réouvrirait des microfissures et/ou en serait l'origine (fig. 119).

Entre les lames-minces réalisées à 106 jours d'immersion et les suivantes, la maîtrise de la technique de polissage a augmenté. Or, pour les lames réalisées sur échantillons immergés 45 et 106 jours, aucune trace gypse n'a été décelée. Il est donc probable que l'hydratation de $CaSO_4$ ait eu lieu pour ces durées d'immersion mais qu'un polissage trop grossier ait abrasé les néoformations gypseuses.

Synthèse sur le faciès argilite anhydritique

En présence d'eau pure, la dissolution des sulfates est une cause non négligeable du délitage. Cette dissolution serait favorisée par la précipitation de syngénite. Suite à cette dissolution, la précipitation de gypse contribue également au délitage en ouvrant des fentes initialement remplies d'anhydrite.

Immergée dans une saumure NaCl, la dissolution de l'anhydrite a également lieu. Cette dernière serait également favorisée par la précipitation de syngénite. Dans de tels batchs (argilite/saumure NaCl), aucune néoformation gypseuse n'a été observée.

A l'inverse, l'hydratation de l'anhydrite en gypse a été clairement mise en évidence. Cette réaction pourrait être favorisée par la présence de fer et de potassium dissouts en précipitant sous forme de sulfates du groupe de la syngénite et/ou de la jarosite.

4.3.3.4. Activité de l'eau contenue dans les saumures saturées et nature du sulfate de calcium en équilibre

Objectif

Les conditions de stabilité du gypse et de l'anhydrite en milieu aqueux sont d'un intérêt considérable dans l'étude de la formation des évaporites sulfatées (Stewart, 1963). L'effet de la salinité sur l'équilibre gypse-anhydrite, notamment dans le système $CaSO_4$-NaCl-H2O, a été étudié par Van't Hoff (1903), D'Ans et al. (1955), Madgin and Swales (1956), Bock (1961), Zen (1965) et Hardie (1967). Tous ont vérifié que la température de transition entre gypse et anhydrite diminuait avec une diminution de l'activité de l'eau. Hardie a recensé les résultats des expérimentations portant la transition gypse-anhydrite en fonction de la température et de l'activité de l'eau. Ces résultats sont présentés sur la Figure 120.

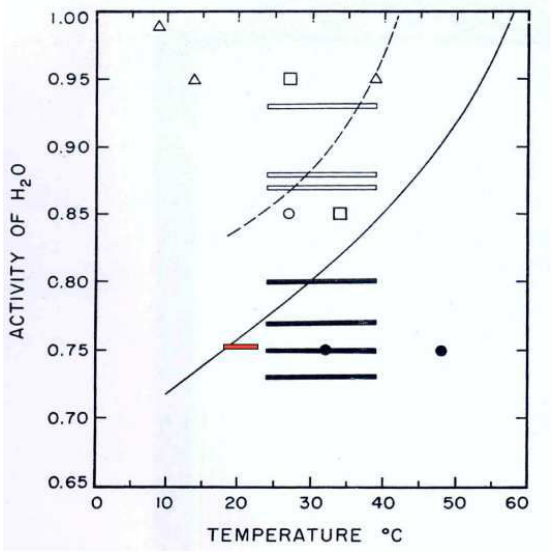


Figure 120 : diagramme température-activité de l'eau de saumures en équilibre avec du gypse (figurés à fond blanc) ou de l'anhydrite (figurés noirs) dans des évaporites naturelles. Courbe d'équilibre en pointillé : Bock, 1961 ; courbe pleine : Hardie.1967. Surface rouge : conditions de l'expérience batch de la thèse.

Sur cette Figure sont reportées les conditions température activité de l'eau de l'expérimentation batch (rectangle rouge). Selon les travaux antérieurs, ces conditions correspondent au domaine de stabilité de l'anhydrite. Or, du gypse a clairement été mis en évidence dans les réacteurs remplis de saumure de cavité et de Marnes Irisées inférieures. Cependant, l'activité de l'eau dans la saumure de cavité n'est pas connue avec précision et ce paramètre doit faire l'objet d'une mesure précise afin de pouvoir confronter les résultats de l'expérience batch et ceux des travaux antérieurs. Dans ce but, la saumure de cavité utilisée lors de la thèse a été introduite dans le banc Othello en imposant une température de 25°C, la première valeur de P/P_0 mesurée correspondant à l'activité de l'eau dans cette saumure de cavité. Une fois toute l'eau pompée, les sels formés ont été observés en microscopie électronique afin de mettre en évidence la nature du sulfate de calcium (anhydre ou di-hydraté) ainsi formé.

Résultats

Deux mesures différentielles de pression de vapeur d'eau ont été effectuées pour la saumure de cavité ; Les valeurs d'activité de l'eau correspondantes sont 0.760 et 0.752.

Les analyses microscopiques sur les sels formés attestent de la présence de sulfates de calcium automorphes (fig. 121). Ces cristaux ont tous été identifiés comme étant des sélénites (cristaux automorphes de gypse). Le caractère automorphe de ces cristaux a permis d'identifier le cœur et les bordures de cristaux correspondant respectivement à des étapes de cristallisation précoce et tardive. Les analyses quantitatives effectuées dans ces zones avec un voltage élevé (30kV) pour accéder au cœur des cristaux sont reportées dans le Tableau 29.

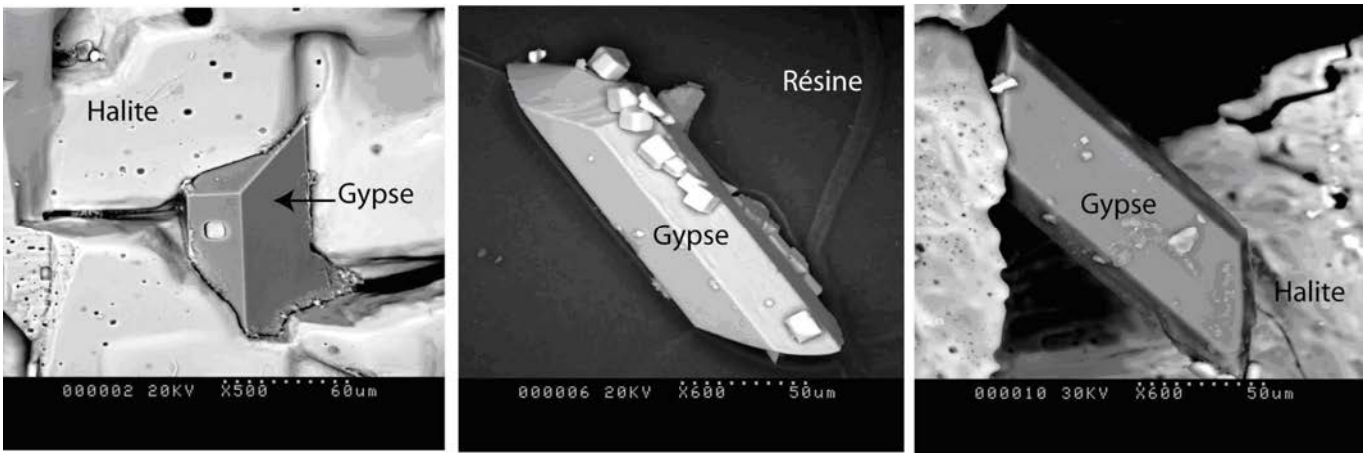


Figure 121 : cristaux automorphes de gypse formé lors de l'évaporation à 25°c de la saumure de cavité utilisée lors de l'expérimentation batch (imagerie en électrons rétro-diffusés).

Tableau 29: analyses quantitatives du pourcentage massique de strontium à coeur en bordure de cristaux automorphes issus de l'évaporation de la saumure SOLVAY (analyses ponctuelles au MEB à 30kV).

	% massique de strontium		**Incertitude relative**	**%bordure / %coeur**
cristal	En bordure	A coeur		
1	0.23	0.34	18 pour mille	0.68
2	0.28	0.34	18 pour mille	0.82
3	0.34	0.41	18 pour mille	0.83
4	0.29	0.40	18 pour mille	0.73

Pour les quatre gypses analysés, la teneur en strontium en cœur de cristal est systématiquement supérieure à celle mesurée en bordure et les quantités mesurées sont supérieures à l'incertitude de la machine. Ainsi les substitutions Ca/Sr sont plus fréquentes en début de la cristallisation des baguettes de gypse. Ce résultat a déjà été obtenu par Génin (Génin, 1985) pour des cristaux de gypse obtenus par hydratation de bassanite. Ainsi, si le strontium était présent en tant qu'élément de substitution au sein du réseau gypseux, celui-ci constituerait un catalyseur de la cristallisation des sulfates calcium en jouant rôle de nucléus de germination. Une surconcentration de sulfates de calcium dans la saumure, engendrée soit par évaporation soit par dissolution d'anhydrite (expérience batch) entrainerait une précipitation de sulfates dans l'ordre inverse de leur solubilité. De la célestine précipiterait alors, viendrait ensuite une précipitation de gypse. Or, les substitutions Ca/Sr sont possibles dans ces deux minéraux bien qu'ils n'appartiennent pas au même réseau cristallin (Génin, 1985). De ce fait, il peut exister une solution solide célestine/gypse et les gypses correspondants aux analyses peuvent être assimilés à des cristaux de sulfates de calcium dont le cœur contiendrait une anomalie positive de substitution Sr/Ca en leur cœur. Ainsi, le rôle de germe de nucléation joué par le strontium dans la cristallisation du gypse est clairement mis en évidence. Ce phénomène favoriserait donc l'hydratation de l'anhydrite.

Une cartographie par rayonnement X a été entreprise sur les sels formés lors de l'évaporation de la saumure de cavité (fig. 122). La comparaison de la répartition des éléments calcium, soufre et potassium en bordure d'un cristal de gypse a permis de mettre en évidence un cristal de syngénite dont la présence est suggérée par la diminution de la concentration en potassium dissout lors de l'expérience batch.

Les expérimentations décrites permettent d'affirmer que pour une activité de l'eau comprise entre 0.75 et 0.76 et pour une température de 25°C, le sulfate de calcium stable dans le système $CaSO_4$,-NaCl-H_2O est le gypse, contrairement aux conclusions des travaux antérieurs et notamment ceux de Hardie. Cette divergence peut s'expliquer par les techniques employées, comme cela est décrit en première partie de ce chapitre. Comme le gypse est stable en saumure saturée à 25°C, il l'est également pour des températures plus faibles, et en particulier pour celles de l'expérimentation batch dont les résultats concernant l'hydratation de l'anhydrite est de ce fait validée. Cette hydratation est favorisée par la précipitation de syngénite et la présence de strontium dissout.

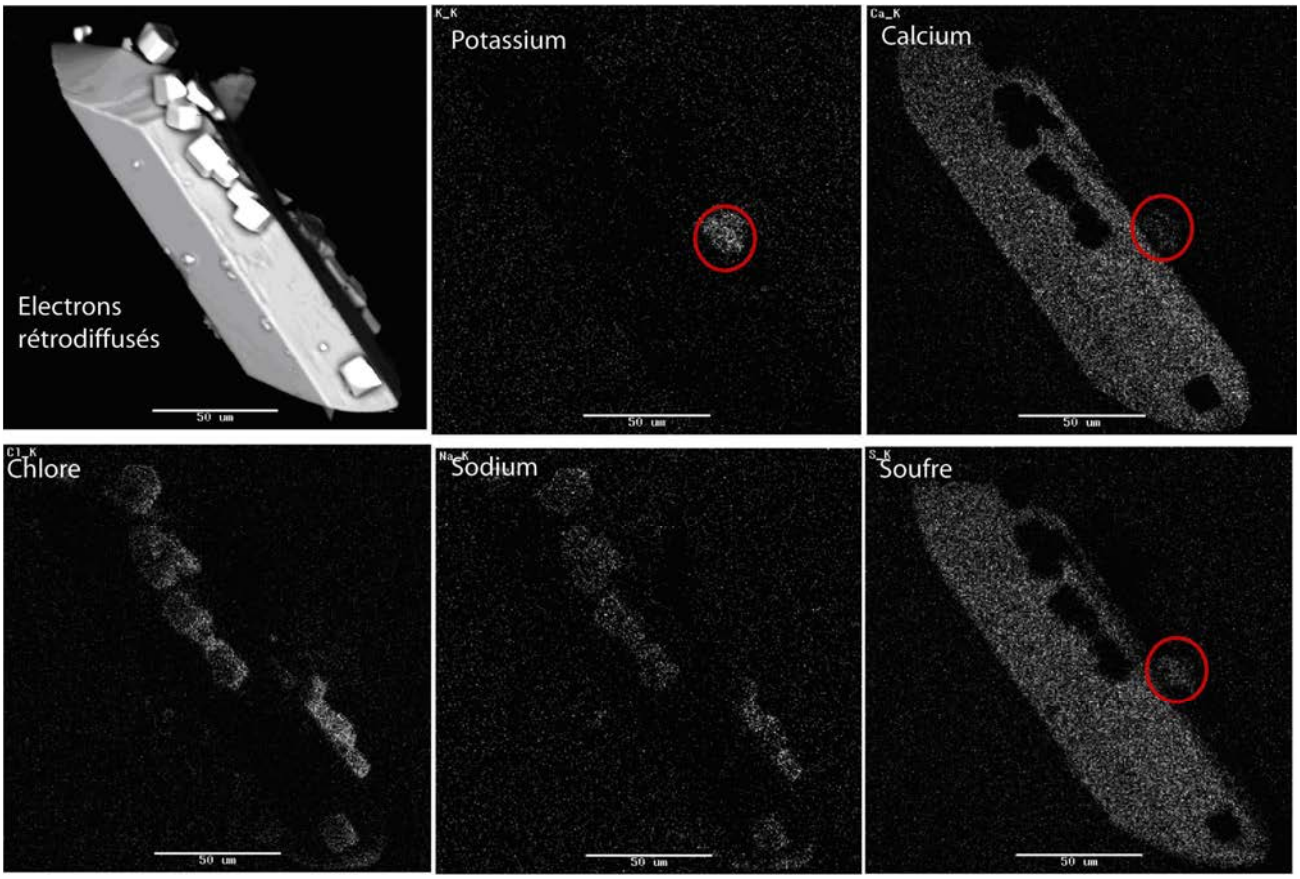


Figure 122 : imagerie rX sur une partie des sels formés par évaporation de la saumure de cavité. La superposition du calcium, du soufre et du potassium en bordure du gypse (cercle rouge), atteste de la présence de syngénite.

4.4. SYNTHESE ET DISCUSSION DES RESULTATS

4.4.1. Synthèse des résultats de l'expérimentation batch

Concernant les « Marnes Irisées inférieures », les observations macroscopiques relatives à l'expérimentation batch décrite dans chapitre attestent d'un délitage des faciès argileux en présence de saumure de cavité, tandis que l'anhydrite massive conserve son intégrité macroscopique dans les mêmes conditions. Parallèlement, les analyses portant sur l'évolution de la microstructure et de la minéralogie en présence de saumure indiquent la présence de néoformation gypseuse au cœur des échantillons d'argilite à anhydrite. Ces néoformations sont également présentes au niveau des échantillons d'anhydrite massive : celles-ci sont localisées en bordure d'échantillon, dans une frange dont la largeur n'excède pas 200 microns. Ainsi, dans les conditions de l'expérimentation batch, le gonflement de l'anhydrite affecte les « Marnes Irisées inférieures » immergées dans une saumure de cavité. Compte tenu de l'évolution de la composition de cette saumure au cours de l'expérience, et des analyses minéralogiques effectuées sur les sels formés par évaporation à 25°c de ce même fluide, cette réaction d'hydratation est favorisée par la présence de strontium, et de potassium dissout. Cet élément, en se concentrant sous la forme de syngénite, sulfate mixte de calcium et de potassium, lève la métastabilité de l'anhydrite en accélérant sa dissolution. Le strontium favorise la précipitation du gypse en servant de germe de nucléation pour ce dernier. La consommation du fer dissout dans la saumure de cavité peut être attribuée à la précipitation de jarosite, catalyseur de l'hydratation de l'anhydrite. Compte

tenu des résultats des analyses au porosimètre à mercure, le caractère superficiel de l'hydratation de l'anhydrite au niveau du faciès anhydrite massive s'explique par un volume de porosité connecté trop faible pour permettre à la saumure l'accès aux sites réactionnels du cœur des échantillons. A l'inverse, la matrice argileuse du faciès argilite à anhydrite constituerait un chemin préférentiel pour la saumure, qui, une fois sursaturée en sulfates de calcium, y précipiterait du gypse.

Les échantillons du faciès « argilite silteuse des Marnes Irisées Moyennes » employés pour l'expérimentation batch ne contiennent ni d'argiles gonflantes, ni d'anhydrite. Au contact d'une saumure de cavité, d'eau déminéralisée ou de saumure saturée en chlorure de sodium, un délitage est néanmoins observé. Contrairement à l'argilite à anhydrite, ce délitage se développe préférentiellement de manière stratiforme, c'est-à-dire suivant les plans de stratification. Les analyses minéralogiques et microtexturales faisant suite à l'immersion en saumure n'ont pas permis l'identification de néoformation minérale et les dosages de la saumure ne montrent aucune modification significative des concentrations en éléments dosés. L'eau déminéralisée par contre voit ses concentrations en sulfates, calcium, magnésium et potassium sensiblement augmenter. Les sulfates proviendraient de la dissolution de la pyrite, et le potassium d'une altération de la muscovite (dissolution ou échange du cation interfoliaire). L'évolution de la saumure saturée en chlorure de sodium suit une tendance similaire. Or les quantités dissoutes au contact de ce fluide sont inférieures aux incertitudes des concentrations mesurées dans la saumure de cavité. Ainsi, la saumure de cavité en contact de l'argilite silteuse a pu également être affectée par des augmentations de concentrations (en éléments dissous) trop faibles pour être détectées par dosage. Cette hypothèse est en accord avec les analyses issues de la microscopique puisque aucune néoformation minérale n'a été détectée suite une immersion, et ce quel que soit le fluide (saumure et eau déminéralisée).

4.4.2. Discussion : origine du délitage des Marnes Irisées inférieures en présence de saumure

La caractérisation minéralogique des « Marnes Irisées inférieures » (chapitre 3) révèle la présence de deux types de minéraux connus pour leurs propriétés gonflantes en milieu aqueux, contribuant ainsi aux modifications des propriétés mécaniques des roches auxquelles ces minéraux appartiennent. Ces minéraux sont des argiles gonflantes, en particulier la smectite et des interstratifiés irréguliers chlorite/smectite, et le sulfate de calcium anhydre, l'anhydrite.

Concernant le gonflement des argiles, le phénomène d'hydratation/déshydratation est fonction de l'activité de l'eau (ou de la pression relative en phase vapeur). Deux étapes de gonflement sont classiquement décrites (Jin, 1994, Berend et al., 1995). Pour des activités de l'eau inférieures à 0.96, le gonflement cristallin est régi par l'hydratation des cations interfoliaires, engendrant ainsi un accroissement de la distance basale. Néanmoins, ce type de gonflement est connu pour être inactif à l'échelle macroscopique, l'augmentation volumique induite par l'hydratation des cations compensateurs est compensée par la diminution du volume poreux (Bihannic, 1998). Pour des activités de l'eau supérieures, les répulsions électrostatiques et les forces osmotiques sont à l'origine d'un gonflement macroscopique, appelés gonflement osmotique. Dans le cas présent, les fortes concentrations des saumures (6 $mol.l^{-1}$) impliquent une activité de l'eau de l'ordre de 0.75 correspondant au domaine du gonflement cristallin (Mulder et al., 1992). C'est pourquoi le gonflement des interstratifiés chlorite/smectite et de la smectite contenus dans les « Marnes Irisées inférieures » n'est pas considéré comme le responsable du délitage en saumure des faciès argileux.

L'expérimentation batch décrite dans ce chapitre a permis de mettre en évidence le «gonflement de l'anhydrite » au sein des argilites à anhydrite en présence de saumure saturée. Bien que l'anhydrite coexiste avec de l'eau à température ambiante, le système anhydrite-eau est connu pour être métastable, le minéral en équilibre étant le gypse. Dans le domaine du génie civil, le gonflement de l'anhydrite a été intensivement étudié (Delporte, 1988 ; Evrard et al., 1984, 1987, Nüesch et al, 1995 ; Einstein, 1996). Dans le processus d'hydratation, une mole d'anhydrite (136g) avec une masse volumique de $3g.cm^{-3}$ est convertie en une mole de gypse (172g) possédant une de $2.32g.cm^{-3}$. Un calcul élémentaire indique que l'accroissement volumique associé est de 61%. Les pressions de gonflement des roches argilo-anhydritiques sont comprises entre 1 et 5Mpa c'est à dire égales voire supérieures à la résistance à la traction des Marnes Irisées Inférieures (Homand, 2002). De ce fait, le gonflement de l'anhydrite engendrerait une pression suffisante pour créer une fracturation des argilites à

anhydrite. Voilà pourquoi ce type de gonflement semble être le responsable majeur du délitage des faciès argileux des Marnes Irisées Inférieures au contact d'une « saumure de cavité ».

Aucun délitage en saumure de cavité n'a été observé pour le faciès anhydrite massive. Ce résultat s'explique par une perméabilité trop faible de cette lithologie pour permettre à la saumure d'accéder en profondeur aux sites réactionnels que sont les cristaux d'anhydrite. Ainsi, en contexte de remontée des cavités de dissolution au travers des Marnes irisées inférieures, la rupture du faciès anhydrite ne s'explique pas par un délitage d'origine physico-chimique. Une origine purement mécanique doit être à rechercher.

CHAPITRE 5. COMPORTEMENT MECANIQUE DES MARNES IRISEES INFERIEURES ET MOYENNES – EFFET D'UNE SAUMURE SATUREE

5.1. INTRODUCTION

Les expérimentations décrites au chapitre précédent témoignent d'un délitage des argilites en présence de saumure de cavité. Ce phénomène provient de l'hydratation de l'anhydrite et semble attester d'une contribution chimique dans le processus de remontée des cavités au travers des Marnes à anhydrite. Ces expérimentations ont concerné des échantillons sans contrainte mécanique externe, contrairement aux argilites in-situ. Les essais en compression présentés dans ce chapitre visent à étudier le rôle des interactions chimiques entre argilite et saumure sur le comportement mécanique instantané et différé. Une première partie traite du comportement instantané des Marnes à irisées inférieures et une deuxième du comportement différé. Il existe trois configurations dans lesquelles les roches peuvent être au contact avec des saumures :

- les flancs de cavités de dissolution recoupant les « Marnes à anhydrite » (configuration 1),
- le mur des exploitations par chambres et piliers (configuration 2),
- le toit des cavités au contact de la dolomie de Beaumont (configuration 3).

L'effet du gonflement de l'anhydrite en saumure sur le comportement mécanique des « Marnes à anhydrite » (configurations 1 et 2) a été étudié via des essais de compression uni-et tria-axiales et par des essais à charge constante (fluage) à teneur en eau en l'état ainsi qu'en saumure. Pour ce dernier type d'essai, l'origine microscopique des déformations a été identifiée par des analyses microscopiques et chimiques.

Les analyses issues de l'imagerie sonar des cavités de dissolution, couplée à une reconstruction de la géologie des Marnes Irisées inférieures et moyennes attestent de différents mécanismes pour expliquer la remontée puis l'effondrement de terrains de recouvrement (chapitre 2). Les Marnes Irisées inférieures contiennent, à l'échelle d'une concession, de véritables bancs d'anhydrite. Des critères géométriques témoignent d'une rupture en flexion de ces bancs, à l'instar de la dolomie de Beaumont. Afin de simuler au mieux de tels mécanismes, le comportement mécanique de ces lithologies a été abordé par des essais de flexion 3 points (configuration 3); l'influence de saumures saturées est étudiée. Les résultats correspondants sont présentés en dernière partie de ce chapitre.

5.2. COMPORTEMENT MECANIQUE INSTANTANE DES MARNES IRISEES INFERIEURES

5.2.1. Synthèse des travaux antérieurs

A la demande de l'administration, la Compagnie des Salins du Midi et des Salines de l'Est a entrepris l'étude de l'origine et de l'importance des venues d'eau susceptibles d'atteindre la mine de Varangéville Saint Nicolas et l'étude des conséquences que ces venues d'eau pourraient avoir sur la stabilité. Le Centre de Mécanique des Roches de l'Ecole des Mines de Paris s'est vu confier la partie mécanique de cette étude dont l'objectif était d'étudier le comportement mécanique des Marnes du mur de la mine en question, à teneur en eau en l'état et imbibées de saumure saturée (Vouille, 1985).

D'autre part, la société SOLVAY a confié au laboratoire LAEGO la caractérisation mécanique des « Marnes à anhydrite » du sondage CB3129. Des essais en saumure ont également été entrepris (Homand, 2003).

Cette partie résume les principaux résultats de ces travaux.

5.2.1.1. Comportement mécanique des Marnes du mur de la mine de Varangéville

Echantillonnage

Les prélèvements ont été réalisés par la méthode du « carottage intégral » afin d'obtenir un taux de récupération suffisant. Cette technique consiste à forer un trou de petit diamètre dans lequel on scelle à la résine une tige d'acier sur toute la longueur (1.5m). Cette étape à pour but de solidariser les différents

tronçons de roche fissurée. Par la suite, un carottage de plus grand diamètre (172mm) est effectué coaxialement à la tige. Vouille précise que le carottage en laboratoire nécessaire à la réalisation d'éprouvette a malgré tout entraîné d'importantes fissurations et un certain nombre d'éprouvettes ont dû être recollées à la résine.

Essais de compression simple

17 essais de compression simple ont été effectués avec une vitesse de chargement de 0.8MPa/minute. 8 éprouvettes ont été équipées de jauges extensiométriques dans les 2 directions principales du tenseur des contraintes, ainsi que de capteurs de déplacements inductifs afin d'obtenir une mesure globale des déformations axiales. Les neuf autres éprouvettes possédaient des hétérogénéités trop importantes pour être instrumentées avec des jauges.

La valeur moyenne des résistances à la compression est de 8.3MPa pour un écart-type de 3.2MPa. Cette dernière valeur rend compte de l'importance des hétérogénéités macroscopiques sur les différentes valeurs de résistance obtenues. Malheureusement, aucune analyse minéralogique voire mesure de masse volumique n'est fournie dans le rapport. De tels paramètres auraient été utiles pour expliquer la dispersion des résultats.

Selon Vouille, le calcul du coefficient de Poisson enveloppe semble relativement fiable et la valeur moyenne correspondante est de 0.13.

Après élimination des éprouvettes dont la valeur de résistance à la compression a été jugée non représentative, Vouille fournit une valeur moyenne du module de Young enveloppe (tangent) de 760 MPa pour un écart-type de 400 MPa.

Essais de compression triaxiale

Six essais ont été réalisés avec les pressions de confinement constantes de 3, 6 et 9MPa. Dans un premier temps, les échantillons ont subi un chargement isotrope puis la contrainte axiale a été augmentée avec une vitesse de 0.8MPa/minute jusqu'à la rupture de l'échantillon. Seules les déformations axiales ont été mesurées. Les résultats sont reportés dans le Tableau 30.

Tableau 30: résultats des essais de compression triaxiale (Vouille, 1984).

Eprouvette	Pc (MPa)	E enveloppe axial (GPa)	Limite d'élasticité(MPa)	Rc (MPa)
S10-10	3	1.82	12.1	16.1
S13-1	3	0.69	5.8	12.8
S9-4	6	1.17	12.2	16.8
S12-1	6	0.94	14.0	21.0
S10-3	9	2.67	18.0	25.8
S10-11	9	4.4	20.4	26.8

Comme on pouvait s'y attendre, la limite élastique ainsi que la résistance à la compression croissent avec la pression de confinement. Vouille précise que les courbes contraintes déformations sont beaucoup plus régulières que celles relatives aux essais de compression simple. «Les marnes sont affectées de multiples discontinuités ou fissures de décompression dont l'influence se manifeste en compression simple par de faibles modules et des dispersions importantes des résultats alors qu'en compression triaxiale la pression isotrope initiale referme des discontinuités qui ne jouent pratiquement plus aucun rôle. » Le critère de Mohr-Coulomb déduit de ces essais est :

$$c = 2.8\text{MPa} \; ; \; \varphi = 19°$$

Essais de fluage

Douze éprouvettes ont été réparties en 2 lots, l'un destiné à être mis en contact avec une saumure saturée après 1 jour de chargement et l'autre destiné à des essais à teneur en eau en l'état. Chaque lot a été divisé en 3 séries définies par le chargement uni-axial appliqué : 2, 4, et 6 MPa. Seules les déformations axiales sont enregistrées à l'aide d'un comparateur.

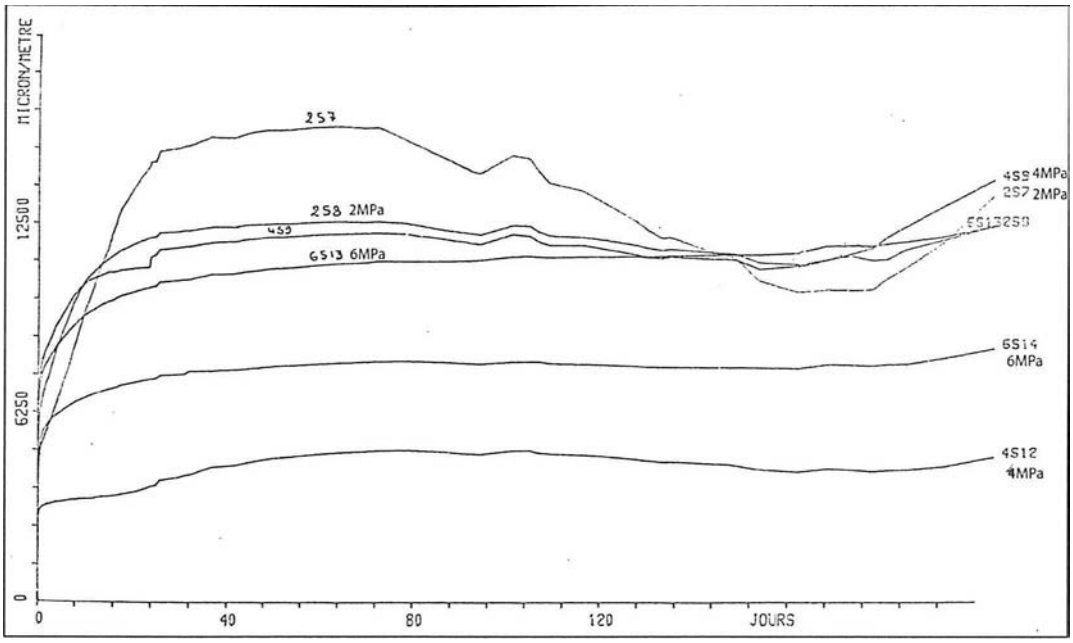


Figure 123: déformations longitudinales globales en fonction du temps d'argilites à anhydrite ; hygrométrie non contrôlée (Vouille, 1985).

Les échantillons paraffinés ont été chargés pendant 200 jours. La déformation maximale (longitudinale) enregistrée est de 1.5%. Vouille n'observe aucun lien logique entre l'ordre de grandeur des déformations et la contrainte appliquée (fig. 123). Ce phénomène peut s'expliquer par la grande variabilité d'organisation macroscopique des sulfates (nodules, lamines) ainsi que par leur teneur en anhydrite très variable à l'échelle même d'une éprouvette. Des mesures de masse volumiques du solide auraient permis de tester cette hypothèse. L'évolution des déformations peut être décrite en trois étapes :

- une première phase d'accroissement puis de diminution des vitesses de déformations, caractéristiques d'un fluage primaire,
- une inversion des déformations qui va dans le sens d'une dilatation des éprouvettes,
- une troisième phase de tassement avec augmentation des vitesses de déformations.

Ces trois phénomènes sont plus ou moins prononcés selon l'éprouvette considérée. L'auteur interprète ces variations du sens des déformations comme provenant du manque d'étanchéité de la paraffine (autour de l'éprouvette) couplé à de très probables variations d'hygrométrie au cours des essais. Ce dernier paramètre n'a pas été mesuré.

Concernant les éprouvettes non paraffinées aucune correspondance n'est observable entre charge appliquée et ordre de grandeur des déformations, à l'instar des essais à teneur en eau en l'état. L'immersion des éprouvettes en saumure a un effet immédiat sur les déformations : deux éprouvettes se sont rompues quelques minutes après l'immersion, deux autres voient leur déformation s'inverser vers le sens d'un gonflement et une dernière voit ses déformations s'accélérer dans le sens d'un tassement. Aucune composition chimique de la saumure utilisée ne soit donnée, en particulier sa saturation sulfate. Néanmoins, d'après les travaux de Mulder et al. (1992), le gonflement osmotique des argiles est inactif en saumure saturée en halite. Ainsi, le gonflement observé sur la Figure 124 ne peut être qu'attribué à l'anhydrite. Ce gonflement étant instantané dès lors que la saumure est introduite, la saumure semble saturée en sulfates.

Encore une fois, des analyses complémentaires, notamment des mesures de masse volumiques des éprouvettes et des analyses microscopiques auraient probablement permis d'expliquer la variabilité des quantités de déformations enregistrées d'une éprouvette à l'autre.

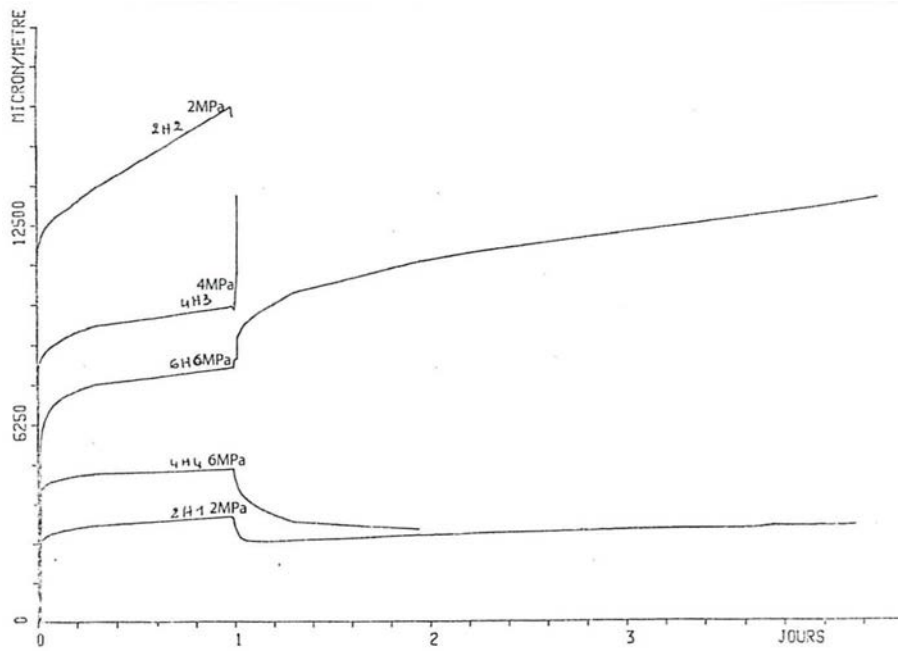


Figure 124: déformations longitudinales globales en fonction du temps d'argilites à anhydrite en saumure saturée à partir d'un jour d'essai (Vouille, 1985).

5.2.1.2. Caractérisation physico-mécanique du sondage CB3129

Dans le cadre de cette étude, 22 essais de compression ont été réalisés sur des échantillons de « Marnes à anhydrite » (Homand, 2003). Des mesures de masses volumiques, porosités, et teneur en eau ont permis de regrouper des échantillons comparables en termes de propriétés physiques. Pour des raisons de confidentialité, les résultats ne peuvent être présentés ici. Néanmoins, des essais de compression uni-axiale avec et sans saumure sur des éprouvettes similaires en termes de masses volumiques et de porosité semblent indiquer un effet notable de la saumure sur le comportement instantané.

5.2.2. Comportement instantané des Marnes irisées inférieures

Dans cette partie, on vise à étudier le comportement instantané des Marnes Irisées Inférieures et notamment :

- étudier le rôle d'une saumure sur les résistances à la compression et sur les paramètres élastiques de trois faciès d'argilite,
- déterminer des critères de rupture (Mohr-Coulomb et Hoek-Brown) pour ces mêmes faciès,
- déterminer des paliers de chargement en vue d'essais de fluage en présence de saumure.

5.2.2.1. Conduite des essais

Tous les échantillons proviennent de tronçons de carottes placés en cellule de confinement par mes soins au moment de travaux de sondage et conformément au mode opératoire LAEGO A-12. Les cellules ouvertes (selon le mode opératoire LAEGO A-11) sont présentées dans le Tableau 31.

Le diamètre de la plus étroite des carottes (81mm) a imposé un diamètre maximal d'éprouvette de 50mm. Le carottage des éprouvettes et leur rectification ont été réalisés au gasoil. Leurs dimensions et

leur masse naturelle ont été mesurées conformément au mode opératoire MR1-01. Une valeur de teneur en eau par cellule a été calculée (MR1-04). Les éprouvettes ont été conditionnées dans du cellophane en vue d'essais à l'état naturel. Les éprouvettes ont été classées en 4 sous faciès (Tab. 31) dont la distinction n'est pas toujours évidente : ainsi, l'éprouvette SG64-C1C appartient aussi bien au sous faciès A qu'au sous faciès B. A l'opposé, le faciès D se distingue nettement des précédents par sa relative homogénéité : sur environ 4 mètres d'épaisseur au sommet de l'unité M (cf. 3.2.3.2), existe un niveau d'argilite pourpre à anhydrite d'imprégnation et nodules millimétriques à centimétriques ; les analyses minéralogiques effectuées sur ces lithologies attestent d'une composante carbonatée de type dolomitique (cf. 3.2.3.2). Ce niveau, communément appelé par les exploitants « Marnes brun – chocolat », est localement recoupé par des fentes verticales à remplissage halitique (3.2.3.2) ne possédant aucune tenue. Bien évidemment, notre prélèvement destiné aux essais mécaniques s'est concentré sur des passées dépourvues de ce type de discontinuité.

Tableau 31: Origine et faciès des éprouvettes destinées aux essais

n°de sondage- n°de cellule	**localité**	**lithofaciès**	**éprouvettes**
SG 64- C1	Gellenoncourt	A,B : Argilite à nodules	C1A, B et C
C3129-C5	Cerville	A : Argilite à nodules millimétriques	C5A et C5 B
SG 79- C6	Gellenoncourt	B : Argilite à nodules centimétriques	C6A, B et C
SG 79- C8	Gellenoncourt	B : Argilite à nodules centimétriques C : Argilite à lamines d'anhydrite	C8A C8B
SG 79- C10	Gellenoncourt	B : Argilite à nodules centimétriques C : Argilite à lamines d'anhydrite	C10A C10C
SG79-C9	Gellenoncourt	C : Argilite à lamines d'anhydrite	C9A, B et C
C10- N3 et N4	Lenoncourt	D : argilite pourpre à nodules et anhydrite d'imprégnation	N3A, N4B
SG57- S1, S2, S6, S7	Gellenoncourt	D : argilite pourpre à nodules et anhydrite d'imprégnation	S1B, S2B, S6A, S7A

Pour les faciès A, B et C, trois types d'essais ont été entrepris :

- un essai de compression uni-axiale à teneur en eau en l'état avec mesures des déformations,
- un essai de compression uni-axiale en saumure avec mesure des déformations,
- trois essais tri-axiaux.

Pour le faciès D, seuls des essais de compression uni-axiale à teneur en eau en l'état ont été effectués. Des essais en saumure ont bien été tentés mais, sous l'effet de ce fluide, les éprouvettes se sont délitées au bout de quelques minutes, empêchant ainsi tout calage des jauges et des capteurs.

Essais de compression uni-axiale à l'air

Les 3 éprouvettes ont été équipées de 6 jauges extensiométriques (3 axiales et 3 latérales) collées sur une surface résinée et poncée. Les essais se sont déroulés suivant le mode opératoire MR4-01. La vitesse de chargement a été fixée à 20 microns/minutes.

Essais de compression uni-axiale en présence de saumure

L'équipement des éprouvettes est de même type que celui décrit ci-dessus. La seule différence réside dans la pose de silicone (au niveau du tiers moyen de l'éprouvette) afin d'isoler les jauges de la saumure.

Avant le chargement croissant, les éprouvettes ont été immergées 16 heures dans une saumure type SOLVAY (identique à celle des essais batch) sous une charge de 1kN afin de mesurer d'éventuelles déformations dues à la seule présence du fluide.

Essais de compression triaxiale à l'air

Les 9 essais se sont déroulés conformément à la procédure MR4-05. Trois pressions de confinement ont été appliquées par faciès : 2, 3,5 et 5 MPa. La valeur intermédiaire correspondant à la pression lithostatique moyenne des « Marnes à anhydrite » au niveau du plateau de Haraucourt.

5.2.2.2. RESULTATS

Propriétés physiques des argilites anhydritiques

Tableau 32: propriétés physiques (ρ_s : masse volumique des grains ; ρ_h: masse volumique naturelle ; ρ_d : masse volumique à l'état sec ; W : teneur en eau ; n : porosité totale).

Eprouvettes (Sondage-cellule, tronçon)	ρh (g.cm^{-3})	ρd (g.cm^{-3})	ρs (g.cm^{-3})	W (%)	nt (%)
C3129-C5A	2,46	2,35	2,627	5	10,5
C3129-C5B	2,57	2,59	2,649	5	2,2
SG64-C1A	2,71	2,68	2,791	1,3	4.0
SG64-C1B	2,70	2,67			
SG64-C1C	2,74	2,70	2,901	1,3	9,1
SG79-C6A	2,86	2,85	2,923	0,5	2,5
SG79-C6B	2,73	2,72	2,837	0,5	4,1
SG79-C6C	2,79	2,77	2,836	0,5	2,3
SG79-C8A	2,93	2,91		0,9	
SG79-C8B	2,90	2,88	2,931	0,9	1,7
SG79-C9A	2,65	2,58	2,808	2,7	8,1
SG79-C9B	2,63	2,56	2,784	2,7	8,0
SG79-C9C	2,74	2,67	2,825	2,7	5,5
SG79-C10A	2,74	2,69	2,858	2	5,9
SG79-C10C	2,79	2,74	2,865	2	
C10-N3A	2.39	2.23	2.463	7.02	9.0
C10-N3B	2.32	2.15	2.656	7.72	19.0
C10-N4A	2.37	2.22	2.503	6.76	11.0
C10-N4B	2.36	2.18	2.634	7.99	17.0
SG57-S1A	2.36	2.23	2.410	5.8	7,5
SG57-S2A	2.34	2.27	2.406	5.5	5,7
SG57-S2B	2.34	2.23	2.406	5.0	7,3
SG57-S6A	2.48	2.32	2.572	7.0	9,8

Les résultats sont regroupés dans le Tableau 32. Les valeurs de masses volumiques (naturelles et sèches) et de teneur en eau présentes dans le Tableau 32 correspondent à une gamme équivalente à celle des mesures effectuées pour la caractérisation du sondage CB 3129 (Homand, 2003). Les masses volumiques mesurées au niveau de la cellule 8 caractérisent une anhydrite pure dont la faible porosité indique le caractère microgrenue de la texture minéralogique. A l'exception du faciès D, les masses volumiques mesurées sont relativement variable au sein d'un même faciès.

Tableau 33: résultats des essais de compression sur argilite à anhydrite (σ3 : pression de confinement, Rc : résistance à la compression, E1: module de déformabilité axiale, E2: module de déformabilité transversale), v: coefficient de Poisson).

Eprouvette	faciès	fluide	σ3 (MPa)	Rc (MPa)	Cycle	% Rc	E1 (GPa)	E2=E3 (GPa)	v
SG64-C1C	A/B	air	0	53,06	Tg		29,1	-250	0,12
SG64-C1A	A	saumure	0	21,42	Tg		8,4	-107,1	0,08
					1	19	13,4	-78,8	0,17
					2	39	14,6	-81,2	0,18
					3	69	16,8	- 69,1	0,24
C3129-C5B	A	air	2	16,2					
SG64-C1B	A	air	3,5	30,1					
C3129-C5A	A	air	5	28,3					
SG79-C6B	B	air	0	30,99	Tg		25	-77,3	0,32
					1	17	24,7	-135	0,18
					2	39	37,6	-116	0,32
					3	65	42	-114	0,37
					4	88	46,3	-100	0,46
SG79-C8A	B	saumure	0	35,32	Tg		76,5	-280	0,27
					1	28	77	-324	0,24
					2	70	82,9	-252	0,33
					3	96	91,9	-100	0,56
SG79-C10A	B	air	2	26,47					
SG79-C6C	B	air	3,5	56,09					
SG79-C6A	B	air	5	52,59					
SG79-C10C	C	air	0	51,95	Tg		35	-168	0,21
					1	9	15,9	-165	0,10
					2	19	25,3	-170	0,15
					3	33	32,2	-159	0,20
					4	59	39,5	-168	0,24
					5	88	44,7	-145	0,31
SG79-C9A	C	saumure	0	51,93	Tg		34,8	-177	0,12
					1	7			
					2	9			
					3	33	38,6	-170	0,23
					4	57	41	-175	0,23
					5	87	43,1	-132	0,33
SG79-C9C	C	air	2	18,33					
SG79-C8B	C	air	3,5	21,84					
SG79-C9B	C	air	5	43,05					
C10-N3A	D	air	0	24.10	Tg		26.3	-11.1	0.42
					1	13	35.0	-9.0	0.26
					2	26	32.8	-11.6	0.35
					3	39	28.3	-13.2	0.47
					4	52	25.9	-13.0	0.50
					5	65	25.5	-12.6	0.50
					6	78	23.2	-12.4	0.53
C10-N4B	D	air	0	22.5	Tg		19.7	-13.5	0.69
					1	17	23.7	-11.8	0.50
					2	49	28.5	-20.9	0.73
					3	57	29.6	-23.6	0.80
					4	70	28.0	-22.5	0.80
					5	85	34.0	-22.8	0.67
					6	98	86.0	-21.5	0.25
SG57-S2B	D	air	0	16.75					
SG57- S1B	D	air	0	14.01					
SG57- S6A	D	air	0	16.72					
SG57- S7A	D	air	0	22.52					

Propriétés mécaniques

Résistances à la compression et paramètres élastiques

Les résultats sont regroupés dans le Tableau 33.

On remarquera une forte dispersion des résistances à la compression uni-axiale (Rc) et à la compression triaxiale, sans lien évident avec la présence/absence de saumure ou le sous faciès considéré. Compte tenu des masses volumiques des grains (ρs dans Tab. 32) calculées, cette dispersion serait liée à la proportion d'anhydrite d'un échantillon à l'autre et/ou à la valeur de la porosité

totale. En effet, pour une pression de confinement donnée, la résistance à la compression augmente avec la masse volumique des « grains ». Cette relation semble linéaire pour une pression de confinement de 5MPa, compte tenu de la valeur du coefficient de corrélation. Pour les pressions de confinement inférieures, une régression linéaire conduit à des coefficients de corrélation inférieurs à 0.6. Ce contraste peut s'expliquer par la présence d'une fissuration : les fissures, induites par le prélèvement, se referment avec l'application d'une pression de confinement et jouent alors un rôle limité sur le comportement mécanique.

Les essais de compression effectués par Vouille (1985) rendent compte d'un module de Young enveloppe moyen dans la direction axiale égal à 0,760 GPa. Celui provenant de nos essais est égal à 29,7 GPa. Une telle différence ne peut pas s'expliquer uniquement par une forte hétérogénéité des échantillons. Le conditionnement des échantillons de G. Vouille (pas de cellule de confinement) ainsi que leur instrumentation (décollement des jauges, recollage des éprouvettes) expliquent à la fois la forte dispersion des résultats et la faiblesse des caractéristiques mécaniques obtenues.

Critères de rupture

Deux critères de rupture ont été employés : critère de Mohr-Coulomb et critère de Hoek & Brown.

Le critère de Mohr-Coulomb s'écrit : $T= c + \sigma . Tan\varphi$ avec c désignant la résistance au cisaillement et φ l'angle de frottement interne du matériau. Considérons les contraintes principales σ_1 et σ_3. En fonction de ces grandeurs, le critère de Mohr-Coulomb s'écrit :

$$\sigma_1= \sigma_3 . (1+\sin\varphi) / (1-\sin\varphi) + 2c.\cos\varphi / (1-\sin\varphi)$$

Ce critère se représente dans le plan des contraintes principales théoriquement par une droite dans le domaine des compresssions. Il peut être appliqué en utilisant des valeurs de pic, de limite d'élasticité ou de tout autre seuil, considéré comme représentatif de la rupture. Dans ce mémoire, on a utilisé les valeurs du pic de la contrainte principale majeure.

Des critères plus empiriques ont été établis par recherche d'une enveloppe expérimentale aux cercles de Mohr représentant l'état de rupture : critère parabolique de Torre-Leon et critère de Hoek & Brown.
Le critère de rupture de Hoek & Brown s'exprime pour une roche isotrope par :

$$\sigma_1= \sigma_3 + \sqrt{(m.\sigma_c . \sigma_3 + s\ \sigma_c^2)}$$

m et s sont des constantes qui dépedent des propriétés de la roche et de son degré de fissuration initial. Pour une roche intacte, s = 1 et pour une roche fracturée, s< 1.

Les résultats expérimentaux sont reportés dans le plan $(\sigma_1 - \sigma_3)^2$; σ_3. Le critère s'écrit alors :

$$(\sigma_1 - \sigma_3)^2 = m.\sigma_c . \sigma_3 + s\ \sigma_c^2$$

La droit de régression permet alors de calculer le meilleur ajustement des paramètres m et s.

Compte tenu d'une forte dispersion de résistances à la compression au sein d'un même sous faciès, toutes les valeurs de résistances maximales ont été regroupées en un seul faciès : l'argilite anhydritique.

Malgré ce regroupement des données, les valeurs de résistances maximales restent fortement dispersées (fig. 125). Les critères ainsi obtenus sont regroupés dans le Tableau 34.

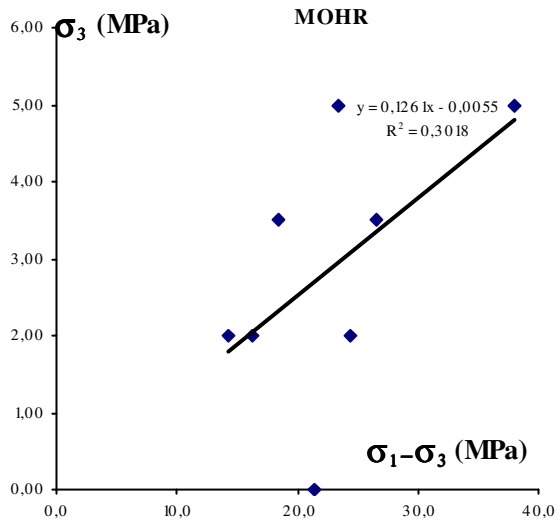


Figure 125: critère de Mohr-Coulomb dans le plan des contraintes principales

Tableau 34: critères de rupture pour l'argilite anhydritique

Mohr-Coulomb						Hoek-Brown				
ISRM			p'-q'							
φ(°)	c MPa)	r^2	φ (°)	c (MPa)	r^2	Pente	Intersec	m	s	r^2
36.4	3.39	0.30	52.7	0.24	0.96	664,35	-1040,17	9.63	1	0.383

5.3. COMPORTEMENT DIFFERE DES MARNES IRISEES INFERIEURES

Deux contextes roches-saumures justifient, dans le cadre de la problématique de la thèse, l'étude du comportement différé des Marnes Irisées inférieures :

- les flancs de cavités de dissolution recoupant les Marnes à anhydrite,
- le mur des exploitations par chambres et piliers (1.2).

Dans cette partie, ces deux contextes sont étudiés grâce à l'analyse d'essais de fluages uni-axiaux à hygrométrie contrôlée puis en saumures saturées. L'expérimentation batch présentée en chapitre 4 met en évidence le gonflement de l'anhydrite au sein des faciès argileux. Des analyses microscopiques et chimiques (dosages de saumure) avant et après les essais de fluage ont été entreprises dans le but d'étudier la part chimique de l'origine des déformations enregistrées.

5.3.1. Echantillonnage et caractérisation des éprouvettes

Tous les échantillons proviennent de tronçons de carottes placés en cellule de confinement conformément au mode opératoire A-12. Les cellules ont fait l'objet d'une ouverture selon le mode opératoire A-11 puis d'un carottage au gasoil. Le diamètre du sondage (81mm) a imposé un diamètre maximal d'éprouvette de 50mm. Leurs dimensions et leur masse naturelle ont été mesurées conformément au mode opératoire MR1-01. Une valeur de teneur en eau par cellule a été calculée (MR1-04). Les éprouvettes ont été protégées de l'humidité de l'air grâce à un conditionnement sous film étirable.

5.3.2. Première série d'essai en saumure de cavité

5.3.2.1. Mode opératoire

Les déformations des éprouvettes sont mesurées avec 6 capteurs LVDT, 2 en positions longitudinale et 4 en position latérale.

Pour se rapprocher au mieux de l'historique des cavités, il aurait été préférable de re-saturer les éprouvettes d'argilites. Ceci est bien évidemment impossible compte tenu de la forte réactivité chimique de ces lithologies en présence d'eau. Un compromis qui nous a semblé acceptable a été de choisir un rééquilibrage à 90% d'hygrométrie. Dans certains cas il a pu se produire un phénomène de condensation dont l'influence est discutée plus loin.

Après une phase d'équilibre entre échantillon et humidité relative de l'enceinte, un premier chargement (P1 sur fig.126) a fait suite à un premier cycle de chargement–déchargement (C1 sur fig. 126). Durant cette première phase de l'essai, des variations de température ont entraîné des phénomènes de condensation à la surface des éprouvettes.

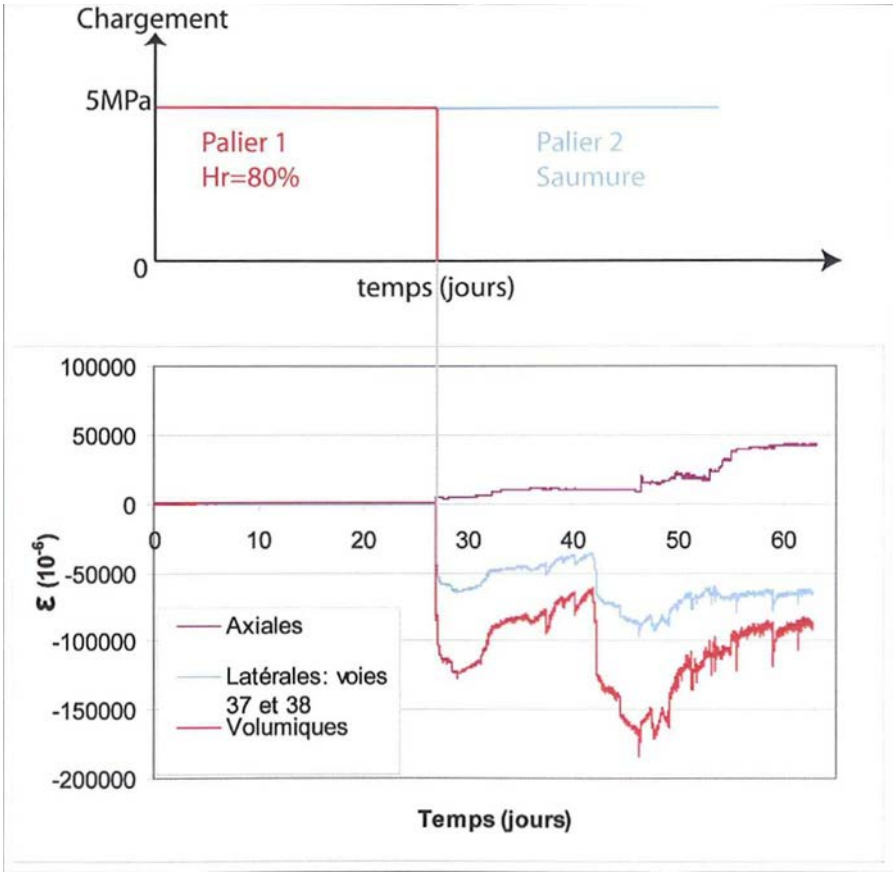


Figure 126: chemin de chargement des éprouvettes.

Après ce premier palier de 11 jours, un second cycle a été appliqué (C2 sur fig. 126), avant d'introduire une saumure d'exploitation fournie par la société SOLVAY (P2 sur fig. 126). Au bout de quelques heures d'essai, une fuite de saumure dans le bâti 1 a entraîné une émersion quasi-totale de l'éprouvette correspondante ainsi qu'une perte d'enregistrement durant 24h des mesures de déformation provenant des 3 bâtis (lacune sur Figure 126). Le chargement axial n'a pas été affecté par cet incident.

Un troisième cycle de chargement-déchargement (C3) a suivi ce palier qui a duré 11 jours. Par la suite, un troisième et dernier palier à 8MPa et en saumure a été conduit pendant une semaine. Un dernier cycle de charge/décharge a été réalisé afin de vérifier le fonctionnement des capteurs.

La saumure initialement injectée dans les bâtis ainsi que celle résultant de l'essai dans le bâti 1 a été dosée en ions alcalins sodium et potassium, alcalino-terreux calcium, métallique fer, magnésium et manganèse ainsi qu'en sulfates.

5.3.2.2. Résultats et interprétations

Propriétés physiques des argilites anhydritiques

Les résultats sont regroupés dans le Tableau 35. Au regard de la variabilité des valeurs de propriétés physiques présentés dans le partie précédente (Tab. 32), les propriétés physiques des trois éprouvettes du Tableau 35 sont similaires.

Tableau 35: lithofaciès et propriétés physiques des éprouvettes destinées aux essais (ρ_s : masse volumique des grains ; ρ_h: masse volumique naturelle ; ρ_d : masse volumique à l'état sec ; W : teneur en eau ; n : porosité totale)

Sondage-cellule	Eprouvettes	lithofaciès	ρs ($g.cm^{-3}$)	W(%)	ρh ($g.cm^{-3}$)	ρd ($g.cm^{-3}$)	n(%)
SG79-C4	3	Argilite à nodules millimétriques	2,82	2,0	2,77	2,72	3,5
SG79-C4	1	Argilite à nodules millimétriques	2,84	2,0	2,74	2,68	5,6
SG79-C3	2	Argilite à lamines centimétriques d'anhydrite	2,79	1,4	2,68	2,65	5,0

Evolution des modules élastiques

Entre chaque palier de contrainte, les modules de Young et le coefficient de Poisson ont été déterminés (Tableau 36).

Tableau 36: modules de déformabilité axiale et coefficients de Poisson, (nd : non défini).

Cycle	Paramètres élastiques	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3
1	E (GPa)	1,86	1,67	1,87
	v	0,0330	0,0613	0,2242
2	E (GPa)	2,28	1,82	2,58
	v	nd	0,04980	nd
3	E (GPa)	2,29	1,97	2,60
	v	0,1194	0,03544	0,1032
4	E (GPa)	206,79	nd	2,5
	v	nd	0,0384	0,0474

Lors du cycle précédant le premier palier de l'essai de fluage (cycle1), les modules de déformabilités axiales sont similaires d'une éprouvette à l'autre, contrairement aux modules latéraux. Après le cycle 1, pour les 3 éprouvettes, on constate une augmentation significative des modules de déformabilité axiales. Le caractère vertical de la pente des cycles pour les déformations latérales du cycle 2 empêche tout calcul de coefficient de Poisson, à l'exception de l'éprouvette 2. Après le cycle 2, les modules axiaux augmentent de nouveau. L'évolution des modules latéraux du cycle 3 est plus hétérogène. Concernant le cycle 4, deux valeurs jugées aberrantes traduisent probablement un disfonctionnement des capteurs. Pour ce cycle, seuls les modules de l'éprouvette 3 paraissent cohérents.

Comportement différé des argilites anhydritiques

Les déformations axiales et latérales en fonction du temps sont présentées dans la Figure 127. Les déformations volumiques sont également calculées. Le chemin de chargement uni-axial et les conditions hygrométriques sont précisés.

Durant le premier palier, les comportements des éprouvettes 1 et 2 sont similaires : aucune déformation transversale n'est enregistrée avec notre dispositif; quant aux déformations axiales, leur évolution en fonction du temps se décompose en 2 étapes :

- pendant 3 heures les vitesses de déformation différée augmentent linéairement avec le temps,
- entre 3 heures et 10 jours ces mêmes vitesses de déformation diminuent sans atteindre une valeur constante (fig. 128).

Le comportement différé lors du premier palier est interprété comme un fluage de type primaire, sans atteindre un fluage secondaire où la vitesse de déformation est constante. Un phénomène de condensation relatif aux variations de température (de l'ordre de 0.3°C) a entraîné une dissolution locale du cœur d'un nodule centimétrique de halite au niveau de l'éprouvette n°2 (fig. 129).

Dès la mise en contact avec la saumure (palier 2), des déformations latérales sont enregistrées pour les éprouvettes 2 et 3. L'évolution des déformations transversales et volumiques indique un comportement plutôt contractant. Pour l'éprouvette 1, les déformations transversales sont plus faibles : il est important de noter que la vidange du bâti 1 (faisant suite à la fuite de saumure) a conduit à la formation d'un tapis de sel sur la surface de l'éprouvette correspondante. L'observation à l'œil nu des éprouvettes pendant et après essai à permis d'attester de la persistance de ce tapis de sel durant toute l'expérimentation (fig. 130). De ce fait, les faibles valeurs de déformation latérale par rapport aux deux autres éprouvettes pourraient alors s'expliquer par la présence de cette néoformation halitique qui empêche ou minimise le contact roche/saumure et de fait les interactions chimiques.

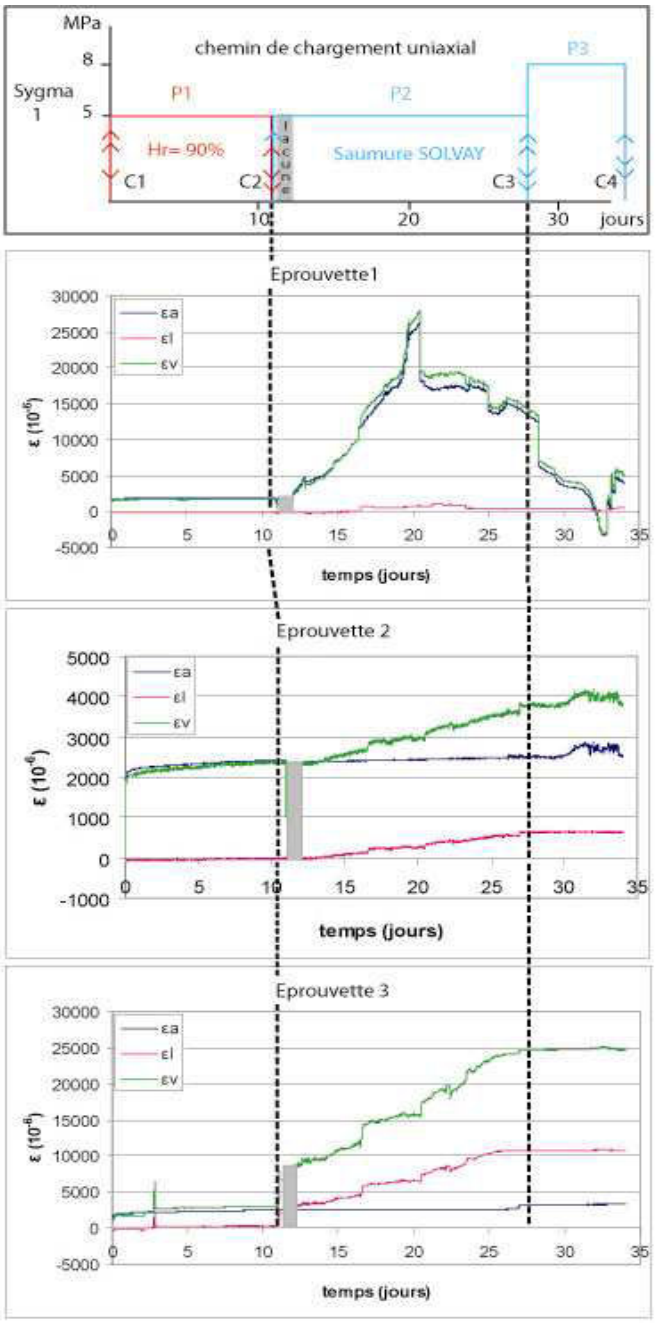


Figure 127: chemin de chargement et courbes de fluage.

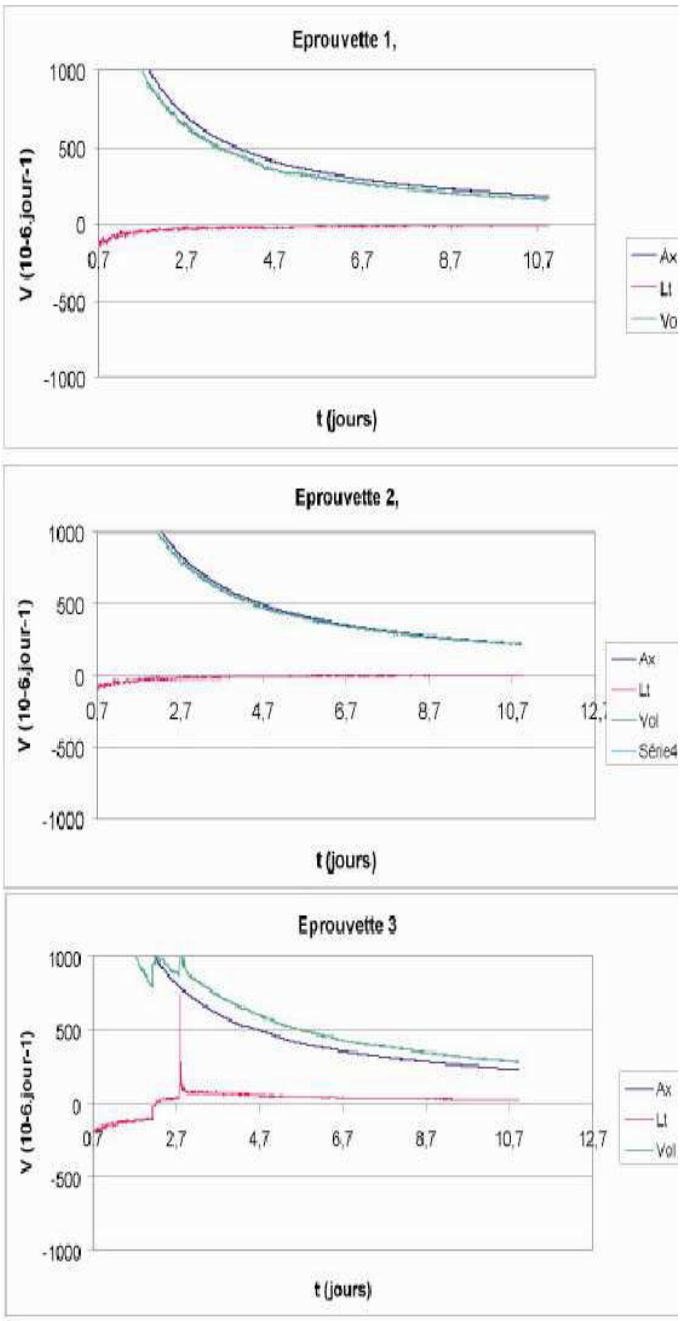


Figure 128: vitesses instantanées de déformations lors du palier 1.

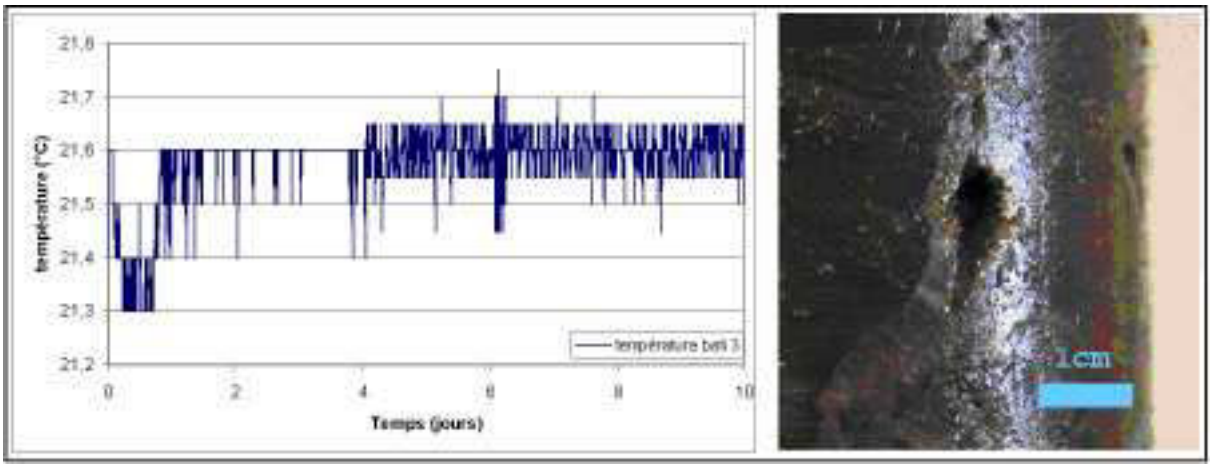


Figure 129: évolution de la température en fonction du temps lors du palier 1 et Figure de dissolution de l'éprouvette 2.



Figure 130: néoformation halitique en surface de l'éprouvette 1 (photo prise après essai, avant séchage)

Concernant les déformations axiales, les résultats sont différents d'une éprouvette à l'autre. L'éprouvette 1 voit ses vitesses de déformations axiales brutalement augmenter, engendrant une rupture après 20 jours d'essai. Compte tenu de la dissolution locale d'un nodule de halite lors du premier palier, cette rupture ne doit pas être interprétée comme représentative d'un comportement en saumure saturée. L'éprouvette 2 voit également ses vitesses de déformation axiales augmenter puis tendre vers une valeur constante. Quant à l'éprouvette n°3, la vite sse de déformation axiale devient constante, traduisant un fluage stationnaire.

En moins de 48 heures, la présence de saumure semble avoir un effet notable sur le comportement différé des échantillons :

- les vitesses de déformations axiales augmentent (Tab. 37), le fluage devient stationnaire ou accéléré,
- une contraction des éprouvettes peut se produire (fig. 131).

Ces phénomènes sont discutés plus dans la partie suivante.

Tableau 37: comparaison des vitesses de déformations axiales en début et en fin de palier en saumure (les valeurs de l'éprouvette ne sont pas présentées en raison de la dissolution intervenue durant le palier 1).

Eprouvette	**Vitesses de déformations axiales (%/jour)**		
	Fin du palier 1 (Hr= 90%)	**fin palier 2 (saumure)**	**accroissement**
2	0.0218	0.2445	11.2
3	0.0229	0.2620	11.4

Au cours du dernier palier caractérisé par une charge uni-axiale de 8MPa en saumure, les vitesses de déformations axiales et latérales de l'éprouvette 2 diminuent sensiblement avec une contrainte axiale de 8MPa (fig. 132). Pour l'éprouvette 3, la vitesse de déformation axiale décroît sensiblement tandis que celle des déformations latérales tend vers 0. Ce résultat paraît surprenant car l'augmentation de la contrainte uni-axiale aurait dû avoir comme conséquence une augmentation brutale des déformations puis une stabilisation. Deux hypothèses sont alors avancées :

- des réactions chimiques dues aux interactions roche/saumure ont des conséquences plus importantes que celles de l'augmentation de contrainte uni-axiale
- les capteurs ne fonctionnent plus convenablement.

Compte tenu des valeurs improbables de déformations obtenues pour les éprouvettes 1 et 2, la seconde hypothèse est privilégiée.

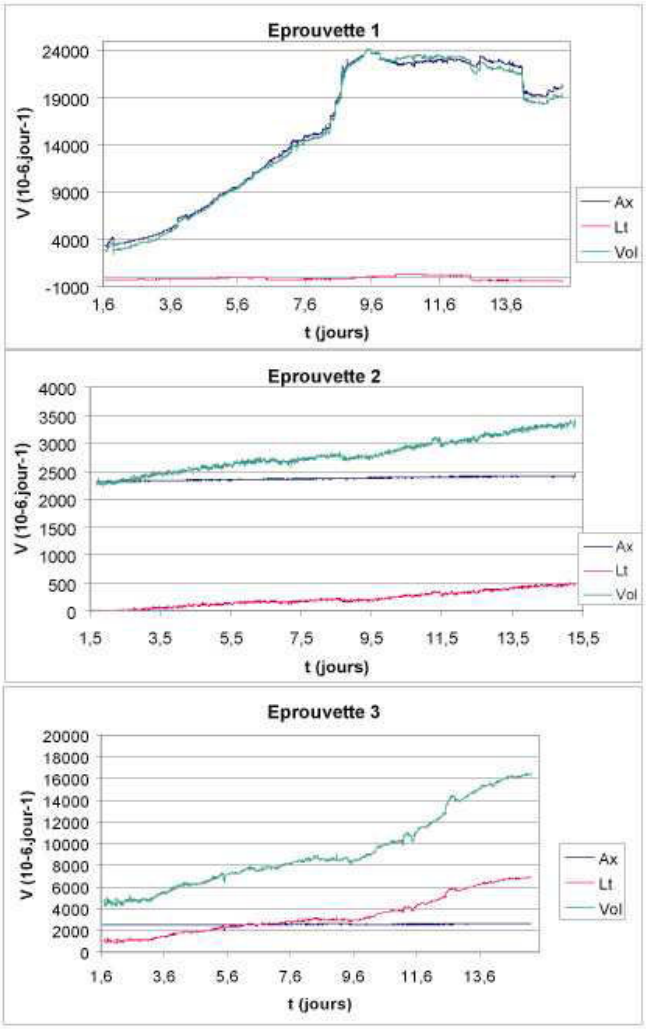


Figure 131 : vitesses instantanées de déformation lors du palier 2.

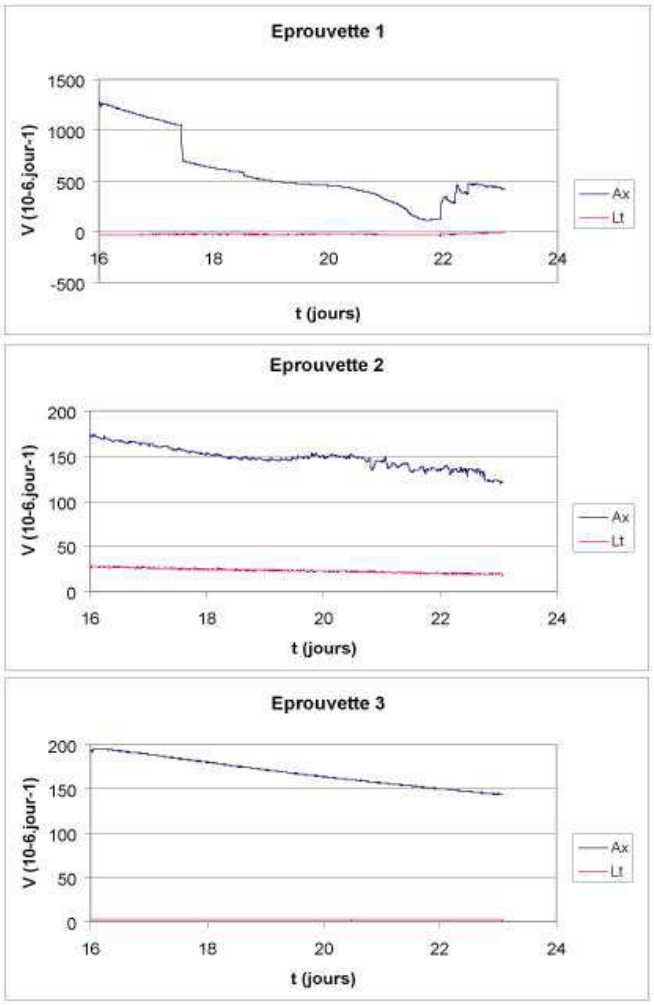


Figure 132: vitesses instantanées de déformation lors du palier 3.

5.3.2.3. Origine microscopique des déformations

L'évolution des concentrations des ions de la saumure avant et après essai (bâti 1) sont reportées sur les Figures 133 et 134.

Comme l'atteste la persistance de halite en surface de l'éprouvette 1 lors de l'immersion en saumure, les dosages de sodium et chlorure nous indiquent l'absence d'une dissolution de halite lors de l'essai (Figure 133) : la saumure était bien initialement saturée en chlorure de sodium. Les concentrations en sulfates et calcium n'évoluant pas durant les essais, la saumure est également saturée en sulfates de calcium vis à vis du gypse. La teneur en potassium reste également constante. Par contre, le magnésium voit sa concentration sensiblement augmenter au cours de l'essai (Figure 134). Les analyses minéralogiques (chapitre 3) attestent d'une seule source de magnésium au sein des Marnes Irisées inférieures : la phase carbonatée représentée par la dolomite et la magnésite. Il semble également probable que les ions magnésiums constituent une partie des cations interfoliaires des minéraux argileux mais cette source de magnésium n'est pas prise en compte étant donné la faible activité de l'eau dans une saumure saturée qui empêcherait tout échange cationique (cf.4.2.1.2). Ainsi, l'augmentation de la teneur en magnésium dans la saumure durant l'essai est attribuée à une dissolution de carbonates magnésiens et en particulier la magnésite : si de la dolomite avait été dissoute, la teneur en calcium aurait également augmenté.

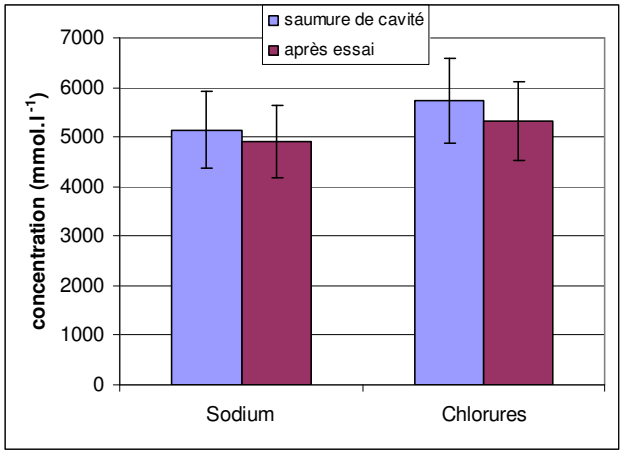


Figure 133 : concentrations en sodium et chlorure avant et après essai (bâti 1).

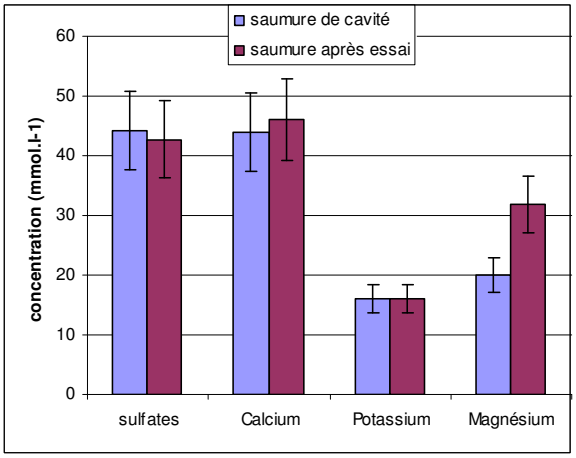


Figure 134: concentrations en éléments mineurs dans la saumure avant et après essai (bâti 1)

Compte tenu des masses molaires du magnésium et de CO_3^{2-}, ainsi que de la contenance du bâti, 4,5 g de magnésite auraient été dissous, soit une perte volumique avoisinant 7% (avec une densité de MgCO3 égale à 3). Or, la valeur maximale du déplacement latéral enregistrée pendant l'essai en saumure correspond à une perte volumique totale de 1,4%.

Bien que les valeurs de perte volumique obtenues à partir des mesures de déplacement et celles à partir des dosages en saumure soient différentes, la quantité de magnésite dissoute explique la totalité de la rétraction lors du palier en saumure. Cette différence entre perte volumique calculée et perte volumique mesurée peut avoir une explication physique : la dissolution de la magnésite a été à l'origine de vides qui n'ont peut être pas tous été fermés par le chargement appliqué, d'où une perte volumique calculée à partir de la dissolution de la magnésite (7%) plus élevée que celle issue des mesures de déformations de l'éprouvette (1.4%).

Concernant la contraction des échantillons 2 et 3, la dissolution de la magnésite pourrait en être la cause. Les valeurs plus fortes de déformations en rétraction enregistrées sur ces échantillons peuvent s'expliquer par l'absence du halo de sel en surface des éprouvettes. En effet, cette néoformation a probablement limité le contact entre la roche et la saumure et de ce fait limité la dissolution. Cette extrapolation aux autres échantillons n'est possible que si la saumure extraite du bâti 1 après essai n'est pas saturée en magnésium. Or la concentration en magnésium mesurée sur une seconde saumure de cavité issue de l'expérimentation batch (chapitre 4) est sensiblement plus importante (45 mmol/L) que celle mesurée après essai de fluage dans le bâti 1 (31mmol/L). De ce fait, la dissolution de la magnésite semble être le responsable des déformations latérales en rétraction enregistrées durant les essais de fluage en saumure.

Cette première série d'essai de fluage ne permet pas de rendre compte de déformations dilatantes induites par le gonflement de l'anhydrite en présence de saumure. Néanmoins, ces essais mettent en avant l'importance de la teneur en magnésium de la saumure sur le comportement différé des argilites à anhydrites. Lorsque la saumure n'est pas saturée en magnésium, la dissolution des carbonates magnésiens peut entrainer des variations volumiques notables des éprouvettes. Ce phénomène se traduit par des déformations latérales en contraction qui peuvent, à long terme, engendrer une accélération des déformations axiales voire la ruine de l'échantillon.

5.3.3. Deuxième série d'essais : fluage en saumure de cavité saturée en carbonate de magnésium

5.3.3.1. Objectif et méthode

Une deuxième série d'essais a été entreprise afin de pouvoir étudier l'effet du gonflement de l'anhydrite sur le comportement différé. Pour ce faire, une nouvelle saumure a été préparée. Cette saumure a été élaborée en plaçant du carbonate de magnésium (hydro-magnésite) au contact d'une saumure de cavité

saturée en chlorure de sodium et sulfates de calcium. Une telle préparation permet de nous affranchir des phénomènes de dissolution constatés lors de la première série d'essais.

Le chemin de chargement appliqué est identique à celui de la première série d'essai, à l'exception de la valeur d'hygrométrie imposée pour le premier palier. Cette valeur a été diminuée à 80% dans le but de minimiser le phénomène de condensation en surface des éprouvettes.

L'éprouvette provient du sondage NOVACARB C10 de Lenoncourt entre les profondeurs 162.46 et 162.56 m. L'instrumentation nécessaire à la mesure des déformations est identique à celle mise en œuvre lors des essais précédents.

5.3.3.2. Résultats

Propriétés physiques

Tableau 38: propriétés physiques de l'éprouvette NOV1 (ρ_s : masse volumique des grains ; ρ_h: masse volumique naturelle ; ρ_d : masse volumique à l'état sec ; W : teneur en eau ; n : porosité totale).

Lithologie	ρ_s (g.cm^{-3})	ρ_h (g.cm^{-3})	ρ_d (g.cm^{-3})	W (%)	Nt (%)
Argilite à lamines	2.74	2.62	2.52	4.0	8.0

Tant par l'organisation macroscopique des sulfates (lamines) que par ses masses volumiques (Tableau 35), l'éprouvette NOV1 est très proche de l'éprouvette 2 de la première série d'essais.

Evolution des modules élastiques

Tableau 39: paramètres élastiques avant et après le premier palier.

Cycle	Paramètres élastiques	Eprouvette 1
1	Eax (GPa)	6.53
	v	0.408
2	Eax (GPa)	5.85
	v	0.271

Bien que de propriétés physiques et de faciès lithologiques très proches, l'éprouvette NOV1 possède un module de Young initial plus élevé que celui de l'éprouvette 2 de la première série d'essai.

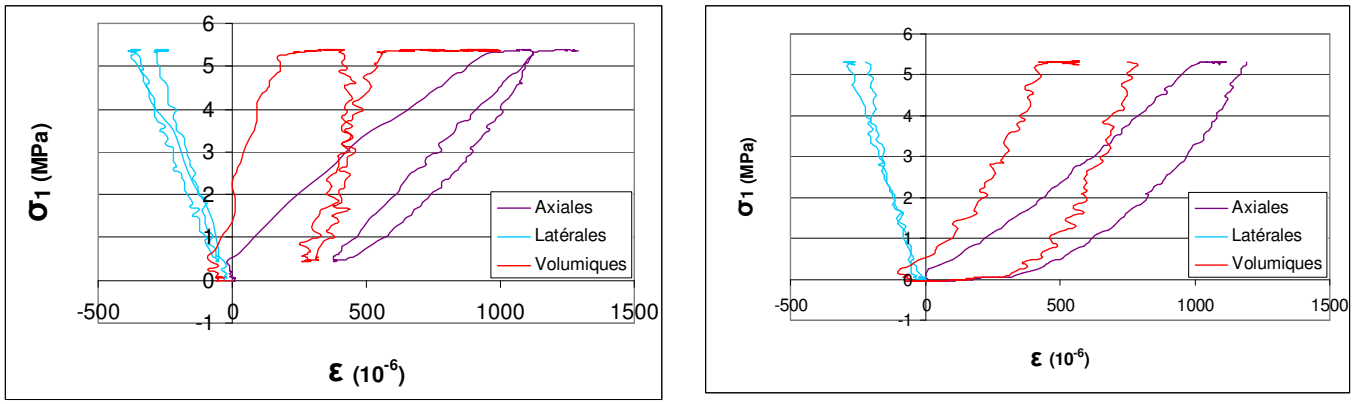


Figure 135 : cycle de chargement/déchargement avant (gauche) et après (droite) le palier 1.

Après un palier de fluage uni-axial à 5MPa pendant près de 30 jours, le coefficient de Poisson diminue de près de 40%. Parallèlement, le module de déformabilité longitudinale diminue sensiblement. La courbe contrainte déformation longitudinale du palier 2 possède une concavité marquée en début de chargement, contrairement à la courbe équivalente avant le palier 1. Ce caractère rend compte d'une

fissuration lors du premier palier. Cette fissuration se traduit par une diminution du module de déformabilité longitudinale avant et après le premier palier.

Compte tenu de la réponse anormale de 3 capteurs de déformation latérale lors du dernier cycle intervenant après le dernier palier en saumure, aucun paramètre élastique n'a été calculé pour la fin de l'essai.

Comportement différé

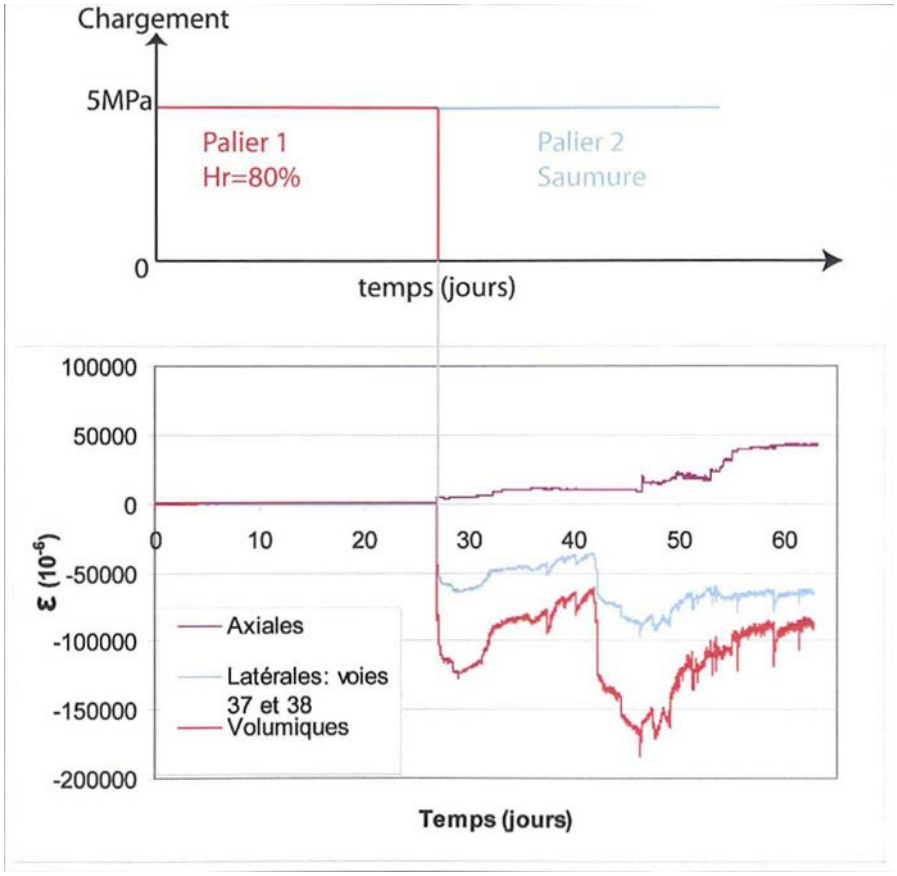


Figure 136: courbe de fluage et chemin de chargement correspondant.

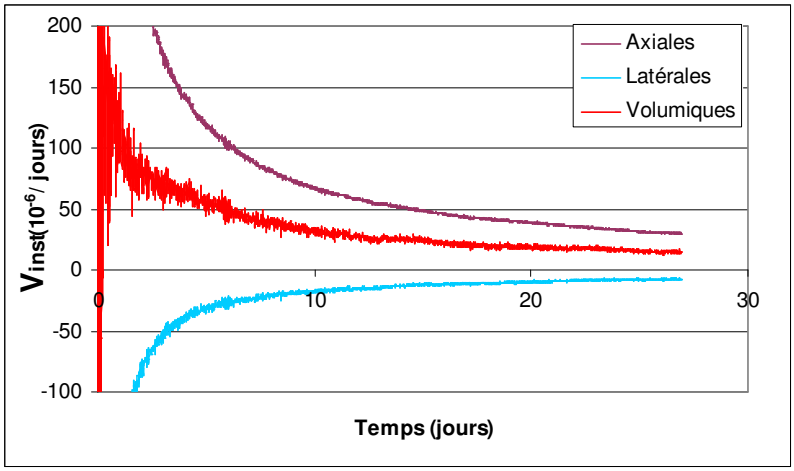


Figure 137: vitesses instantanées de déformations durant le premier palier de chargement.

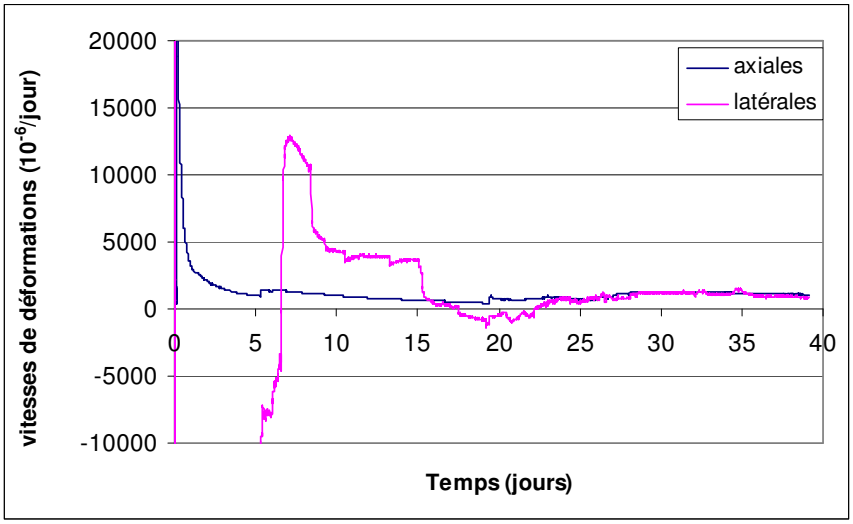


Figure 138 : vitesses instantanées de déformations durant le second palier de chargement.

A l'image des essais précédents, un palier de chargement uni-axial à 5MPa engendre un fluage primaire caractérisé par une diminution des vitesses de déformation avec le temps (fig. 137).

L'effet de la saumure sur le comportement différé est indéniable (second palier):

- dès le début du second palier, les vitesses de déformations axiales augmentent, de 40 (fin du palier 1) à plus de 20000 10^{-6}/jour (fig. 138),
- un capteur latéral enregistre un comportement dilatant ; les déformations correspondantes atteignent 6%. Le paroxysme de la dilatation fait place à une rétraction puis un cycle identique se produit au niveau d'un deuxième capteur (fig. 138).

Quelques heures après que les capteurs latéraux enregistrent les déformations maximales (t=19 jours sur fig. 138), les capteurs axiaux enregistrent une rétraction brutale de l'éprouvette. Un tel événement se reproduit 4 fois, puis les vitesses de déformations axiales diminuent progressivement jusqu'à la fin de l'essai. Il semblerait donc que le paroxysme des déformations latérales soit relié à celui des déformations axiales.

Ces résultats se distinguent nettement des précédents dans le sens où les déformations latérales correspondent globalement à un comportement dilatant. D'ailleurs, les analyses chimiques témoignent de l'absence d'une solubilisation du magnésium pendant l'essai (fig.139).

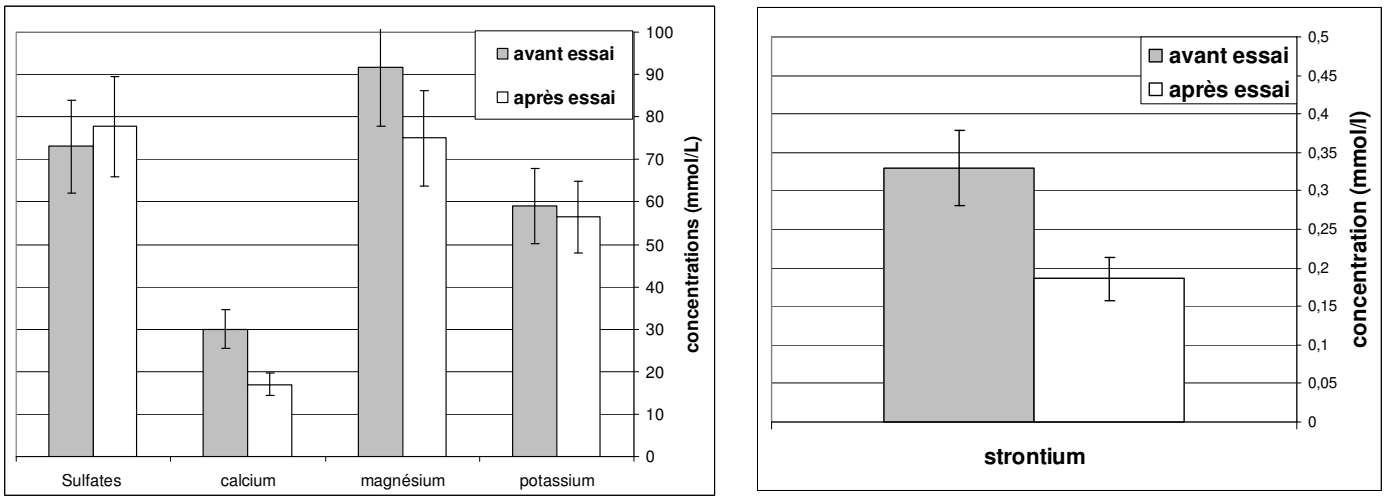


Figure 139: concentrations en éléments mineurs (gauche) et élément trace (droite) de la saumure avant et après essai.

Compte tenu des résultats d'osmométrie (chapitre 4), le strontium a également été dosé dans la saumure. Sa concentration durant le palier en saumure décroît sensiblement, indiquant ainsi une sursaturation en sulfate et donc une dissolution de l'anhydrite.

Ce résultat est d'ailleurs confirmé par les analyses minéralogiques réalisées sur des sections transversales de l'éprouvette. Celles-ci attestent clairement de changements texturaux et minéralogiques (fig. 140 et 141):

- durant le palier en saumure, une frange gypseuse de plusieurs dizaines de microns s'est formée en bordures d'éprouvettes,
- de telles néoformations se localisent également dans des fissures orientées de manière radiale.
- ainsi, les déformations latérales enregistrées durant le palier en saumure s'expliquent par le gonflement de l'anhydrite en gypse.

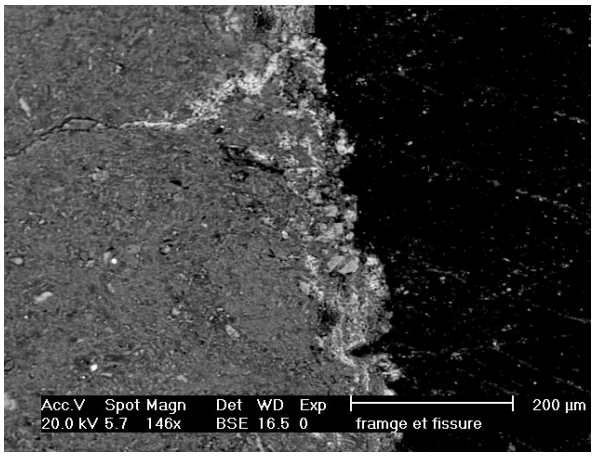


Figure 140: section transversale de la bordure de l'éprouvette NOV1, présentant une frange gypseuse et une fracture remplie de gypse (imagerie en électrons rétro-diffusés).

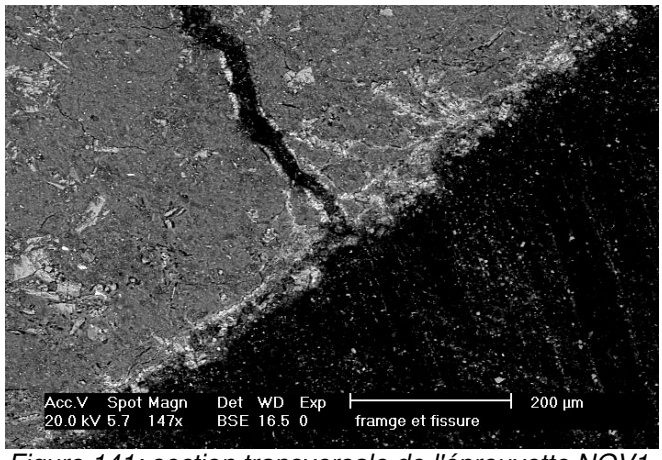


Figure 141: section transversale de l'éprouvette NOV1, présentant une fracture ouverte dont les bordures sont localement tapissées de gypse (imagerie en électrons rétrodiffusés).

5.3.3.3. Synthèse et discussion

L'utilisation d'une saumure saturée en carbonate de magnésium a permis de mettre en évidence des déformations induites par le gonflement de l'anhydrite en gypse. Dès le début du palier en saumure, un capteur latéral a enregistré des déformations en dilatation. Cette déformation se caractérise par un accroissement brutal et quasi instantané atteignant 5% ; puis une inversion des déformations allant dans le sens d'une rétraction pendant une dizaine de jours. Ensuite, cette tendance (déformation en dilatation puis contraction) s'est produite au niveau d'un deuxième capteur. Ainsi, le gonflement de l'anhydrite affecte l'éprouvette de manière très locale et notamment au niveau des zones riches en argiles, compte tenu des observations microscopiques.

L'évolution des déformations latérales peut s'expliquer par une fracturation brutale induite par la croissance localisée de gypse (paroxysme des déformations en dilatation) puis une fermeture progressive et partielle des vides ainsi formés (inversion du sens des déformations latérales vers une contraction).

Le contact avec une saumure engendre également des phases successives de fluage primaire au niveau des déformations axiales : les capteurs longitudinaux ont enregistrés une contraction brutale suivie d'une diminution progressive de vitesses de déformation. L'accroissement maximal des déformations axiales se produit quelques heures après celui des déformations latérales.

5.3.4. Comportement à long terme des « Marnes brun-chocolat »

L'intérêt de cette série d'essais réside dans la nature et la localisation du faciès lithologique testé : d'une part, les lithologies étudiées sont des argilites pourpres à anhydrite d'imprégnation présentes sur 3 à 4 mètres d'épaisseur, faciès relativement original à l'échelle des Marnes Irisées inférieures. D'autre part, ces roches sont localisées au sommet de l'unité salifère M, c'est-à-dire au niveau du mur des mines sèches de Lorraine. L'étude de leur comportement mécanique à l'air et en saumure paraît donc essentiel pour tester l'hypothèse de vieillissement par la saumure du mur des mines sèches de Lorraine comme cela a été évoqué pour expliquer l'accident de 1873 survenu dans la mine de Varangéville (Bérest et al., 2003).

5.3.4.1. Matériels et méthode

Caractérisation des échantillons

Les échantillons proviennent du sondage SG57 (CSME) du plateau de Haraucourt et sont séparés de la base de l'unité N par quelques mètres d'anhydrite recoupés par des fissures à remplissage halitique.

Quatre éprouvettes ont été utilisées pour des essais de résistances à la compression. La caractérisation physique a été effectuée sur quatre esquilles afin de déterminer les masses volumiques naturelles, sèches et du solide ainsi que la teneur en eau et la saturation selon les modes opératoires du LaEGO. L'analyse minéralogique concerne cinq esquilles de roches.

Conduite des essais

Trois éprouvettes ont été instrumentées avec des capteurs LVDT axiaux (4) et latéraux (2) ainsi qu'avec quatre jauges extensiométriques collées sur des surfaces résinées, puis placées dans les bâtis de fluage.

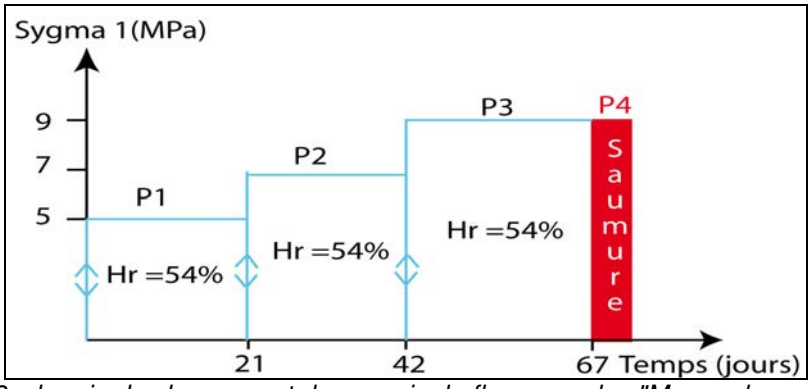


Figure 142: chemin de chargement des essais de fluage sur les "Marnes bruns chocolat".

Il aurait été préférable d'appliquer une hygrométrie identique à celle des essais précédents. Un tel dispositif a été mis en place pour des éprouvettes équivalentes (Marnes brun chocolat du sondage C10) ; malheureusement, la condensation en surface des éprouvettes a entrainé la rupture leur rupture dès le début du chargement. Un tel phénomène est attribué au gonflement des smectites ainsi qu'à des phénomènes de dissolution. Il a donc été choisi de fixer une valeur d'hygrométrie suffisamment faible pour s'affranchir de la moindre condensation. Cette valeur a été fixée à 54%. Une phase d'équilibrage hydrique a précédé l'application du chemin de chargement.

Le chemin de chargement est présenté sur la Figure 142. Le chargement uni-axial maximal de 9MPa a été déterminé d'après les résistances à la compression uni-axiale présentées dans le Tableau 33 (5.2.2). Un cycle de chargement-déchargement a été effectué avant chaque palier afin de suivre l'évolution des modules d'élasticités.

5.3.4.2. Résultats

Propriétés physiques

Les propriétés physiques présentées dans le Tableau 32 sont rappelées dans le Tableau 40. Les valeurs correspondantes sont peu dispersées face à celles de l'ensemble des échantillons des Marnes irisées inférieures.

Tableau 40: propriétés physiques des Marnes brun-chocolat (ρ_s : masse volumique des grains ; ρ_h: masse volumique naturelle ; ρ_d : masse volumique à l'état sec ; W : teneur en eau ; n : porosité totale).

Eprouvettes (Sondage-cellule, tronçon)	ρh (g.cm^{-3})	ρd (g.cm^{-3})	ρs (g.cm^{-3})	W (%)	nt (%)
SG57-S1A	2.36	2.23	2.410	5.8	7,5
SG57-S2A	2.34	2.27	2.406	5.5	5,7
SG57-S2B	2.34	2.23	2.406	5.0	7,3
SG57-S6A	2.48	2.32	2.572	7.0	9,8

Minéralogie

Les résultats du Tableau 41 constituent un rappel de ceux présentés dans le Tableau 11. L'échantillon possédant la teneur maximale en anhydrite, minéral le plus dense, est aussi celui qui possède la plus forte masse volumique de la fraction solide. L'ensemble des échantillons est caractérisé par une association minéralogique à anhydrite, quartz, halite, argiles, et carbonates représentés principalement par la dolomite et ponctuellement par de la magnésite. Les teneurs de ces minéraux sont relativement variables et l'homogénéité des masses volumiques (Tab. 40) s'explique par des teneurs variables de minéraux possédant des masses volumiques voisines voire identiques (ex : magnésite et anhydrite).

Tableau 41: minéralogie des "Marnes brun-chocolat" (teneurs massiques).

Echantillons	Anhydrite	Halite	Quartz	Magnésite	Dolomite	Argiles
S1A	51,6	3,1	8,1	0,0	5,4	31,8
S2A	32,9	6,6	5,0	0,0	11,3	44,2
S2B	22,2	17,6	11,8	0,0	12,2	36,2
S5A	32,7	5,6	9,8	15,1	2,2	34,5
S6A	63,3	2,3	6,2	0,0	5,4	22,8

Evolution des modules élastiques

Comme précisé plus haut, les déformations ont été enregistrées par des capteurs et par des jauges. Les déformations axiales issues des jauges sont systématiquement inférieures à celles issues de capteurs et cette différence est relativement constante d'une éprouvette à l'autre (annexe 3). Cette différence est à relier au frettage qui correspond à une répartition non homogène des contraintes dans des zones en forme de cône aux extrémités des éprouvettes (CFMR, 2000) : les déformations enregistrées au niveau de ces cônes (ici par les capteurs LVDT en position axiale), sont anormalement élevées par rapport à celles enregistrées au milieu de l'éprouvette, là où la répartition des contraintes n'est pas perturbée. Ainsi, les déformations axiales utilisées pour les calculs des modules élastiques sont celles issues des jauges. Pour une même éprouvette et lors d'un même cycle de chargement déchargement, les valeurs des déformations latérales enregistrées par les capteurs et les jauges ne sont pas significativement différents. Les déformations latérales utilisées pour le calcul du coefficient de Poisson sont celles issues des jauges.

D'une éprouvette à l'autre, les valeurs initiales (Cycle 1 dans Tab. 42) des modules de Young sont relativement dispersées, allant de 2.77 à 13.56 GPa. L'évolution de ce module ainsi que du coefficient de Poisson suivent globalement la même tendance pour les trois éprouvettes :

- augmentation de la valeur du module de Young,
- augmentation de la valeur du coefficient de Poisson.

La valeur extrêmement faible du coefficient de Poisson relative au cycle 3 de l'éprouvette S5B provient d'un décollement des jauges transversales, induisant un module de déformabilité anormalement faible.

Tableau 42: Evolution du module de Young et du coefficient de Poisson entre avant chaque palier de chargement.

Eprouvette	Cycle	E (GPa)	v
S1A	1	13.56	0.187
	2	16.55	0.199
	3	17.88	0.228
S5A	1	5.66	0.204
	2	7.27	0.236
	3	7.61	0.293
S5B	1	2.77	0.257
	2	6.11	0.314
	3	17.87	0.054

Comportement différé

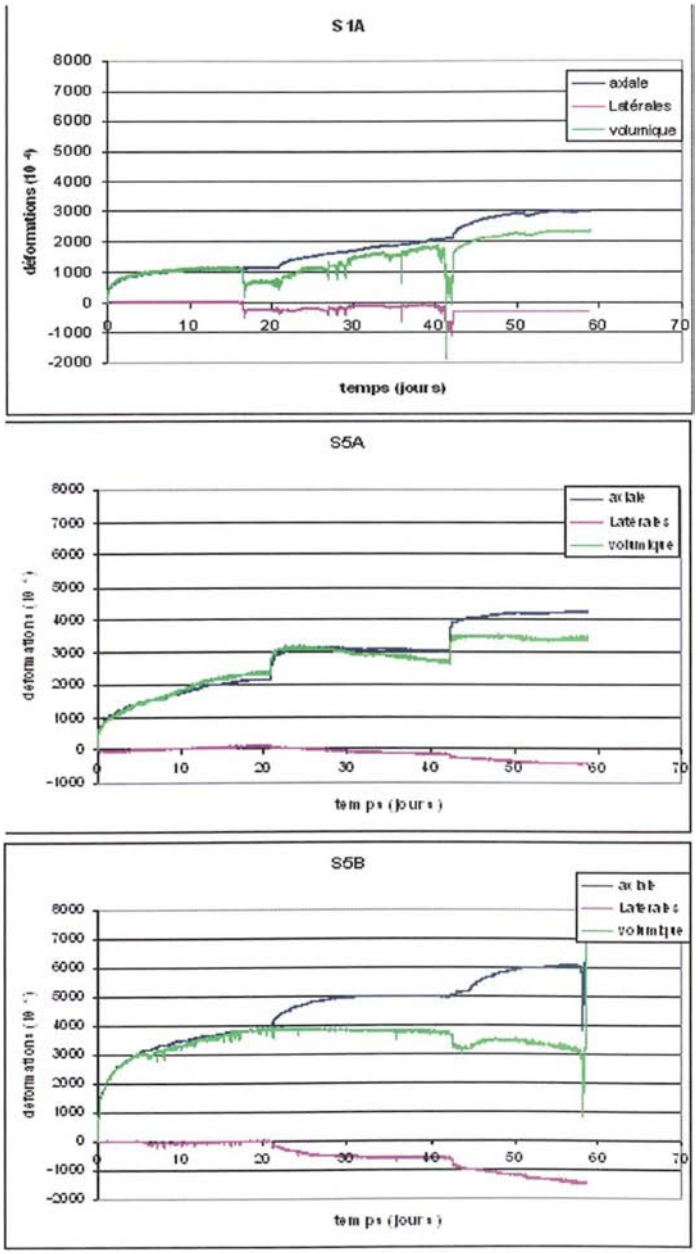


Figure 143: courbes de fluage pour les trois paliers de chargement à Hr=50%

Les résultats sont présentés sur la Figure 143.

Les déformations enregistrées au cours des trois paliers à Hr=54% témoignent d'un fluage primaire : les vitesses de déformations diminuent progressivement sans atteindre de valeur limite. Pour le palier 1, les déformations axiales maximales correspondent à celles de l'éprouvette S5B (0.4%) et aucune déformation significative n'est enregistrée au niveau des capteurs latéraux pour les 3 éprouvettes. Le palier 2 marque l'apparition de déformations latérales de types dilatantes.

Le remplissage des cellules par une saumure saturée a entraîné une rupture quasi instantanée (au bout de deux à trois minutes) des 3 éprouvettes, tout comme certains échantillons de Vouille (1985). La saumure introduite étant saturée vis-à-vis de la halite, de la magnésite et du gypse, cette rupture n'est imputable qu'au gonflement de l'anhydrite. Le caractère brutal de cette rupture s'explique par la pétrofabrique des échantillons : les Marnes brun-chocolat sont des argilites à anhydrite d'imprégnation ; en d'autres termes, le minéral anhydrite est distribué de manière diffuse au sein de la matrice argileuse et non concentré en agrégats de porosité intergranulaire quasi nulle. Ainsi, la surface d'échange entre milieu poreux et minéral anhydrite est maximale et, par conséquent, la saumure a un accès important aux sites réactionnels que sont les bordures de cristaux de sulfates de calcium anhydre.

5.4. COMPORTEMENT EN FLEXION DE LA DOLOMIE DE BEAUMONT ET DE L'ANHYDRITE MASSIVE – EFFET D'UNE SAUMURE

La continuité latérale de la Dolomie de Beaumont à l'échelle de la partie orientale du bassin de Paris n'est plus à démontrer. De plus, les retours d'expérience sur les cavités atteignant le toit du sel (Buffet, 1998 ; Jeanneau, 2005) rendent compte du rôle fondamental de cette lithologie dans le processus d'effondrement : sa rupture entrainerait l'effondrement des terrains de couverture.

Les analyses diagraphiques présentées au chapitre 2 attestent de l'existence d'une seconde lithologie suffisamment raide et continue latéralement pour constituer de réels bancs à l'échelle d'une concession : l'anhydrite.

Durant la remontée de cavités au travers des Marnes à anhydrite, la base des bancs d'anhydrite et de dolomie peuvent être au contact d'air ou de saumure suivant que la cavité est vidangée ou non. Le chargement induit par les terrains de couverture et le propre poids du banc, associés au vide sous-jacent (cavité rempliée d'air) ou à une pression moindre (cavité remplies de saumure à une pression inférieure à la pression lithostatique) induit une flexion au niveau du banc considéré. Divers modèles existent pour simuler le comportement en flexion d'un banc (Duval, 1976 ; Tincelin et Sinou, 1978 ; Guarascio et al., 1999), en tenant compte ou non des contraintes horizontales, et du poids des terrains adjacents. La rupture d'un banc en flexion peut être prédite par l'utilisation du critère K_{1C} :

$$K_1 - K_{1C}=0$$

K_{1C} est une caractéristique physique du matériau appelée ténacité. Dans le cadre de la thèse, on s'intéresse à déterminer cette ténacité (facteur d'intensité de contraintes critiques en mode 1) pour l'anhydrite des Marnes Irisées inférieures et moyennes et la Dolomie de Beaumont à l'aide d'essais de flexion 3 points. L'effet d'un contact plus ou moins prolongé avec une saumure est étudié.

5.4.1. Conduite des essais

Les échantillons de dolomie proviennent des sondages CB3129 et C10 entrepris respectivement par les sociétés SOLVAY et NOVACARB et localisés au niveau du plateau de Haraucourt. Faute d'échantillons homogènes d'anhydrite des Marnes Irisées inférieures lors de la mise en œuvre de l'étude, une anhydrite gypseuse provenant de la carrière de Grozon (Jura) fut prélevée pour les essais. Par la suite, nous avons pu prélever des échantillons du chapeau d'anhydrite provenant du sondage C10.

Tableau 43: Origine et faciès des éprouvettes destinées aux essais

Lithologie	Sondage	Côtes (m)	localité	éprouvettes
Dolomie	CB3129	123,65 - 124.20	Cerville	1 à 34
	C10	109.40 - 109.65	Lenoncourt	Da1, Da2, Db1, Db2, Dc1, Dc2
Gypse à anhydrite	22-1	1.70 – 2.00	Grozon	A à Q
Anhydrite	C10	104.60-105.10	Lenoncourt	NA-A à NA-G

Les prismes de dolomie ont été obtenus par découpe et abrasion à l'eau tandis que les prismes de sulfates ont été préparés à sec. Le diamètre des carottes du sondage CB3129 a imposé une longueur (L) des prismes de 80mm.

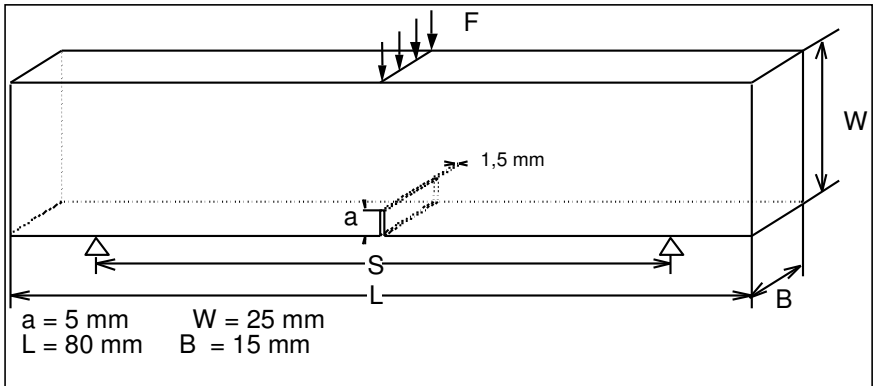


Figure 144: dimensions des prismes destinés aux essais de flexion 3 points.

Mise à part cette restriction, les prismes ont été réalisés conformément à la procédure LAEGO MR4-16. La vitesse de chargement a été fixée à 60 microns/minute.

Pour le faciès dolomie et le gypse à anhydrite de Grozon, une première série de prismes a été éprouvée à sec, et 5 autres en saumures après les cinq durées d'immersions suivantes : 10 minutes, 10 jours, 3 mois, 7 mois et 12 mois. Les prismes d'anhydrite du sondage C10 ont subi une série d'essais à sec et une seconde en saumure après 10 minutes d'immersion. Dans chaque série d'éprouvettes immergées, une éprouvette a été entaillée avant immersion et une seconde 10 minutes avant l'essai.
Les 3 fluides d'immersion sont les suivants :

- une saumure synthétique saturée en chlorure de sodium,
- une saumure de cavité,
- une eau saturée en sulfate de calcium.

Chaque lithologie a été caractérisée minéralogiquement suivant la procédure décrite au chapitre 3. Des lames-minces ont également été réalisées avant et après immersion.
Les propriétés physiques ont été déterminées conformément aux procédures LAEGO.

5.4.2. Résultats

5.4.2.1. Propriétés physiques

Tableau 44: masse volumique naturelle (ρh), masse volumique du solide (ρs) et porosité totale (nt).

	Anhydrite								Dolomie	
	Sondage Grozon 22-1				Sondage Lenoncourt C10				Sondage C10	
échantillon	N	F	D	E	NA-J	NA-P	NA-D	NA-F	DA	DD
ρh (g.cm-3)	2.28	2.30	2.27	2.29	2.943	2.915	2.897	2.926	2.753	2.805
ρs(g.cm-3)	2.434	2.434	2.482	2.482	2.965	2.981	2.953	2.971	2.7698	2.8145
nt (%)	6.3	5.5	8.5	7.7	0.8	2.2	1.9	1.5	0.6	0.3

Pour chaque faciès lithologique, les valeurs de masses volumiques et de porosité sont peu dispersées. Les propriétés physiques des roches provenant du sondage C10 se situent dans la gamme des valeurs obtenues par Homand (2003) lors de la caractérisation des Marnes Irisées du sondage CB3129 (Cerville). Dolomie et anhydrite possèdent une porosité totale très faible, tandis que la porosité des sulfates de Grozon peut atteindre 8.5%.

Ainsi, les résultats de l'expérimentation batch et en particulier le caractère très superficiel de l'hydratation de l'anhydrite au niveau du faciès anhydrite massive est extrapolable à l'anhydrite du sondage C10 : l'immersion en saumure des prismes destinées aux essais de flexion 3 points ne devrait pas affecter la texture microtexture, à l'exception d'une frange superficielle dont l'épaisseur correspond à l'incertitude sur la longueur de la fente. Voilà pourquoi les prismes d'anhydrite du sondage C10 n'ont pas été immergés en saumure pendant différentes périodes. On s'intéresse ici uniquement à l'effet « instantané » de la saumure sur la ténacité.

A l'inverse, les valeurs de porosités des roches sulfatées de Grozon sont du même ordre de grandeur que certaines argilites à anhydrite des Marnes Irisées inférieures. Or, ces dernières se délitent en présence de saumure. On peut donc s'attendre à un gonflement de l'anhydrite au sein des roches de Grozon, entrainant des modifications du comportement mécanique.

5.4.2.2. Pétrotexture

Gypse anhydritique

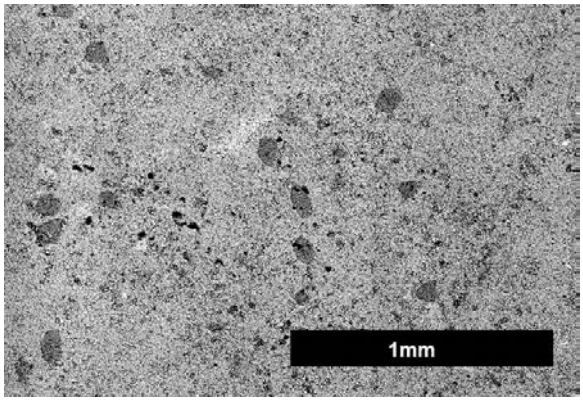


Figure 145: texture grenue du gypse recoupée par des nodules de dolomite (gris sombre).(imagerie en électrons rétrodiffusés).

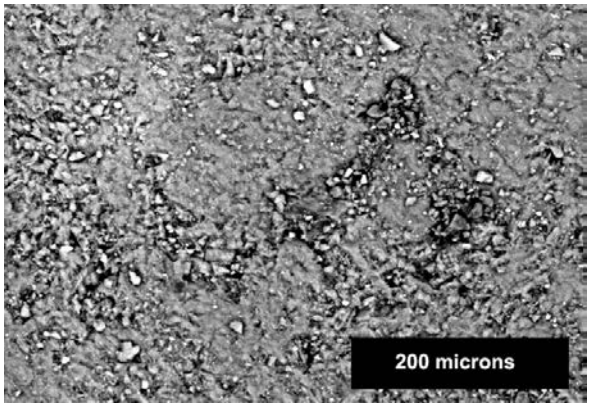


Figure 146: microprismes d'anhydrite (en blanc) diffuse au sein de gypse grenu (imagerie en électrons rétrodiffusés).

Le gypse anhydritique de Grozon est constitué majoritairement de cristaux prismatiques de gypse dont les dimensions sont de l'ordre de 100 microns. Cet ensemble est recoupé par des agrégats de microcristaux de dolomite ainsi que par des microprismes d'anhydrite dispersés.

Dolomie de Beaumont

Les analyses décrites dans le troisième chapitre sont rappelées ici :

Les échantillons de dolomie de Beaumont sont constitués de plage microprismatique de dolomite, propre à tout dolomudstone. On rencontre ponctuellement des quartzs xénomorphes de dimensions proche de la centaine de microns. Tout comme le gypse anhydritique de Grozon, les échantillons de Dolomie de Beaumont renferme des cristaux microniques d'anhydrite distribués de manière diffuse dans la plage dolomitique (fig. 148).

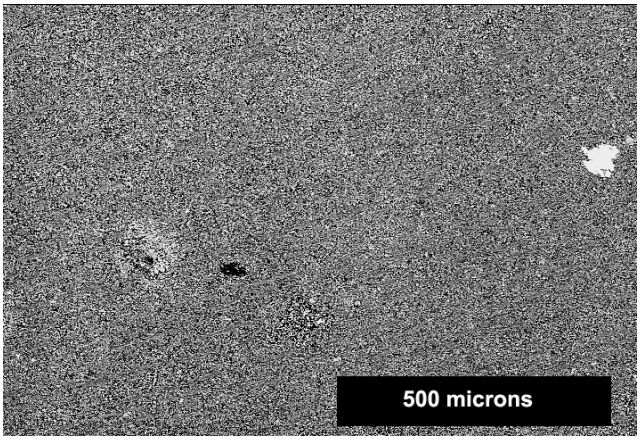


Figure 147: texture homogène de dolomite microprismatique à quartz ponctuels (en blanc). (imagerie en électrons rétrodiffusées).

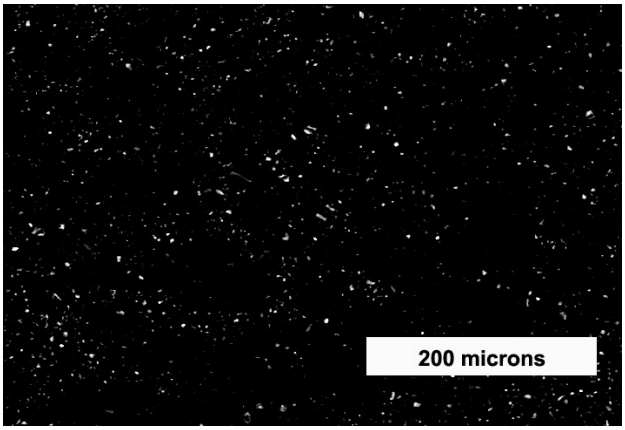


Figure 148: imagerie en électrons rétrodiffusés à fort contraste mettant en évidence des microprismes d'anhydrite diffuse.

Tableau 45 : valeurs de K1C en fonction de la lithologie, du fluide d'imprégnation, de la durée d'immersion et de la période d'entaille.

Entaille /immersion	durée d'immersion (mois)	Fluide d'imprégnation	Prismes d'anhydrite	K1c (MPa.m$^{-1/2}$)	Prismes de dolomie	K1c (MPa.m$^{-1/2}$)
	0	air	1	1,886	Da2	0,882
	0	air	2		Db2	0,745
	0	air	3	2,406	Dc2	0,849
	0	air	NAB	1,089		
	0	air	NAC	0,939		
	0	air	NAD	0,797		
		eau			Da1	0,594
		saumure SOLVAY			Db1	0,756
		NaCl			Dc1	0,745
	0	saumure SOLVAY	NAE	1,480		
	0	saumure SOLVAY	NAF	0,993		
	0	saumure SOLVAY	NAG	0,834		
avant	0,3	saumure SOLVAY	P3	0,780	7	0,466
après	0,3	saumure SOLVAY	B3	0,882	9	0,525
avant	0,3	saumure NaCl	G2	1,064	15	0,640
après	0,3	saumure NaCl	G1	0,781	16	0,485
avant	0,3	eau	K2	0,000	11	
après	0,3	eau	L1	0,506	13	0,303
avant	3	saumure SOLVAY	F3	1,058	8	0,647
après	3	saumure SOLVAY	F2	1,036	10	0,622
avant	3	saumure NaCl	K1	0,806	17	0,499
après	3	saumure NaCl	N1	0,891	25	0,531
avant	3	eau	M3	0,736	12	0,444
après	3	eau	K3	0,881	14	0,525
avant	7	saumure SOLVAY	F3	0,138	31	
après	7	saumure SOLVAY	L3	0,162	18	
avant	7	saumure NaCl	M2	0,106	26	0,520
après	7	saumure NaCl	M1	0,140	23	0,465
avant	7	eau	H3	0,320	32	0,721
après	7	eau	N2	0,145	22	0,360
avant	12	saumure SOLVAY	B2	0,175	19	0,498
après	12	saumure SOLVAY	J3	0,106		
avant	12	saumure NaCl	P2	0,123	29	0,490
après	12	saumure NaCl			30	0,396
avant	12	eau	G3	0,179		
après	12	eau		0,000	34	0,650

5.4.2.3. Essais de flexion

Les résultats sont présentés en termes de ténacité calculée à partir de la formule de Brown et Srawley pour les primes dont le rapport S/W (fig. 144) est égal à 4 :

$$K_1c = \frac{3FcS\sqrt{a}}{2W^2B}(1.93 - 3.07l + 14.53l^2 - 25.11l^3 + 25.80l^4)$$

Avec :

- S, W, B, et a les dimensions du prisme exprimées en mm,
- l= S/W
- Fc la force au pic exprimée en MN,
- K_{1C}, la ténacité du matériau exprimée en MPa.m$^{-1/2}$.

Gypse anhydritique de Grozon

Les valeurs de ténacité « à sec » présentent une forte dispersion, tout comme celles relatives aux essais après 10 jours d'immersion. Il ne semble pas exister d'effet de la nature du fluide sur les valeurs de ténacité. Dans le même sens la période à laquelle l'entaille a été effectuée (avant immersion ou 10 minutes avant l'essai) n'influence pas les valeurs de ténacité. Par contre, la présence d'un fluide d'imprégnation diminue sensiblement ces valeurs. Cette diminution croit avec le temps de manière non linéaire :

- après 10 jours d'immersion, les valeurs de K_{1C} diminuent d'environ 50%,
- les valeurs de K_{1C} sont similaires pour les essais réalisés après 10 jours et 3 mois d'immersion,
- on observe une reprise de la diminution de la ténacité entre 3 et 6 mois d'immersion,
- les valeurs de ténacité sont similaires pour les essais réalisés après 6 et 12 mois d'immersion (fig. 149).

La diminution de la ténacité avec la durée d'immersion indique clairement un vieillissement de la roche par le fluide d'imprégnation. La nature du fluide n'influence pas l'ampleur de ce vieillissement. Afin de vérifier l'origine supposée de ce phénomène, des sections polies de prismes réalisées avant et après immersion ont été analysées en microscopie électronique. Tandis que la texture in situ se caractérise par une plage grenue de gypse subautomorphe à anhydrite diffuse et agrégats de dolomite, les lames issues d'échantillons immergés en saumure présentent des fissures remplies de gypse microgrenue (fig. 150). Latéralement, ces fissures évoluent vers des fractures « ouvertes » sans remplissage (fig. 151). Ainsi, l'immersion en saumure conduirait à la précipitation de gypse microprismatique concentré dans des fissures. Parallèlement, les échantillons immergés présentent une quantité moindre d'anhydrite diffuse. Ainsi, les néoformations gypseuses sont attribuées à l'hydratation de l'anhydrite.

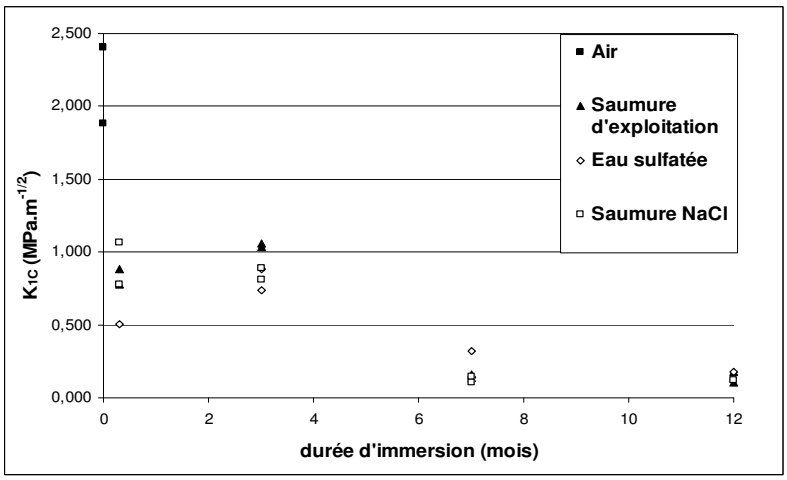


Figure 149 : ténacité du gypse anhydritique en fonction du fluide d'imprégnation et de la durée d'immersion

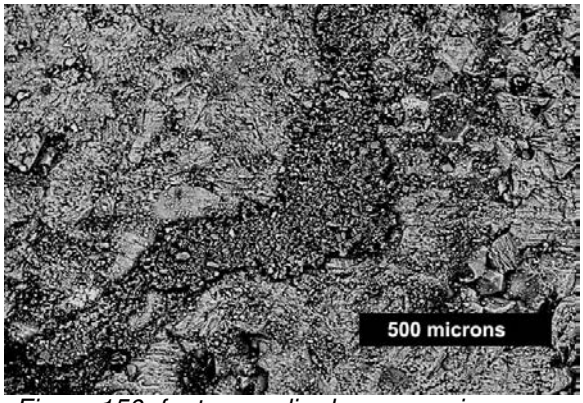


Figure 150: fente remplie de gypse microgrenu recoupant une plage de gypse grenue (imagerie en électrons rétrodiffusés).

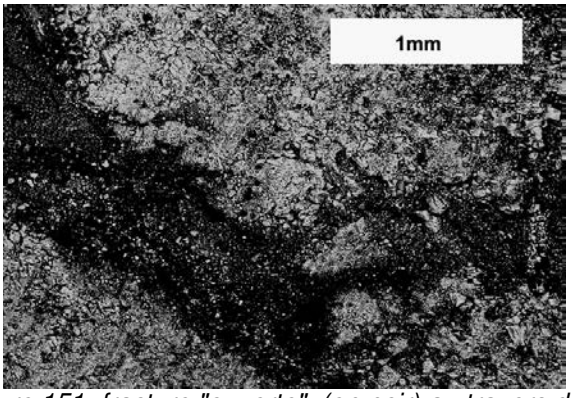


Figure 151: fracture "ouverte" (en noir) au travers de la texture "in-situ" (imagerie en électrons rétrodiffusés).

Anhydrite massive des Marnes Irisées

Comme précisé plus haut, les résultats de l'expérimentation batch attestent d'une hydratation de l'anhydrite en bordure d'échantillon. Cette hydratation affecte une frange superficielle dont l'épaisseur est de l'ordre de grandeur de l'incertitude sur la longueur de l'entaille du prisme. Voila pourquoi il nous a semblé inutile d'étudier l'effet d'une immersion prolongée en saumure sur les valeurs de ténacité de l'anhydrite massive. Les essais à l'air et en saumure après 10 minutes visent à étudier l'effet « instantané » de la saumure sur la ténacité. En d'autres termes, la présence de saumure dans la fente des prismes influence-t-elle la ténacité ? Les résultats correspondants sont reportés sur la Figure 152. Compte tenu de la dispersion des valeurs, les ténacités relatives aux essais à l'air et en saumure ne sont pas sensiblement différentes.

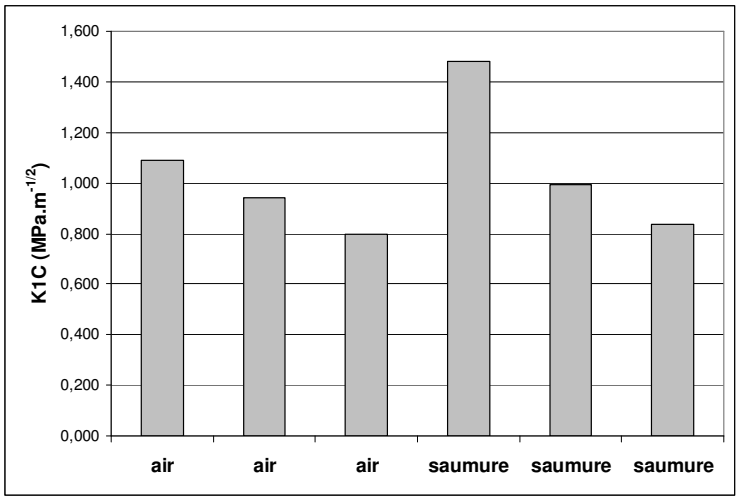


Figure 152: ténacité de l'anhydrite massive en fonction du fluide d'imprégnation (air ou saumure).

Dolomie de Beaumont

Les valeurs de ténacité obtenues par immersion de prismes sont sensiblement inférieures à celles issues des essais à l'air (fig. 153). Il ne semble pas exister de relation évidente entre nature du fluide d'imprégnation et valeur de ténacité. La période à laquelle a été réalisée l'entaille (avant immersion ou 10 minutes avant l'essai) ne semble pas non plus influencer la ténacité. De ce fait, les écarts de valeur pour une durée d'immersion donnée semblent provenir de la variation d'un paramètre intrinsèque de la dolomie. Dans sa thèse, Henry (1978) a comparé la porosité totale de carbonates « à grains fins » (mudstone) avec leur ténacité : il semble exister une relation linéaire entre ces deux paramètres et une variation de porosité de 4% entraine une variation de ténacité de 0.32MPa.m$^{-1/2}$. La porosité totale de la

Dolomie de Beaumont varie entre 0 et 4%. De ce fait, la gamme de porosité totale de la dolomie de Beaumont suffirait à expliquer la gamme de ténacité pour une même durée d'immersion.

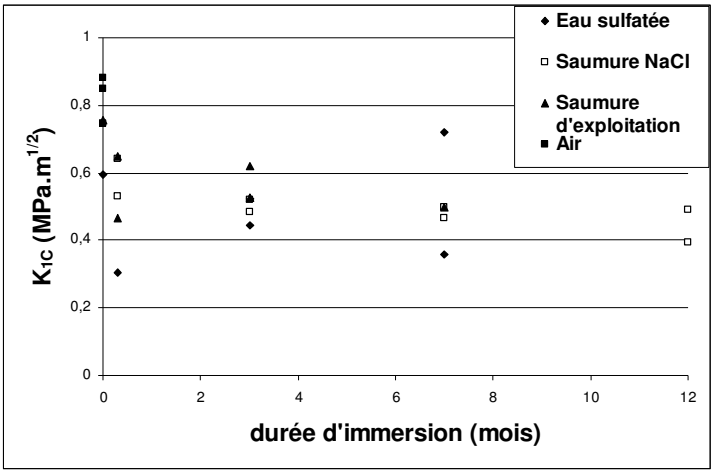


Figure 153 : ténacité de la dolomie de Beaumont en fonction du fluide d'imprégnation et de la durée d'immersion

Afin de s'assurer de l'absence de modification minéralogique au sein des prismes immergés, des sections polies ont été analysées en microscopie électronique : la texture analysée est en tout point comparable à la pétrotexture in-situ, expliquant ainsi la non-influence de la durée d'immersion sur la ténacité.

En l'absence de modification minéralogique induite par une immersion en saumure et dans l'eau, l'écart entre la gamme de K_{1C} relatifs aux essais à l'air et ceux relatifs aux essais en immersion ne peut s'expliquer que par une influence « instantanée du fluide d'imprégnation sur la fissuration du prisme ; en d'autres termes, la présence d'un fluide (eau et saumure) diminuerait l'énergie nécessaire à la fissuration de la Dolomie de Beaumont. Ce phénomène peut s'expliquer physiquement par un mécanisme de « pression-dissolution » en front d'entaille, les pressions ayant été créées par le chargement en flexion du prisme.

5.4.3. Synthèse

Les essais de flexion 3 points entrepris ont permis d'étudier l'influence d'une saumure saturée sur la ténacité sur les lithologies raides des Marnes irisées inférieures et moyennes (Dolomie de Beaumont et anhydrite) : un contact entre saumure et Dolomie de Beaumont diminue sensiblement la valeur du K1c. La durée d'un tel contact ne semble pas influencer la ténacité. La faible porosité de la Dolomie de Beaumont ne permet pas à la saumure de pénétrer à cœur et par conséquent, les quelques pourcents d'anhydrite présents ponctuellement ne peuvent s'hydrater en gypse.

Pour l'anhydrite massive des Marnes Irisées inférieures, aucun effet de la saumure sur la valeur de ténacité n'a été mise en évidence. Tout comme les échantillons d'anhydrite de l'expérimentation batch (chapitre 4), l'hydratation du minéral anhydrite ne peut se produire au sein des prismes en raison d'un porosité trop faible.

A l'inverse, la porosité du faciès Gypse à anhydrite de Grozon est suffisamment élevée (5.5 à 8,5%) pour permettre à la saumure de pénétrer les échantillons et d'hydrater l'anhydrite en gypse. Cette transformation minéralogique modifie la pétrofabrique et diminue sensiblement la ténacité. Cette diminution est d'autant plus importante que la durée de contact entre roche et saumure est longue.

5.5. CONCLUSION

Les essais mécaniques entrepris sur les Marnes irisées Inférieures et moyennes ont permis de préciser l'effet d'une saumure sur le comportement mécanique.

L'importance de la dégradation par la saumure des propriétés mécaniques instantanées des Marnes Irisées inférieures dépend des paramètres suivants :

- le degré de saturation de la saumure vis-à-vis des minéraux constitutifs des roches. La première série d'essai de fluage, couplée à des analyses chimiques et microscopiques, rend compte de la dissolution significative du minéral magnésite au contact d'une saumure de cavité. Cette dissolution se traduit, lors de l'essai, par une contraction latérale des éprouvettes. A l'inverse, les résultats d'essai similaire en présence cette fois-ci, d'une saumure saturée en carbonates, indiquent une dilatation des éprouvettes. Ce phénomène provient de l'hydratation de l'anhydrite,
- la pétrofabrique des échantillons. Pour une argilite à anhydrite diffuse, le gonflement de l'anhydrite est quasi immédiat et conduit à la ruine de l'échantillon quelques minutes après le contact. A l'inverse, l'argilite à lamines de propriétés physiques similaires mais dont l'anhydrite est concentrée en agrégats ne s'est pas rompue durant les 10 jours d'essai en saumure. Mais pour ces deux types d'argilites, l'effet de la saumure a été immédiat.

Dans l'idéal, il aurait été pertinent d'étudier quantitativement l'effet de la pétrofabrique des éprouvettes sur les déformations enregistrées lors d'essais de fluage en saumure. Malheureusement, la variabilité des dimensions des hétérogénéités (agrégats d'anhydrite) ne permet pas de définir une seule et unique pétrofabrique par éprouvette.

Les Marnes brun-chocolat situées dans les 10 premiers mètres du mur des mines sèches de Lorraine constituent les lithofaciès pour lesquels l'effet du gonflement de l'anhydrite est le plus brutal : lors des essais de fluage uni-axial, la rupture est intervenue deux minutes après le contact avec la saumure.
L'extrapolation d'un tel résultat à la stabilité des mines sèches de Lorraine suite à une invasion de saumure saturée doit être prise en considération. L'origine du soufflage du mur de la mine de Varangéville en 1873 reste encore floue. A l'époque, on a mis en relation le poinçonnement du mur par les piliers avec le ruissellement d'une saumure non-saturée qui aurait dégradé les propriétés mécaniques du mur.

Néanmoins, on sait que la mine de Dieuze est restée stable depuis son invasion par une saumure au XIX^{e} siècle alors que les conditions lithologiques et de taux de défruitement sont identiques. Depuis l'obtention de telles informations, une seconde explication a été proposée pour l'incident de Varangéville : « la combinaison d'un taux de défruitement élevé, d'un toit raide et d'une largeur exploitée devenue très grande peut conduire à un effondrement brutal pour des raisons purement mécaniques, sans qu'il soit besoin d'invoquer une dégradation d'origine physico-chimique du mur. D'ailleurs, la brièveté de l'accident est plutôt en faveur d'un mécanisme dans lequel l'effondrement précède le poinçonnement... » (Bérest et al., 2003). La rupture brutale des échantillons de Marnes brun-chocolat survenue pendant les essais de fluage et suite au contact avec la saumure pourrait conduire à nuancer cette interprétation et à invoquer une combinaison des deux mécanismes (mécaniques et chimiques). Au niveau de la mine de Dieuze, le caractère saturé de la saumure (vis-à-vis de la halite) aurait isolé les Marnes Brun-chocolat de la saumure et contribuer alors à la stabilité de l'exploitation.

CHAPITRE 6. CONCLUSION GENERALE

La thèse présentée dans ce manuscrit avait pour problématique l'identification des interactions chimiques entre l'encaissant des exploitations de sel de Lorraine et des saumures et l'étude de ces intéractions sur le comportement mécanique.

Dans un premier temps, les roches ont été caractérisées en termes de pétrofabrique (minéralogie, microtexture et caractéristiques du volume poreux). Les Marnes Irisées inférieures (à l'exception des niveaux de halite) correspondent à une association minéralogique à anhydrite, quartz, carbonates et argiles. Cette dernière phase est composée partiellement de smectites et d'interstratifiés irréguliers chlorite/smectites, connus pour leur propension à gonfler en milieu aqueux. Les carbonates sont la magnésite, majoritaire, la calcite et la dolomite rencontrés à des niveaux particuliers. Halite, pyrite et célestine constituent des minéraux accessoires. Les analyses microscopiques rendent compte d'un habitus dominant pour le minéral anhydrite et ce quelle que soit la lithologie considérée. Dans le lithofaciès anhydrite, le minéral du même nom forme des plages microprismatiques. Cette texture vaut également pour les agrégats d'anhydrite contenus dans les argilites. La porosité intergranulaire de ces plages d'anhydrite est très proche de 0 tandis, que la matrice argileuse peut présenter d'une porosité atteignant 20%.

L'évolution de la pétrofabrique d'échantillons d'anhydrite et d'argilite suite au contact avec des saumures a été suivie par des analyses microscopiques et chimiques. Macroscopiquement, les échantillons d'anhydrite conservent leur intégrité après un tel contact tandis que les faciès argileux se délitent en fragments centimétriques à millimétriques. Pour ces deux lithologies, les analyses microscopiques ont permis d'identifier des néoformations minérales correspondant à du gypse. Ce sulfate de calcium di-hydraté provient de l'hydratation de l'anhydrite par l'eau contenue dans la saumure d'imprégnation. Cette transformation minérale est favorisée par la présence dans la saumure, de potassium dissout, qui associé au calcium et au sulfates, accélère la vitesse de dissolution de l'anhydrite en formant un sulfate peu soluble : la syngénite. Le strontium dissout quant à lui favorise la nucléation du gypse.

La transformation de l'anhydrite en gypse intervient pour les deux lithologies, anhydrite et argilite. Pour l'anhydrite, le gypse ne se forme qu'en surface des échantillons. Cette localisation superficielle est attribuée à la trop faible porosité du lithofaciès anhydrite, ne permettant pas à la saumure d'accéder au cœur des échantillons. A l'inverse, la porosité connectée des échantillons d'argilite est suffisante pour permettre à la saumure d'hydrater à cœur les échantillons. L'accroissement volumique induit par l'hydratation en gypse produit une microfissuration à l'origine du délitage macroscopique.

Par la suite, des essais de compression et de fluage ont été entrepris afin de mettre en évidence l'effet de l'hydratation de l'anhydrite sur le comportement mécanique. La variabilité d'organisation des sulfates d'une éprouvette à l'autre ne permet pas de mettre en évidence l'influence de la saumure sur les résistances à la compression.

Cette influence a été déterminée lors d'essais de fluage par la comparaison des déformations d'une même éprouvette entre un palier de chargement à hygrométrie contrôlée et un second en saumure. Pour la première série d'essais en une saumure de cavité, on a enregistré des déformations en rétraction. Les analyses chimiques ont permis d'identifier l'origine chimique d'un tel phénomène : la dissolution des carbonates magnésiens. La perte de matière calculée à partir des dosages en magnésium dissout est de 7% tandis que celle issues des mesures de déformations est de 1,4%. Les vides créés par la dissolution de la magnésite n'ont donc pas été totalement fermé par le chargement uni-axial imposé. Ces vides ont pu alors être comblés par la précipitation de gypse issu de l'hydratation de l'anhydrite.

Afin de tester cette hypothèse, une série d'essais de fluage a été effectuée en utilisant une saumure saturée en carbonates de magnésium et une éprouvette comparable en termes de lithologie et de propriétés physiques. L'effet de ce fluide sur le comportement est immédiat et se traduit par une augmentation des vitesses de déformations axiales ainsi que par l'apparition de déformations latérales dilatantes. Pour des argilites à anhydrite d'imprégnation, c'est dire à surface réactionnelle maximale entre anhydrite et saumure, la ruine de l'échantillon se produit quelques minutes après le contact avec la saumure.

La caractérisation lithologique des Marnes irisées inférieures et moyennes au contact des cavités instables SG4/5 et LR50/51 a permis la mise en évidence des bancs d'anhydrite massive dont l'extension latérale est supérieure à la largeur des cavités. Certains de ces bancs ralentissent la remontée des cavités par rapport à une traversée dans les niveaux argileux et influencent la géométrie de la cavité. La Dolomie de Beaumont n'est donc pas le seul banc raide au droit des cavités de dissolution. L'influence d'une saumure sur la raideur des ces lithologies a été étudiée par des essais de flexion 3 points couplé à des analyses microscopiques. La ténacité de l'anhydrite massive ne dépend pas du fluide (eau, air, saumure) d'imprégnation, contrairement à celle de la Dolomie de Beaumont : la saumure diminuerait l'énergie nécessaire à la fissuration en flexion et la durée d'imprégnation n'aurait pas d'influence sur la ténacité.

Concernant la remontée des cavités de dissolution au travers des Marnes à anhydrite, le gonflement de l'anhydrite en gypse est à l'origine du délitage des faciès argileux en présence de saumure. Le comportement mécanique des niveaux d'anhydrite massive ne serait pas affecté par ce phénomène, le minéral anhydrite ne s'hydratant qu'en surface de cette lithologie.

RÉFÉRENCES BIBILOGRAPHIQUES

ANS J. D' (1933) - Die Lösungsgleichegewichte der Système der Salze ozeanischer Salzablagerungen. *Kaliforshungsanstalt*, Berlin.

BAROZ F. (1967) - Contribution à l'étude de la Dolomie de Beaumont (Keuper Moyen) de Lorraine. *D.E.S. Sci. nat.*, Nancy, 84 p.

BEICHE H. (1990) – Bemessung und Bau eines Tunnels in anhydrithaltigem Gebirge (B-14 in Stuttgart). *Proc. 9th German National Rock. Mech. Symp., Aachen*, pp 185-207.

BÉREND I., CASES J.M., FRANÇOIS M., URIOT J.P., MICHOT L., MAISON A., ET THOMAS F. (1995) - Mechanism of adsorption and desorption of water vapor by homoïnic montmorillonite : 2. The Li^+, Na^+, K^+, Rb^+ and Cs^+, exchanged forms. Clays and Clay Minerals, 43, pp 324-336.

BEKENDAM R., ODENZIEL C., PAAR W. (2000) - Subsidence Potential of the Hengelo Brine Field. Physico-Chemical Deterioration and Mechanical Failure of Salt Cavern Roof Layers. *Technical Class, Proc. Technical Class and Technical Session SMRI Fall Meeting*, San Antonio, pp. 103-118.

BEREST P., BROUARD B., FEUGA B. (2003) - Abandon des mines de sel : faut-il ennoyer ? *Conference Après-mines*, Nancy, 15 p.

BIHANNIC I. (1998) - Structure et microtexture du gonflement cristallin de la montmorillonite. *Thèse* INPL, 175 p.

BOCK E. (1961) - On the solubility of anhydrous calcium sulphate and of gypsum in concentrated solutions of sodium chloride at 25°C, 30°C, 40°C, 5 0°C *. Can. Jour. Chem.*, 39, pp. 1746-1751.

BOUSQUIE P (1979) relations avec perméabilité, ascension capillaire, gélivité, conductivité thermique. *Thèse doc-ing*, ENSMP, 191p.

BRGM (1980). - Synthèse géologique du basin de Paris. Geologic synthesis of the Paris basin., *mémoires du BRGM* 101.

BUFFET A. (1998). - The collapse of Compagnie des Salins SG4 and SG5 Drillings. *Symposium de Rome, SMRI*, 25 p.

CASES J.M., BÉREND I., BESSON G., URIOT J.P., THOMAS F., POIRIER J.E. (1992) - Mechanism of adsorption and desorption of water vapor by homoïnic montmorillonite :1. The sodium exchanged form. *Langmuir*, 8, 2730-2739.

CASES J.M., BÉREND I., BESSON G., URIOT J.P., THOMAS F., POIRIER J.E. (1998) - Mechanism of adsorption and desorption of water vapor by homoïnic montmorillonite : 3. The Mg^{2+}, Ca^{2+}, Sr^{2+} and Ba^{2+} exchanged forms. *Clays and Clay Minerals*, 45, pp 8-22.

CLIFTON J. R. (1973) – Some aspects of the settings and hardening of gypsum plaster. *Technical Note 755, NBS*.

CFMR (2000) – Manuel de mécanique des roches, tome 1. *Ecoles des Mines de Paris, Les Presses*. 265 p.

DAUPLEY X. (2004). - Typologie des mécanismes et des phénomènes de mouvement de terrain liés aux exploitations de sel. *INERIS report, DRS-04-56179/R01*, 80 p.

DECARREAU A. (1990) - Matériaux argileux : structures, propriétés et applications. *Groupe Français des Argiles et Société Française de Minéralogie et de Cristallographie*, pp 5-33.

DEER W. A., HOWIE R. A., ZUSSMAN J. (1962) - Rock-Forming Minerals, 1. Ortho- and Ring Silicates. *John Wiley and Sons, Inc*., 333 p.

DE GENNES P.G., GUYON E. (1978) – Lois générales pour l'injection d'un fluide dans un milieu poreux aléatoire. *J. Mécanique*, 77, pp 403-432.

DELPORTE C. (1988). - L'anhydrite de Faulquemont et sa valorisation sous forme de béton sulfate: mécanisme d'hydratation et mise au point d'accélérateur de prise hydraulique. *Phd Thesis, INPL*, 232 p.

DELVILLE A. (1991) - Modeling the clay-water interface*, Langmuir*, 7, pp 547-555.

DICKSON, BINKS (1926) - Philosophical Magazine and Journal of Science, 2, 114p

EBERL D. D. (2003) – User's Guide to ROCKJOCK, a Programm for Determining Quantitative Mineralogy from Powder X-ray Diffraction Data. *Open File Report 03-78, USGS*, 46 p.

EVRARD O., BRICE J.F. & DELPORTE C. (1984). - *Brevet Français N° de publication 2 559 145*, N° d'enregistrement 84017 12. SMA.

EVRARD O., BRICE J.F. & DELPORTE C. (1987). - *Brevet Européen N° d'enregistrement 84/ 400.533.0.* SMA.

GEISLER & CUSSEY D. (1986) - Approche sédimentologique et géochimique des mécanismes générateurs de dépôts évporitiques. Sur les exemples actuels de Salins de Camargue et d'Espagne et fossiles du Messinien méditerranéen et du Trias Lorrain*. Mém. Sci Terre*, 48, 298 p.

GYSEL M. (1992) – Die Messung der Quelldeformation der Anhydritgruppe im Gypsbergwerk Felsenau. *Wasser, Energie, Luft,* Baden, Switzerland.

GROB H. (1976) – Swelling and Heave in Swiss Tunnels-Gonflement et soulèvement dans des tunnels suisses. *Bull. Int. Ass. Eng. Geol*, 13, pp 55-60.

HARDIE L. A. (1967) - The Gypsum/Anhydrite equilibrium at one atmosphere pressure. *The American Mineralogist*, 52, pp. 171-193.

HENKE K. F. (1976) – Magnitude and rate of heave in tunnels in calcium suplahte bearing rocks. *Bull. Int. Ass. Eng. Geol*, 13, pp. 61-64.

HILLY J., MARCHAL C. ET BUFFET A. (1998). La série évaporitique keupérienne de Lorraine-Champagne – Analyse et implications génétiques des discontinuités sédimentaires. C.R. Acad. Sc. Paris, Sc. de la Terre et des Planètes, 326, pp. 427-432.

HILLY J., MARCHAL C. (1999). - Les gisements évaporitiques de Lorraine. Evaporite deposits of Lorraine. *Bulletin d'information des géologues du basin de Paris*, 36, Issue 1, pp. 20-24.

HOLTZAPFFEL W. (1985) - Les minéraux argileux. Préparation, analyse diffractométrique et détermination. *Soc. Géol. Nord*, 12, 136 p.

HOMAND F. (2003). - Caractérisation physique et mécanique du sondage Cerville 3129*. Rapport LaEGO pour la compagnie SOLVAY,* LG.FH.SOL.PSI.RPRE.02.0512.A, 31 p.

HUDER J., AMBERG G. (1970) – Quelling in Mergel, Opalinusten und Anhydrit. *Schweiz. Bauzeitung*, 38, 43, pp 975-980.

JEANNEAU V. (2005) - The sinkhole of the Cavity L50/51 in la Rape Area, a Case History, Rhodia Company. *Conference SMRI, Nancy*, 15 p.

JIN H. (1994) - Etude expérimentale du comportement des suspensions de bentonite au cours des forages. *Thèse Inpl.*

KIRSCHE D. (1987) – Laboratory and in-situ swelling tests for the Freudensteintunnel. *Proc. 6th Int. Conf. on Rock. Mechanics*, Montreal, 3, pp 1492-1496.

KIRSCHE D. (1990) – Neue Versuchstechnik und Erkentnisse zum Anhydritschwellen. Abstract of Paper presented to *X. Rock. Mech. Symp.*, Aachen.

KRAUSE H. (1976) – Sulphate Rocks in Baden-Württemberg and their importance in relation to civil engineering. *Bull. Int. Ass. Eng. Geol.*, 13, pp 45-49.

LAUGIER R. (1981) - Etude structurale du gisement de sel gemme, secteur Nancy-Varangéville-Saint Nicolas de Port. *Société d'Histoire Naturelle de la Moselle, 43e cahier*, pp 81-111.

LUCAS J. (1962) - La transformation des minéraux argileux dans la sédimentation. Etudes sur les argiles du Trias. *Mémoires du Service de la carte géologique Alsace-Lorraine*, 23, 202 p.

MADGIN W. M. AND SWALES D. A. (1956) - Solubilities in the system $CaSO_4$-NaCl-H_2O at 25°C and 35°C. *J. Appl. Chem.*, 6, pp 492-497.

MADSEN F. T., NÜESCH R. (1990) – Langzeitquellverhalten von Tongesteineen unt toningen Sulfatgesteinen. *Mitteilungen IGB-ETH*, Zürich, pp 140.

MADSEN F. T., NÜESCH R. (1991) – The swelling behaviour of clay-sulphate rocks. *Proc. 7th Int. Congr. On Rock Mech.,* Aachen, pp. 285-288.

MARCHAL C. (1983). - Le gîte salifère keupérien de Lorraine-Champagne et les formations associées; Etude géométrique; Implications génétiques. The Keuper saliferous deposit in the Lorraine-Champagne region and associated formations; geometrical approach, genetic implications *Sciences de la Terre, Memoires*, 44, pp. 1-25.

MONTHEL J. (2002) – Etude géologique du sondage carotté « GEODERIS Sc-1 ». *Rapport BRGM RP-518323FR,* 25p + annexes.

MULDER T., BEREND I., YVON J., TISOT J.P. (1992). - Analyse du gonflement d'un interstratifié irrégulier kaolinite-beidellite. Aspects cinétiques et influences de la compaction initiale et de la salinité. *C.R. Ac. Sci.* Paris t. 315, série II, pp. 453-459.

NOTHNAGEL R. (2003) - Modélisation des instabilités en Mécanique des Roches, application à l'exploitation des concessions de Drouville. *Thèse*, Ecole des Mines de Paris, 195 p.

PALAIN CH. (1966) - Contribution à l'étude sédimentologique du « Grès à Roseaux » (Trias supérieur) en Lorraine. *Sci. de la Terre*, XI, pp. 245- 291.

PAUL A., WICHTER L. (1992) – Das Langzeitverhalten von Tunnelbauwerken im quellenden Gebirge-Neuere Messergebnisse vom Stuttgarter Wagenburgtunnel. Paper presented to *7th German National Rock. Mech. Symp.*, Aachen.

PROMMESBERGER G. AND KUHNHENN K. (1989) – The Freudenstein Tunnel : tunnel construction in swelling rock. *Proc. RETC*, Los Angeles, pp 678-700.

RASHID H. (1995). - Contribution à l'étude d'un bassin évaporitique triasique. Les Marnes irisées inférieures. *Thèse*, UHP Nancy, 121 p.

REMY J.M. (1993). - Influence de la structure du milieu poreux carbonaté sur les transferts d'eau et les changements de phase eau-glace. Application à la durabilité au gel des roches calcaires de Lorraine. *Thèse*, INPL, 253 p.

SAHORES J. (1962) - Contribution à l'étude des phénomènes mécaniques accompagnant l'hydratation de l'anhydrite. Centre d'études et de recherches de l'industrie des liants hydrauliques, Paris, *Revue des matériaux de construction Ciments & Bétons",* 126, 230p.

SCHILINGER R. (1989) – Adler Tunnel, Bahn 2000. Proc. *Symp. Swiss National Group on Underground Construction*. Délemont, SIA-FGU, Zürich, pp 81-88.

SINGER P.C., STUMM M.W. (1968) - Kinetics of the oxydation of ferrous iron. *In* Proc. *2nd Symp. on Coal Mine Drainage Res., Pittsburgh*, pp 14-15.

SFC (2004). - Production mondiale de NaCl. http://www.sfc.fr/donnees/mine/nacl/texnacl.htm.

SIPPLE E.M. (1999) – Réarrangements structuraux et modifications microstructurales associés aux transformations de phases dans le système $CaSO_4$-H_20. *Thèse*, Université de Bourgogne, 140 p.

SLADE P.G., QUIRK J.P., NORRISH K. (1991) - Crystalline swelling of smectite samples in concetrated NaCl solutions in relation to layer-charge. Clay *and Clay Minerals* , 39, 234-238.

SPAUN G. (1979) – über die Ursachen von Sohlhebungen im Gipskeuper. *Proc. 2nd, German National Symposium on Engineering Geology*, DGEG, Essen.

SPOSITO G. (1992) - The diffuse-ion swarm near smectite particles suspended in 1 :1 electrolyte solutions : modified Gouy-Chapman theory and quasicrystal formation, in clay-water interface and its rheological interpretations, N. Güven and R.M. Pollastro eds*., The Clay Minerals Society*, USA.

STEINER W. (1993) – Swelling Rock in Tunnels : Rock Characterization, Effect of Horizontal Stresses and Construction Procedures. *Int. J. Rock. Min. Sci. & Geomech. Abstr.*, 30, 4, pp 361-380.

STEWART F.H. (1963) - Marine Evaporites. Chap. Y in M. Fleischer. *Can. Mining M et Bull.*, 52, pp 707-712.

TEDD P., POWELL J. J., CHARLES J. A., UGLOW I. M. (1989) – In situ measurments of earth pressures using pusch-in spade-shaped pressure cells, 10 years' experience. Proc. Geotechnical Instrumentation in Practice, Purpose, Performance and Interpretation. Telford, London.

THOMAS F., MICHOT L.J., VANTELON D., MONTARGÈS E., PRÉLOT B., CRUCHAUDET M., DELON J.F. (1998) - Layer charge and electrophoretic mobility of smectites, soumis à *Colloids and Surfaces*.

VAN OLPHEN H. (1964) - Internal mutual flocculation in clay suspensions. *Journal of Colloid Science*, 19, pp 313-322.

VOUILLE G. (1986). - Mine de Varangéville-comportement mécanique des marnes du mur en présence de saumure. *Ecole des Mines de Paris - Centre d'Etudes de Mécanique des Roches (CEMR), rapport n° R 86/3 pour la CSME* , 23 p.

WARDLAW N.C. (1976) - Pore Geometry of Carbonate Rocks as Revealed by Pore Casts and Capillary Pressure. *American Association of Petroleum Geologists Bulletin*, v. 60, pp 245-257.

WARDLAW N.C., MCKELLAR M. (1981) – Mercury porosimetry and the interpretation of pore geometry in sedimentary rocks and artificial models. *Powder Technology,* 29, pp 127-143.

WERDER F. (1989) – Sanierungs und Erneuerungsarbeiten im Belchentunnel N2. *Proc. Symp. Swiss. National Group on Underground Construction,* pp 53-58.

WICHTER L. (1985) – Ergebnisse von Langzeitmessungen im Wagenburgtunnel, Stuttgart. *Tunnel*, 4, pp 254-257.

WICHTER L. (1989) – Quellen anhydrithaltiger Tongesteine. *Bautechnik*, Berlin, 66, pp 1-6.

WITTKE W., PIERAU G. (1979) – Fundamentals for the design and construction of tunnels in swelling rocks. *Proc. 4th. Int. Congr. On Rock Mechanics*, Montreux, 2, pp 719-729.

ZEN E. (1962) - Phase equilibrium studies of the system CaSO4-NaCL-H2O- at low temperatures and one atmosphere pressure. *J. Petrol.* 6, 124-164.

ANNEXES

GEOLOGIE ET GEOMETRIE DES CAVITES AU NIVEAU DES CONCESSIONS DE GELLENONCOURT (CSME) ET DE LA RAPE (RHODIA-NOVACARB) – PROCEDURE DE TRAVAIL

1. INTRODUCTION

Ce rapport a pour objectif de présenter la méthode employée par Elie Boidin dans le cadre de sa thèse, pour construire la géologie locale de concessions de cavités salines ainsi que la géométrie des cavités instables SG4/5 et LR50/51, le tout au format numérique. La première partie du rapport traite de la présentation des données, viennent ensuite la construction des cavités avec le calcul du coefficient de foisonnement, puis celle d'un bloc 3D « géologie ».

2. PRESENTATION DES DONNEES

Tableau 46: présentation des données diagraphiques exploitées dans le cadre de la thèse interactions roche/saumures.

Puits	Gamma-ray		Sonar	
	Année d'acquisition	Unités recoupées	Dates	Unités recoupées
LR50	De 1986 à 2000	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »		
LR 51	De 1986 à 2000	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »	1986-1997	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »
SG1	1999	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »		
SG2	1999	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »		
SG4	De 1978 à 1993	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »	1991-1994	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »
SG5	De 1991 à 1992	Du sommet des « Marnes à anhydrite » au sommet des « Marnes Irisées moyennes »	1991-1994	De l'unité N aux « Marnes irisées Moyennes »

Tableau 47: présentation des données non exploitées; v: section verticale; h: section horizontale.

Puits	Gamma-ray		Sonar	
	Année d'acquisition	Localisation, format	Année d'acquisition	Localisation, format
LR45	2002, 2003	LaEGO, fichier.xls		
LR49	2001, 2003, 2004, 2005	LaEGO, fichier.xls		
LR54	2003 ; 2005	LaEGO, fichier.xls		
LR57	2002 ; 2004	LaEGO, fichier.xls		
LR51			1986 (v), 1997 (v)	LaEGO, papier
SG5			1986 (h) ; 1989 (h) ; 1991 (v) ; 1994(v) ; 1995 (v).	LaEGO, papier
SG4			1984 (h) ; 1986 (h) ; 1988 (h) ; 1994 (v)	LaEGO, papier

Les données exploitées dans le cadre de la thèse interactions roches/saumures sont présentées dans le Tableau 1. En fonction de la date d'acquisition, les diagraphies gamma-ray recouvrent totalement ou

partiellement l'ensemble « Marnes à anhydrite + Formation intermédiaire argilo-gréseuse ». Pour des raisons de commodités, seules les diagraphies sonar de type « sections horizontales » ont été exploitées. Les sections verticales de cavité (sonar) exploitables sont présentées dans le Tableau 2 ainsi que les gamma-ray non exploités.

3. CONSTRUCTION DE CAVITE SOUS LE LOGICIEL GOCAD

3.1. Importation des données

Les travaux présentés ici nécessitent de travailler en mode « advanced » sous le logiciel GOCAD. Pour ce faire, cliquer sur : Edit->Preference->Advanced.

Deux méthodes peuvent être employées pour la digitalisation des données sonar ::

- à l'aide d'une tablette à digitaliser présente au laboratoire du LAEGO, il est possible de redessiner le contour de la cavité à partir des coupes horizontales. Il suffit de se placer sous le logiciel Paint et à l'aide du stylet fourni avec la tablette et de redessiner le contour de la cavité,
- à l'aide d'un scanner, il est possible également de numériser les différentes coupes horizontales.

Une fois les données numérisées, leur importation doit se faire comme suit : dans le menu File, on sélectionne l'option « Import object » en tant que « 2D Voxet » car l'image que l'on souhaite importer est une image 2D qui sera considérée sous le logiciel Gocad comme un objet de type Voxet. A ce stade, les données sont de simples fichiers raster (point par point) sans référence géographique.

3.2. Mise à l'échelle et création du 0 spatial.

Cette étape permet d'effectuer un changement d'origine puis de donner l'échelle verticale et horizontale à notre image importée. Il faut tout d'abord se placer dans le mode Voxet (menu->Voxet). On sélectionne ensuite dans la barre de menu Edit la fonction « Resise with vectors ». Cette fonction permet de faire une translation et de se mettre à la bonne échelle. Exemple : division des distances par deux :

- dans step_u : case X on met 0.5,
- dans step_v : case Y on met 0.5,

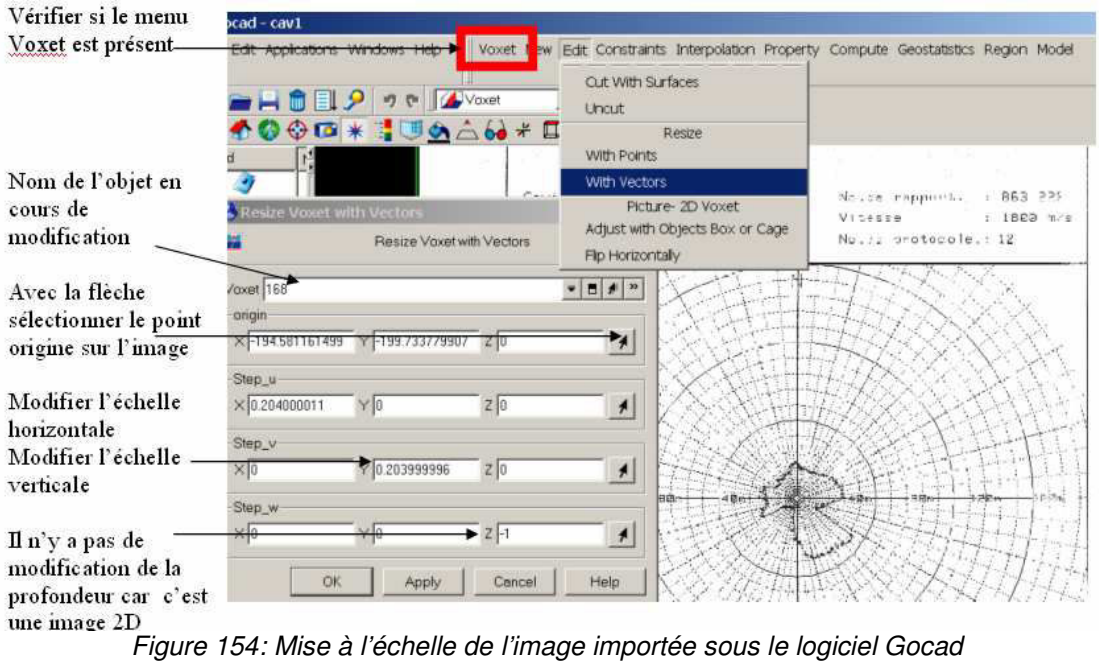


Figure 154: Mise à l'échelle de l'image importée sous le logiciel Gocad

Par défaut, l'origine est en bas à gauche de notre feuille. Pour placer la nouvelle origine, on choisit la flèche noire (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**1), on sélectionne le point origine sur notre image scannée : on obtient par exemple X=194m ; Y=199m. On rajoute alors des moins devant ces deux chiffres. On obtient X=-194 et Y=-199. L'objectif est de réaliser une translation égale à ses coordonnées avec un facteur -1 de façon à ce que notre origine ait pour coordonnées finales (0,0,0).

Lors de cette manipulation, il faut tout d'abord faire le changement d'échelle verticale et horizontale avant de faire un changement d'origine.

Trois fonctions bien pratiques permettant de nous aider lors de cette manipulation et vérifier que le changement de repère et d'échelle a été effectué correctement. Ces fonctions sont celles de positionnement présentées sur la Figure 2.

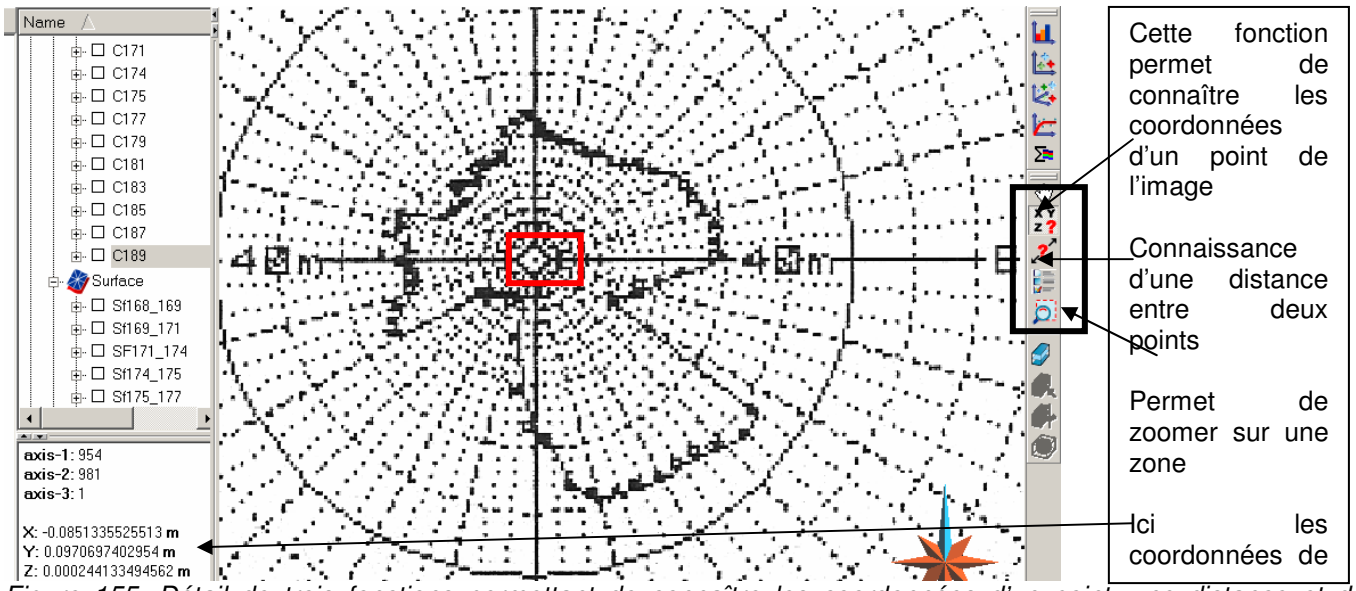


Figure 155: Détail de trois fonctions permettant de connaître les coordonnées d'un point, une distance et de zoomer

3.3. Digitalisation des sections de cavités (picking)

Le but du picking est de créer une ligne fermée délimitant la cavité et ceci aux différentes profondeurs pour toutes les coupes horizontales obtenues avec le sonar. Pour réaliser cette manipulation, il faut se placer en mode Curve puis sélectionner l'icône new close curve (Figure 3).

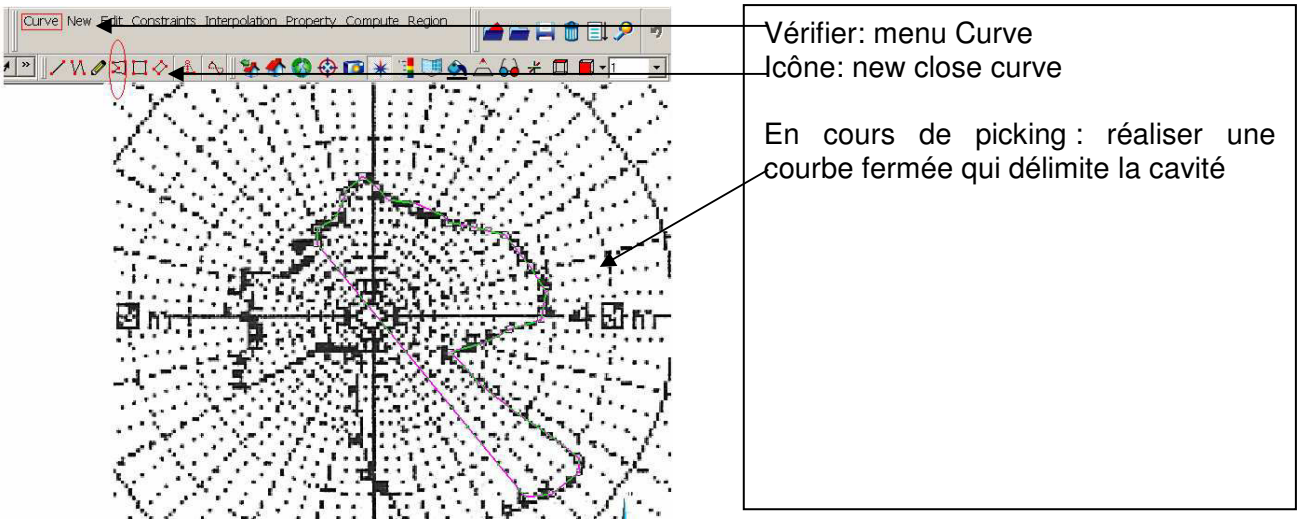


Figure 156: Réalisation du picking sous le logiciel Gocad

Il faut donner un nouveau nom à chaque nouvelle courbe.



Figure 157: Donner un nom à chaque nouvelle courbe

3.4. Géoréférencements NGF

A cette étape, l'origine qui correspond globalement au centre de la feuille a pour coordonnées (0 en X, 0 en Y et 0 en Z pour la profondeur). Il nous faut alors écrire un petit script permettant de faire la translation des coordonnées du puits en coordonnées NGF. Prenons un exemple. La cavité nommée La Rape 51 a son origine NGF : X=890 540 ; Y=113 590 ; Z=252.37 (Z correspond à la surface à partir de laquelle a été introduite le sonar. Si nous prenons l'exemple de la cavité horizontale située à 168m de profondeur, nous devons écrire le script suivant :

- X=X +890 540;
- Y=Y +113 590;
- Z=Z +252.37-168;

Remarque : il faut écrire X=X+890 540 car c'est une translation de tous les X composant la courbe de 890 540m dans la direction horizontale.

Pour écrire un script, il faut faire un clic droit sur « Properties » et choisir « Apply script »:

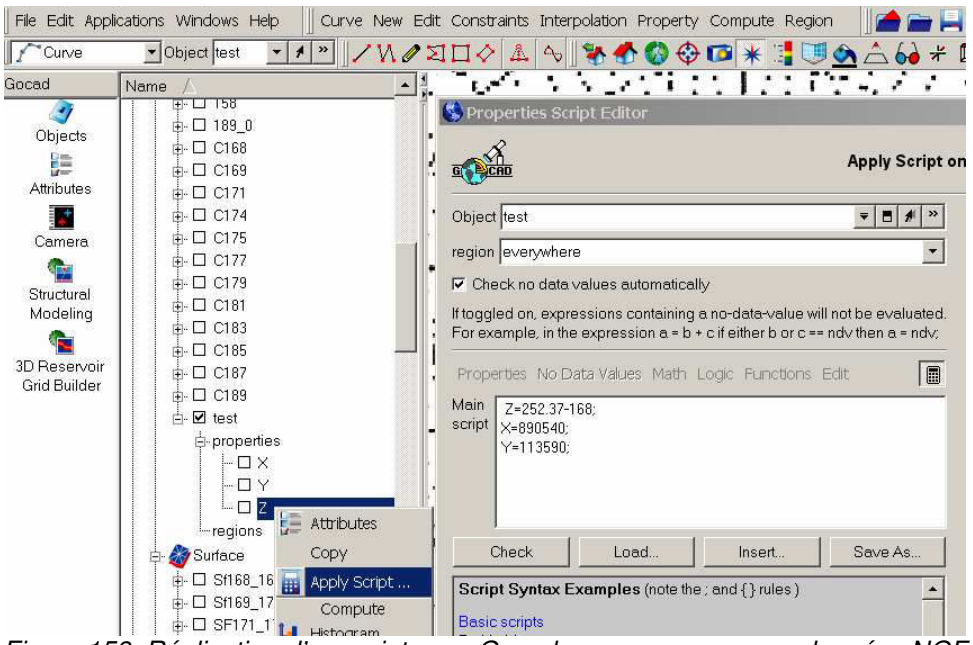


Figure 158: Réalisation d'un script sous Gocad pour passer en coordonnées NGF

3.5 Réalisation de la paroi de la cavité :

Une fois les différentes courbes réalisées pour chaque profondeur et pour chaque cavité, Gocad permet, par interpolation, de reconstruire un volume de cavité passant par les sections horizontales issues des données sonar. Pour réaliser un tel objet, il faut se placer en mode « Surface », puis utiliser la fonction « New » et choisir « From Several Curves » afin de créer une surface à partir de plusieurs courbes fermées et parallèles entre elles. Une fois, cette fenêtre ouverte, il est nécessaire de toujours donner un nom puis de sélectionner les différentes sections de manière contigüe

Un exemple est donné sur la Figure 6 : à partir de trois courbes fermées correspondant aux données sonar, une surface est créée.

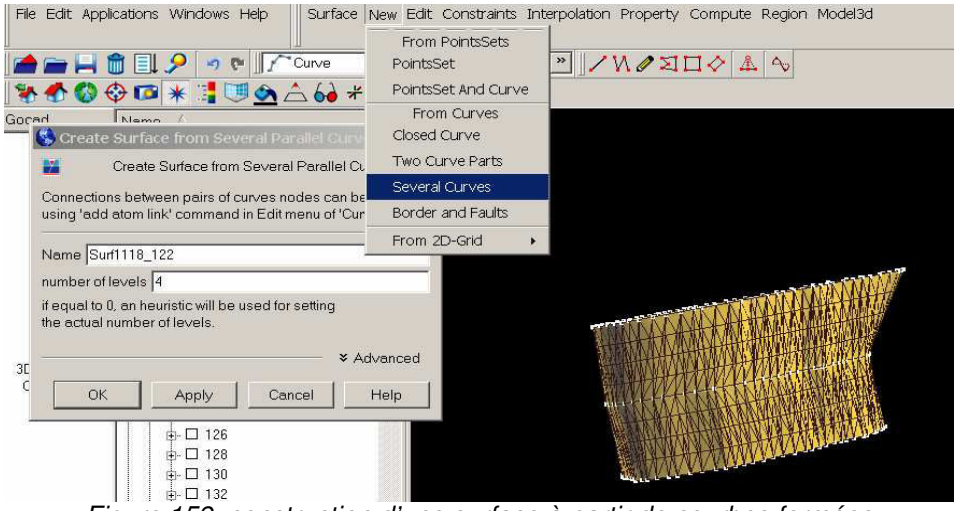


Figure 159: construction d'une surface à partir de courbes fermées

4. CALCUL DE COEFFICIENT DE FOISONNEMENT

Ce coefficient correspond au rapport du volume de roche foisonnée sur celui de cette même roche en place. Pour les cavités salines SG4/5 et LR50/51, nous disposons de plusieurs groupes de données sonars correspondants chacun à une période d'acquisition donnée, c'est-à-dire à une position et un volume donné de cavité. Un premier groupe de données a été acquis à une période t1, pendant laquelle la cavité était confinée aux niveaux salifères. Un second groupe de données sonar a été acquis une fois

l'ensemble « Marnes à anhydrite+ Formation intermédiaire » recoupé par la cavité. A cette période (t2), la cavité est limitée en son sommet par la Dolomie de Beaumont et à sa base par le sommet du volume de roche foisonnée. Or ce volume comble la totalité du volume de la cavité au niveau des niveaux salifères (volume à t1 déterminé par l'interpolation des sections sonar à t1) ainsi que le volume situé entre le toit du sel et la base de la cavité à t2 (= volume interpolé sur figure). Un premier intérêt du logiciel GOCAD pour l'obtention du coefficient de foisonnement réside dans la détermination du volume intermédiaire. Un deuxième intérêt correspond à la création d'un volume de cavité à partir de plusieurs acquis au même moment mais à partir de puits distincts, chacun ne « voyant » qu'une partie de la cavité. Enfin le troisième intérêt à utiliser GOCAC réside dans le calcul instantané des différents volumes nécessaires au calcul du coefficient de foisonnement.

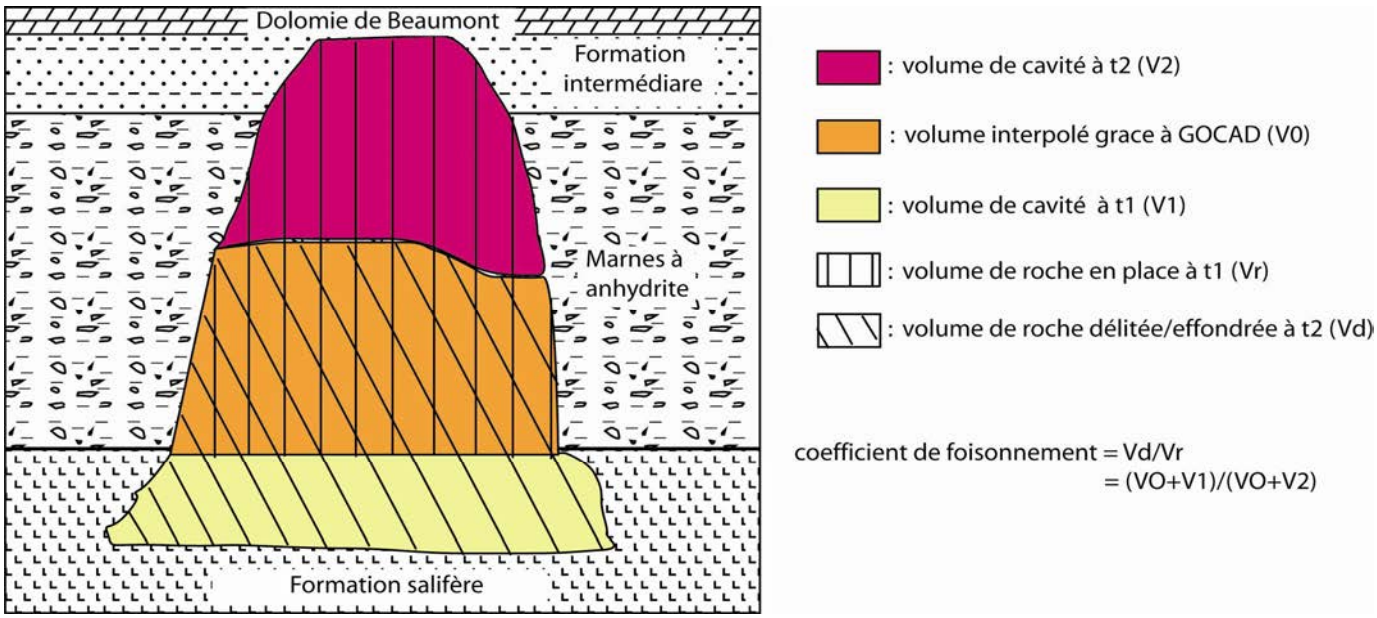


Figure 160: principe de détermination du coefficient de foisonnement pour l'ensemble "Marnes à anhydrite+ Formations intermédiaire »"

4.1 Construction du volume intermédiaire

La construction d'un tel volume nécessite, dans un premier temps, la création de courbes fermées à partir desquelles, dans un second temps, une surface fermée sera crée. Cette surface correspond à l'enveloppe du volume intermédiaire.

On distingue deux groupes de courbes fermées:

- un premier (Figure 8) qui représente le sommet de la roche foisonnée à t2. Pour les construire la vue Gocad doit être placée dans un plan horizontal. Les courbes fermées peuvent alors être crées avec l'outil « Curve-> new » puis par la réalisation d'un picking de la base de la cavité à t2. Répéter cette opération autant de fois que le nombre de courbes à créer,

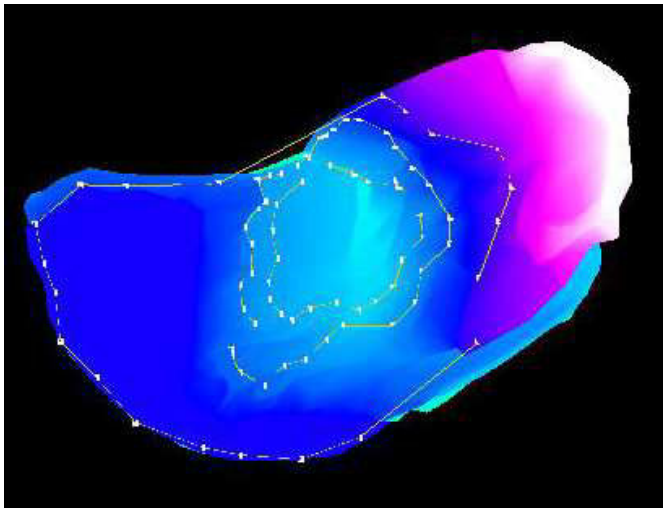


Figure 161: vue de dessous d'une cavité à t2 avec le premier groupe de courbes fermées mimant la base de la cavité (la gamme de couleur représente les variations de profondeur).

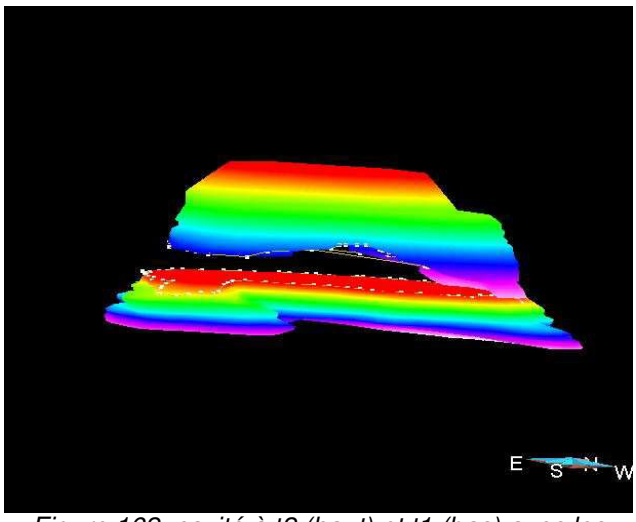


Figure 162: cavité à t2 (haut) et t1 (bas) avec les courbes fermées nécessaires à la création de la surface intermédiaire

- un second (Figure 9) groupe qui a pour objectif de mimer la section de cavité à t1 recoupant les « Marnes à anhydrite ». La méthode de construction est identique à celle du premier groupe.

L'outil Surface->new->from several curves permet alors, à partir des courbes fermées, de construire les paroies latérales du volume interpolé. A ce stade, la surface n'est pas fermée. La fermeture implique l'application de l'outil Surface->new->from closed curve à la courbe fermée sommitale ainsi qu'à celle la plus basse en termes de profondeur.

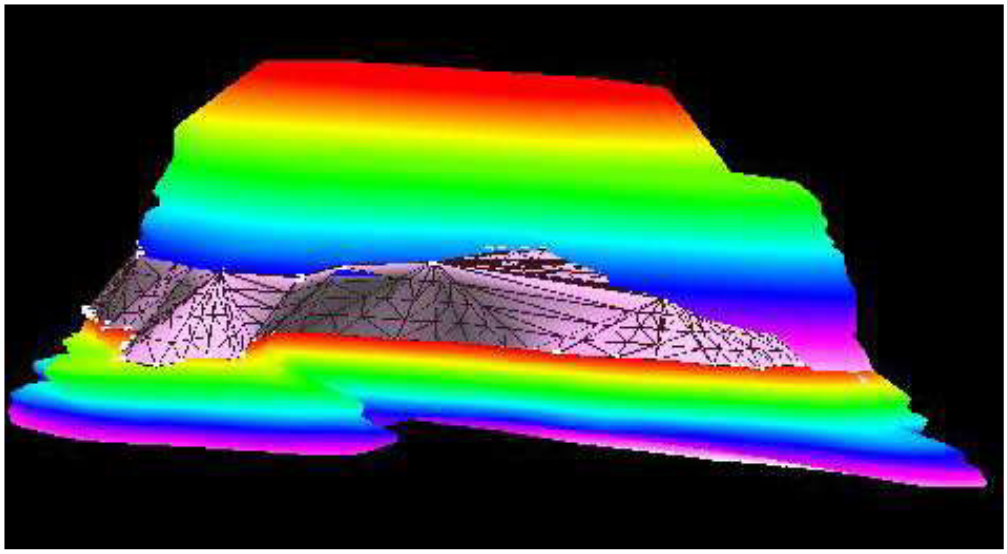


Figure 163: surface fermée intermédiaire (rose).

4.2 Construction d'un volume à partir de deux autres partiels

La cavité SG4/5 n'a pas une géométrie axisymétrique. Par conséquent, le sonar ne peut « regarder » l'intégralité de la cavité à partir d'un seul puits, des zones d'ombres étant présentes en raison du caractère bosselé des parois latérales de la cavité. Ainsi, le calcul du volume de la cavité SG4/5 à une période d'acquisition sonar donnée nécessite la création d'une surface fermée représentant l'enveloppe de la somme des surfaces acquises aux puits SG4 et SG5. Cette partie présente la démarche permettant d'obtenir une telle surface.

Soient des surfaces fermées S1 et S2 d'une même cavité à la période t et provenant d'une acquisition sonar aux puits P1 et P2 respectivement. Le volume V de la cavité à la période t est égal à la somme des deux volumes de S1 et S2 moins l'intersection de ces deux volumes.

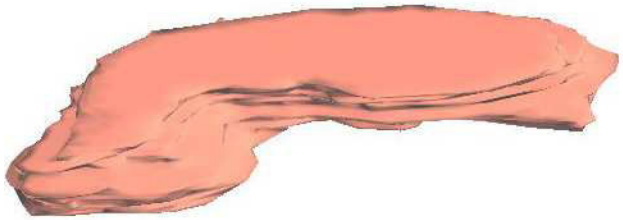


Figure 164: surface fermée représentant la cavité SG4/5 (données du puits SG4).

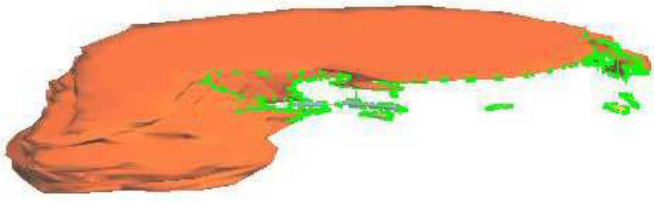


Figure 165: surface de la figure 4 tronquée par celle provenant de données sonar du puits SG5

La construction du volume V sous GOCAD se déroule comme suit :

- Copie des surfaces fermées S1 et S2 : click droit sur l'objet puis « copy »
- Découpage de S1 par S2 : Surface-> Edit->Cut->By Surface ; par cette opération, S1 est tronquée au niveau de son intersection avec S2
- Découpage de S2 par S1
- A ce stade, on obtient deux surfaces ouvertes S1' et S2' dont la fusion correspond à la surface fermée de volume V. Cette fusion s'obtient par : Surface->New->from surfaces (en sélectionnant S1' et S2') puis par -> Surface Edit-> part-> merge all.



Figure 166: coupe des surfaces fermées issus de sonar des puits SG4 et SG5: les surfaces s'interceptent.

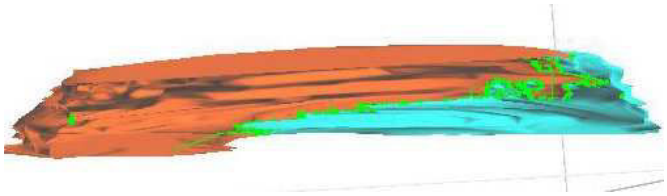


Figure 167: coupe de la surface issue des troncature et de la fusion des surfaces SG4 et SG5.

Le volume de chaque surface fermée s'obtient de la manière suivante : « menu- Interpolate-> Get Volume » puis click gauche sur la surface.

5. REALISATION D'UN BLOC 3D « GEOLOGIE »

La reconstruction de la géologie locale des concessions Gellenoncourt et La Rape sour le logiciel GOCAD a été rendue possible grace à l'inteprétation de données diagraphiques de type gamma-ray, couplée à des sondages carottés de référence. La méthode d'interprétation diagraphique est décrite dans la thèse de Boidin (2006). Nous ne traitons ici que des parties suivantes :

- digitalisation des données de puits,
- interpolation des données de puits.

5.1 Digitalisation de la lithologie

Tout d'abord, les puits doivent être crées par les commandes suivantes : Menu Well -> New-> vertical Insérer les coordonnées NGF ainsi que la profondeur maximales.

La lithologie va être insérée au niveau de chaque puits en créant des « Well Marker ». Pour ce faire, aller dans Menu Well-> Edit-> Well marker->New-> from depth value. La fenêtre de dialogue demande alors l'insertion de la profondeur du marqueur ainsi que son nom dans lequel doit figurer la lithologie numérotée. : ex : SG4_base_anhydryte1_wm. Cette opération doit être répétée autant de fois qu'il existe de marqueurs. Les marqueurs doivent représenter soit la base soit le somment d'un banc ; il est

préférable de choisir l'un ou l'autre de ces représentations à tout le fichier GOCAD afin d'éviter les ambigüités lithologiques. Il est également recommandé d'interpoler manuellement sur format papier la lithologie entre les différents puits. De cette manière, il est possible d'attribuer un numéro de « well marker » correspondant au numéro de banc interpolé : tous les marqueurs interprétés comme appartenant à un même banc peuvent alors avoir le même numéro et l'interpolation numérique en sera alors plus aisée.

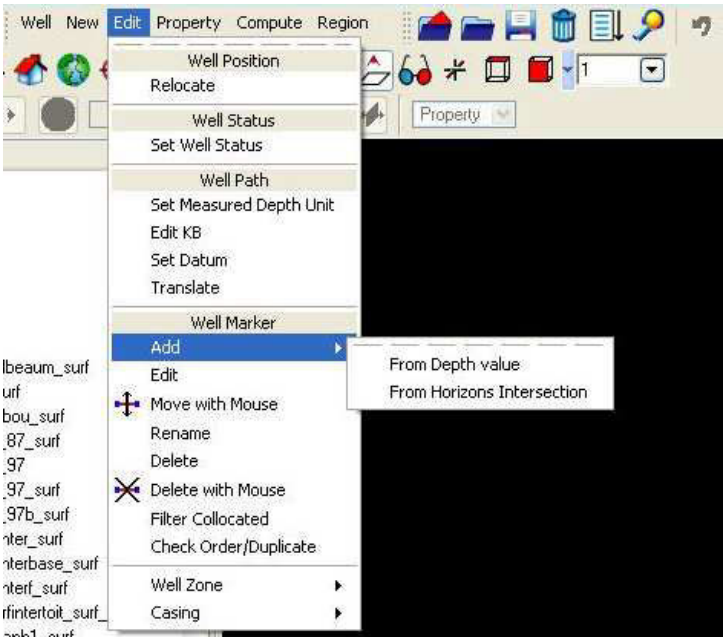


Figure 168: chemin d'accès à la création d'un "well-marker".

5.2 Interpolation des données de puits

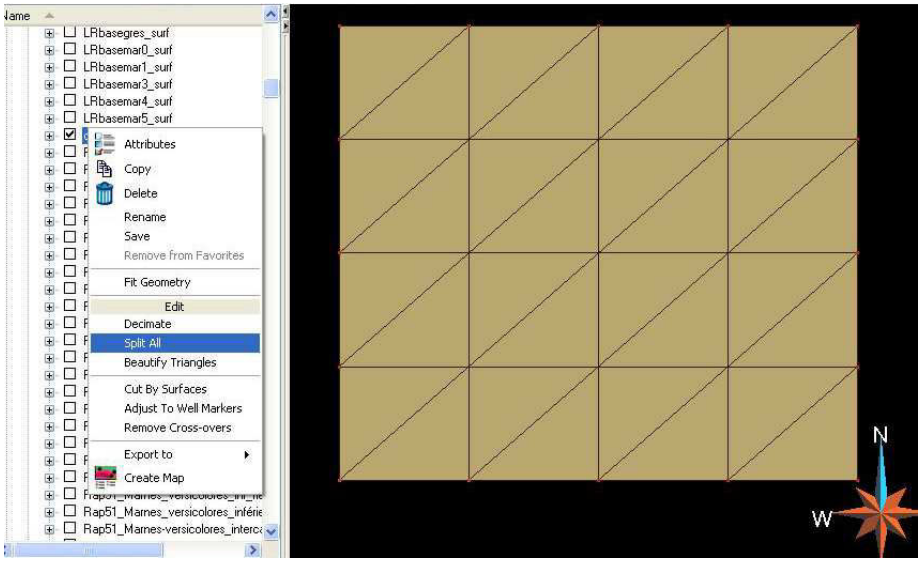


Figure 169: surface horizontale et chemin d'accès à la fonction "Split".

Une fois tous les marqueurs insérés, il est nécessaire de créer une surface représentant la base ou le sommet d'un banc et de faire passer cette surface par les marqueurs (appartenant à ce banc) des différents puits.

La procédure est la suivante :

- Se placer en mode vue de dessus
- Créer une surface horizontale : Surface –icône new puis dessiner sur le viewer une surface englobant les différents puits. Choisir des dimensions très grandes face (*3) à la distance entre les puits afin de s'affranchir des effets de bords. Une fois la surface dessinée, une fenêtre apparaît et

affiche les positions des quatre coins de la surface rectangulaire. Dans cette fenêtre il faut alors attribuer aux quatre points la profondeur du well marker le plus élevé.

- Subdivision de la surface en plusieurs triangles : click droit sur le nom de la surface dans la colonne « Objets » puis « Split all ». Répéter cette opération de manière à obtenir 2 à 3 triangles sur la ou les distances horizontales séparant chaque puits.
- Faire passer la surface par les well-marker : click droit sur le nom de la surface dans la colonne objet puis « Adjust to well marker ». Sélectionner les marqueurs dans la liste déroulante puis « apply ». On obtient alors une surface représentant le sommet ou la base d'un banc donné et rendant compte du pendage locale et des variations d'épaisseur. Répéter cette opération autant de fois que le nombre de banc à créer.

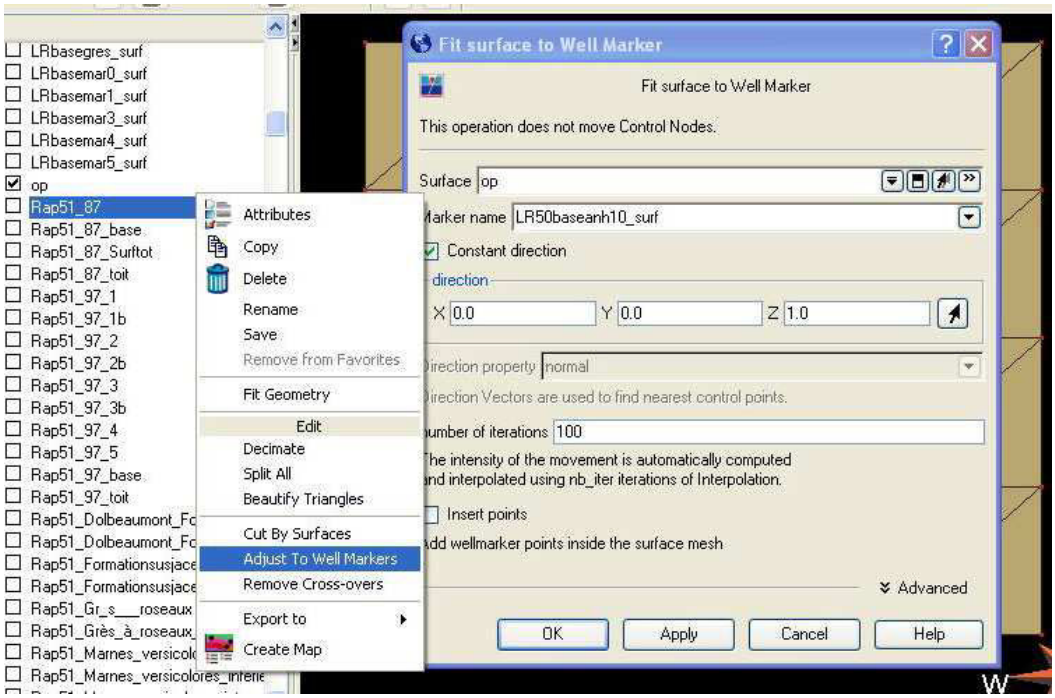
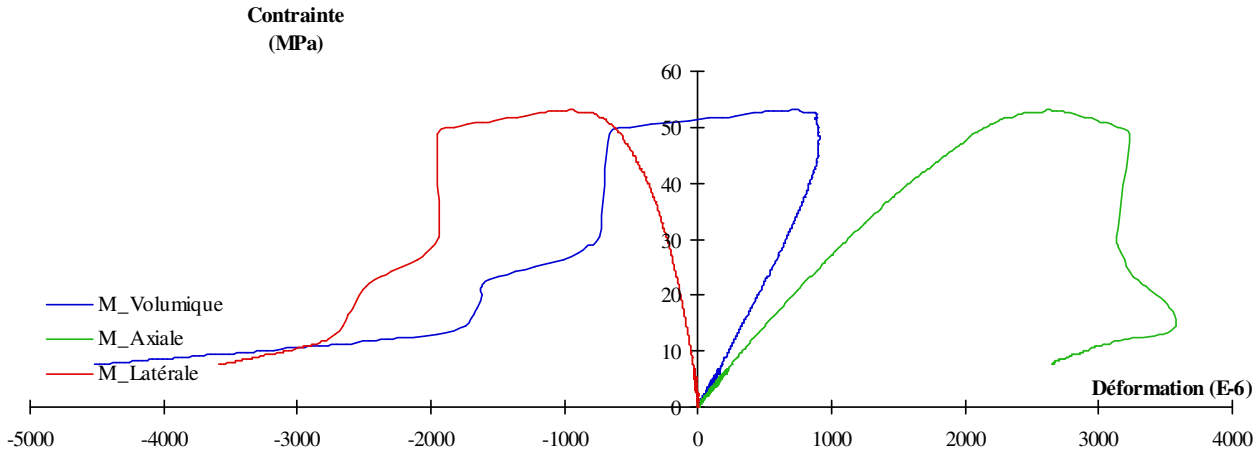


Figure 170: chemin d'accès à la fonction « adjust to well marker ».

COURBES CONTRAINTES DEFORMATIONS DES ESSAIS DE COMPRESSIONS UNI-AXIALES SUR ARGILITES A ANHYDRITE

Vitesse : 20µm. s^{-1}
σ_1 max : 53,1 MPa

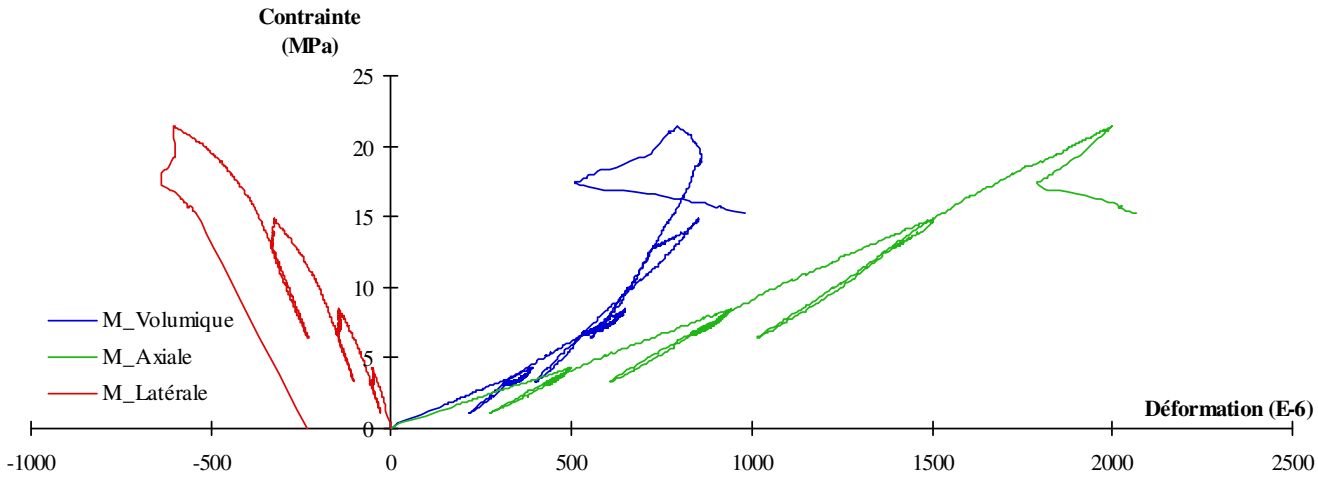
REP050085
SG64-C1C
18.00-18.28



Vitesse : 20µm. s^{-1}
σ_1 max : 21,42 MPa

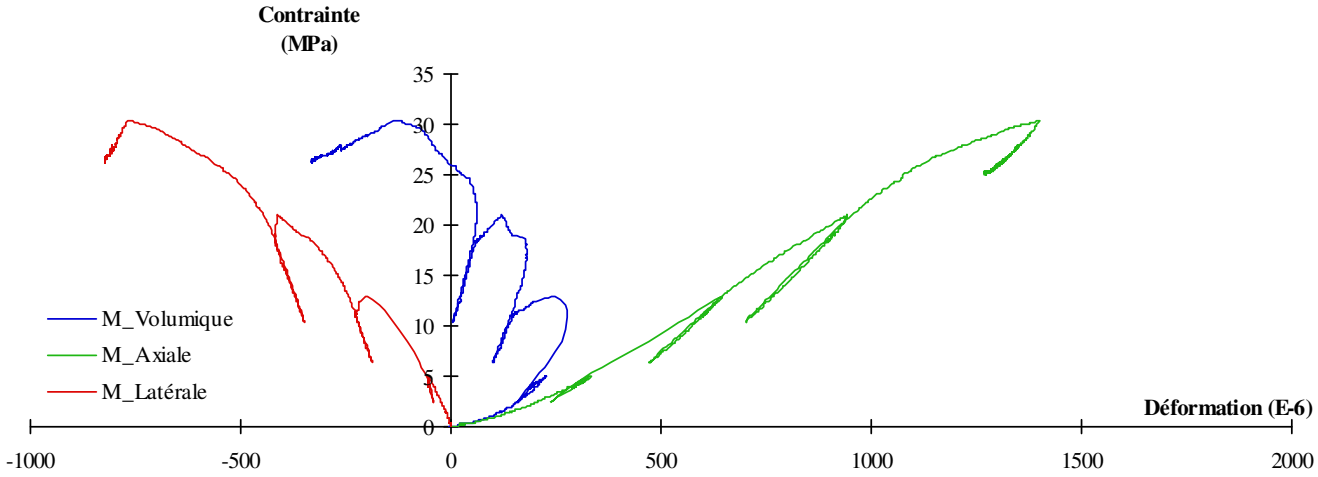
SG64-C1A
05-0085

18.00-18.28



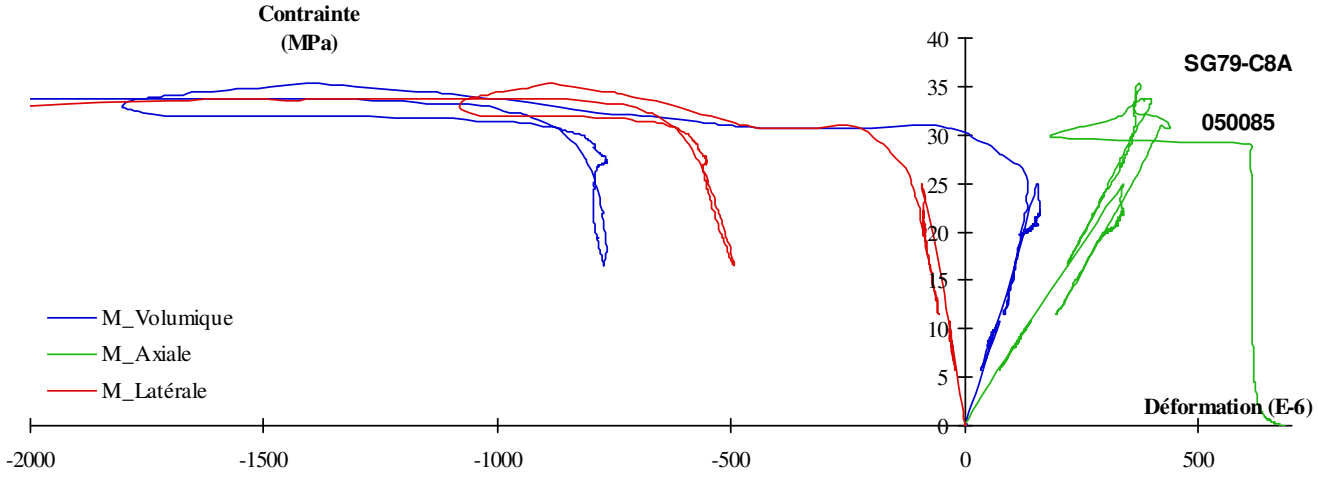
Vitesse : 20µm.s-1
σ_1 max : 31,0 MPa

SG 79-C6B
050085
18.00-18.28

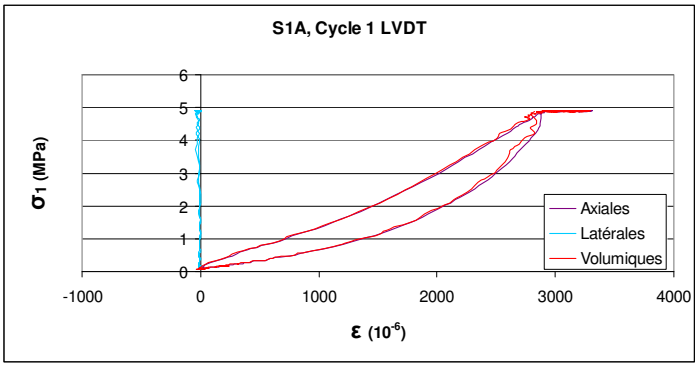


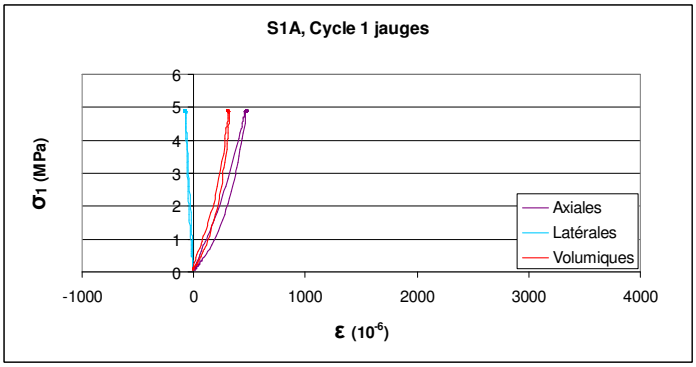
Vitesse : 20µm.s-1
σ_1 max : 35,3 MPa

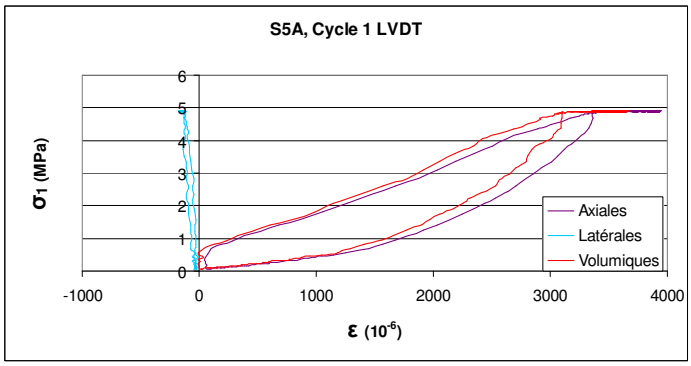
18.00-18.28

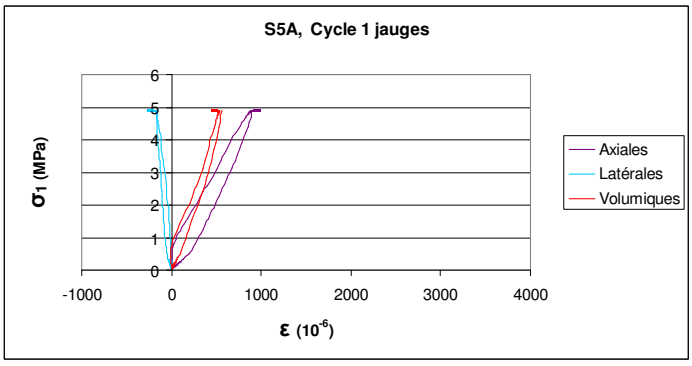


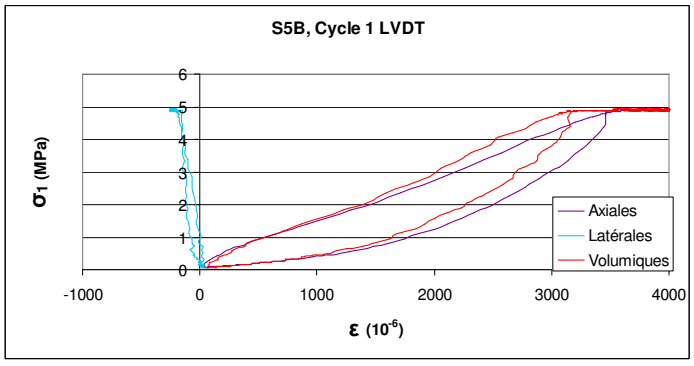
COURBES CONTRAINTES DEFORMATIONS RELATIVES AUX CYCLES DE CHARGEMENT/DECHARGEMENT ENTRE CHAQUE PALIER DE FLUAGE DES MARNES BRUN–CHOCOLAT.

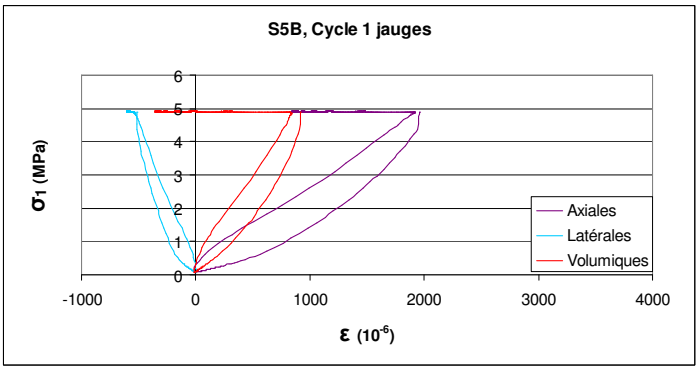


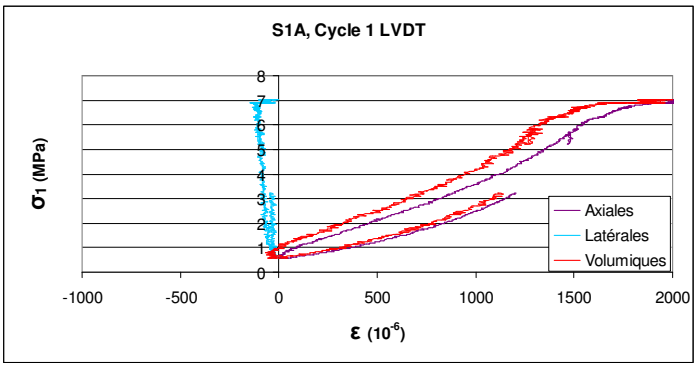


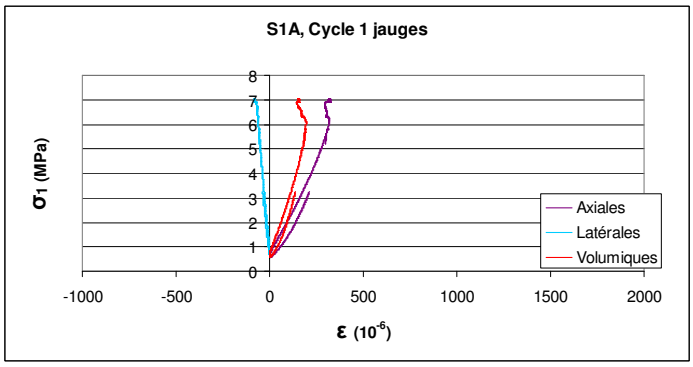


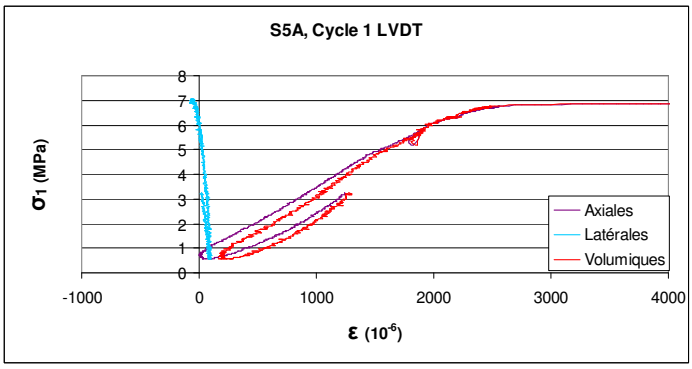


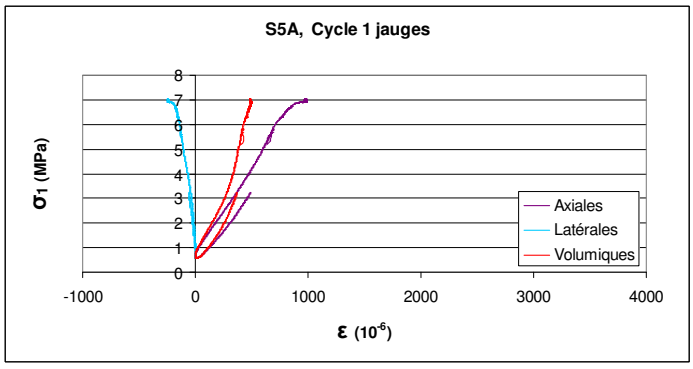


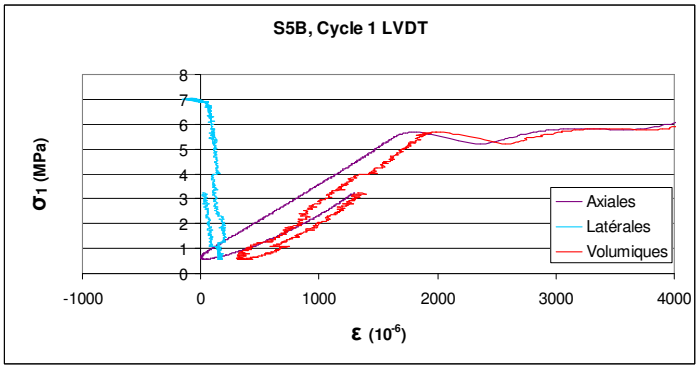


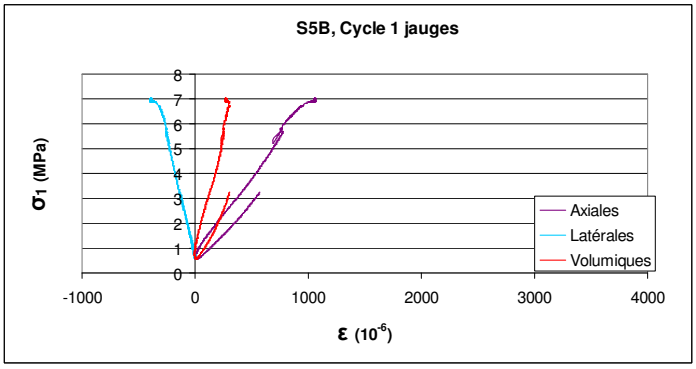

S1A, Cycle 1 LVDT
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

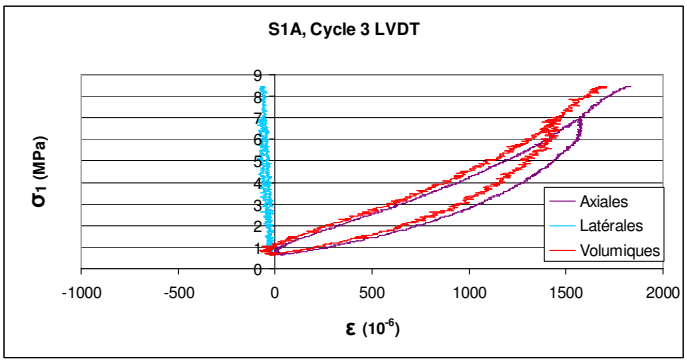

S1A, Cycle 1 jauges
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

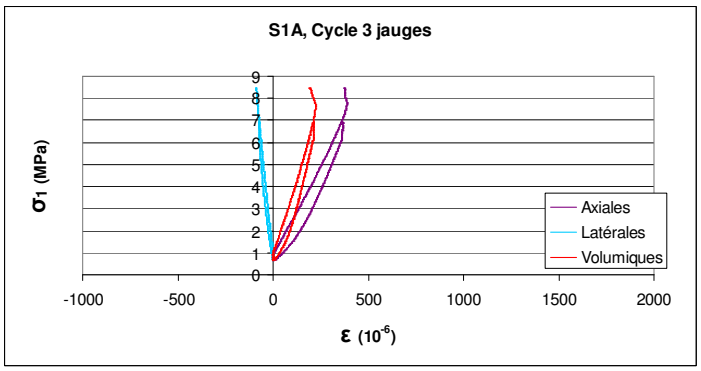

S5A, Cycle 1 LVDT
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

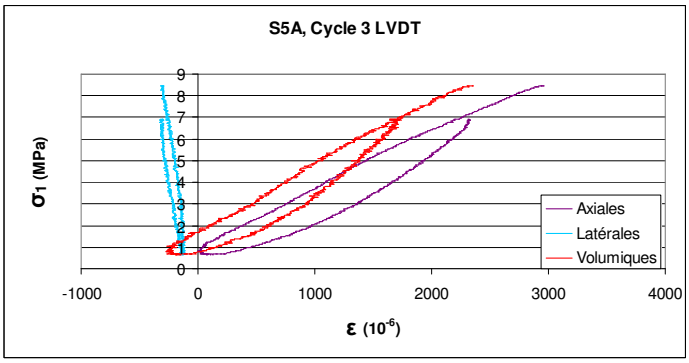

S5A, Cycle 1 jauges
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

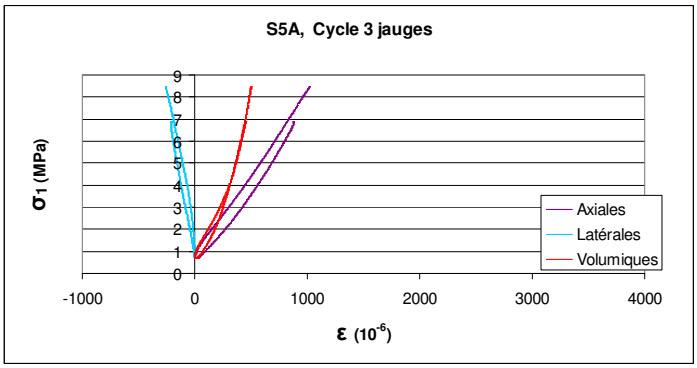

S5B, Cycle 1 LVDT
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

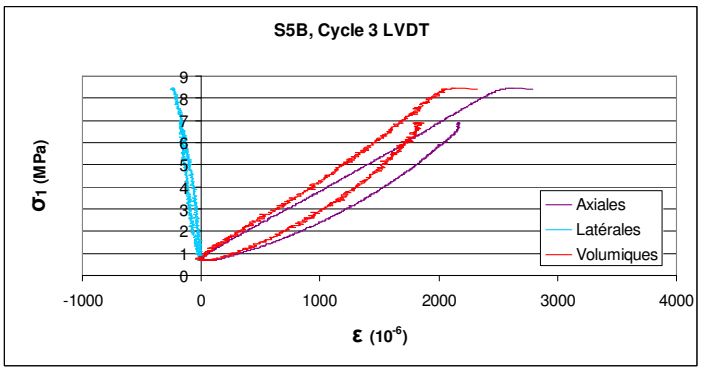

S5B, Cycle 1 jauges
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

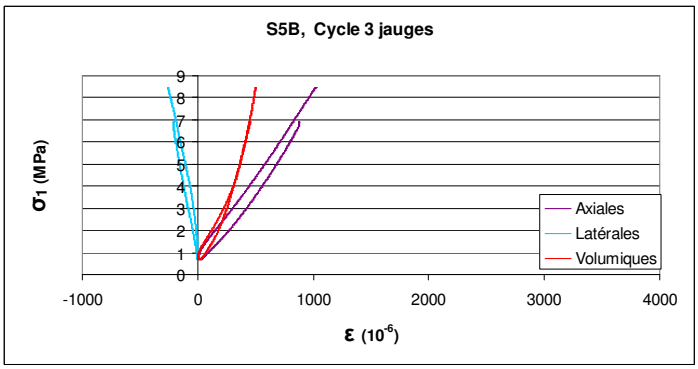

S1A, Cycle 3 LVDT
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques


S1A, Cycle 3 jauges
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques


S5A, Cycle 3 LVDT
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques


S5A, Cycle 3 jauges
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques


S5B, Cycle 3 LVDT
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques


S5B, Cycle 3 jauges
σ1 (MPa)
ε (10-6)
Axiales
Latérales
Volumiques

q

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Bernard FEUGA, Ingénieur, GEODERIS, Metz

Monsieur Norbert CLAUER, Professeur, CGS/Institut de Géologie, Strasbourg

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur BOIDIN Elie

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

"Interactions roches-saumures en contexte d'abandon d'exploitations souterraines de sel"

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANDŒUVRE CEDEX

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Génie civil - Hydrosystèmes - Géotechnique** »

Fait à Vandoeuvre, le 15 janvier 2010
Le Président de l'I.N.P.L.,
F. LAURENT

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE – NANCY –

TEL. 33/03.83.59.59.59
FAX. 33/03.83.59.59.55

Résumé

La problématique de cette thèse est l'identification des phénomènes physico-chimiques se produisant entre les roches encaissantes du gisement de sel gemme de Lorraine et des saumures, puis l'étude de leurs effets sur le comportement mécanique. Une démarche multi-échelle a été entreprise : du minéral à l'échelle d'une exploitation en passant par celle des essais mécaniques. La confrontation de la géologie locale avec la géométrie des cavités de dissolution de sel (logiciel GOCAD) au travers de ces roches encaissantes rend compte d'un délitage relativement rapide lorsque les argilites sont au contact d'une saumure de cavité. A l'inverse, l'anhydrite et la dolomie peuvent constituer le toit de cavité pendant plusieurs années, avant de se rompre. Suite à une caractérisation minéralogique, et microtexturale des roches encaissantes (Marnes irisées inférieures et moyennes), une expérimentation de type batch a été mise en œuvre afin de comprendre ces différences: les faciès lithologiques qualifiés de majeurs ont été immergés dans des saumures pendant plus d'un an. Des analyses chimiques et microscopiques ont permis de suivre les modifications minéralogiques et microtexturales. Au contact de saumures saturées en chlorure de sodium, les faciès argileux se délitent en raison de l'hydratation en gypse du minéral anhydrite. Au niveau de l'anhydrite massive, cette hydratation n'affecte qu'une frange superficielle des échantillons, en raison d'une porosité connectée quasi-nulle. En présence d'une saumure de cavité, l'hydratation est promue par la présence de potassium et de strontium en solution. Ces résultats permettent d'expliquer qualitativement la dilatation voire la rupture des éprouvettes d'argilite lors d'essais de fluage en saumures. Le comportement en flexion de l'anhydrite massive ne semble pas être affecté par la présence de saumure, en raison d'une porosité trop faible pour permettre l'accès de la saumure au site réactionnel que sont les cristaux d'anhydrite.

Mots-clés : keuper, argilites, sulfates, analyses chimiques, mécanique expérimentale, pétrographie expérimentale, pétrofabrique.

Abstract

The aim of this study is the understanding of the physico-chemical interactions between saturated brine and the rocks (Marnes Irisées inférieures) enclosing the underground salt workings in Lorraine (eastern France), and also the study of their effect on the mechanical behaviour. A multi-scale study was undertaken, from the mineral scale to the one of a salt working. Whereas anhydrite-rich argillites flake quickly with the presence of saturated brine at the border of solutions cavities, the dolomudstone and massive anhydrite don't and can constitute the top of cavities for several years. In order to explain this difference, these three lithologies were analysed in terms of mineralogy, micro-texture and porous media. Then, samples of argillites and massive anhydrite were immersed in saturated brines for more than one year. Chemical and microscopic analysis testified the hydration of anhydrite crystals into gypsum. This transformation occurs in a superficial way on massive anhydrite; to the contrary, it is located inside the anhydrite-rich argilites. As this transformation induces a volume increasing of 63%, the anhydrite crystals swell. In saturated brine, the water activity is low enough to prevent the swelling of clays such as smectites. Thus, anhydrite swelling might be the responsible of the argillites splitting in a saturated brine environment. The superficial anhydrite hydration on massive anhydrite can be explained by the low values of connected porosity (less than 1%) for this lithology. This results can explain, in a qualitative way, the dilatant behaviour of argilites samples during creep tests with brine. The bending behaviour of massive anhydrite don't seem to be affected by the presence of brine for one year or less, probably because of the too low porosity of this lithology.

Keywords: Keuper, sulphates, argillites, experimental petrography, mechanical test, chemical-analyses, microporous framework