Thèse

Présentée par

Kaïs MEHIRI

UNIVERSITE Paul Verlaine METZ
S.C.D.
N° Inv
Cote S/M/3 08/06
Loc

Pour l'obtention du grade de :

Docteur de l'Université Paul Verlaine de Metz

Discipline : Mécanique
Spécialité : Mécanique des matériaux

Caractérisation du comportement mécanique sous compression uni-axiale du marbre de Macael-Espagne

Soutenance prévue le 24 juin 2008 devant le jury composé de :

Moussa NAÏT ABDELAZIZ	Professeur à l'Ecole polytechnique universitaire de Lille, LML	Rapporteur
Yves REMOND	Professeur à l'Université Louis Pasteur de Strasbourg, IMFS	Rapporteur
Albert TIDU	Professeur à l'ENIM, LETAM	Examinateur
Romain AUGIER	Maître de Conférences à l'université d'Orléans, ISTO	Examinateur
Paul LIPINSKI	Professeur à l'ENIM, LFM	Directeur de thèse
Pascal VIEVILLE	Maître de Conférences à l'ENIM, LFM	Co-directeur de thèse

LFM laboratoire de fiabilité mécanique

Ecole doctorale EMMA



AVERTISSEMENT

Cette thèse est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et disponible à l'ensemble de la communauté universitaire élargie.
Elle est soumise à la propriété intellectuelle de l'auteur au même titre que sa version papier. Ceci implique une obligation de citation, de référencement dans la rédaction de tous vos documents.
D'autre part, toutes contrefaçons, plagiats, reproductions illicites entraînent une poursuite pénale.
Enfin, l'autorisaton de diffusion a été accordée jusqu' à nouvel ordre.

- Contact SCD Metz : daniel.michel@scd.univ-metz.fr

Ecrire au doctorant:

Code de la Proriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Proriété 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

Sommaire :

Introduction générale.....1

1.Etude bibliographique..... 7
Introduction.....8
1.1. La microstructure et son influence sur les propriétés mécaniques.....9
1.1.1 Le marbre blanc de Macael dans la littérature.....9
1.1.2 Effets des inclusions minérales.....11
1.1.3 Microfissuration et porosité préexistantes dans les roches métamorphiques.....12
1.1.4 Joint de grain.....12
1.1.5 Taille de grain.....13
1.1.6 Orientation et distribution spatiale des grains.....15
1.1.7 Orientation cristallographique et macles.....15
1.1.8 Synthèse.....16
1.2 Mécanique de l'endommagement dans les marbres et les roches fragiles.....16
1.2.1 Description des essais élémentaires et du comportement global.....16
1.2.1.1. Essai sous compression triaxiale.....17
1.2.1.3Les essais directs et les essais indirects :.....19
1.2.2 Essais de compression uniaxiale et comportement global :.....27
1.2.2.1 Phases d'endommagement :.....28
1.2.2.2 Influence des conditions d'essais sur les modes de ruptures :.....35
1.2.3 Conclusions :.....51
1.3 Observation des mécanismes d'endommagements locaux des roches sous compression uniaxiale :.....51
1.3.1 Initiation de l'endommagement.....52
1.3.1.1 Les fissures préexistantes ou nucléées dans les roches :.....52
Joints, Failles, Meso et Macro fissures :.....53
Fissure au joint de grain :.....53
Fissure intra cristalline ou granulaire:.....53
Fissure en clivage :.....54
Fissure inter cristalline ou granulaire :.....54
1.3.1.2 Mécanismes de création de nouvelles fissures dans les roches.....54
1.3.1.3 Concentration de contrainte au voisinage des cavités intracristallines et des fonds de fissures :.....68
1.3.2 Schéma de fermeture de fissure :.....69
1.3.3 Schémas de propagation et de coalescence à l'échelle méso et macroscopique:.....70
1.5 Conclusion du chapitre 1 :.....81

2. Analyse à différentes échelles de l'architecture interne de trois classes de marbre de Macael. 82
Introduction 83
2.1. Étude des marbres de la région : 84
2.2 Classification et choix des échantillons de marbres 88
2.3 Analyse à différentes échelles de l'architecture interne de trois de marbre de Macael 90
2.3.1 Analyse de l'architecture interne du Travertino Rosa de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique : 91
2.3.1.1 Analyse des défauts vides dans le Travertino Rosa: 94
2.3.1.2 Estimation de la taille du VER du Travertino Rosa: 96
2.3.2 Analyse de l'architecture interne du Travertino Crema de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique : 96
2.3.2.1 Analyse des défauts vides 98
2.3.2.2 Estimation de la taille du VER 98
2.3.3 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » à différentes échelles 99
2.3.3.1 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » dans la direction 0°: 100
2.3.3.2 Résultats de l'analyse statistique dans la direction 0°: 103
2.3.3.3 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » dans la direction 90°: 106
2.3.3.4 Analyse du Blanco de Macael « pur » à l'échelle microscopique : 111
2.3.3.5 Analyse des défauts dans le cas du Blanco de Macael « pur » : 112
2.3.3.6 Synthèse : 114
2.3.4 Analyse de l'architecture interne du Blanco avec des bandes minérales à différentes échelles : 115
2.3.4.1 Analyse à l'échelle microscopique : 116
2.3.4.2 Analyse des défauts dans le cas du Blanco avec des bandes minérales : 119
2.3.5 Conclusion : 119
2.3.6 Estimation de la taille du VER : 121
2.4 Conclusion chapitre 2 : 121

3. Définitions des conditions d'essais.....122
Introduction : 123
3.1 Procédure expérimentale.....124
3.1.1Dispositif expérimental.....124
3.2 Définition des conditions d'essai dans le cas du Travertino Crema :.....125
3.2.1 Étude de l'effet de l'élancement dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 0° :126
3.2.2 Synthèse :.....129
3.2.3 Étude de l'effet de l'élancement dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 90° :.....133
3.2.4 Etude de l'effet de la lubrification dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 0° 140
3.2.5 Etude de l'effet de la lubrification dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 90° : 143
3. 3 Conclusion des essais sur le Travertino Crema.....144
3.4 Définition des conditions d'essais dans le cas du Blanco de Macael.....145
3.4.1 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales à 45° de la direction de compression : 145
3.4.2 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression (0°):.....151
3.4.3 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression (90°):.....158
3.4.4 Effet de la lubrification et de la protection imperméabilisante sur le Blanco de Macael : 162
3.4.4.1 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression : 163
3.4.4.2 Effet de la lubrification avec protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression : 164
3.4.4.3 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression : 166
3.4.4.4 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression : 167
3.5 Discussion et résumé des résultats de la campagne d'essais.....169
3.6 Préparation au dispositif de mesure.....170
3.7 Comparaison entre le Travertino Crema et le Blanco de Macael : 171
3.8 Conclusion du chapitre 3.....175

4. Etude de la microstructure 176
Introduction.....177
4.1. Analyse de l'architecture interne du niveau de Blanco de Macael veiné :.....177
4.1.1 Traitement d'image et analyse statistique de la morphologie des grains de Blanco veiné :...182
4.1.2 Résultats de l'analyse des lamelles extraites dans la direction 90° : 195
4.1.2.1 Analyse de la répartition et de la morphologie des grains de calcite dans la direction 90°: 196
4.1.2.2 Analyse de la répartition et de la morphologie des inclusions de pyrite dans la direction de la veine: 200
4.1.3 Analyse statistique de la microstructure dans la direction 0°: 205
4.2Analyse Cristallographique.....213
4.3 Conclusions du chapitre 4 225

5.Etude expérimentale.....227
Introduction : 228
5.1 Procédure Expérimentale : 229
5.1.2 Description de l'émission acoustique : 229
5.1.2 Description du dispositif d'acquisition : 231
5.1.3 Définition des classes de pyrite : 233
5.2 Etude du comportement du Blanco de Macael sous compression uniaxiale dans la direction 90° :.....235
5.2.1 Résultats des essais de compression dans la direction 90° du Blanco veiné : 235
5.2.2.1 Discussion : 241
5.2.2 Analyse macro-mésoscopique du comportement : 244
5.2.3 Analyse à l'échelle microscopique : 251
5.2.4 Conclusion : 256
5.3. Résultats des essais de compression dans la direction 45° sur les échantillons de Blanco veiné : 262
5.3.1 Analyse à l'échelle macroscopique des faciès de rupture:.....263
5.4 Résultats des essais de compression dans la direction 0° sur les échantillons de Blanco veiné : 273
5.4.1 Analyse macroscopique du comportement des échantillons de Classe 1 : 274
5.4.2 Synthèse du comportement macroscopique du Blanco veiné :.....279
5 .5 Etude de deux marbres des niveaux inférieurs et supérieurs du niveau de Blanco veiné :..285
5.5.1 Analyse du comportement du Gris de Macael.....285
5.5.2 Analyse du comportement du Blanco SP.....289
5.7 Conclusions du chapitre 5.....295

6. Conclusions et Perspectives.....296

Références bibliographiques.....300

Annexe.....327

Introduction générale

I. Cadre et objectifs de la thèse:

Présentation du CTAP :

Cette thèse s'insère dans le cadre d'un projet espagnol de valorisation et de caractérisation des marbres de la région Andalouse, plus précisément la région de Macael. Les objectifs du projet ont été établis par le Centre Technique Andalou de la Pierre CTAP (www.ctap.es) . *A ce propos je tiens à remercier toute l'équipe en Espagne qui m'a soutenu durant ces trois années de thèse.*

Le CTAP est une fondation regroupant une grande partie des marbriers et des industriels de la pierre. Le centre a pour objectif principal l'innovation et le développement technologique de l'industrie de la pierre en Andalousie.

Son activité est très variée et s'étend sur divers domaines (pétrographie, géologie, architecture…). Aussi, plusieurs projets y sont développés comme la préservation de l'environnement par la restauration du paysage défiguré par l'exploitation des ressources minières, la conception de machines de découpe pour les pierres et la caractérisation mécanique des roches naturelles destinées au recouvrement et au dallage.

Le CTAP regroupe dans son effectif, un grand nombre d'ingénieurs et de chercheurs dans les différents domaines liés à l'exploitation des pierres naturelles, et collabore avec plusieurs laboratoires de recherche.

Problématique et objectifs:

Suite à une exploitation intensive de la pierre naturelle, la région de Macael est aujourd'hui dangereusement sujet à l'érosion. L'état espagnol a établit, en 2004, un plan écologique de restauration de la zone des carrières mais a aussi interdit l'ouverture de nouvelles carrières et imposé un contrôle de l'extraction journalière de pierres naturelles. Pour garder un équilibre entre le poumon de cette région, qu'est l'industrie de la pierre, et l'écologie, les industriels du marbre Andalou se retournent aujourd'hui, comme dans le passé, vers l'intégration du marbre dans le domaine du bâtiment et de la maçonnerie.

Aujourd'hui, le marbre est utilisé dans le bâtiment essentiellement pour la décoration (fontaine et colonne), le recouvrement (plan de travail, pierre tombale…) et le dallage (pavés…). Vu la beauté, la noblesse du matériau, et le développement des techniques de constructions ; l'alliance entre l'aspect esthétique du marbre et ses capacités en tant que matériau de soutien structurel est de plus en plus demandée dans l'architecture moderne. Dans ce contexte, une connaissance accrue du comportement mécanique des marbres de la région est indispensable à l'épanouissement de l'industrie locale.

De ce besoin est né le « projet colonne ». Les termes de ce projet ont été établis en collaboration avec quelques industriels de la région, les laboratoires de recherches locaux, l'université d'Almeria, l'école nationale d'ingénieurs de Metz (ENIM) et le laboratoire de fiabilité mécanique (LFM).

Le projet colonne regroupe plusieurs compétences (géologie, pétrographie, mécanique de la rupture…), son objectif principal à long terme est la conception d'un outil de simulation englobant le comportement des marbres sous sollicitations mécaniques et environnementales, utiles pour les architectes.
Ce projet se décompose donc en plusieurs étapes, de la géologie et la définition de la microstructure, à la caractérisation des réponses sous sollicitations mécaniques et l'étude de l'effet des sollicitations thermiques sur la dégradation du matériau.

Notre travail concerne la caractérisation de la réponse mécanique sous compression uniaxiale d'un marbre extrait de cette région. Cette étape du projet consiste-en :

1. **La réalisation d'une première classification d'échantillons représentatifs de la production locale.**

2. **Le choix et la caractérisation du comportement sous compression uniaxiale d'une 'classe' de marbre.**

3. **La contribution à la conception d'un outil de simulation permettant la prédiction du comportement sous compression.**

Aussi, cette étude contribue indirectement à l'affermissement des normes actuelles de caractérisation de la résistance en compression (NF B10 509, NBN B15-203, UNE 22-950-90, ASTM D3148-93, NBN EN 1926…), et la réduction des coefficients de sécurité, qui avoisinent 10 à 12 dans le cas des pierres naturelles [NF B 10 509]

.

Déroulement du projet :

Les diverses études liées à ce projet ont été décomposées suivant les compétences respectives des organismes participant à ce dernier.
Les résultats des études effectuées, par les différents membres du projet, sont centralisés au CTAP et mis à la disposition des instituts concernés. La communication avec tous les centres est permanente.
Les analyses pétrographiques (porosité, absorption, analyse chimique…), la caractérisation de l'effet des sollicitations thermiques (cycles de gel et de dégel…) et des dégradations chimiques (attaques acides ou bactériologique…), la résistance à l'impact et en flexion sont établies par le CTAP, les laboratoires de recherches locaux et les industriels rattachés en Espagne.

La caractérisation du comportement sous compression et l'analyse de la microstructure sont réalisées au sein du LFM (ENIM) et en collaboration avec le laboratoire d'étude de texture appliquée aux matériaux (LETAM) dont je remercie les membres qui m'ont beaucoup aidé.
La thèse concerne donc **une** étape du « Projet Colonne ».
Nous expliquons tout d'abord les trois objectifs principaux de notre travail :

1. **La réalisation d'une première classification d'échantillons représentatifs de la production locale :**

L'objectif à long terme du projet colonne est de pouvoir simuler le comportement, sous différents cas de charges (thermiques et mécaniques), d'un grand panel de pierres naturelles locales. Ainsi, une classification des marbres selon leurs capacités structurelles pourra être établie.
Vu la grande diversité des marbres de la région (environ 125), une classification préliminaire doit être opérée avant leurs caractérisations mécaniques. Une fois ce travail réalisé, une série d'échantillons représentatifs de la production locale peut être distinguée.

2. **Le Choix et la caractérisation sous compression uniaxiale d'une classe de marbre :**

Selon les caractéristiques de la microstructure des échantillons, de la taille du Volume Elémentaire Représentatif estimée, et **de leur résistance à la compression**, un échantillon, représentatif d'un marbre sera choisi. On s'intéresse alors à la 'classe' de marbre représentée par cet échantillon. Une étude approfondie de l'architecture interne, de la microstructure et de la caractérisation du comportement sous compression uniaxiale est réalisée.

3. La Contribution à la conception d'un outil de simulation permettant la prédiction du comportement sous compression :

Une fois les différentes données, décrivant l'architecture interne, établies, un modèle représentatif de la microstructure peut alors être réalisé.
Ce dernier devra prendre en compte les différents aspects de la microstructure influant sur le comportement sous compression. A ce propos, l'objectif étant une intégration dans le bâtiment, les essais expérimentaux permettront de définir le comportement élastique, mais aussi, décrypter les mécanismes locaux, responsables de l'initiation de l'endommagement. En fonction des observations expérimentales, les grandes lignes du comportement à simuler pourront être définies.

II. Guide de lecture :

Le manuscrit décrit la procédure suivie pour répondre aux objectifs (**1, 2, 3**). Le premier chapitre intitulé « étude bibliographique » établit **l'état de l'art** et le lien entre les caractéristiques de la microstructure et la mécanique des roches.

Chapitre.1 : « Etude bibliographique »

La première partie de l'étude bibliographique traite du comportement macroscopique observé dans les roches, sous différentes sollicitations mécaniques, et des difficultés rencontrées lors des essais expérimentaux. Nous y insistons sur les différentes phases du comportement de la roche, sous compression uniaxiale et l'influence des conditions d'essais sur les modes de ruptures. Suite à cette recherche, des conclusions quant aux conditions d'essais optimales ont pu être dégagées.

La deuxième partie, lie la microstructure des roches, aux réponses macroscopiques observées. En effet, dans ce paragraphe, nous exposons les mécanismes d'endommagements locaux, observés dans les roches sous compression. Nous décrivons les défauts de la microstructure des roches, capables d'initier la fissuration mais aussi les schémas de propagation et de coalescence induisant la formation de la rupture macroscopique globale. Cette dernière partie est indispensable à l'interprétation des observations des faciès de rupture.

Chapitre.2 : « Classification et analyse à différentes échelles de la microstructure de trois marbres de Macael»

Le deuxième chapitre répond au **premier objectif** de l'étude ; à savoir la proposition d'une classification des marbres de la région de Macael. Dans ce chapitre nous présentons un état des lieux des marbres de la région. Pour ce faire, une description à différentes échelles des marbres de la région est exposée. Nous partons de l'échelle du complexe pour arriver à l'échelle de la veine. Cette étape permet d'avoir une vision globale de l'architecture des roches du complexe et une meilleure compréhension de la structure des marbres.

Suite à cette analyse, une classification fondée sur l'aspect visuel, la texture (au sens géologique), et le degré d'hétérogénéité minérale, est proposée. En fonction de ce classement, et en accord avec les industriels concernés, un choix de trois 'classes' de marbre est réalisé :
*Travertino Rojo : un marbre de la classe des travertins et présentant une forte hétérogénéité minérale.
*Travertino Crema : un marbre aussi de la classe des travertins mais présentant une faible hétérogénéité minérale.
*Blanco de Macael : un marbre cristallin saccharoïde à faible hétérogénéité minérale, peut être « pur » ou faiblement veiné.

Afin de réaliser une étude comparative de leur résistance mécanique sous compression, la taille du Volume Elémentaire Représentatif de chaque échantillon doit être estimée avant d'effectuer les essais de compression. En fonction des caractéristiques de la microstructure (défauts, hétérogénéité, taille de grain) de ces trois marbres nous avons distingué les VERs respectifs. En conclusion de ce chapitre, deux marbres peuvent être testés en compression : le Travertino Crema et le Blanco de Macael « veiné ».

Chapitre.3 : « Définitions des conditions d'essais »

Dans le but de réaliser **le deuxième objectif**, qui est le choix de la 'classe' de marbre à étudier en fonction de leur résistance en compression, nous déterminons, dans ce chapitre, les conditions d'essais optimales. Cette étape est nécessaire à la mesure de la valeur intrinsèque de la Contrainte maximale en Compression Uniaxiale, « CCU » de ces deux marbres.

Aussi, nous explorons par différents essais, l'effet sur le mode de rupture et la CCU de :

- La direction de compression par rapport à la direction d'extraction
- L'élancement
- Le frottement à l'interface échantillon plateau de compression
- Les effets secondaires de la lubrification (avec et sans protection imperméabilisante)
- L'effet de la géométrie de l'échantillon
- L'effet de taille

Grâce à ces essais, nous avons pu déterminer les conditions de lubrification et l'élancement adéquat. Aussi, la confirmation de la taille des VERs estimée dans le chapitre 2 a été confirmée par des essais sur des échantillons de différentes dimensions.

Enfin, une distinction des modes de ruptures caractéristiques et les grandes lignes de la procédure expérimentale ont été déduits de ces premiers essais.

Le Blanco de Macael « veiné », présentant une CCU supérieure au Travertino Crema, a été par la suite choisi. Cette classe de marbre fera l'objet d'une caractérisation de son comportement sous compression uniaxiale.

Chapitre. 4 : « Définition d'un modèle représentatif de la microstructure du Blanco de Macael »

L'objectif de ce chapitre est de définir un modèle « statistique » représentatif de la microstructure du Blanco veiné. Par conséquent, la morphologie des grains, la texture cristallographique et la composition minérale doivent être déterminées.

Nous exposons, dans la première partie de ce chapitre, la méthode de traitement d'image adoptée pour l'analyse et la définition de la morphologie des grains.

Dans la deuxième partie de ce chapitre nous développons les résultats de l'analyse statistique des différentes caractéristiques de la microstructure.

Enfin, La troisième partie relate de la composition minérale et de la texture cristallographique du Blanco veiné.

Les différentes conclusions de ces deux études nous ont permis de définir un modèle représentatif de la microstructure. Ce dernier sera utile à l'interprétation des résultats expérimentaux mais aussi à la simulation du comportement.

Chapitre. 5 : « Etude expérimentale »

Ce chapitre s'articule en trois parties dans la première partie nous expliquons les bases de la détection de l'endommagement par la mesure acoustique et nous exposons le détail de la procédure expérimentale.

La deuxième partie de ce chapitre traite des différents essais expérimentaux effectués sur le Blanco veiné extrait dans trois directions (0°, 45°, 90°) par rapport au filon de Blanco de Macael. Pour chaque campagne d'essai nous présentons les résultats des mesures acoustiques et des mesures de déplacement. Après une analyse à différentes échelles du comportement, nous développons les conclusions relatives aux mécanismes observés lors de chaque campagne. Nous faisons remarquer que dans cette partie un grand nombre d'essais à différentes échelles est exposé dans le but de comprendre le comportement global et local suivant les diverses configurations de la microstructure.

Dans la dernière partie, nous exposons les résultats d'essais complémentaires effectués sur deux marbres provenant, respectivement, des parties supérieures et inférieures du filon de Blanco étudié dans ce chapitre. Cette dernière campagne d'essais nous permet de conclure quant à l'influence de la microstructure sur le comportement du Blanco sous compression.

Chapitre 6 : Conclusions et perspectives

Un bilan de l'ensemble du travail est proposé en conclusion et Nous exposons dans les perspectives l'état d'avancement dans la conception de l'outil de simulation.

Annexe :

Lors de la recherche bibliographique, beaucoup de travaux décrivant l'influence de l'historique géologique sur les caractéristiques de la microstructure ont retenu notre attention. Ces différents travaux expliquent le lien existant entre les événements régissant la formation et l'apparition à la surface des marbres, et les différents aspects de la microstructure induits.
En tant que néophyte dans le domaine de la géologie, nous exposons un modeste résumé de ces différents travaux. Cette annexe a pour principal objectif de guider le lecteur vers les pistes de recherche à développer mais aussi de comprendre les grandes lignes de la formation et de l'exhumation des marbres de Macael.

1. Etude bibliographique

Table des matières

1.Etude bibliographique..... 7
Introduction 8
1.1. La microstructure et son influence sur les propriétés mécaniques 9
1.1.1 Le marbre blanc de Macael dans la littérature..... 9
1.1.2 Effets des inclusions minérales 11
1.1.3 Microfissuration et porosité préexistantes dans les roches métamorphiques 12
1.1.4 Joint de grain 12
1.1.5 Taille de grain..... 13
1.1.6 Orientation et distribution spatiale des grains 15
1.1.7 Orientation cristallographique et macles 15
1.1.8 Synthèse..... 16
1.2 Mécanique de l'endommagement dans les marbres et les roches fragiles 16
1.2.1 Description des essais élémentaires et du comportement global..... 16
1.2.1.1. Essai sous compression triaxiale 17
1.2.1.3Les essais directs et les essais indirects : 19
1.2.2 Essais de compression uniaxiale et comportement global : 27
1.2.2.1 Phases d'endommagement : 28
1.2.2.2 Influence des conditions d'essais sur les modes de ruptures : 35
1.2.3 Conclusions : 51
1.3 Observation des mécanismes d'endommagements locaux des roches sous compression uniaxiale : 51
1.3.1 Initiation de l'endommagement..... 52
1.3.1.1 Les fissures préexistantes ou nucléées dans les roches :..... 52
Joints, Failles, Meso et Macro fissures :..... 53
Fissure au joint de grain : 53
Fissure intra cristalline ou granulaire: 53
Fissure en clivage : 54
Fissure inter cristalline ou granulaire : 54
1.3.1.2 Mécanismes de création de nouvelles fissures dans les roches 54
1.3.1.3 Concentration de contrainte au voisinage des cavités intracristallines et des fonds de fissures : 68
1.3.2 Schéma de fermeture de fissure :..... 69
1.3.3 Schémas de propagation et de coalescence à l'échelle méso et macroscopique: 70
1.5 Conclusion du chapitre 1 : 80

Introduction

L'étude du comportement mécanique des roches a suscité depuis toujours l'intérêt de plusieurs branches des géosciences (géologie, minéralogie, pétrochimie, chimie minérale, mécanique, génie civil....). La recherche bibliographique proposée, vise à constituer un état de l'art de la caractérisation mécanique des marbres. Les notions et les pistes de recherches exposées dans cette partie et en annexe participent à la compréhension de la microstructure des marbres et de leur comportement mécanique.

En premier, nous exposons un bilan de toutes les données existantes concernant les marbres blanc de Macael, cœur de notre étude. Le marbre étant une roche hétérogène les caractéristiques de la microstructure (taille des grains, composition minérale...) sont essentielles à la compréhension du comportement sous compression. Dans la suite nous développons donc les différentes caractéristiques de la microstructure pouvant affecter la réponse mécanique sous compression des roches. Les deux dernières parties de ce chapitre relatent des difficultés expérimentales, du comportement et des modes de ruptures caractéristiques des roches.

1.1. La microstructure et son influence sur les propriétés mécaniques

1.1.1 Le marbre blanc de Macael dans la littérature

Comparé aux marbres de Carrare et au Dionysos, la littérature relatant des marbres de Macael est très pauvre. La littérature nous apprend que les marbres de Macael présentent un grand panel de couleurs et de minéraux secondaires [Mehiri 2005, Rodrı´guez-Gordillo 2005]. Les marbres de la région de Macael vont du marbre calcique saccharoïde¤ aux travertins¤, en passant par des marbres bréchés,¤, concrétionnés¤, et des brocatelles¤ (Figure 1.1).

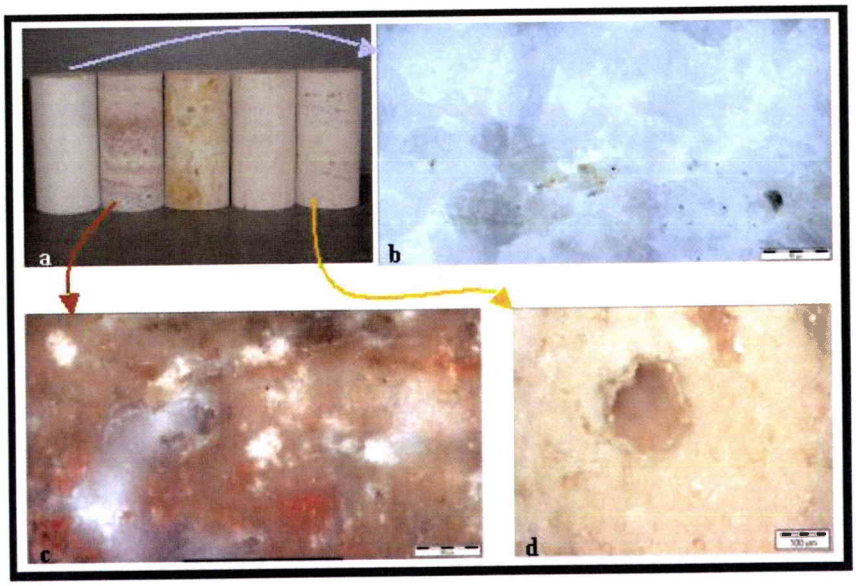


Figure 1.1 : a) Panel des marbres extraits des carrières de Macael ; de gauche à droite ; Blanco, Rojo, Travertin Amerillo, Crema extrait ⊥ à la veine, Crema extrait // à la veine . b) Micrographie du Blanco on note les inclusions de pyrite en noir. c) Micrographie du marbre Rojo concrétionné : Inclusions de calcite sur fond rouge ferreux d) Micrographie Crema marbre dolomitique avec une porosité élevée (6%). [Mehiri 2005]

En ce qui concerne l'étude du marbre Blanc de Macael, la littérature est très imprécise. Le marbre Blanc (Blanco de Macael), est décrit par Rodrı´guez-Gordillo (2005) comme un matéiau polycristallin essentiellement constitué de calcite (Ca CO_3) et présentant des bandes grises plus ou moins denses selon le lieu d'extraction dans la même carrière (Figure 1.2). Les filons sont constituées d'épidote, titanite et des bandes opaques essentiellement pyriques (FeS_2).

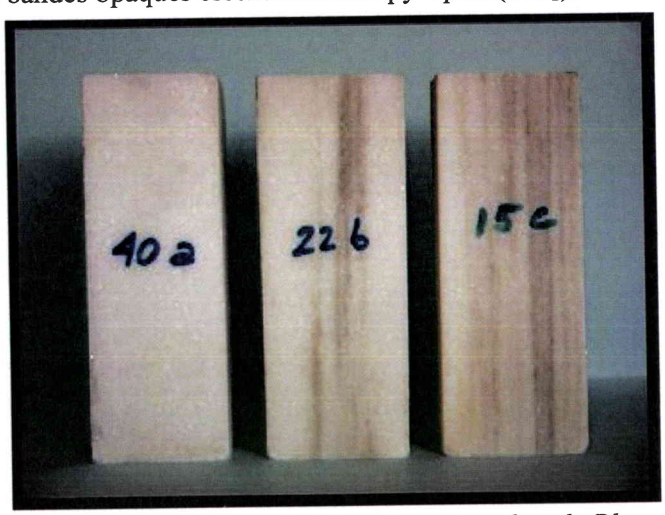


Figure 1.2 : Trois niveaux (a, b, c) de densité de bandes grises dans le Blanco de Macael d'après [Rodrı´guez-Gordillo 2005]

Vu les micrographies établies par Rodrı´guez-Gordillo (2005) (Figure 1.3), le marbre blanc extrait de la carrière de la Umbria à 1500m au sud de Macael, présenterait des macles apparentes, et une structure de grain grossier. Aucune indication sur la taille des grains ou l'orientation cristallographique n'est citée.



Figure 1.3 : Micrographie du Blanco de Macael extrait de la carrière de « La Umbria », [Rodrı´guez-Gordillo 2005]

Le marbre de Macael a aussi été cité par Carlos Rodriguez-Navarro (2003). L'origine du marbre utilisé n'est pas précisée. Cependant, une structure de grains grossiers (Figure 1.4), avec une taille moyenne de grain de 1,5mm, et une orientation préférentielle sont annoncées. Cette taille de grain ainsi que l'orientation cristallographique font référence aux études [U. Zezza and E. Sebastia´n 1992], sur le marbre des lions de la fontaine de l'ALHAMBRA.

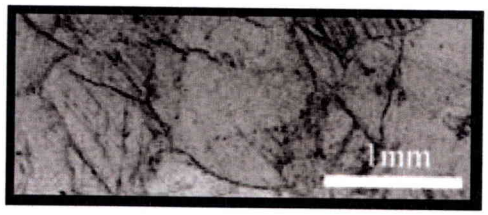


Figure 1.4 : Micrographie d'un marbre blanc de Macael d'après [Rodrı´guez-Gordillo 2005]

Une étude, menée par Pilar Lapuente (2000), sur les marbres blancs de Macael, indique une taille de grain maximale entre 1 et 2,2mm pour le Blanco et une taille inférieure à 3mm pour le marbre « Rio » et le « Puntilla ». Esbert (2003) et Grossi (2003) annoncent une taille de grain de 0,8 mm pour un marbre blanc, avec des bandes vertes (présence de titanite ou de serpentine), extrait des carrières de Macael.

Dans les exemples rencontrés dans la littérature, une désignation abusive des marbres extraits de Macael, est utilisée. En effet, il n'existe pas un marbre blanc de Macael, mais plusieurs marbres différents selon le lieu d'extraction. Les travaux cités en annexe, décrivant la formation et l'exhumation des marbres, montrent que dans un même gisement de marbre plusieurs microstructures caractéristiques peuvent apparaître. En effet, l'impact de l'historique géologique est directement perçu sur la microstructure finale des roches. Les transformations induites par les événements géologiques comme les déformations, les variations de températures, la recristallisation… ainsi que les minéraux de départ influent directement sur l'orientation cristallographique préférentielle, la morphologie des grains [Ulrich 2001], la possibilité de présence de fissures inter et intragranulaires [Schenk 2005] et bien d'autres paramètres. Pour plus de détails nous invitons le lecteur à voir l'annexe proposée à la fin de ce manuscrit.

Comme pour tous les matériaux hétérogènes, les propriétés de la microstructure de la roche influencent le comportement mécanique, la rigidité et les caractéristiques de la déformation [Eberhardt 1999, Wong 1982, Wong 1993,1995, Lindqvist 2007, Hatzor 1997a, 1997b].

D'autres aspects de la microstructure influencent à différentes échelles le comportement rhéologique des roches. Nous exposons dans ce qui suit les principaux aspects de la microstructure et leurs effets sur les propriétés mécaniques.

1.1.2 Effets des inclusions minérales

La taille, l'orientation, la distribution spatiale et la concentration dans la roche des inclusions minérales, ainsi que la nature de la matrice minérale hôte, sont des paramètres qui déterminent le comportement sous sollicitations.

Les inclusions minérales peuvent jouer un rôle de durcissant, comme le quartz [Lindqvist 2007] mais peuvent aussi affaiblir la roche. Sous compression, une faible concentration d'un minéral secondaire, dans une roche, peut induire une concentration de contrainte dans les joints de grains ou à l'intérieur même de ce dernier, et par suite affaiblir la roche [Sulovsky 2004] (Figure 1.5).



Figure 1.5 : A) MEB/BSE photo montrant un grain de zircon initiant une microfissuration (la longueur de l'image est de 0,5mm) [Sulovsky 2004]. B) Inclusion de pyrite dans le Blanco de Macael (carrière de Puntilla) initiant une microfissuration [Mehiri 2006].

A contrario, la concentration des inclusions peut n'avoir aucune conséquence directe sur le comportement de la roche. Dans le cas, par exemple, des inclusions de mica dans une matrice minérale, l'effet sur la réponse mécanique est limité. L'influence des inclusions de mica dépend fortement de leur taille et de leurs orientations par rapport à la direction de chargement [Akesson 2003, 2004] .

Dans les marbres dits veinés, on rencontre des minéraux secondaires. Ces inclusions minérales peuvent être poreuses ou présenter des propriétés mécaniques médiocres comparées au marbre hôte. Dans le cas du marbre de Macael, extrait de la carrière de la Umbria, les marbres contiennent des concentrations de minéraux secondaires, essentiellement de la pyrite, réparties en bandes [Rodrı´guez-Gordillo 2005].

Même si l'agrégat calcique présente une microstructure isotrope, la répartition en bandes des inclusions pyriques, engendre une réponse aux sollicitations mécaniques similaire à un composite sandwich.

D'autres marbres blancs présentent des intercalations de bandes minérales induisant une orthotropie ou une isotropie transverse. Cette anisotropie est plus ou moins prononcée selon les concentrations et les orientations des bandes.

Le marbre de Dionysos extrait des montagnes d'Attiki, reflète parfaitement ce cas de Figure. Ce marbre blanc (essentiellement calcique) montre des bandes vertes, dues à une schistosité antérieure. Les bandes minérales lui confèrent un comportement orthotrope.
Néanmoins, ce marbre, peut être assimilé à un marbre transversalement isotrope, vu la similarité des propriétés mécaniques entre deux directions de l'anisotropie [Kourkoulis 2004].

Le Bianco Ordinario et Lorano, extraits des carrières de Carrare, renferment aussi des bandes pyriques, semblables aux marbres de La Umbria (Macael). Cependant, l'anisotropie mesurée sur le module de Young ne dépasse pas 10% [Cardani 1999].

Les défauts et l'anisotropie, engendrés par les insertions minérales, affectent, à différents degrés, les propriétés mécaniques et créent une dépendance avec la direction et les modes de chargement. Selon leurs natures et leurs répartitions dans le matériau, les inclusions minérales vont affecter le processus d'endommagement et ceux de l'initiation à la rupture finale.

1.1.3 Microfissuration et porosité préexistantes dans les roches métamorphiques

Suite aux événements métamorphismes et aux déformations induites par les mouvements tectoniques, une microfissuration intra et intergranulaire peut apparaître dans les marbres.
Aussi, la présence de fluide dans la roche sédimentaire mère engendre une porosité dans la roche [J.L Urai 1990, 1986, Schenk 2005]. Remarquons que le fluide n'est pas l'unique responsable de la création des pores ou des microfissures. Les minéraux constitutifs de la roche jouent aussi un rôle important dans la génération de ces microdéfauts.

Les microfissurations seront responsables d'initiation précoce de l'endommagement ou d'une propagation rapide de la fissuration dans les marbres [Kranz 1983, Padavoni 1982, Sprunt and Brace 1974, Simmons et Richter 1976]. La littérature expose des relations directes entre la densité des microfissures [Robina 1996,Budiansky 1976, simplifié par, Hadley 1976, Wong 1993] la porosité et la résistance limite en compression [Budiansky 1976, Hadley 1976, Hatzor 1997a, 1997b, Wong 1993…]. Il est clair que la résistance en compression uniaxiale chute quand la densité des microfissures augmente.

Cependant, les microfissures ne contrôlent pas intégralement les mécanismes d'endommagements. La rupture des roches est une combinaison de divers mécanismes, dépendant de la microstructure et du chargement. L'endommagement se crée à l'échelle locale et se propage par la coalescence et l'interaction des fissures, pour former une zone de rupture à l'échelle globale [Wong 1982, Kranz 1983]. Pour cette raison, dans une grande partie des études vues dans la littérature, on retrouve toujours l'influence de deux ou même trois caractéristiques de la microstructure sur les propriétés de la roche et les mécanismes d'endommagement [Kranz 1979, Hatzor 1997a, 1997b]. Nous exposons dans ce qui suit les principales caractéristiques de la microstructure.

1.1.4 Joint de grain

Un intérêt récent est porté sur l'influence de la recristallisation sur les joints de grain [White and White 1981, de Bresser 2003, Schenk 2005, J.L.Urai 1983, 1982, 1990]. Bien que la connaissance des mécanismes régissant la structure des joints de grain est imparfaite. On sait que la présence de fluide dans une roche et les caractéristiques du métamorphisme, subi par cette dernière, jouent un rôle déterminant dans l'architecture des joints de grains.

En fonction des événements géologiques et de la composition minérale, on rencontre différentes structures: des joints de grain coïncidents et non coïncidents [Simmons et Richter 1976, Kranz 1983].

Dans les joints non coïncidents, on rencontre des inclusions fluides ou gazeuses [Kranz 1979, Padovani 1982, Sprunt 1974], et des microfissures [Schenk 2005]. L'impact de la structure de joints de grains sur la réponse mécanique est, de ce fait, non négligeable.
En effet, sous sollicitations thermiques [Mahmutoglu 2005, Malaga Starzek 2005] ou mécaniques [Kranz 1979, Sprunt 1974], la fragilité des joints de grains, initie l'endommagement et favorise la propagation intergranulaire ainsi que la décohésion des grains. Aussi, sous chargement triaxial, (en régime drainé ou sec), les effets de compactance et de dilatance [Shubnel 2003] sont sévèrement affectés par la nature des joints.

L'orientation des joints de grains de la roche est aussi un paramètre influant sur la réponse en sollicitations. Dans le cas d'un mabre protomylonitique, les grains et les joints de grains peuvent être allongés selon une direction de foliation. Suivant le sens de chargement, l'alignement facilitera ou inhibera la propagation intergranulaire des fissures. A contrario, une géométrie complexe du réseau de joint de grains aura tendance à favoriser la résistance du marbre à la fragmentation [Akesson 2000, Howarth 1988]. La complexité du réseau intergranulaire peut, ainsi, représenter une résistance à la propagation des fissures. Les intergrains peuvent jouer un rôle, dans l'initiation et la propagation de l'endommagement, et influencent la structure de la roche de la même manière que la taille des grains. [Lindqvist 2007]

1.1.5 Taille de grain

Eberhardt (1999) et Hatzor (1997a, 1997b) mettent en évidence l'influence de la taille de grains sur la propagation des fissures en compression. Ils montrent, dans leurs travaux, que plus la taille est importante, plus on réduit la coalescence et le seuil d'endommagement. Hatzor et Eberhardt soulignent aussi le fait que la taille des grains n'a aucune influence visible sur les mécanismes d'initiation, mais la limite en compression est très sensible à la porosité.

Les travaux de Hatzor sur la dolomite mettent à jour l'influence de ces deux paramètres associés (taille de grain et porosité) sur la réponse en compression et les seuils d'initiation de l'endommagement (Figure 1.6).

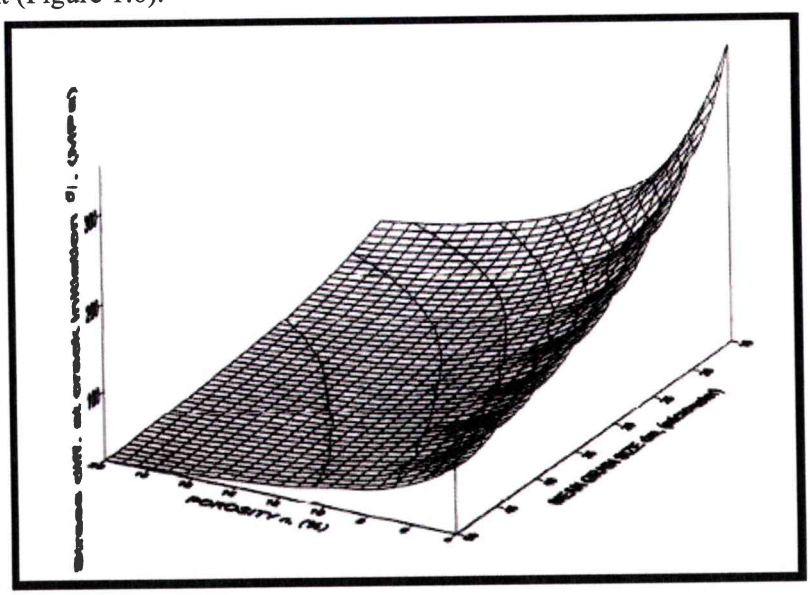


Figure 1.6 : Représentation en 3D de la relation entre la taille de grain, la porosité et la contrainte différentielle à l'initiation de l'endommagement en compression de la dolomite de Aminadav d'après [Hatzor 1997a].

Dans certaines roches, le lien, entre la taille du grain et la résistance en compression, n'est pas évident, pourtant on sait que la résistance en compression est directement liée à la taille de grains et qu'elle décroît avec l'augmentation de la taille de grain [Skinner 1959].
Les premières relations établies sont de Brace (1961, 1964) sur le quartzite et la dolomite. Il montre que la résistance en compression uniaxiale est proportionnelle à l'inverse de la racine carré de la taille de grains. Cette relation a été par la suite confirmée par Olsson (1974) sur le marbre, Frederich (1990) sur le marbre calcique et enfin Robina (1996) sur le marbre de Yuen Long (voir Figure 1.7).

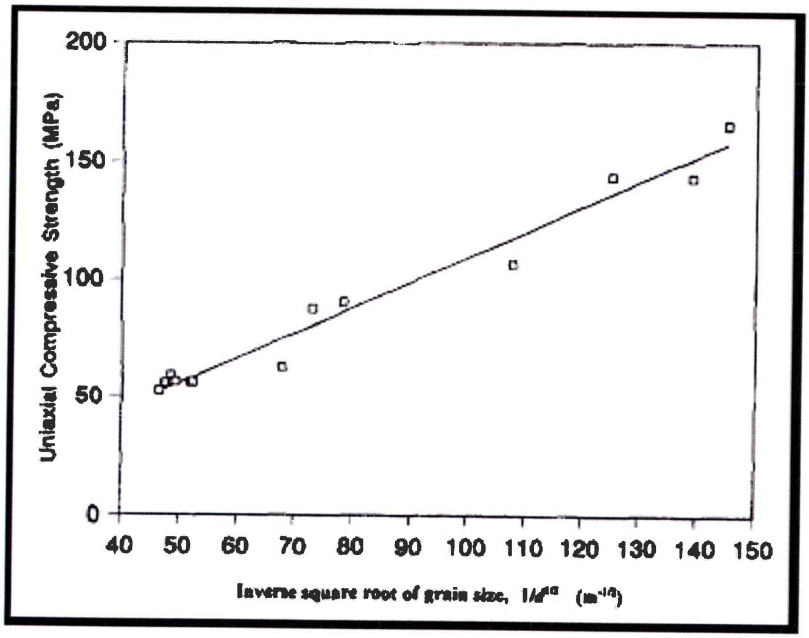


Figure 1.7: Résistance à la compression uniaxiale en MPa des marbres étudiés part [Brace 1961, Olsson 1974, Fredrich 1990] en fonction de l'inverse de la racine carré des tailles de grain $m^{-1/2}$. [Robina 1996]

Diverses relations entre la résistance en compression et la taille de grain, du type exponentiel négatif, ont été formulées par Hugmann et Friedmann (1979) et Wong (1995). On garde à l'idée que la résistance à la compression est inversement proportionnelle à la taille de grains dans le cas des roches carbonatées [Hatzor 1997b].

Selon le type de roche étudiée, les paramètres de la microstructure (comme la densité de microfissures ou leurs longueurs et leurs orientations…) peuvent masquer l'effet de la taille de grains. La relation liant la limite en compression uniaxiale avec la taille de grain n'est alors plus pertinente [Hatzor 1997a, 1997b]. Il est donc insuffisant de lier, exclusivement, les différents seuils d'endommagement à un seul aspect de la microstructure. Toutes les caractéristiques de la microstructure influencent la résistance. Selon le mode de chargement et le type de roche étudiée, l'effet d'une caractéristique de la microstructure peut apparaître comme prédominant.

1.1.6 Orientation et distribution spatiale des grains

Les protomylonites des marbres calciques possèdent généralement des grains allongés suivant la direction du cisaillement du complexe et une forme automorphe¤ simple (Exemple Figure 1.8)

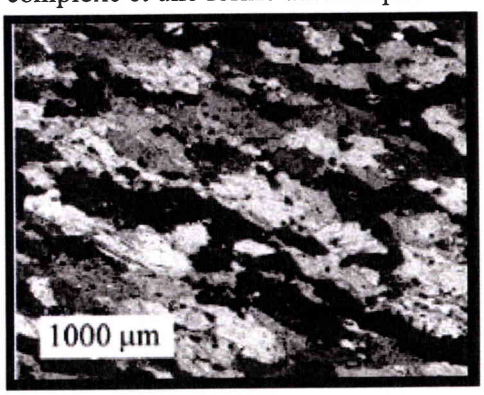


Figure 1.8 : Micrographie du marbre calcique du microcontinent de Brunia (Europe de l'Est). D'après [Ulrich 2001].

Nous avons décrit précédemment, que la complexité, du réseau des joints grains, favorise la résistance mécanique de la roche. Toutefois, dans le cas des alignements des grains (ex : Figure 1.8), la résistance à la compression dépend fortement : de la direction du chargement, de la composition minérale des grains, de leurs orientations cristallographiques et des différents défauts préexistants dans la microstructure. La distribution spatiale des grains va aussi jouer un rôle dans les mécanismes d'initiation et de propagation.

1.1.7 Orientation cristallographique et macles

A l'échelle du grain, une morphologie préférentielle, du grain, peut être créée dans la direction de la déformation. Aussi, à l'échelle cristallographique, des macles et une texture privilégiée peuvent être produites [Bestmann 2000, 2005, Leiss 2000, Oesterling 2006, Romeo 2007, Lebensohn 1997].

Les macles engendrées dans la cristallite du marbre calcique, [Turner 1954, Rowe et Rutter 1990, Friedman 1974] sont visibles dans les stades protolitiques et protomylonitiques. Ces dernières peuvent être le lieu d'une initiation de l'endommagement. Dans le cas de la calcite [Olsson 1976, Rizer 1977, Koelsch 1977] et d'autres minéraux comme le quartz, les macles concentrent la contrainte de la même manière que les dislocations. Quand cette contrainte dépasse la résistance locale, une microfissure se crée [Kranz 1983].

Dans le cas du cristallite calcique, suivant la direction du chargement, les plans de clivage présenteront une résistance à l'endommagement et à la propagation de la microfissuration, ou au contraire ils seront les initiateurs de la fissuration intracristalline [Simmons 1976]. Par conséquent, dans le cas d'un marbre calcique, une orientation cristallographique préférentielle des cristallites induira un endommagement précoce dans le cas où le chargement est favorablement orienté pour activer les plans de clivage (Figure 1.9).

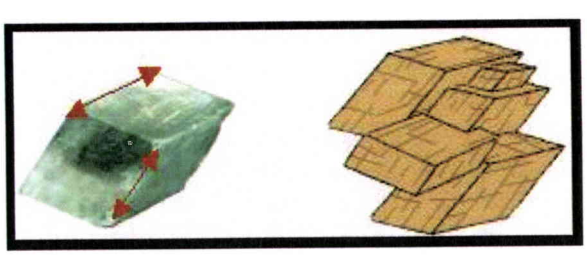


Figure 1.9 : Rupture par clivage suivant deux directions dans la calcite.

1.1.8 Synthèse

Nous concluons, de cette première étude, que la connaissance de l'historique géologique d'un complexe métamorphique, est un passage incontournable dans la définition de la nature du marbre étudiée. L'histoire des déformations, mise en parallèle avec l'architecture interne du marbre, permet d'avoir une vision de la réponse sous sollicitation mécanique, mais aussi de déceler les différents mécanismes d'endommagement, susceptibles d'être activés.

La connaissance de la microstructure est donc une étape importante dans la compréhension de la mécanique de rupture de la roche. Plusieurs aspects de la microstructure influencent l'endommagement. On ne peut pas isoler l'influence d'une seule caractéristique sur le mode de rupture. La rupture d'une roche est une suite d'interactions et de coalescences de plusieurs phénomènes, dont l'influence dépend de nombreuses caractéristiques de la microstructure et du mode de chargement.

Après avoir exposé l'influence de la microstructure sur les propriétés de la roche et sur sa réponse sous chargement, une étude plus détaillée des mécanismes d'endommagement de l'échelle globale et locale de la roche est proposée dans la suite de notre étude. Nous exposerons aussi dans la dernière partie (Modélisation) du chapitre « étude bibliographique » un état de l'art des modèles de calcul vus dans la littérature permettant de prédire : les propriétés mécaniques en fonction de la microstructure, les mécanismes d'endommagement de l'échelle du grain à l'échelle globale d'un échantillon, les différents seuils d'endommagement.

***N.B** : On remarquera dans la suite, que l'étude bibliographique concerne des roches métamorphiques (type granite, marbre) ou des grès, et des calcaires, dont le comportement, ainsi que les propriétés structurelles et mécaniques, sont très proches des marbres.*
Il est clair qu'il existe dans la croûte terrestre, des roches particulières, comme les roches sédimentaires très friables et très argileuses (type illite) ou des roches, présentant une schistosité prononcée, comme l'ardoise. Par conséquent, les réponses mécaniques sous chargements de ces dernières sont singulières.
Ces roches sont des cas particuliers, qu'on exclura de notre étude bibliographique, nonobstant une utilisation abusive du terme « roche ». On remarquera aussi, dans la partie suivante, qu'une intention particulière est accordée aux roches carbonatées comme les marbres calciques, sujet de notre étude.

1.2 Mécanique de l'endommagement dans les marbres et les roches fragiles

1.2.1 Description des essais élémentaires et du comportement global

Les roches naturelles présentent une structure et un comportement très complexe. La rupture des géomatériaux est souvent le résultat d'une réaction en chaîne due à la coalescence de plusieurs microphénomènes : ouverture de microfissures, écrasement de pores, déformation et mouvement des grains, formation et propagation de nouvelles fissures. Tous ces événements mènent vers des déformations macroscopiques, non homogènes et localisées, qui évoluent vers une rupture brusque, caractéristique des milieux cohésifs fragiles (granite, marbre, grès, calcaire….). La formation des surfaces de ruptures, résulte ainsi, d'un endommagement progressif de la microstructure.

L'étude de la rupture des roches consiste en l'analyse de la fissuration et sa propagation, ainsi que les différents changements de la microstructure induits par le chargement.
Les premiers travaux concernant l'étude des mécanismes de propagation de fissures, menant à une rupture fragile, plus généralement le comportement d'une éprouvette de roche sous compression, ont été réalisés en premier par Brace en 1964, puis ont été développés par Thill (1972), Friedman (1970,1975), Paterson (1978) et Kranz (1983).

Le processus de déformation et de rupture, pendant la compression de la roche, a été décrit par Brace (1964), Bienawski (1967), Wawersik (1970), Martin et Chandler (1994), et El Bied (2002), en une succession de phases d'endommagements. Ces phases sont essentiellement basées sur les caractéristiques de la courbe contrainte-déformation, mesurée, durant les essais de compression unie et tri axiale.

Une attention particulière est accordée à la déformation volumique dans le domaine des roches. En effet, deux phénomènes sont toujours observés ; la dilatance et la compaction.

*La dilatance se caractérise par une augmentation du volume due à l'ouverture et la coalescence des fissures (diminution de la densité).

*La compaction est le phénomène inverse, et se traduit par une diminution du volume, suite à la fermeture des fissures, et l'effondrement des pores (augmentation de la densité).

La transition fragile ductile résulte d'une compétition entre la dilatance et la compaction [Schubnel 2002, Frederich 1989,1990, Bourbié 1986, Kern 1978, Mollema 1996, Zhang 1990, Baud 2000, El Bied 2002].

L'essentiel de notre travail, porte sur les essais en compression uniaxiale. Mais tout d'abord, nous allons exposer, brièvement, le principe des essais en compression triaxiale, les différents essais élémentaires et la réponse mécanique sous ces différents cas de chargement. Les conclusions de ces essais mettent en lumière l'influence de plusieurs paramètres (effet d'échelle, effet du confinement…) sur le comportement de la roche.

1.2.1.1. Essai sous compression triaxiale

L'histoire de la formation du relief (failles, montagnes…) montre que les paramètres, comme : la présence de fluide dans le géomatériau ou la température et la pression litho-statique appliquée à la roche, influencent considérablement le comportement global et le mode de rupture. Pour cette raison, le test triaxial simple a été le plus utilisé dans le cas des roches. Pour mettre en évidence l'effet : du confinement, de la pression fluide dans les pores ou aussi la saturation en liquide sur les propriétés de la roche, plusieurs essais en régime drainé et sec ont été adoptés [Takatoshi Ito 2007, Baud 2000, Kranz 1980, Jaeger 1979, Labuz 1996].

La compression des roches sous pression de fluide, en régime sec, est un domaine qui a été largement abordé dans la littérature. Ce type d'essais révèle une augmentation de la résistance mécanique suivant la pression de confinement. Les essais en compression triaxiale montrent que les fermetures de fissures et l'inhibition des effets de Poisson doublent, et parfois triplent, la contrainte limite [El Beid 2000, Paterson 1978] (Figure 1.10). En effet, l'augmentation de la densité induite par la fermeture des vides, modifie ces propriétés mécaniques.

Dans ces conditions, la roche peut subir des déformations plastiques importantes sans rupture, et la rupture finale est précédée par une mise en tonneau des échantillons cylindriques (voir Figure 1.10 b, c, d, et 1.11). Par contre, sous faible pression de confinement la roche se comporte d'une manière fragile (Figure 1.10a, 1.11A). Le raisonnement par la contrainte déviatorique et la déformation volumique, est donc le meilleur moyen de mettre en évidence l'effet de confinement.

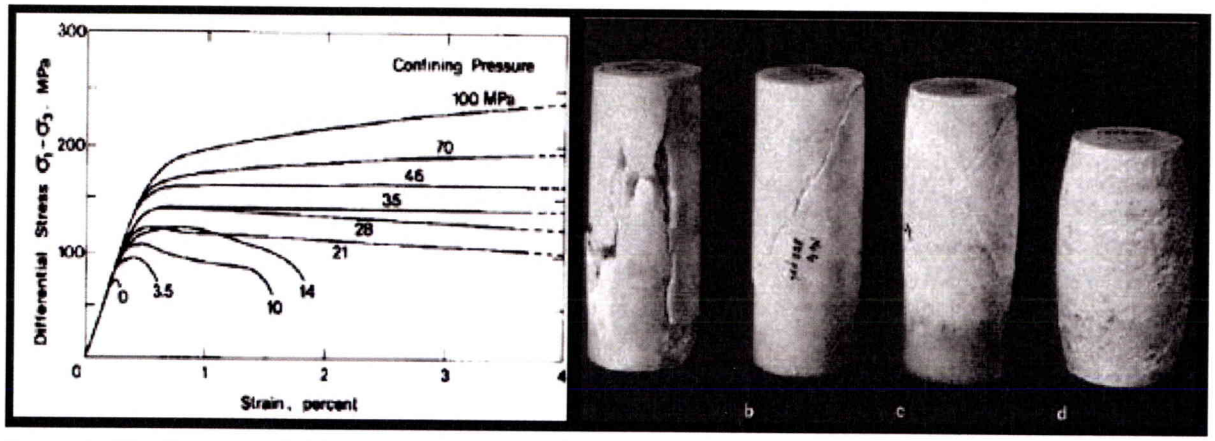


*Figure 1.10 : En haut : Déformation de 4 échantillons de marbre après compression sous différente pression de confinement (**a** : Pression ambiante, **b** : 3.5 MPa, **c** : 35 MPa, **d** : 100 MPa). En bas : Courbes contraintes différentielles - déformations longitudinales montrant la dépendance de la pression sur la résistance à la rupture. D'après [Paterson 1978]*

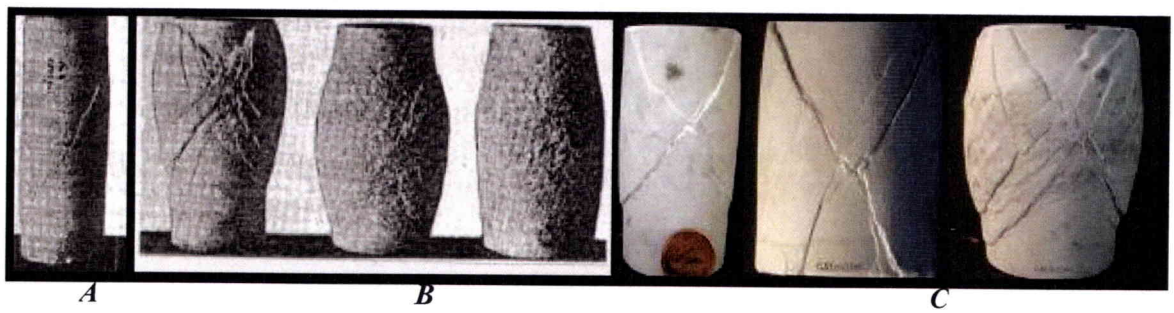


*Figure 1.11 : **A** : échantillons de marbre de Wombeyan (porosité 0-5%): $C_{onfinement}$ 9,81 MPa, 2% déf., **B** : échantillons de marbre de Wombeyan : Echantillon de gauche: $P_{confinement}$ 27,46 MPa, 20% déf., Échantillon du milieu: $P_{confinement}$ 45,1 MPa, 20% déf., Échantillon de droite: $P_{confinement}$ 98,1 MPa, 20% déf.). D'après [Paterson, 1958]. **C** : échantillon de marbre de Carrare [Nicollet 2005]*

N.B : Par convention, en géologie, ou mécanique des sols, les contraintes en compression sont considérées positives et les contraintes principales seront toujours ordonnées selon $\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$.

Endommagement dans l'essai triaxial :

La pression de confinement modifie les propriétés mécaniques de la roche par la fermeture des vides, par conséquent, la fraction de vide préexistante, conditionne le comportement sous chargement hydrostatique [Brace 1966, Paterson 1978, Wong 1997, Shubnel 2002, Baud 2000]. La transition ductile/fragile résulte d'une compétition entre la compactance et la dilatance. Les travaux de Schubnel (2002) montrent ainsi, l'influence de la porosité de la roche (ou de la densité de microfissures préexistantes) et de l'intensité de la pression de confinement appliquée sur le radoucissement et le durcissement pendant les différentes phases du chargement.

Dans le cas des roches peu poreuses, sous compression triaxiale, la rupture macroscopique « principale » est la rupture en bandes de cisaillements (inclinées). Cette rupture est induite par l'inhibition de l'extension radiale et la localisation de la déformation (Figure 1.12) [Griggs 1960, Paterson 1978, El Bied 2000, Santarelli 1987, Haied 1995].

Sous faible pression de confinement (10MPa), une unique bande de cisaillement apparaît et sous moyenne pression de confinement (50MPa et 100MPa), la rupture est suivant deux bandes en X. Enfin, sous forte pression de confinement plusieurs bandes apparaissent et l'échantillon est « mis en tonneau » [Ashby 1986].

Ces différents modes de ruptures sont induits par des phénomènes complexes impliquant l'interaction et la coalescence de plusieurs objets microscopiques qui forment une ou plusieurs zones, dans lesquelles la totalité de la déformation est absorbée [Paterson 1978, Brace 1964,1966,1971, Pérami 1970].

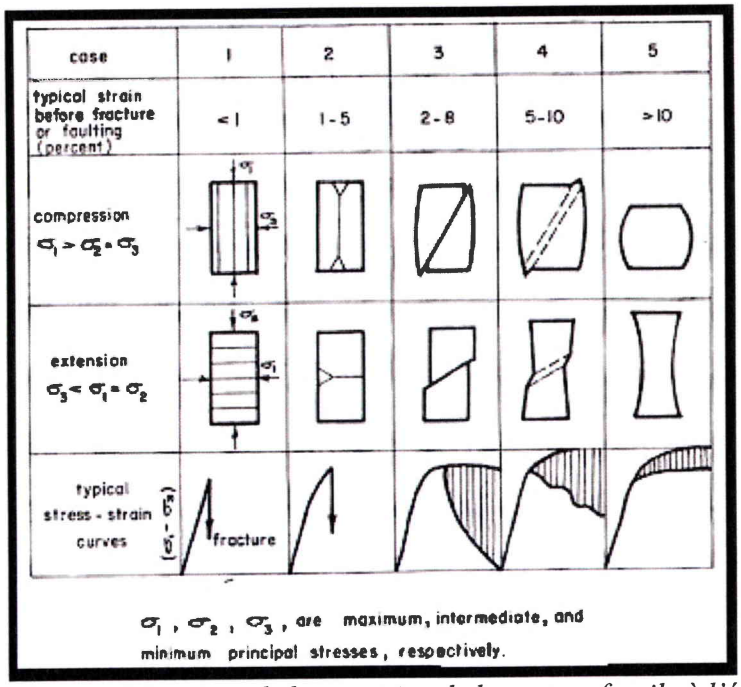


Figure 1.12 : Représentation schématique de la transition de la rupture fragile à l'écoulement ductile, avec des déformations typiques avant la rupture. D'après [Griggs 1960].

Les essais de compression triaxiale, révèlent la prédominance, (comparé aux autres aspects de la microstructure) de l'effet du volume vide, préexistant dans la roche, sur le comportement sous confinement. Les phénomènes de la compactance et de la dilatance, mettent en lumière l'impact des mécanismes locaux, d'ouverture et de fermeture de fissures, sur les propriétés mécaniques du géomatériau. On assiste dans la roche comprimée, à l'échelle locale, à un antagonisme perpétuel entre les phénomènes dilatants, d'ouverture et de propagation de fissures, et les phénomènes compactants d'effondrement de pores et de fermeture de fissures.

Dans l'optique d'une approche exhaustive, de la compréhension du comportement global des roches et de l'influence de la fissuration, nous devons étudier indépendamment le comportement sous sollicitations simples (traction, compression, cisaillement). Ainsi, nous pourrons différencier et quantifier suivant les différents modes de chargement : les propriétés mécaniques intrinsèques, et les mécanismes de fissuration.
Nous exposons donc dans ce qui suit, le comportement dans les essais de traction, flexion, et nous détaillerons amplement dans la dernière partie, les essais sous compression uniaxiale.

1.2.1.3Les essais directs et les essais indirects :

Dans le domaine de la construction, les roches naturelles sont utilisées sous forme : d'agrégats dans le béton, de briques pour le bâtiment, et le plus souvent, sous forme de dalles de recouvrement. Elles sont, par conséquent, sujettes à des contraintes de traction et de compression, suite aux sollicitations mécaniques et aux conditions environnementales.

Les roches sont connues pour leurs bonnes résistances à la compression, cependant elles présentent une faible résistance à la traction et la flexion, (comparé à la compression).

Leurs structures cohésives fragiles, leurs modes de formation, ainsi que les hétérogénéités de la microstructure, affaiblissent considérablement leurs réponses aux contraintes extensives, en favorisant la décohésion et l'ouverture des fissures [Cardani 2004, Lindqvist 2007].

Les tests de traction et de flexion, visent, en général, à caractériser les propriétés mécaniques et les valeurs limites [Exadaktylos 1999, Cardani 1999, Tham 2005].

Essai de traction direct:

Sous un chargement en **traction**, la contrainte limite d'une roche est en général de l'ordre de 10MPa, soit 2 à 20 fois inférieures à la contrainte en compression uniaxiale. Cependant, le module élastique en compression peut être très proche de la traction

($E_{\text{compression du marbre de Dionysos}}$ / $E_{\text{traction du marbre de Dionysos}}$=0,8 [Exadaktylos 1999]).

En effet, lors d'un essai de traction, la variation globale (macroscopique) de la déformation radiale n'est pas marquée, les phénomènes de striction sont minimes, et la pression de fermeture de fissures n'est pas atteinte. La compaction étant inexistante, seule la dilatance contrôle le comportement global. La configuration de rupture fragile est par suite prépondérante [Kourkoulis 2004].

Les courbes contrainte/déformation axiales (voir Figure 1.13), sont par conséquent, des courbes typiques de matériaux fragiles, à savoir une progression linéaire jusqu'à la rupture finale décrite par une chute brutale de la contrainte axiale et la désolidarisation de l'échantillon.

Cela dit, des différences subsistent entre les diverses roches massiques. Si on compare une courbe de traction du granite de Hong Kong à celle d'un marbre de Fujian [Tham 2005], (Figure 1.28) on constate que le marbre est plus ductile que le granite [Okubo 1996].

En effet, quelques déformations plastiques locales apparaissent pendant le chargement, et perturbent la courbe contrainte déformation (voir Figure 1.13) [Blair 1998].

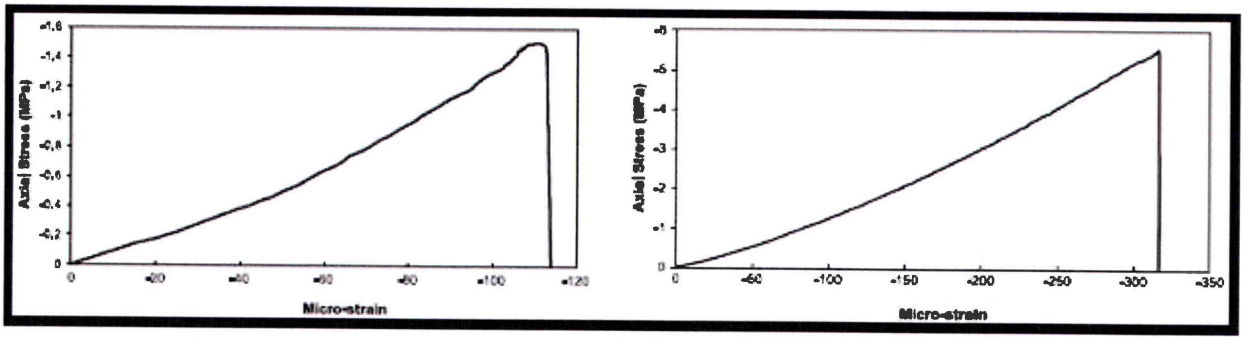


Figure 1.13 : À droite courbe contrainte déformation d'un essai de traction sur le marbre de Fujian, à gauche courbe contrainte déformation d'un essai de traction sur le granite de Hong Kong. D'après [Tham 2005].

La réalisation des tests directs de traction est une tâche difficile, plusieurs problèmes inhérents compliquent l'exécution. Le plus important est l'application d'une force de traction directe.
Lors de la prise de mors de l'échantillon, la pression de serrage doit être, assez grande, pour assurer le maintien, mais assez faible pour éviter l'endommagement de l'échantillon.

Dans ces conditions, on utilise en général de la colle époxy pour assurer l'adhérence (Figure 1.14) ou on effectue des trous de chaque côté de l'échantillon. Des cylindres transmettent alors l'effort de traction (Figure 1.15). Pour éviter les concentrations de contraintes au voisinage des trous pré usinés, un adhésif est inséré entre le cylindre et l'alésage. Aussi, un renfort à l'aide de plaques, doit être réalisé aux extrémités du spécimen (Figures 1.14, 15), pour éviter la rupture au voisinage de la zone d'application de l'effort [Kourkoulis 2004, Tham 2005].

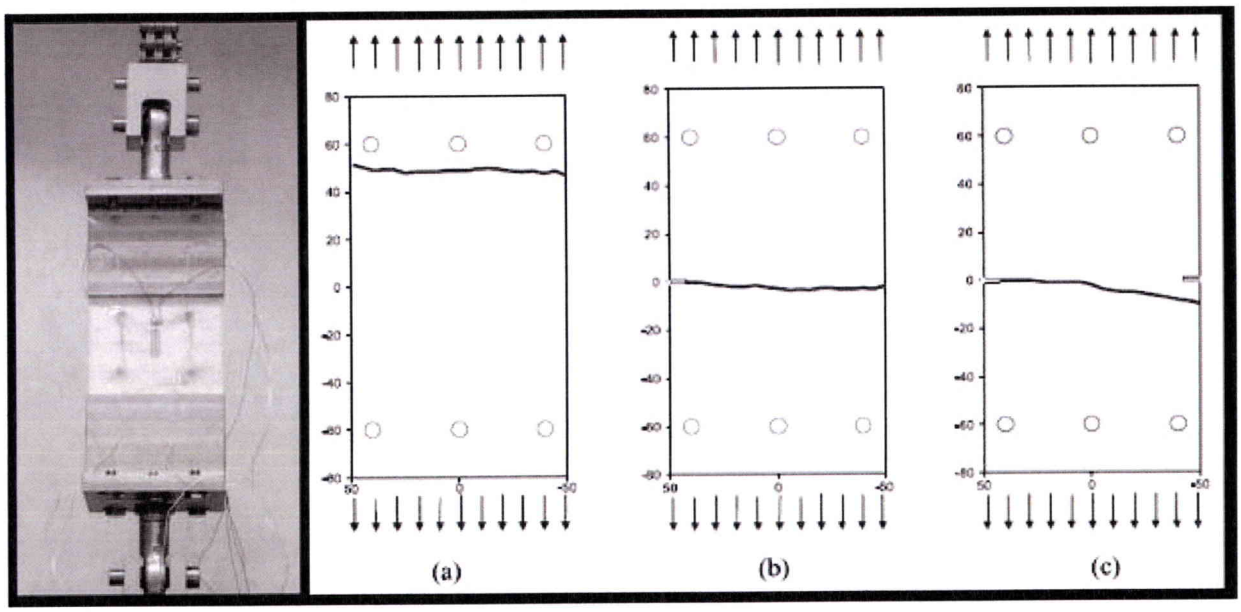


Figure 1.14 : À gauche dispositif expérimental, a) rupture sur un échantillon sans entaille, b) rupture avec une entaille, c) rupture sur un échantillon avec double entaille.
D'après les essais de Tham (2005) sur le marbre de Fujian et le granite de Hong Kong.



Figure 1.15 : Dispositif expérimental pour un essai de traction sur le marbre de Dionysos, on remarque les plaques de renforts en plexiglas. D'après Kourkoulis (2004).

Essais de traction indirects :

Pour détourner les complications de l'essai de traction direct, et écarter tout effet du montage sur la valeur limite en traction, des essais indirects sont mis en œuvre

Les essais indirects, les plus utilisés, sont les essais de flexion (trois ou quatre points) et les essais brésiliens [Okubo 2006] (Figure 1.16).

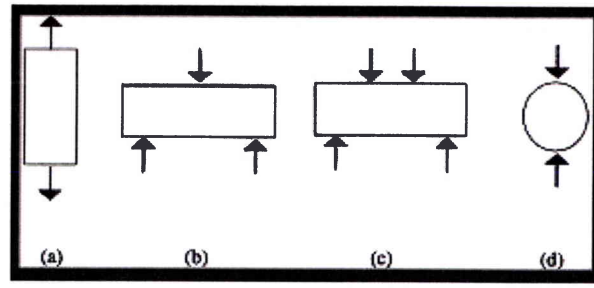


Figure 1.16 : (a) essai direct de traction, (b) essai de flexion 3 points, (c) essai de flexion 4 points, (d) essai brésilien.

Essai brésilien :

L'essai brésilien « splitting test » est préconisé par la norme ASTM (norme relative aux bétons) pour l'estimation de la contrainte limite en traction. L'essai consiste en l'application d'une contrainte compressive, suivant l'axe d'un l'échantillon cylindrique, jusqu'à fendre le spécimen suivant son axe vertical (voir Figure 1.17). La rupture reflète l'action des contraintes sur l'axe horizontal (induite par l'effet de poisson) et vertical.

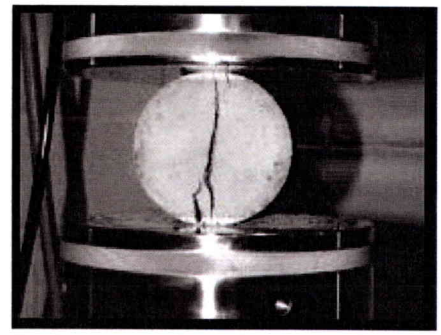


Figure 1.17 : Mode de rupture lors d'un essai brésilien sur le béton.

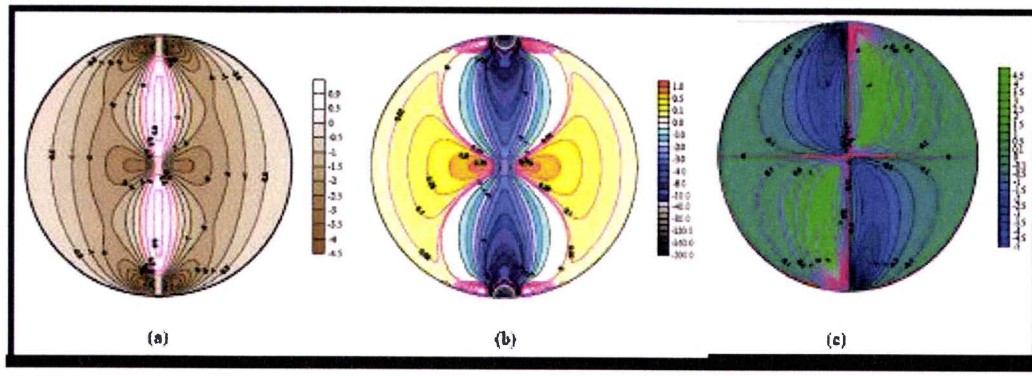


Figure 1.18 : Les découpes des contraintes normalisées pour un disque brésilien sous compression diamétrale, (a) les contraintes tangentielles, (b) les contraintes radiales,(c) les contraintes de cisaillement. D'après [Naser 2005].

D'après le graphique 1.18b, on note que la contrainte limite en traction est atteinte au centre de l'échantillon. Le calcul de cette valeur est hypothétique.

La norme définit la résistance en traction R_t par la formule suivante :

$$R_t = (F / \pi.R.H) \qquad (1.4)$$

Où F est l'effort fourni par la presse, au moment de la rupture, R le rayon de l'éprouvette et H sa hauteur.

Essais de Flexion :

Lors de l'essai de flexion, le moment appliqué induit deux zones de contraintes, situées de part et d'autre de la ligne neutre (en rouge Figure 1.19), une zone de compression et une zone de traction. La roche étant plus sensible aux contraintes extensives, l'échantillon rompt dans la zone ou la traction est maximale. La fissure se propage ensuite vers la zone de compression.

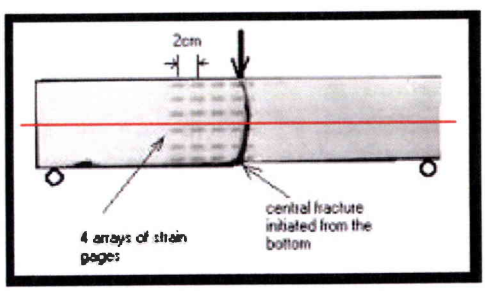


Figure 1.19 : Rupture sous flexion trois points d'un échantillon de marbre de Dionysos. D'après [Exadaktylos 1999].

La résistance en flexion est assimilée à la contrainte maximale en traction calculée dans la zone de traction correspondante à la valeur maximale du moment appliqué. On suppose alors que les déformations sont élastiques [Cardani 1999, Cravero et Labichino 2004].

L'essai de flexion quatre points est l'essai le plus utilisé dans la littérature. En effet, le moment maximum est constant le long d'une partie du spécimen, alors que dans le cas de l'essai trois points, il est concentré en une section correspondant à l'application de la force.

Difficultés des essais indirects :

La réalisation expérimentale des essais indirects présente aussi quelques difficultés : en effet, la concentration de contrainte au niveau du contact (supposé linéique) rouleaux - échantillon, en flexion quatre ou trois points, ou plateaux - échantillon lors de l'essai Brésilien est difficile à éliminer.

Aussi, dans le cas des essais indirects, des approximations et des hypothèses relatives aux propriétés du matériau et l'uniformité de la répartition du champ de contrainte, sont nécessaires au calcul de la valeur limite en traction. Ces dernières donnent lieu à des divergences dans la mesure des valeurs caractéristiques.
Dans le cas de l'essai brésilien, la limite en traction est 1,5 supérieure à celle mesurée dans l'essai direct [Touren et Denis 1970, Goodman 1989], et 2 à 3 fois supérieur dans le cas des essais de flexion [Brook 1993, Jagaer et Cook 1976].

Également, dans les essais indirects (flexion et brésilien), la zone de l'échantillon, sollicitée en traction, n'est pas représentative de la microstructure globale de l'échantillon. Dans le cas des roches, suivant les dimensions de l'échantillon considéré, on note une variation des valeurs limites.
Cette dépendance de la résistance à la dimension du spécimen est appelée 'effet d'échelle' ou 'effet de taille'. L'effet d'échelle est aussi perçu dans les essais directs.

Effet d'échelle :

Les différents essais de traction directs, vus dans la littérature, [Okubo 1996, 2006, Kourkoulis 2004, Tham 2005, Blair 1998…] mettent l'accent sur le fait que l'initiation et la rupture, ne dépendent pas **que** du champ de contrainte appliqué, mais aussi des hétérogénéités et de leurs répartitions dans l'échantillon [Tham 2005]. Comme le constate Tham, lors des essais de traction sur le marbre de Fujian, la rupture survient en haut de l'échantillon sur une bande d'inclusion minérale (voir Figure 1.20).

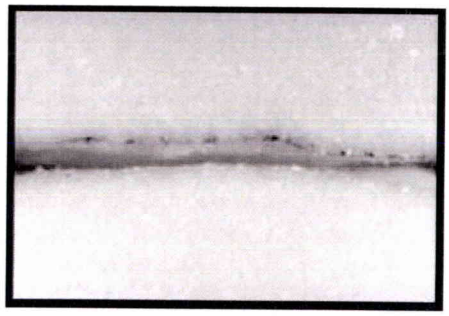


Figure 1.20 : Lieu de la rupture en traction du Marbre de Fujian (voir Figure 1.14a), Image au microscope (x 2) ; D'après [Tham 2005]

Vu les difficultés et les imperfections que présentent les essais directs en traction, les propriétés intrinsèques de la roche ne peuvent être validées qu'après une série d'essais et une étude statistique où l'effet d'échelle est pris en compte [Kourkoulis 2005].

Dans les matériaux caractérisés par une microfissuration, une prise en considération de l'effet de taille est donc nécessaire. La force nominale et la réponse globale d'une configuration donnée de la géométrie et de la charge dépendent de la taille du spécimen [Weibull 1939, Jaeger 1979, Brace 1981, Bazant 1998, Kourkoulis 2005]. Les matériaux fragiles ou quasi fragiles, tels que les roches ou les bétons, se composent de cristaux et/ou de grains formant une microstructure qui inclut des discontinuités à toutes les échelles.
Par conséquent, statistiquement, un échantillon de taille importante, peut contenir une collection complète d'hétérogénéités susceptibles de perturber les propriétés mécaniques et le comportement sous chargement de la roche. Relativement, les petits spécimens ne peuvent inclure que peu de défauts.

Dans le cas des essais directs ou indirects, l'effet de la taille du spécimen sur la résistance à la rupture peut être expliqué en considérant le taux de restitution d'énergie dû à la fissuration [Bazant 2000, 1998, 1996, Kourkoulis 2005]. L'initiation de la fissuration survient dans la section critique où la limite en traction est atteinte. La propagation de la fissure résulte d'une compétition énergétique entre :

A) le taux d'énergie restituée : énergie accumulée dans la structure et dans la longueur de la fissure.
B) la capacité du matériau quasi fragile à consommer l'énergie.

Selon la différence entre A et B deux types de propagation peuvent être distingués :

1- Si A<B la propagation de la fissure est stable, [Cardani 1999] le taux de restitution d'énergie qui est fonction de l'énergie accumulée et de la longueur de la fissure, peut être affecté par la consommation d'énergie B, et par suite, la valeur limite peut être influencée.

2- A contrario, si la propagation est instable, le taux de restitution d'énergie ne peut être influencé par la consommation de l'énergie de la structure et la structure rompt quand la contrainte limite en traction est atteinte dans la zone critique. Dans ces conditions, il n'y a plus d'effet d'échelle.

Pour calculer les propriétés intrinsèques, étudier l'initiation et la propagation, et éviter les effets d'échelles, on a recours à l'usinage d'entailles dans les zones critiques.

L'entaille concentre les contraintes, et par suite, la rigidité nominale décroît. Dans le cas des matériaux élastiques fragiles, comme les roches, les entailles induisent une zone de processus de rupture intrinsèque.
Ainsi, connaissant le champ de contrainte dans l'échantillon (Figures 1.18, 1.22) suivant différentes configurations de l'entaille, (Figure 1.22) on peut mettre en évidence l'influence de chaque paramètre du problème sur l'initiation et la propagation. De ce fait, on peut définir les seuils limites en contrainte.

À noter aussi que les essais avec entaille sont nécessaires pour le calcul des facteurs de concentration de contrainte critique, ou la ténacité $\boldsymbol{K}$ [Backers 2004, Ingraffea 1981, Atkinson 1984, Lawn 1993, Fowell 1995].

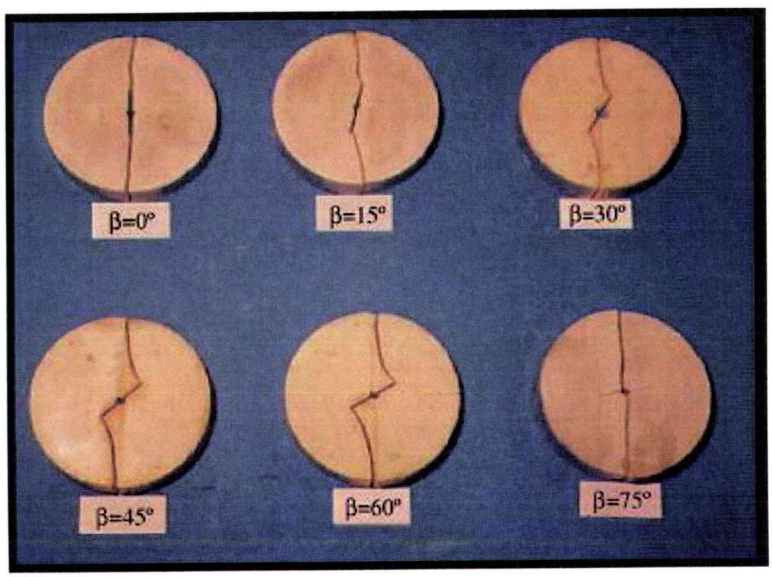


Figure 1.21: Propagation de la fissure en fonction de l'angle de l'entaille, dans le calcaire d'Arabie saoudite, cas d'un essai Brésilien sous pression de confinement de 28MPa et T°=116°C. D'après [Naser 2005].

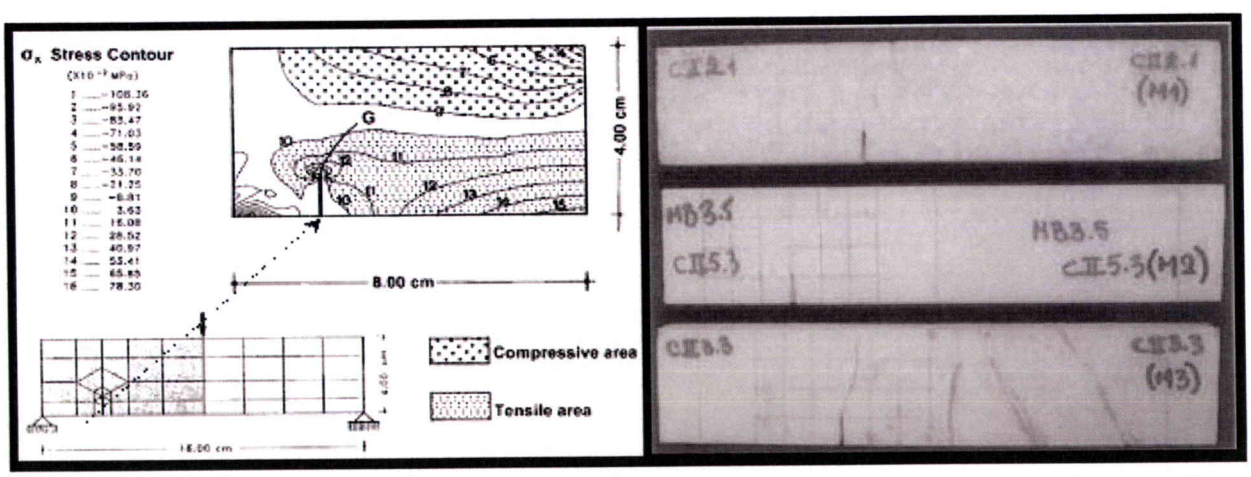


Figure 1.22 : À droite : Champ de contrainte dans l'échantillon en flexion. Trajectoire théorique de l'entaille, et la position du minimum global de la densité d'énergie de déformation ou taux de restitution d'énergie. À gauche : Mise en évidence de la propagation des fissures en flexion avec la position de l'entaille, de trois marbres grecs D'après [Xeidakis 1997].

En résumé : Dans le cas des essais de flexion, de traction et de l'essai brésilien, le mécanisme d'endommagement est caractéristique des roches, à savoir : initiation de fissuration dans les zones sollicitées en traction, croissance, propagation, coalescence des fissures et rupture finale.

La microfissuration déjà préexistante dans les roches, influence considérablement le lieu et la valeur finale de la rupture. Aussi, la sensibilité de la roche aux contraintes extensives, et son comportement fragile, complique la réalisation d'essais de traction directs. Les essais indirects permettent de contourner les difficultés expérimentales, mais les hypothèses permettant le calcul des propriétés mécaniques intrinsèques en traction et l'effet d'échelle, créent des incertitudes dans la détermination des valeurs limites. La caractérisation, en traction, est donc complexe.

La technique des entailles est une alternative, qui permet une maîtrise de l'essai et une approche pragmatique des différents seuils de ruptures et des propriétés mécaniques intrinsèques (K, $\sigma_{critique}$...). Cela dit, les essais de traction, de flexion et brésilien avec différentes entailles (voir Backers 2004), ont aussi permis de mettre en évidence les mécanismes principaux d'initiation, de localisation de la déformation et de propagation dans les roches.
Ces essais ont contribué à l'étude, sous différents champs de contraintes, des mécanismes de fissuration. Ils ont aussi mis en évidence l'influence des diverses caractéristiques de la roche sur l'endommagement. Pour citer quelques exemples, Naser (2005), Wong (2002, 2004), Yin-Ping li (2005), ont démontré l'influence de la géométrie de la fissure (l'angle, la longueur...) sur la propagation. Backers (2002), Xeidakis (1997), ont illustré les différents modes et les combinaisons possibles d'ouvertures de fissures. Enfin, Eberhardt (1999) , Wong (1982), Wong (1993, 1995), Lindqvist (2007), Hatzor (1997a,b) expliquent l'effet de la microstructure sur l'initiation et la propagation.

Les conclusions qui en découlent, sont primordiales pour l'interprétation de l'endommagement et la détection des différentes phases de la rupture, et ce, quel que soit le type de chargement appliqué.

1.2.2 Essais de compression uniaxiale et comportement global :

Les roches présentent une bonne résistance à la compression par rapport à la traction. Dans l'optique de : valoriser les marbres de Macael, assurer leur emploi dans le domaine de la construction en tant que matériau de soutien (et non de revêtement), et caractériser leurs propriétés mécaniques en compression, une connaissance accrue des différentes étapes d'endommagements et de leurs limites est nécessaire. Dans ce but, l'essai de compression uniaxiale, très utilisé pour la caractérisation des matériaux d'ingénierie, paraît le plus adéquat.

Les travaux vus dans la littérature s'accordent sur une segmentation en plusieurs intervalles de l'endommagement de la roche, sous ce type de chargement.
Nous exposerons dans ce qui suit une synthèse des différentes phases d'endommagement de la roche sous compression uniaxiale. Pour ce faire, on se basera sur les travaux de Brace (1964) et Bieniawski (1967) sur les roches, Diedrichs (2004), Eberhardt (1998), et Martin (1993) sur le granite, El Beid (2000) et Haied (1995,1997) sur le grès de Fontainebleu.

Sous compression uniaxiale, Brace et Bieniawski ont défini cinq étapes :

1. Fermeture de fissure,
2. Déformation élastique linéaire,
3. Initiation et croissance stable de fissure,
4. Énergie critique et propagation instable des fissures,
5. Rupture et comportement post pic.

Les travaux de Martin (1993) ont permis de définir les seuils des quatre premières phases d'endommagement, décrites par Brace et Bieniawski (Figure 1.23). Eberhardt confirme l'étude de Martin par la détection des mêmes seuils, grâce à la mesure acoustique et la mesure des déformations radiales et axiales.

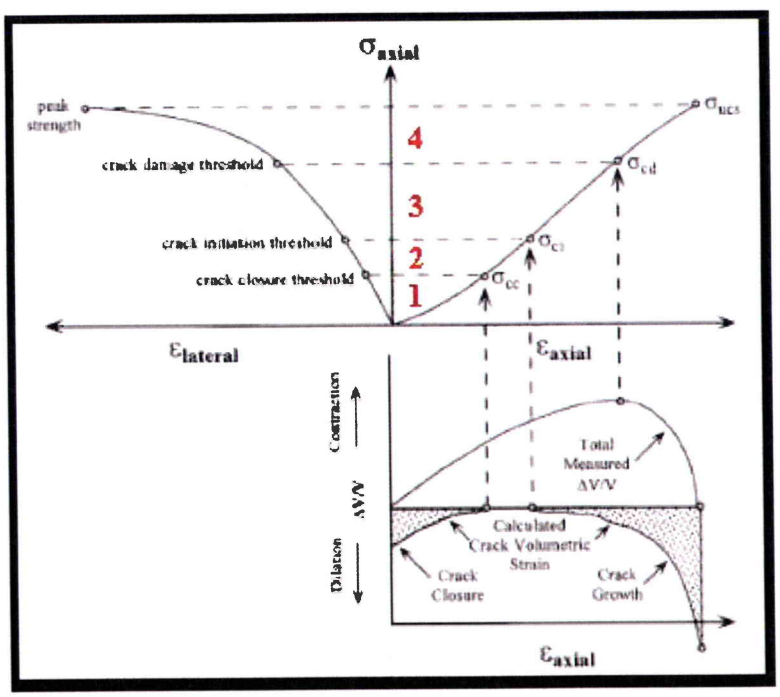


Figure 1.23: Phases et seuils d'endommagement ; σ_{cc} contrainte seuil de fermeture de fissure, σ_{ci} contrainte seuil d'initiation de la fissuration, σ_{cd} contrainte seuil de fissure, et σ_{ucs} limite en compression uniaxiale. Notons que la déformation latérale et axiale, sont mesurées et que la déformation volumique est calculée. D'après [Martin 1993].

D'autres travaux réalisés par Haied (1995, 1997) ont permis de mettre à jour six phases pré pic et une phase post pic, de l'endommagement des roches en compression unie et triaxiale (Figure 1.24).

Malgré la différence des nombres de phases entre les divers travaux, on retrouve globalement dans la littérature la même succession de phénomènes. Notons que sous compression uniaxiale le comportement diffère en fonction de la nature de la roche.

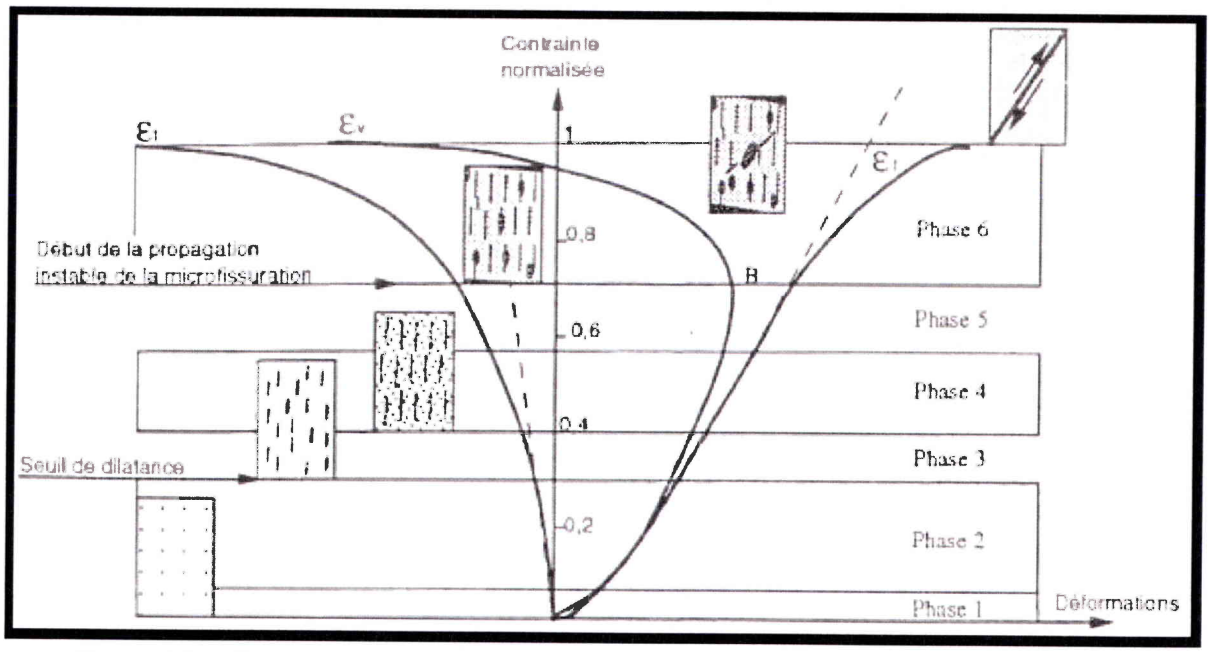


Figure 1.24 : Diagramme contrainte normalisée (σ_1-σ_3) déformation axiale ε_l, déformation transversale ε_t, déformation volumique ε_v, montrant les éléments de développement de la fissuration, et les phases principales du processus de rupture dans l'essai de compression uniaxiale et triaxiale monotone, d'après [Haïed, 1995].

1.2.2.1 Phases d'endommagement :

Intervalle 1: (de 0 à σ_{cc}) Phase de serrage ou fermeture de fissure

Lors d'un essai de compression uniaxiale, les courbes contraintes-déformations présentent, en général, une portion initiale non linéaire concave (Figures 1.23, 24). Cette concavité, correspond à une fermeture des vides et des fissures préexistantes, orientées d'un angle, plus ou moins perpendiculaire, à la direction de compression [Wulff et al 1999, Schubnel 2002, El Beid 2000].

La fermeture de ces vides induit une compaction de l'échantillon. Un mouvement relatif simple, des plans de fissuration, s'opère parallèlement à la direction de chargement. La déformation axiale, est par conséquent affectée, comme on peut le voir dans la phase 1 sur les deux courbes ci-dessus (Figures 1.38, 39). La concavité de la courbe contrainte déformation axiale, représente une discontinuité de la transmission de contrainte induite par les microfissures. (Microfissures dont l'orientation est proche de la direction perpendiculaire au chargement).

La phase de fermeture des fissures, se situe à un niveau de contrainte très faible [Xia 2002, Batzle et Simmons 1980]. D'après Martin (1993), cette phase est visible pour $\sigma < \sigma_{cc}$, où σ_{cc} représente la limite entre la fin de la phase non linéaire et le début de la linéarité de la courbe contrainte-déformation (Figure 1.23). La fin de la phase de fermeture de fissure est aussi repérée par une augmentation de la rigidité longitudinale et une chute de la rigidité transversale. Cette dernière est définie par : $\sigma_{\text{compression axiale}} / \varepsilon_{\text{radiale ou transverse}}$.

D'après les travaux d'Eberhardt (1998) sur le granite du lac Bonnet, lors de la phase de serrage, la déformation transversale révèle une rigidité ($\sigma_{axiale}/\varepsilon_{radiale}$) importante au début de l'application de l'effort, qui tend à chuter considérablement (35%) au début de la deuxième phase linéaire. Contrairement, la rigidité « axiale » ($\sigma_{axiale}/\varepsilon_{axiale}$) est faible, puisqu'elle est affectée par la fermeture de fissure. La déformation est dite compactante. Pendant cette phase, les réponses en déformation transversales et axiales, ne sont pas complètement couplées.

Cette portion non linéaire de la courbe dépend donc de la densité des fissures initialement présentes dans l'échantillon, mais aussi de leurs caractéristiques géométriques. Notons que dans le cas des essais de Wulff et al (1999) sur le grès, avec mesure de la densité de microfissuration pendant le chargement, la déformation est dilatante, et ce, dés le début de la croissance de la contrainte compressive axiale.
Vu le grand nombre de microfissures nucléées, au début du chargement, le seuil de fermeture n'a pu être perçu dans ce cas, par la mesure de la densité de fissuration.

Mise à part, la présence et les caractéristiques des microfissures au début du chargement, beaucoup d'auteurs [Hawkes et Mellor 1970, Nemat-Nasser et Horii 1982, 1983, Vardoulakis 1998] montrent que la phase de serrage peut aussi être affectée par les conditions d'essais. Les défauts de parallélisme et de planéité de l'échantillon accentuent la non-linéarité (ou la concavité) de cette portion de la courbe contrainte déviatorique - déformation axiale.

Intervalle 2 : (de σcc à σci) Phase linéaire, Déformation élastique :

Une fois la majorité des fissures préexistantes fermées, la déformation élastique prend place. Rappelons que seules les fissures orientées suivant une direction privilégiée, plus ou moins perpendiculaires à la direction de chargement (environ ± 25°) sont susceptibles de se fermer [Naser 2005, Wong 2002, El Bied 2000]. La contrainte dans cette phase est supérieure à celle de fermeture de fissure, [El Beid 2001], et elle dépasse rarement 40% de la résistance à la rupture [Eberhardt 1998, 1999, Martin 1993, Haied 1995,1997, Paterson 1978].
Pendant la déformation « linéaire », l'activité de microfissuration est, par conséquent, négligeable, et la concentration de contraintes, induites par les hétérogénéités de la roche et le chargement, ne permet pas de générer des nouvelles fissures. Paterson (1978) conclut donc que la majeure partie de la déformation est due à la déformation des grains et des pores.

D'après les normes américaines [ASTM D3148-93] et européennes [NBN B 15-203.1990] sur les bétons, pour la détermination des constantes élastiques, le module de Young « E » et le coefficient de Poisson « ν » sont déduits de la pente de la courbe contrainte déformation, lors de cette phase. Eberhardt (1998) a montré que la méthode de calcul de E et ν ainsi que l'intervalle choisi, ne sont pas les plus appropriés.
En effet, durant cette phase, la déformation volumique est compactante (ou contractante), le comportement est relativement linéaire et la déformation axiale et radiale sont majoritairement élastiques linéaires (Figure 1.23, 24). Cependant, la déformation n'est jamais exclusivement élastique, on observe toujours une perturbation (non linéaire) de la déformation suite au glissement des faces des fissures fermées [Eberhardt 1998,1999]. Aussi, Walsh 1965 a montré que lors de la phase « linéaire » deux phénomènes se produisent ; une déformation élastique des grains et un léger déplacement et glissement des grains relativement les uns par rapport aux autres. Cette non-linéarité, rend subjective la mesure du coefficient de Poisson et du module de Young.

Pour une approximation correcte des constantes élastiques, Eberhardt (1998) propose un calcul par la technique de régression linéaire. Les moyens techniques d'acquisition d'aujourd'hui permettent facilement ce calcul. Par cette méthode de calcul, les différences obtenues avec les méthodes proposées par les normes sont non négligeables ; 5 GPa pour le module de Young moyen et 0,06 pour le coefficient de Poisson dans le cas du granite [Eberhardt 1998].

On constate finalement, d'après la littérature, que suivant la nature des roches, la phase linéaire est souvent perturbée par des phénomènes plastiques locaux [Blair 1998].

Intervalle 3 (de σci à σcd): Phase de microfissuration ou initiation et croissance stable des fissures :

Le seuil d'initiation de fissure représente le degré de contrainte pour lequel l'activité de microfissuration devient importante. D'après El Bied, le début de cette phase se situe entre 30 et 60% de la contrainte limite. Martin déclare que le seuil de microfissuration représente la fin de la déformation volumique contractante et le début de la déformation dilatante, (Figure 1.23) autrement dit le point d'augmentation du volume des fissures ε_{vcrack} tel que :

$$\varepsilon_{vcrack} = (\varepsilon_{axiale} + 2\,\varepsilon_{laterale}) - [\,(1-2\nu)/E]\sigma_{axiale} \qquad (1.5)$$

Ce seuil a aussi été décrit par Brace (1966) et Bieniawski (1967) comme la perte de linéarité de la déformation latérale. D'après Eberhardt (1998,1999) ces définitions sont inadéquates. En effet, le calcul de ε_v nécessite une estimation de la déformation radiale et du coefficient de Poisson, qui, d'après la non-linéarité des courbes contrainte - déformation latérale, est très difficile à apprécier.
De plus, dans le cas du granite du lac de Bonnet la déformation latérale n'a jamais montré une linéarité prononcée. De ce fait, l'identification du seuil de microfissuration par la mesure de la déformation transversale devient subjective.

La courbe contrainte - déformation axiale, reste globalement linéaire, cette linéarité et la perturbation de la déformation radiale prouvent que les microfissures ont tendance à se développer majoritairement dans la direction parallèle à celle de la compression.
Pendant cette phase, de nombreuses observations sur le granite et le marbre confirment la prédominance de l'initiation de l'endommagement par la fissuration extensive transverse « Tensile cracking », [Diederichs 2004, Lajtai 1990, Yin-Ping li 2005].
En effet, les contraintes locales de traction sont induites par les discontinuités de la structure à l'échelle du grain [Trollope 1968] (voir Figure 1.25) .

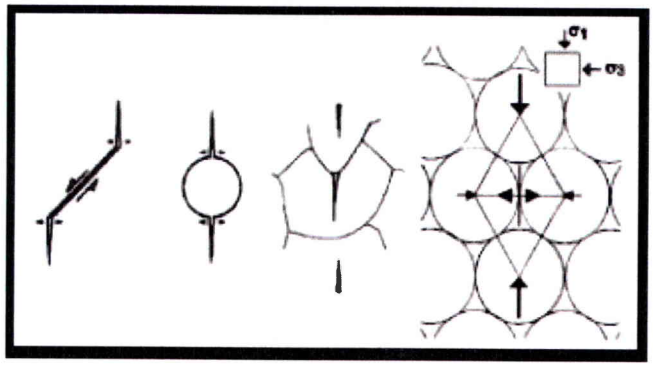


Figure 1.25 : De gauche vers la droite, mécanisme d'initiation par glissement, microfissuration associée aux pores (ou inclusions) et génération de fissure par indentation dans les joints de grain, analogie numérique de la fissuration dans le cas d'un modèle de groupement de disques. D'après[Trollope 1968].

Durant cette phase, les observations macroscopiques et les mesures de déplacement et de l'activité de microfissuration montrent que la propagation des fissures est stable, à savoir, un arrêt de cette propagation peut être contrôlé si on fige la charge appliquée.

Pendant cette phase, les essais, de compression uniaxiale avec une entaille, [Naser 2005, Tang et al 1998, Wong 1995] montrent que la croissance des fissures est essentiellement suivant la direction axiale. Quant aux fissures, non alignées avec la direction de compression, elles croissent suivant un chemin incurvé pour rejoindre la direction axiale (fissure en aile).

La propagation des fissures peut être alors inter ou intragranulaire. En général, à ce niveau de contrainte et dans le cas de la plus part des roches granulaires cohésives, la fissuration est intergranulaire [Alber 1999]. Remarquons qu'à ce niveau de charge aucune fissure macroscopique n'est visible sur la surface de l'échantillon.

Entre le début de la phase de microfissuration ou d'initiation σ_{ci} et le seuil de propagation instable des fissures $\sigma_{cd,}$, d'autres décompositions peuvent être intercalées [Brace 1964, Hoek 1965 et Bieniawski 1967]. Leur identification, dans ce cas, ne dépend plus de la mesure des déformations, mais se base sur d'autres paramètres, comme l'interprétation de la fissuration par : le calcul de la rigidité volumique (σ_{axiale} / ε_v), la mesure acoustique [Eberhardt 1994, 1997, 1998t, X.H.Xu 2005], ou la résistance électrique [Chen 2003], ou encore, l'observation sous microscope des premières fissures [Alber 1999, Wong 2004, Haied 1995].

Nous présentons dans ce qui suit une phase intermédiaire importante citée par Eberhardt (1998), Martin (1993) et Diederichs (2004).

Intervalles intermédiaires 3 - 4 : Coalescence des fissures (de σci à σcs) :

D'après Eberhardt (1999, 1998, 1994), l'analyse des données des essais de compression sur le granite du lac de Bonnet, dégage une phase intermédiaire où on repère le début de coalescence des fissures (seuil de coalescence σ_{cs} Figure 1.38).
Pendant l'intervalle **3**, les fissures axiales apparaissent d'une manière aléatoire et elles sont, pour la plupart, isolées dans l'échantillon. En augmentant la contrainte, l'ouverture et la propagation des fissures sont activées et s'additionnent à l'apparition d'autres fissures. La taille et le nombre de fissures augmentent, induisant inévitablement un phénomène de coalescence et d'interaction.
A ce stade, les premières fissures macroscopiques deviennent visibles à la surface du spécimen.

L'analyse de la courbe rigidité volumique - contrainte axiale, (Figure 1.26) pendant la phase de propagation stable des fissures, montre un pic, bien avant le seuil critique de propagation instable. Ce seuil est caractérisé par une inversion de la déformation volumique, suite à un dépassement du taux de la déformation latérale par rapport à la déformation axiale (Figure 1.23).
Il a été indiqué précédemment que, pendant la phase de microfissuration, la croissance des fissures est stable, et la majorité de l'activité de fissuration affecte la déformation volumique, il est donc normal, que seule la déformation latérale subisse des changements ; la déformation axiale est censée suivre une compression constante jusqu'au seuil de croissance instable.
Or, d'après les mesures d'Eberhardt, on note une chute de la déformation axiale, bien avant le seuil σ_{cd} (fin de l'intervalle 3). Cette irrégularité, combinée aux variations de la déformation latérale, est perceptible sur la rigidité volumique (Figure 1.26). Elle décrit le début de la phase de coalescence.

La coalescence induit la création de microfissures de connexion suivant des directions aléatoires, les éléments de cisaillement ainsi induit perturbent la déformation axiale.

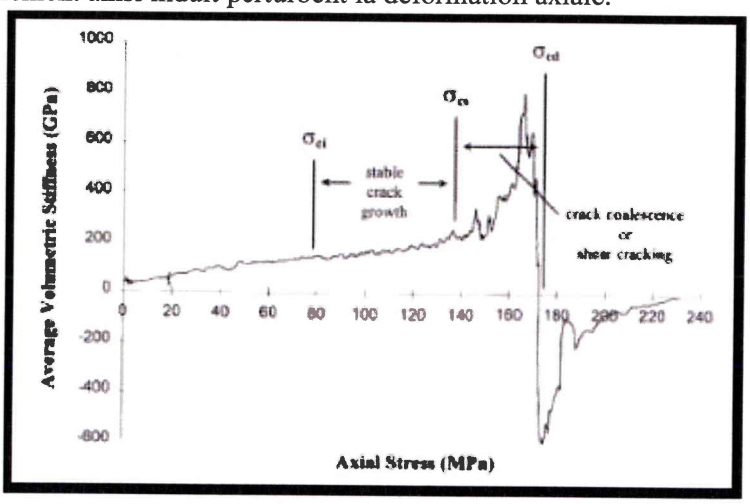


Figure 1.26: Moyenne de la rigidité volumique en fonction de la contrainte axiale, indiquant les seuils d'endommagement. D'après [Eberhardt 1994]

La localisation de ce seuil reste, néanmoins, subjective et probablement caractéristique du granite du Lac de Bonnet, mais il est légitime d'attribuer les changements de la rigidité axiale et volumique à une phase de coalescence.

El Bied 2000 et Haied 1995,1997 définissent, quant à eux, deux phases intermédiaires :

La première est caractérisée par une intensification de l'activité de microfissuration. Cette phase survient entre 50 et 55% de la résistance à la rupture (Figure 1.24). L'augmentation de la microfissuration, caractérisée par des fluctuations de la déformation latérale, est inhibée dans le cas de l'essai triaxial où la pression de confinement s'oppose à la croissance des fissures, stabilisant ainsi le phénomène.
Cette phase correspondrait donc à la phase de coalescence, identifiée par Eberhardt à environ 104 MPa (± 3,8), soit 50% de la résistance à la rupture, dans le cas du granite, (voir tableau 1).

Property	Stress threshold (MPa)
Crack closure, σ_{cc}	47.5 (±2.9)
Crack initiation, σ_{ci}	81.5 (±3.7)
Crack coalescence, σ_{cs}	104.0 (±3.8)
Crack damage, σ_{cd}	157.3 (±9.9)
Peak strength, σ_{ucs}	206.5 (±10.0)

Tableau 1.1 : Valeurs moyennes des différents seuils d'endommagement dans le cas du granite rose du lac de Bonnet.. D'après [Eberhardt 1998]

La deuxième phase intermédiaire représenterait l'apparition de sites à forte densité de microfissuration dans l'échantillon comprimé (début de localisation de la déformation). Dans le cas de l'essai triaxial, elle correspondrait au début de localisation de la déformation en bande de cisaillement (Figure 1.39).

Intervalle 4 : Propagation instable : (de σ_{cd} à σ_{ucs}) :

La phase de propagation instable est la dernière phase post pic, elle apparaît suite à la décroissance de la déformation volumique mesurée, ce point est repéré comme étant le point d'énergie critique, ou seuil d'endommagement σ_{cd} [Martin 1993].

D'après El Bied 2000, cette phase débute entre 65 et 75% de la résistance à la rupture. Bieniawski (1967) définit la propagation de fissure instable comme étant le point ou l'ouverture de fissure devient indépendante de la contrainte appliquée, autrement dit, sous chargement constant, la fissure continue à se propager. La propagation de fissure ne dépend plus du chargement (ε) mais de la vitesse de croissance (ε').

Durant cette phase, l'activité de fissuration subit une accélération brusque, résultante de l'accroissement des fissures préexistantes et de l'apparition de nouvelles fissures d'interconnexion (ou de ramification) pendant la phase de coalescence antérieure.

D'après plusieurs observations d'échantillons de roches en prérupture, la majorité des fissures induites, apparaissent en mode d'ouverture en traction (« Tensile cracking ») ou cisaillement (« Splitting ») (mode I ou II) [Tang 1998, Naser 2005, Diederichs 2004] (Figure 1.27).
Des sites à très forte densité de fissuration se localisent dans l'échantillon suite au phénomène de coalescence, c'est cette localisation qui conditionne la rupture fragile finale.

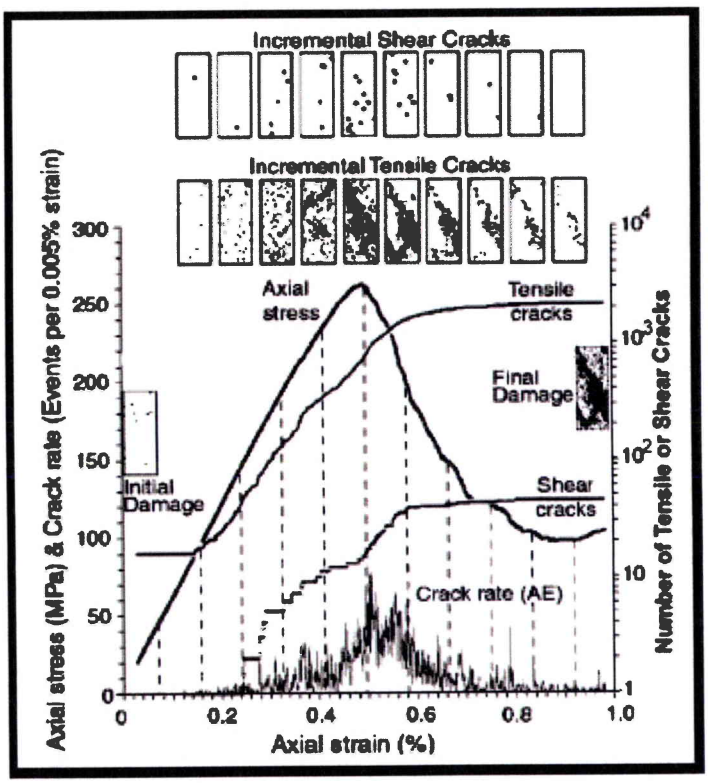


Figure 1.27 : Simulation par élément discret. En haut, accumulation des fissures en traction et en cisaillements pendant une compression axiale avec une pression de confinement de 25MPa. En bas courbe contrainte déformation axiale et le nombre de fissures crées. D'après [Diederisch 2004]

Lors de la phase de propagation instable, l'endommagement macroscopique devient visible sur les surfaces de l'échantillon. Le spécimen à ce stade, se désolidarise en colonnettes, la rigidité (σ_{axiale} /$\varepsilon_{radiale}$) décroît rapidement et on atteint le pic de rigidité ; la phase post pic débute.

Remarque : Nous montrerons dans le paragraphe suivant comment les conditions d'essais influencent le mode de rupture fragile finale (rupture en clivage axial, rupture oblique ou bande de cisaillement, rupture en cône...). Cependant, dans des conditions idéales de compression uniaxiale, c'est essentiellement les mécanismes élémentaires locaux propres à la roche qui pilotent la rupture macroscopique finale.

Intervalle 5 : Post pic :

À ce niveau de contrainte dans le cas de l'essai uniaxial, on assiste à un effondrement de l'échantillon, précédé d'une phase de radoucissement plus ou moins prononcé selon la nature de la roche.

Dans l'essai triaxial, la résistance au pic dépassée, il y a un radoucissement et une chute de la rigidité axiale, suite à l'endommagement de la roche. Dans la phase post pic, la déformation est au départ homogène, ensuite survient une perte d'homogénéité et une localisation de la déformation. Le caractère radoucissant de la roche cause une localisation en bande(s) de cisaillement(s) d'où un radoucissement structural ou intrinsèque constitutif.

Selon la nature de la roche et l'intensité de la pression de confinement deux configurations sont possibles. Pour les faibles pressions de confinement, on note l'apparition d'une bande de cisaillement, suivi d'une chute assez lente de la rigidité. Pour les fortes pressions, la mise en tonneau de l'échantillon est le résultat de l'apparition de plusieurs bandes de cisaillement, et la courbe contrainte déviatorique - déformation axiale augmente lentement [Ashby 1986, Schubnel 2002] (Figure 1.28)

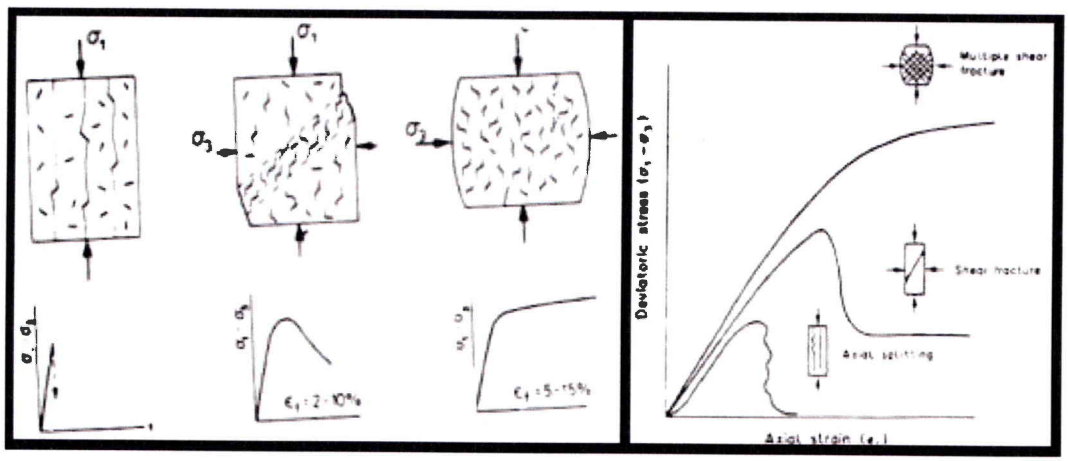


Figure 1.28 : À gauche : schématisation du mode de rupture en compression. (Rupture en extension, faille et écoulement uniforme). D'après [Ashby 1986]. À droite : mode de rupture en compression: clivage axial, fracture de cisaillement et écoulement ductile. D'après [Santarelli 1989].

En résumé : Les différentes observations du comportement sous compression d'une roche convergent vers une même suite d'événements, à savoir :

- Diminution de la densité de fissure (fermeture) au début de l'essai et à faible contrainte,
- Déformation élastique et un léger mouvement des grains [Walsh 1965],
- Initiation de la fissuration,
- Croissance et propagation,
- Prolifération, coalescence, et rupture fragile.

La littérature segmente le comportement en phases, en émettant des réserves sur l'identification exacte des divers seuils, notons que : la densité de fissure déjà préexistante, la nature de la roche et de la microstructure, influencent considérablement le comportement [Lindqvist 2007, Hatzor 1997a,b].

On constate finalement, que la rupture macroscopique est, le résultat d'un panel de phénomènes d'endommagement locaux. Le mode de rupture différent suivant le chargement et la roche considérée. Ceci laisse penser qu'à l'échelle microscopique un système de contraintes très complexe se développe dans la roche. **Il n'est donc pas exclu que tous les mécanismes d'initiation de propagation et d'interconnexion de fissures soient présents durant toutes les phases de compression, par contre chaque phase présente une prédominance d'un certain phénomène.**

1.2.2.2 Influence des conditions d'essais sur les modes de ruptures :

Sous compression uniaxiale, suivant les conditions d'essais, on note différents modes de ruptures. Les conditions aux limites influencent considérablement le champ de contrainte dans l'échantillon [Labuz 1993, 1996], la propagation des fissures et les zones de localisation de la déformation.

Depuis les travaux de Mohr (1900) , Foeppl (1900) la problématique liée à l'influence des effets de frottements à l'interface plateau/échantillon sur la rigidité et le mode de rupture, est posée. (Figure 1.29)

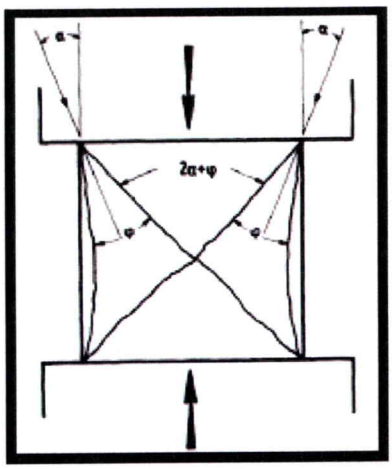


Figure 1.29 : Reproduction de Mohr (1900) : Dessin original du mode de rupture observé sur les roches et les bétons sous compression uniaxiale sans lubrification, et le concept théorique du confinement du au frettage

Lors des essais en compression uniaxiale, plusieurs modes de ruptures ont été observés dans la littérature, Paul (1966) observe sur des échantillons de marbre de Vermont, du grès de Berea et du calcaire d'Indiana sous compression uniaxiale, sans lubrification des plateaux, des ruptures suivant un plan oblique ou en clivage axial (Figure 1.30).

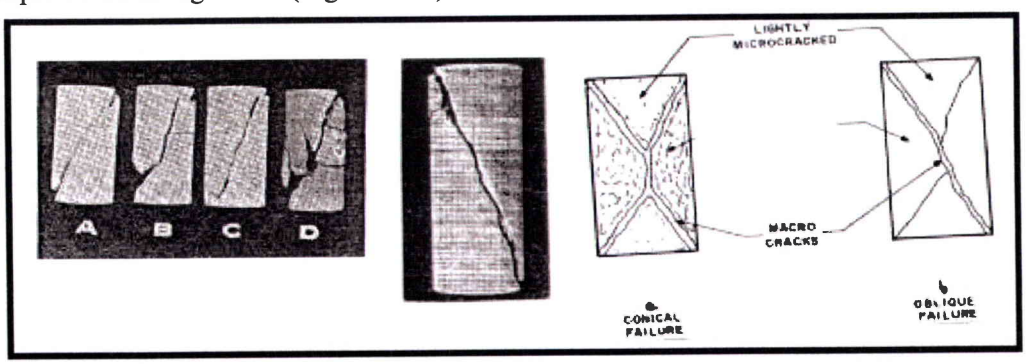


Figure 1.30 : À gauche : échantillons rompus de quatre roches différentes, A)le marbre de Vermont, B) le grès de Berea, C) le calcaire d'Indiana et D) le grès Crab Orchard, chargés sous compression et testés avec des extrémités non lubrifiées. Rupture oblique de tous les échantillons. Au centre : rupture oblique d'un échantillon de calcaire d'Indiana chargé en compression. À droite : Schéma de rupture d'échantillons chargés en compression avec des extrémités non lubrifiées. (a: Rupture conique, b: les macrofissures se joignent aux deux extrémités donnant la rupture oblique). D'après [Paul 1966].

Les travaux de Vardoulakis (1998), Drescher (1982), Read (1984), et El Bied (1999 a,b) mettent en évidence l'effet des conditions de frottement , sur le mode de rupture. Ils observent dans le cas d'essais de compression sur des échantillons de roches (grès, granite, marbre) une rupture en cône appelé aussi cône de frottement. Ce mode de rupture a été aussi observé par Wawersik (1970) sur du granite gris.

Nous allons détailler dans ce qui suit les différents comportements ainsi que les modes de ruptures des roches.

Rupture en cône sous conditions frettées :

Dans le cas où l'échantillon de roche est placé en contact direct avec le plateau de compression (sans lubrification), un frottement échantillon/plateau (frettage) se produit. Le frottement inhibe ainsi les déformations radiales au niveau des contacts, (Figure 1.46, Figure 1.47).

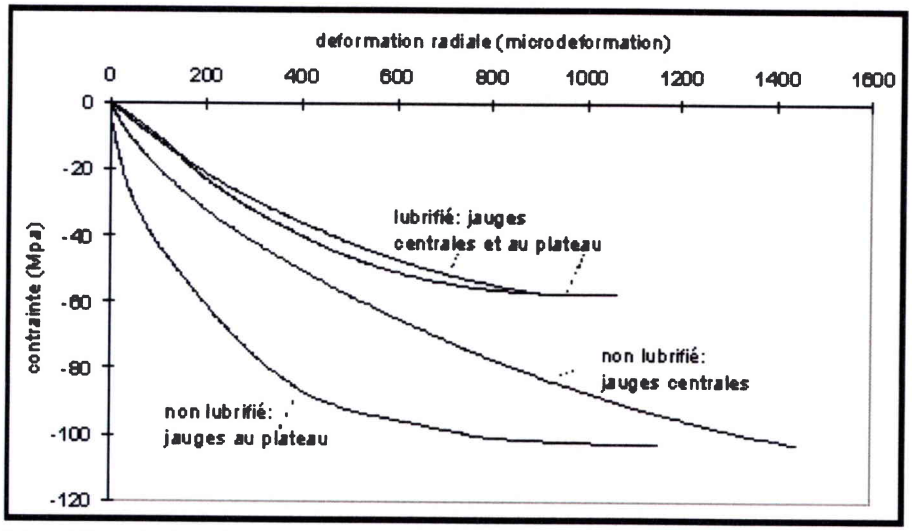


Figure 1.31 : Effets de la lubrification sur les déformations radiales. D'après [El Bied 1999].

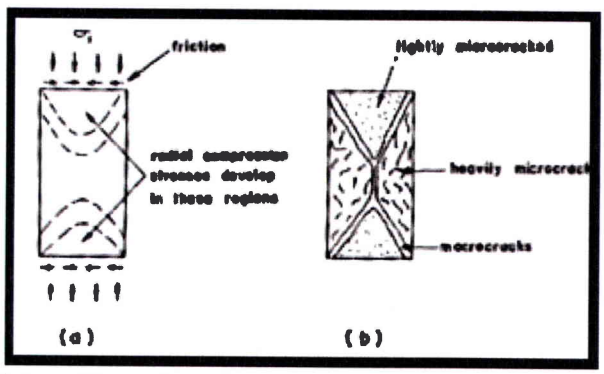


Figure 1.32 : Rupture d'échantillons chargés en compression avec des extrémités non lubrifiées. (a: Distribution des contraintes, b: Rupture conique). D'après [Paul 1966].

Ce mode de rupture en cône (Figure 1.33, 34) a beaucoup été observé dans la littérature. [Paul 1966, El Bied 2000,1999, Santarelli 1987, Hawkes 1970, Labuz 1993, Wawersik 1970, Vardoulakis 1998].

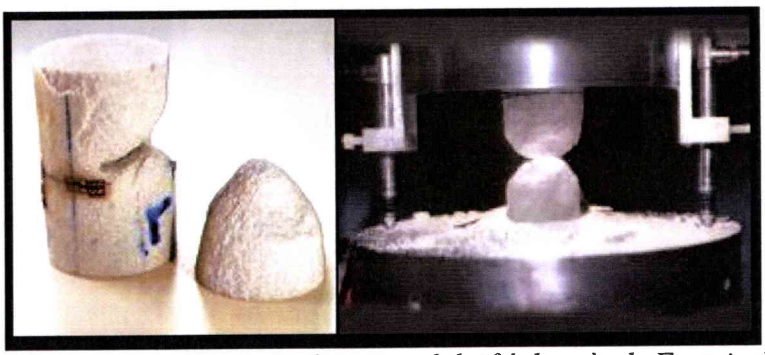


Figure 1.33 : Rupture en cône en condition non lubrifié du grès de Fontainebleau. D'après [El Bied 1999].

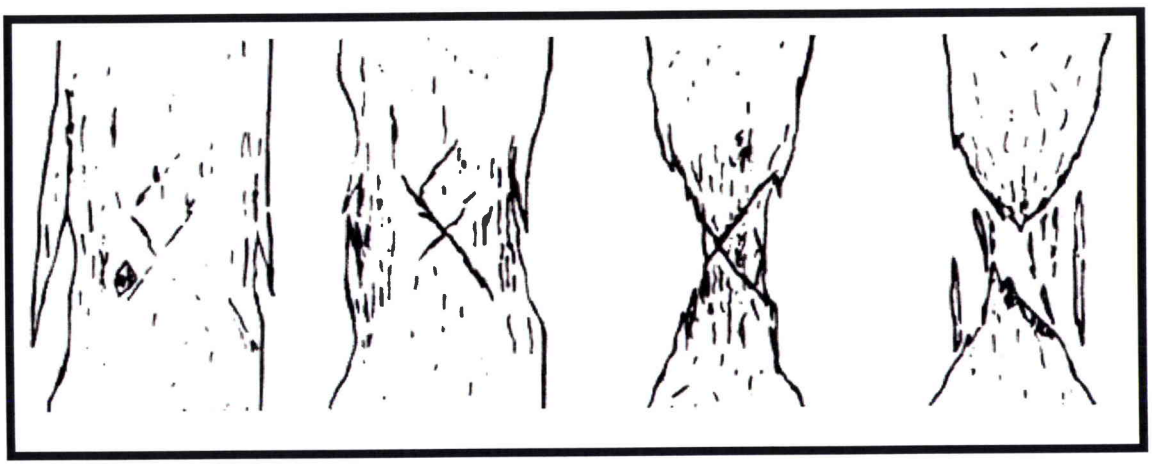


Figure 1.34 : Représentation schématique du développement de la rupture dans un granite gris de Charcoal non confiné. D'après [Wawersik 1970].

Hawkes (1970) a proposé une étude théorique et numérique des effets de frettage. La Figure 1.34 présente le champ de contrainte induit dans un échantillon cylindrique dans cette configuration.

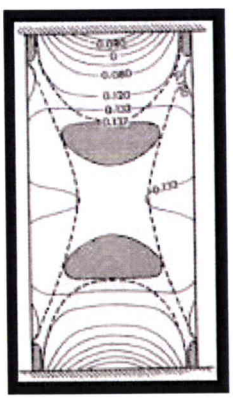


Figure 1.35 : Distribution des contraintes et mise en évidence de la formation de cônes aux extrémités de l'échantillon sous compression uniaxiale en frettage. D'après [Hawkes 1970].

On constate après simulation que deux zones coniques développent une contrainte en compression radiale, en plus de la compression longitudinale [Santarelli 1987, Paul 1966, Labuz 1993] (Figures 1.35, 36).

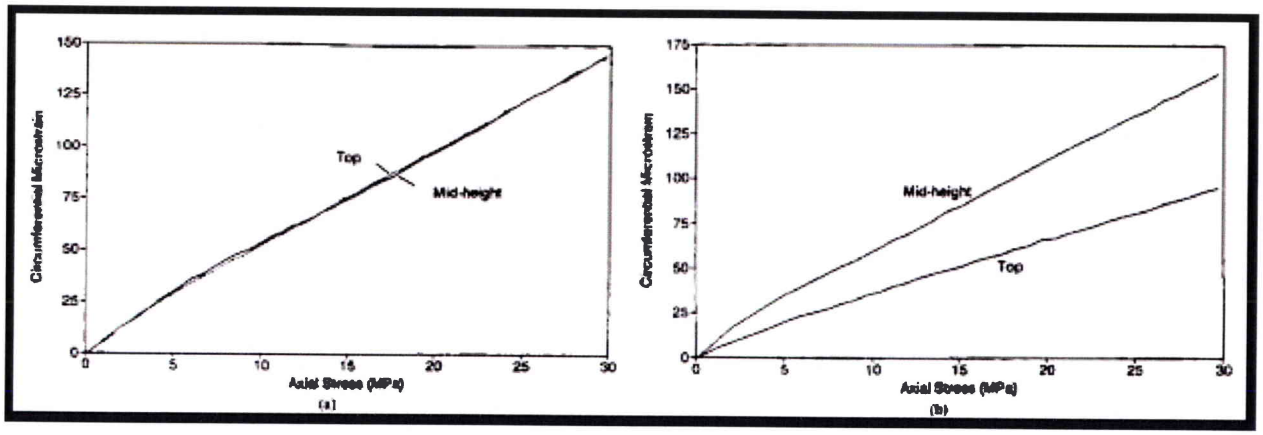


Figure 1.36 : Mise en évidence de l'effet du frettage au contact : Micro-Déformations circonférentielles de l'échantillon dans la portion médiane et près des plateaux.. Les cylindres ont 51,8 mm de diamètre et 104 mm de longueur. Les échantillons sont testés en compression simple en conditions lubrifiées (a) et non lubrifiées (b). D'après [Labuz 1993].

L'activité de propagation se produit essentiellement dans la direction longitudinale (« Tensile cracking »), parallèlement à la direction de compression [Diedrsch 2004]. Le frottement à l'interface induisant la compression radiale, inhibe l'ouverture des fissures dans les cônes.
Les cônes sous l'effet de la pression de confinement sont beaucoup moins sujets à l'ouverture des fissures que le reste de l'échantillon. Ainsi, ils ne sont pas affectés par la propagation et la rupture finale. Sous compression uniaxiale, la microfissuration s'initie dans les zones où la contrainte locale en traction est maximale [Hawkes 1970]. La majeure partie de l'activité de fissuration est ainsi répartie dans les zones latérales (voir Figure 1.33, 34).
Cette augmentation de la rigidité, dans les zones coniques, vue dans les essais sans lubrification, participe à l'augmentation de la résistance globale en compression. Ce résultat a été mis en évidence par Labuz (1993) et El Bied (1999 a,b). Dans ces conditions, la valeur de la contrainte maximale en compression uniaxiale (CCU) est modifiée, elle est de ce fait supérieure à la valeur réelle (voir Figure 1.33).

Pour la caractérisation des propriétés mécaniques sous compression d'une roche, la rupture en cône est donc signe que les mesures ne sont pas intrinsèques.

Rupture oblique : toujours due au frettage

L'idée d'une dominance de la rupture oblique en compression uniaxiale, est attribuée à Coulomb (Figure 1.37 citée par Bell 1973), ce mode de rupture est principalement influencé par les conditions aux limites [Hardy 1966]. Deux facteurs rentrent en jeux dans le chargement en compression : les forces frottantes (frettage) [Labuz 1993, 1996] et l'uniformité du chargement aux extrémités de l'échantillon.
Papamichos (1998), Vardoulakis (1998) démontrent que la rupture oblique, dans le cas d'un essai de compression uniaxiale, est, en général, attribuée à un confinement dû au frottement plateau/échantillon. En effet, les perturbations du champ de contrainte à l'interface induisent l'apparition de contraintes de cisaillement.

La rupture oblique vue lors des essais en compression uniaxiale [Peng 1972, Paul 1966, Papamichos 1998…], serait donc un cas particulier de la rupture en cône. En effet, les fissures se propagent toujours dans la direction de la contrainte déviatorique maximale [Hawkes 1970]. Dans le cas des essais non lubrifiés, le chemin est un **X** (voir Figure 1.34). D'après Paul 1966, les macrofissures, produites autour des cônes, se joignent suivant un des côtés du X.

Il est clair que d'autres paramètres comme la non-uniformité du chargement, un mauvais centrage de l'échantillon ou un défaut de parallélisme, peuvent aussi participer à une mauvaise répartition de la déformation pendant le chargement et par suite l'apparition de la rupture oblique.
Les ruptures obliques peuvent notamment se produire dans le cas d'un chargement uniforme ; une orientation préférentielle de plans de faiblesses d'une roche anisotrope, peut induire ce type de rupture [Hardy 1966].

À moins d'une faiblesse de la structure de la roche suivant un plan oblique, sous compression uniaxiale, ***la rupture en cône ou oblique est essentiellement due aux conditions défectueuses de l'essai. Les efforts de friction induisent aux contacts et une répartition non uniforme de la déformation.***

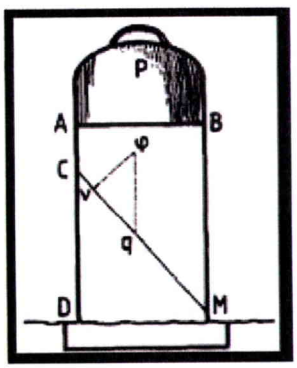


Figure 1.37 : Reproduction du dessin original de Coulomb, concernant le mécanisme de rupture oblique critique en compression uniaxiale. Voir [Bell 1973].

Rupture en clivage axial « slabbing » (avec plateau lubrifié) :

Ce type de rupture (Figure 1.38) a été beaucoup observé par le passé sur les roches. [Griggs 1960, Wawersik 1970,1971, Vutukuri 1974, Fairhurst 1966,1970, Paul 1966, Paterson 1978, Hakami 1987, Santarelli 1989, Kondo 1988]. La littérature affirme que ce mode de rupture est un mode de rupture intrinsèque dans le cas des matériaux fragiles sous une contrainte compressive uniaxiale macroscopiquement homogène.

Si on optimise les conditions aux limites, lors des essais de compression uniaxiaux, en éliminant les défauts de parallélismes et en utilisant un système antifrettage adéquat, on écarte les effets de frettage à l'interface. Dans ces conditions, la contrainte est homogène, les macrofissures se propagent dans la direction de la contrainte compressive principale. La rupture macroscopique apparaît suite aux interactions et coalescence des fissures et sépare l'échantillon en colonnes (Figure 1.38, 39). D'après Nemat-Nasser (1983) la rupture axiale des roches (splitting) est fondamentalement due à une croissance instable des fissures extensives « tensile cracks ». Ces dernières se propagent des bouts de fissures vers la direction de compression maximale.

Ce mode de rupture a été appelé de plusieurs manières : « SLABBING » par Wawersik (1970) « AXIAL CLEAVAGE FRACTURE » par Rinehart (1996), et « AXIAL SPLITTING » par Paul 1966 et Haied (1997). Dans des conditions d'essais idéales, la rupture en clivage axial est le résultat d'une extension radiale de l'échantillon. La rupture en clivage axial, est due à des contraintes locales microscopiques de traction autour des fissures (Figure 1.39). Cette interprétation a été évoquée en premier par Fairhust (1966) pour expliquer la propagation des fissures dans la direction parallèle au chargement. Paterson (1978) fait remarquer que la rupture en extension se produit dans l'absence de contrainte macroscopique de traction.

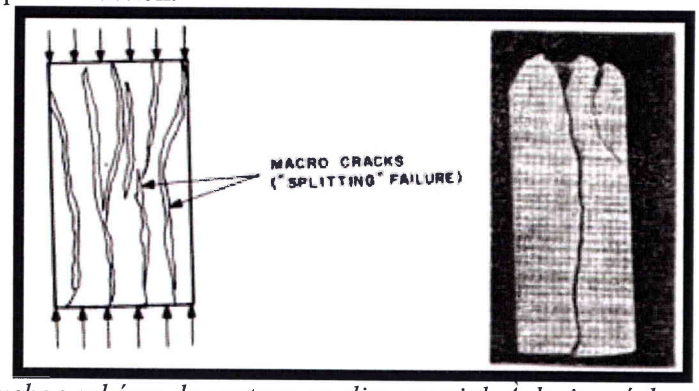


Figure 1.38: À gauche : schéma de rupture en clivage axial. À droite : échantillon de calcaire d'Indiana chargé en compression et en conditions lubrifiées. D'après [Paul 1966]

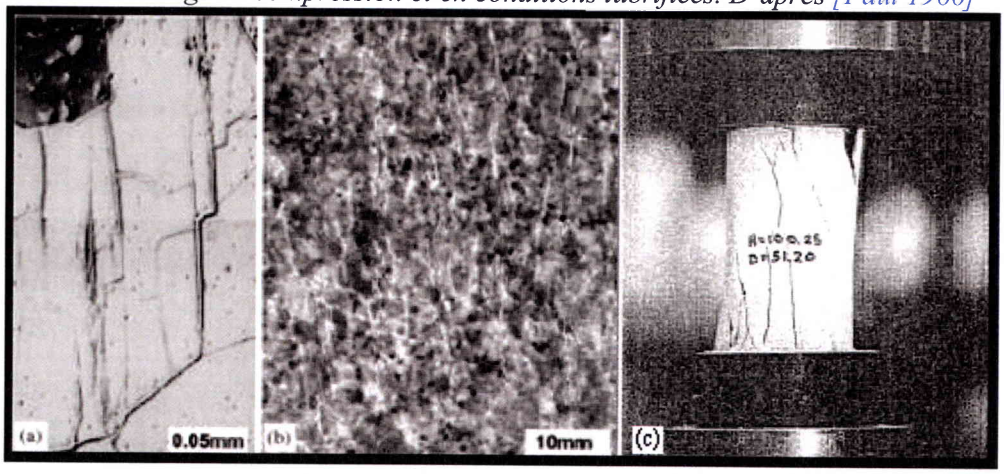


Figure 1.39 : (a) Microfissuration axiale dans le granite de Westerley, d'après [Wong 1982], (b)Fissures axiales dans le granite du lac de Bonnet [Diederichs 2004], (c) Rupture en clivage axial du grès de Berea [Vardoulakis 1998]. Dans les trois cas, la direction de compression est verticale.

La rupture en clivage axial peut aussi être le résultat d'une rupture par intrusion ou extrusion, dans ce cas la rupture ne serait pas intrinsèque. La rupture par intrusion peut être une conséquence de la pénétration du lubrifiant dans une roche poreuse créant des contraintes extensives suite à la mise sous pression des pores ; ou aussi l'intrusion d'un défaut du plateau créant un poinçonnement de l'échantillon [Chen 1975]. (Figure 1.40)

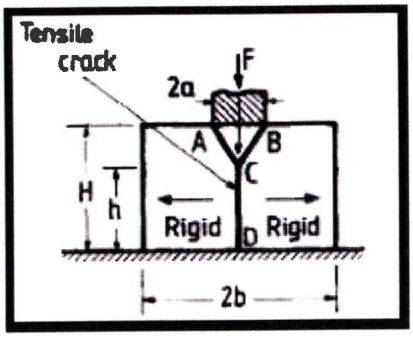


Figure 1.40 : Fissure axiale issue de l'effet de Poinçonnement en compression uniaxiale. D'après [Chen 1975].

La rupture par extrusion peut être due, comme le fait remarquer Vardoulakis (1998), à des inserts antifrettage. En effet, si les inserts sont plus souples que la roche testée, des contraintes de traction latérales peuvent alors apparaître aux extrémités de l'échantillon, causant le développement de fissures axiales régulières (et non aléatoire). Un travail original proposé par Qiao 2004 a permis de mettre en lumière l'effet de la friction sur le mode de rupture et la résistance limite en compression de la roche (voir Figure 1.42 page suivante).

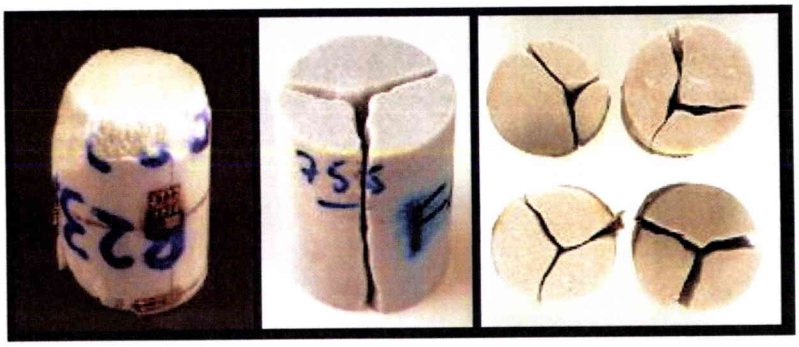


Figure 1.41 : De gauche à droite : Rupture par extrusion et endommagement au bord dû à la plaque (en Téflon) de protection du lubrifiant. Rupture par intrusion due à la pénétration du lubrifiant (sans protection). Rupture en clivage axial « pur » (protection en latex et lubrification). D'après les essais sur le grès de Fontainebleu d'El Bied (2000) .

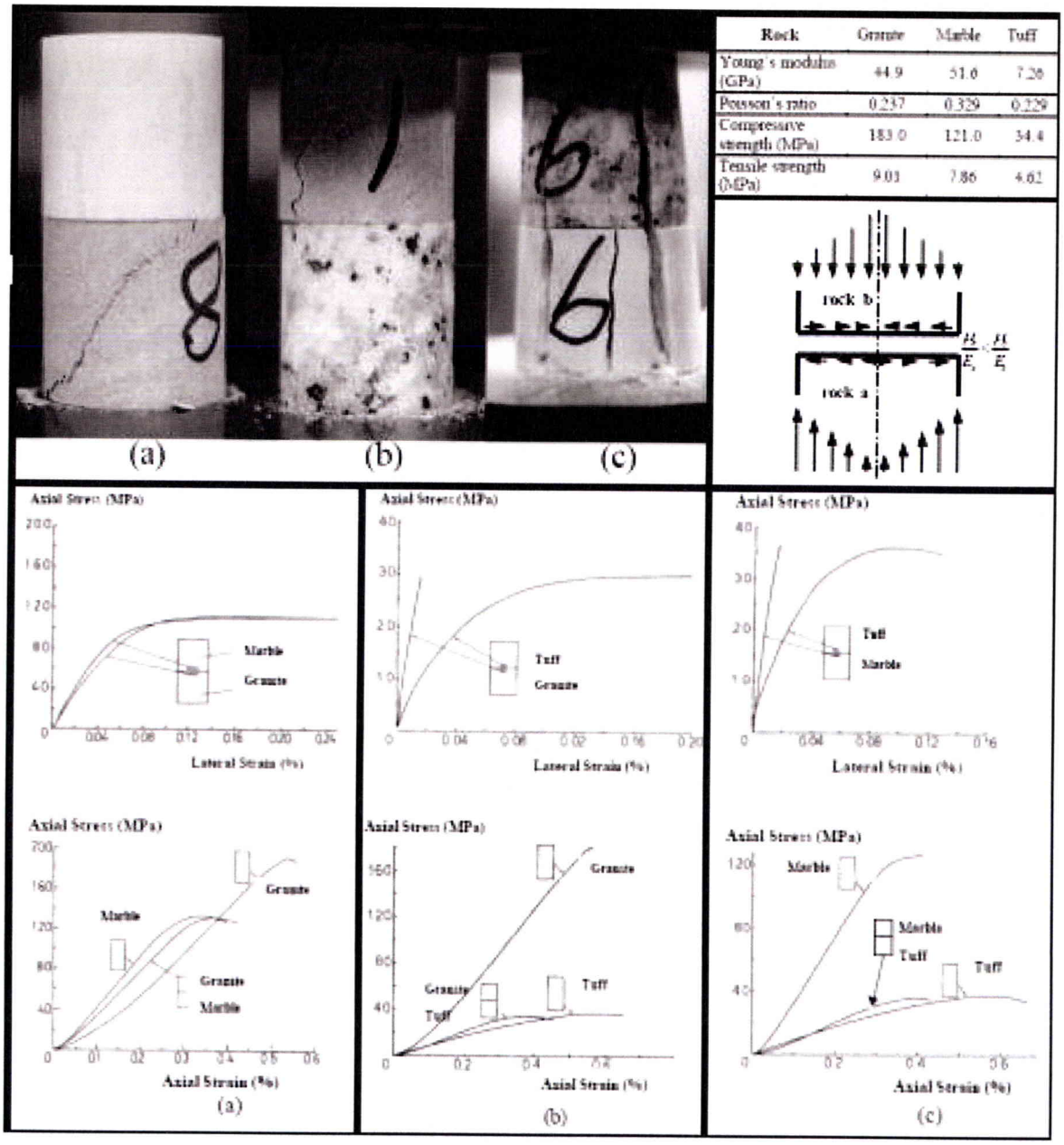


Figure 1.42 : Effet de la friction sur la rupture et la contrainte compressive maximale. En haut à gauche : mode de rupture de roches stratiformes sous compression uniaxiale (a)Marbre-tuff, (b) Tuff-granite, (c)Granite marbre. En haut à droite : diagramme de la distribution des forces de cisaillements dans le plan de contact (μ :Coefficient de Poisson, E :Module de Young) et tableau des propriétés des trois roches.
En bas, courbes contrainte axiale déformation latérale et axiale des trois roches stratiformes. On remarque dans ces travaux l'influence du phénomène de friction sur le mode de rupture, dans l'ensemble (a) (b) le tuff se rend d'une manière signe de l'effet de frettage, et l'ensemble (c) ou les rapports μ/E (sont très proches (0,006 pour le marbre et 0,005 pour le granite)une rupture en clivage axial. Notons aussi que dans ce cas contrairement aux essais (a) et (b) la fissure s'est propagée dans le granite. D'après [Qiao 2004].

D'âpres Vardoulakis (1998), Shah (1995), Schlangen (1994) et Labuz (1993) un plateau parfaitement lubrifié poussera d'une manière homogène toutes les particules du matériau. Les solides fragiles auront tendance à se rompre, suite à une formation aléatoire des microfissures verticales et inclinées, et leur propagation sera suivant la direction axiale.

Cependant, El Bied 2000 (P174-177) laisse entendre qu'une propagation axiale aléatoire des fissures est due à un mauvais contact échantillon plateau. Il émet l'idée que la rupture intrinsèque avec une répartition de déformation uniforme correspond à une rupture à 120° en trois blocs (clivage axial « pur »). El Bied a effectué des tests avec lubrification sans et avec imperméabilisation latex sur le grès de Fontainebleu, et a observé ce mode de rupture avec une bonne répétabilité. Pour lever le doute sur d'autres causes, El Bied confirme par différents essais et mesures que ce type de rupture est indépendant de :

- L'effet du poinçonnement du plateau,
- Des conditions de pilotage de la presse,
- De la saturation de l'échantillon, de l'élancement,
- De la colle utilisée pour les jauges, ni de la roche elle-même.

Des essais effectués sur des échantillons de marbre, de granite, de gypse et de calcaire présentent la même rupture en clivage axial à 120°. La propagation aléatoire des fissures en clivage axial est donc due à un défaut de contact où la mesure de la déformation radiale est très perturbée, par contre la rupture en clivage axial à 120°, donne des mesures de déformations radiales uniformes.

En conclusion, ces observations font naître un doute quant à la rupture intrinsèque sans donner de vraies réponses, puisque finalement, El Bied confirme le fait que le clivage axial et la rupture en extension sont des modes de ruptures intrinsèques.
La plupart des études sur la rupture en compression uniaxiale, ne vont pas dans le même sens que cette allusion. Car dans ces conditions la porosité, la densité et la géométrie des microfissures, leur répartition spatiale dans l'échantillon, la taille de grain, n'ont aucune influence sur la propagation et l'endommagement. Or, la plupart des études et des essais (avec ou sans entailles) prouvent le contraire.

Ruptures combinées :

Dans certains cas, on peut observer des modes de ruptures combinées (Figure 1.43) [Bésuelle 1998, Papamichos 1998]. Ceci peut survenir quand l'intensité de frottement à l'interface est comprise entre une valeur faible (correspondant à la rupture axiale) et une valeur intermédiaire (correspondant à la rupture oblique de cisaillement) ou plus intense correspondant à la rupture en cônes.

Santarelli (1987), observe un mode de rupture mixte consistant en un clivage axial à la périphérie de l'échantillon et un cisaillement au centre de l'échantillon sur le grès, dû à un confinement appliqué par les plateaux de la presse. Toujours dû à un frottement résiduel à l'interface, Bésuelle (1998) observe le même type de rupture combinée, que Santarelli sur le grès des Vosges. Papamichos (1998) observe aussi une rupture mixte se traduisant par une combinaison d'une bande de cisaillement et d'une rupture axiale sur le grès rouge de Wildmoor.

Malgré une bonne lubrification, on note grâce aux travaux cités précédemment, que l'élancement joue, aussi un rôle important sur le mode de rupture [Wawersik et al 1990, Labuz et al 1996, Albert 2000]. D'après Bésuelle (1998), la rupture en cône est répétable pour des échantillons avec un élancement de 1 malgré la lubrification. La rupture en cône n'est pas du tout observable dans le cas d'échantillon avec un élancement de 2 [Bésuelle 1998] ou 1,5 dans les travaux de Pellegrino 1995.

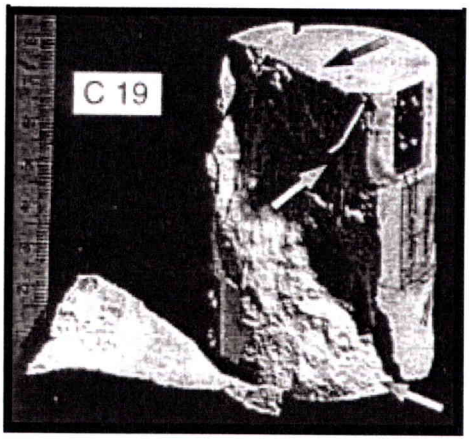


Figure 1.43 : Rupture combinée d'une éprouvette d'élancement 1.5 lubrifiée: les flèches indiquent les traces des cônes de frottement et la fissuration nette à la base du cylindre. D'après [Pellegrino 1995].

En résumé : Sous compression uniaxiale, la population de défauts aléatoirement répartie dans la roche, tend à se localiser avec l'augmentation de la charge devenant de plus en plus localisée. Cette localisation s'accompagne d'une formation de colonnes suivant des fissures parallèles à la direction de chargement [Kranz 1983]. Sondergeld et Esty (1981) confirment par des mesures acoustiques ces observations. Brady (1985) et Wawersik (1970) pensent que la prédominance relative des types de ruptures, qu'on a vu précédemment, dépend : de la roche testée, de sa résistance, de son anisotropie, de sa fragilité, ainsi que de la taille des grains. Il est clair que ces paramètres jouent un rôle non négligeable dans la réponse sous compression uniaxiale de la roche ; mais les études récentes [Vardoulakis 1998, El Bied 2000, Labuz 1993, Santarelli 1987, Kondo 1988 et bien d'autres] montrent que les conditions d'essais influencent majoritairement le type de rupture.

Aussi, dans des conditions idéales de compression (pas de défauts de parallélisme, lubrification et protection de l'échantillon dans le cas des roches très poreuses, élancement adéquat ...) la rupture en clivage axial est le mode de rupture intrinsèque pour la plupart des roches.

Conditions d'essai et précautions :

Le paragraphe précédent montre que les conditions d'essais doivent donc être considérées avec beaucoup de prudence. Avant de réaliser la campagne d'essai, nous faisons le point sur les résultats vus dans la littérature concernant les conditions d'essai.

Principe et Difficultés de réalisation de l'essai de compression uniaxiale :

Les données obtenues dans un test de compression uniaxiale conventionnel sur un échantillon consistent en une force axiale F, appliquée à l'échantillon et le déplacement axial U_{ax}. Notons σ_{ax} la contrainte axiale, ε_{ax} la déformation axiale, S_o, L_o la section et la longueur initiale de l'échantillon. La contrainte axiale et la déformation axiale sont calculées comme suit: $\sigma_{ax} = F/S_0$ et $\varepsilon_{ax} = U_{ax} / L_0$.

L'interprétation des essais est classiquement basée sur les hypothèses suivantes : l'échantillon matériel est homogène, la distribution de contrainte uniaxiale est uniforme à l'intérieur des échantillons, l'état du champ de déformation de l'échantillon est homogène, il n'y a pas de changement significatif de la géométrie de l'échantillon durant le test et les surfaces de chargement sont toujours les plans principaux. Même si le souci principal de l'expérimentateur concerne l'uniformité des champs de contraintes et de déformations imposés à l'éprouvette, cette condition d'uniformité n'est généralement pas respectée durant le chargement de compression (Figure 1.61). En effet, plusieurs paramètres influencent la répartition de la déformation dans l'échantillon lors des essais statiques de compression, les principales variables sont :

1. Le matériau de par son hétérogénéité.
2. Le contact : échantillon/plateau de chargement.
3. La géométrie de l'échantillon.

Les différents défauts induits par la géométrie de l'échantillon et le contact échantillons plateau accentue l'hétérogénéité de distribution de la déformation dans l'échantillon.
Par contre, plusieurs méthodes existent pour en diminuer l'effet. Toutes les études vues dans la littérature et les normes d'essais de compression, préconisent la rectification des échantillons pour minimiser les défauts de parallélisme et de perpendicularité (<0,01mm) mais aussi l'utilisation d'un montage avec rotule lors des essais de compression.

Concernant les autres paramètres comme l'élancement ou le contact plateau/échantillon, la littérature relate de l'influence des différents paramètres contrôlables lors de l'expérience, mais les avis divergent quant à la définition de conditions idéales « universelles » d'essais de compression sur les roches.

Pour réaliser des essais intrinsèques et mettre à jour les conditions optimales dans notre cas, nous avons exploré les résultats et les conditions d'essais existants. Les conclusions des études en laboratoire d'essais de compression sur les roches, nous permettront de réaliser quelques essais mettant en évidence l'effet de ces différents paramètres et par suite valider les diverses constations dans le cas de nos deux marbres (le Blanco de Macael et le Travertino Crema). Nous exposons dans ce qui suit, les conclusions de la littérature et les essais effectués.

1. Hétérogénéité des roches :
De par leur conception, les roches métamorphiques, comme le marbre, présentent une hétérogénéité minérale, mais aussi une hétérogénéité dans la répartition des tailles de grains et des défauts, comme on a pu le constater dans le chapitre précédent. De ce fait, lors des essais de compression, même dans des conditions d'essai optimales, une distribution parfaitement homogène de la déformation dans l'échantillon n'est localement jamais parfaite. Mais l'hypothèse stipulant que la déformation induite dans l'échantillon est **globalement homogène** dans l'échantillon paraît raisonnable.

2. Frottement à l'interface échantillon-plateau:

Il a été reconnu, au moins depuis 1900 [Mohr, 1900], que la distribution des contraintes dans les échantillons est non uniforme et dépend des conditions limites à l'interface entre la roche et les plateaux de chargement (Figure 1.44). Dès le début du chargement, un état de contraintes et de déformations, non uniforme à l'intérieur du corps considéré, se développe suite à la présence de frottement à l'interface entre le système de chargement, c'est-à-dire les plateaux de la presse et les faces extrêmes de l'échantillon.

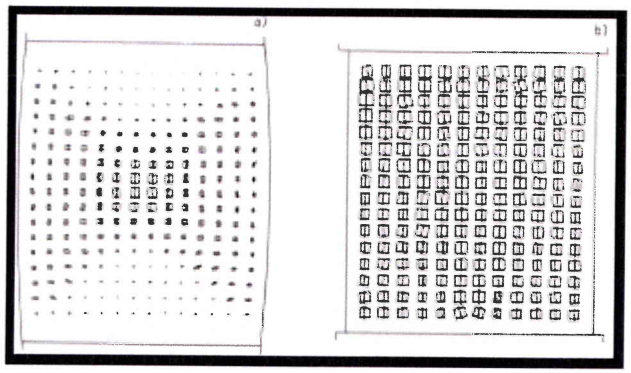


Figure 1.44 : Champ de déformation interne pour un sable dense. (a): Plateaux de chargement non lubrifiés, (b): Plateaux lubrifiés). D'après [Deman, 1975].

Un grand nombre de chercheurs ont souligné les perturbations induites par le frottement entre l'échantillon de roche et la tête des pistons de chargement. [Mohr 1900, Filon 1902, Pickett 1944, D'Appolonia et Newmark 1951, Balla 1960, Conway 1963, Kirkpatrick et Belshaw 1968, Brady 1971, Hudson et al. 1971, Vutukuri et al. 1974, Al-Chalabi et Huang 1974, Deman 1975, Dresher et Vardoulakis 1982, Hettler et Vardoulakis 1984, Read et Hegemier 1984, Vardoulakis et Dresher 1985, Vinegar et al. 1991, Papamichos 1992].
Ils en ont concluent qu'en l'absence de système anti-frettage, la contrainte axiale normale σ_n n'est plus uniforme et n'est plus une contrainte principale. L'état de contrainte dans l'échantillon dans le cas d'un essai de compression simple n'est plus uniaxial. Aux surfaces de contact, l'effet du frottement tangentiel et les contraintes de cisaillement à l'extrémité de l'interface, introduisent donc un état triaxial de contrainte. La résistance de la roche dans cette région augmente. Cette région s'étend à l'intérieur de l'échantillon sous la forme d'un cône et une mise en tonneau de l'échantillon est perçue. Ces résultats ont été confirmés par différents essais expérimentaux mais aussi des travaux de simulation [voir Pellegrino 1995, Sheng et al.1997].

Afin d'atténuer et de limiter l'effet de frottement, plusieurs solutions ont été proposées dans la littérature. La première, et qui est aujourd'hui présente dans toutes les normes, est la rectification et le polissage des plateaux de chargement et de l'échantillon, cette procédure permet de minimiser dans un premier temps le frottement à l'interface.

Pour réduire le frottement (l'effet de frettage), on peut agir de deux manières, soit en insérant un matériau entre le plateau et l'échantillon dont le rapport ν/E approche celui de la roche testée, soit en lubrifiant l'interface plateau échantillon pour réduire le coefficient de frottement μ. Plusieurs études ont été réalisées dans les deux cas. Nous exposons dans ce qui suit les différentes conclusions.

Pour la solution avec des inserts, les travaux de Tillard 1992, Peng et johnson 1972, Peng 1971, Hoek 1965, montrent que si les plateaux de la presse ont une expansion supérieure ou inférieur (rupture en cône) à celle de l'échantillon le chargement sera non uniforme. Sachant que la plupart des roches peuvent être « égalisées » (ν/E) par des métaux, différents tests de compression avec des inserts métalliques de même section que l'échantillon testé ont été effectué par Peng 1971 sur le granite, avec un plateau en acier présentant le même rapport ν/E, la déformation constatée dans ce cas est uniforme.

La difficulté de cette technique réside en premier dans le fait qu'il faut trouver un matériau qui est le même rapport ν/E recherché. Aussi, comme le fait remarquer Wawesik et Fairhust 1970, il est impossible de maintenir une propriété d'égalisation parfaite pendant tout le chargement, puisqu'une fois la fissuration atteinte le module d'élasticité et le coefficient de Poisson changent. Par suite, ce concept est restreint à la région élastique de l'essai.

Cette solution nous permet d'envisager un cas de figure permettant une parfaite égalisation. En effet en insérant la même roche entre le plateau et l'échantillon testé l'égalisation est parfaite. Le problème dans ce cas de figure sera le frottement induit par le contact insert (roche)/le plateau qui pourrait influer sur le contact roche/insert. Aussi, l'insert (de faible élancement) doit avoir une taille représentative du matériau, ce qui oblige l'expérimentateur à tester des échantillons plus grands au préalable.

Aussi, les travaux de Qiao 2004 ont montré que la rupture de « l'insert roche » influence la roche testée et vis versa. Pour l'étude des propriétés élastiques, cette méthode est envisageable et présente beaucoup d'avantages, mais pour l'étude de la rupture cette technique pourrait présenter quelques difficultés d'interprétation.

Mis à part ces deux techniques, d'autres solutions beaucoup plus contraignantes au niveau de la réalisation et de la maintenance, et par suite, non envisageables dans le cas de grande compagne d'essais, ont été vues dans la littérature ; on peut citer l'exemple du système de peigne vu par Brady et Brown (1985), ou aussi la conception de plateau poreux en fibre de bois vu par Hast 1943 lors des tests de béton.

En résumé, la méthode des inserts permettant de diminuer l'effet de frettage par une égalisation du rapport ν/E est utile pour la détermination des propriétés élastiques, mais présentent des difficultés dans les phases d'endommagement.

Reste maintenant à explorer les méthodes agissant sur le coefficient de frottement à l'interface plateau échantillons. D'après la loi de frottement de Coulomb, la résistance au glissement à une interface est exprimée en terme de coefficient de frottement μ. Le coefficient de frottement n'est pas une propriété matérielle, mais un indicateur des effets de frottements. Pour réduire le frottement à l'interface la méthode consiste en l'application d'un lubrifiant ou d'insert lisse ou lubrifié. Dans le cas des inserts, des essais avec des plaques de Téflon ou de néoprène et différents lubrifiants vus par Tillard 1992 et Vinegar et al 1991, se sont révélés inefficaces. En effet, malgré que le téflon et le néoprène présentent un très faible angle de frottement, leur utilisation ne garantit pas une distribution de contrainte uniforme à l'intérieur des échantillons à cause du problème d'égalisation vu précédemment.
Par contre, dans le cas où un lubrifiant est appliqué entre le plateau de la machine et l'échantillon les résultats sont encourageants. Cela dit l'efficacité du lubrifiant est très importante surtout dans le cas des essais de compression statiques sur les marbres ou on approche 100MPa pour un déplacement de l'ordre d'une centaine de microns.

Différentes études expérimentales [Bridell 1991, Labuz et Bridell 1993, Papmichos 1992] basées sur la loi de frottement de Coulomb ont permis d'évaluer quantitativement l'efficacité d'un grand nombre de lubrifiants [voir Figure 1.45 et Tableau 1.2].

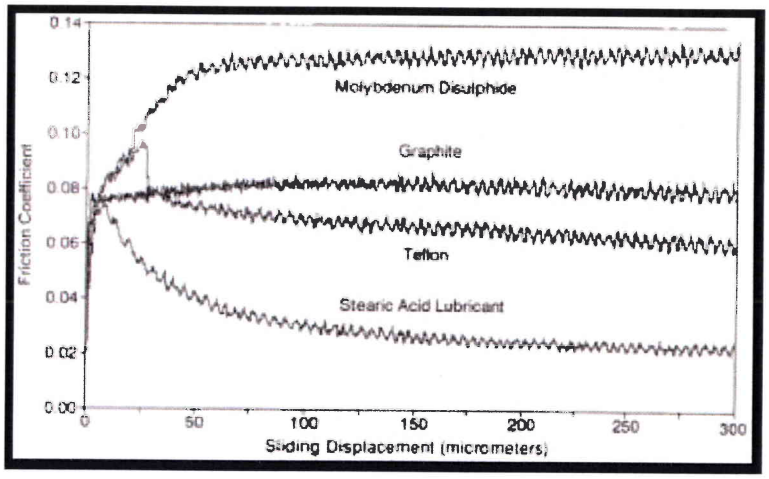


Figure 1.45 : Résultats de test de cisaillements direct d'après Labuz et Bridell 1993. Charge 5MPa, vitesse de déplacement des plateaux 5microns/s.

Contact	**Coefficient de frottement μ**
Acier/roche	≈ 0,3
Teflon / Teflon	0,04
Teflon/Acier	0,1
Lubrifiant	**Coefficient de frottement μ**
Acide stéarique	0,022 (0 ,01-0,06)
Molybdenumdisulfide (MoS_2)	0,032 --
Graphite	0,08 (0,036 –0,13)

Tableau 1.2 : Coefficient de frottement des différents contacts donnés dans la littérature. Coefficient de frottement des lubrifiants mesurés par Labuz et Bridell, entre parenthèses les résultats obtenus par d'autres méthodes vues dans la littérature.

D'après Labuz et Bridell le meilleur lubrifiant est l'acide stéarique, ce mélange de vaseline et de cristaux d'acide stéarique a beaucoup été utilisé dans les tests de compression [Papamichos 1992, Pellegrino 1995, Bésuelle 1999, El Bied 2002] et a fournit des performances jugées excellentes.

En plus de l'action de réduction de frottement, le mélange acide stéarique-vaseline fournit un **excellent couplant acoustique entre les capteurs d'émission acoustique** et les surfaces de l'échantillon. Dans le cas des roches très poreuses et absorbantes, une imperméabilisation des échantillons doit être envisagée pour éviter les ruptures par intrusion.

En résumé, pour éviter les effets de frottements les solutions antifrettage avec des inserts sont envisageables pour déterminer les constantes élastiques, mais présentent beaucoup de difficultés dans

la phase d'endommagement. La lubrification avec l'acide stéarique quant à elle paraît être une solution plus simple qui a été beaucoup utilisée et a fourni de bons résultats.
Cela dit d'autres paramètres relatifs à la géométrie de l'échantillon influent sur le comportement, nous détaillons dans ce qui suit l'effet de l'élancement et l'effet d'échelle.

3. Effet de l'élancement

Aussi il a été reconnu que l'élancement (longueur / diamètre) de l'échantillon influence les propriétés mécaniques, tant au niveau de la résistance que dans la courbe contrainte déformation. Les différents travaux d'El Bied 2002, Paterson 1978, et Jaeger et Cook 1976, montrent que la dépendance de la valeur limite en compression par rapport à l'élancement cache en fait une influence sensible du frottement à l'interface. En effet, un faible élancement de l'échantillon (<1) va accentuer l'effet de frottement. L'état de contrainte triaxial induit par le frottement affectera un volume de l'échantillon de plus en plus important que l'élancement diminue, retardant ainsi la fissuration.

Les différentes études [Brown et Gonano 1974 cité par Brady et Broawn 1985, Kartashov et al 1970 cité par Vutukuri et al 1974,Pellegrino 1995, Papamichos et al 1998, Bésuelle 1999, El bied 2002] concluent que plus on augmente l'élancement plus on diminue l'influence du frottement, mais un élancement trop important (>3) peut induire des instabilités par flambement et sous-estimer dans ce cas la contrainte limite [Vardoulakis et Sulem 1993, 1995, Pellegrino et al 1997].

D'un autre côté, diminuer l'élancement accentue l'effet du frottement et on peut alors surestimer la contrainte au pic (figure 1.61b). [voir relations empiriques Vutukuri 1974]. Les essais sous compression uniaxiale sans système anti-frettage [voir Moggi 1966, Starfield et Wawersik 1972, Paterson 1978] montrent qu'arrivée à une valeur d'élancement, l'influence du frottement devient négligeable (Figure 1.61c).

Par exemple, les travaux de Kartashov et al. ont permis de définir un élancement idéal de 1,7 dans le cas du grès, aussi, un élancement de 2,5 a été définit comme optimum dans le cas de la dolomite de Dunham par [Moggi 1966].
Contrairement, les essais avec un système anti-frettage montrent qu'il n'y a presque pas d'influence de l'élancement [Brown et Gonano 1974] pour des rapports hauteur sur longueur entre 0,5 et 3. En effet, le système anti-frettage diminue considérablement le frottement, mais on ne peut complètement l'éliminer. Ceci a été démontré dans le cas du granite de Westerley, et du marbre [Kartashov 1970]. Dans ces conditions, la résistance au pic, de l'échantillon, est représentative de la résistance propre intrinsèque (Figure 1.46a)

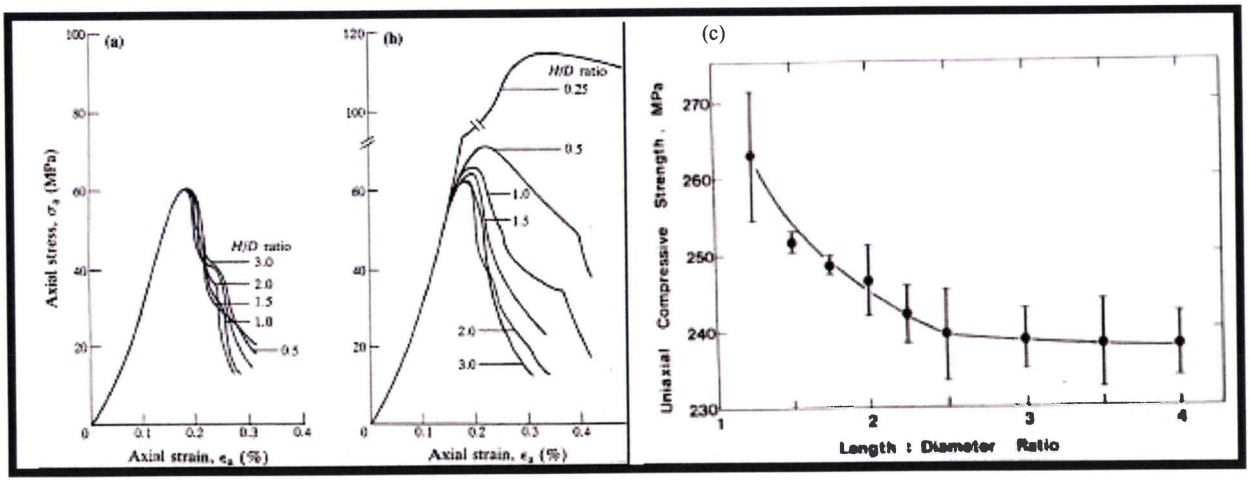


Figure 1.46 : a) Effet de l'élancement sur la courbe contrainte déformation en condition anti-frettés, b) Condition sans système anti-frettage. D'après les essais du marbre de Wombeyan de [Brown et Gonano 1974]. c) Effet de l'élancement sur la contrainte limite en compression en condition frettées du granite de Westerley. D'après [Moggi 1966].

Effet d'échelle :

L'effet de taille implique une dépendance du comportement relativement à la taille ou la dimension de l'échantillon. Dans le cas des **roches non fissurées,** Brace (1981) déclare que le module élastique est très peu dépendant de la taille de l'échantillon même pour des échantillons allant jusqu'à un mètre. Contrairement, dans le cas **des roches fissurées** [Heuze 1980] le module élastique peut être réduit à un niveau très faible quand la dimension varie. Cela dit dans le cas des roches **en général** des effets de tailles marqués ont été notés sur la résistance en compression uniaxiale [Vutukuri et al. 1974, Paterson 1978, Brace 1981].

L'explication la plus répandue est la théorie statistique de Weibull qui stipule que plus on augmente le volume testé plus la probabilité de rencontrer un défaut majeur augmente. Ce résultat a été confirmé par plusieurs études sur des roches tendres [Paterson 1978]. Par contre, les études rapportées dans Brown 1971 montrent d'autres types de comportement, aussi les études rapportées par Santarelli 1987 montrent que l'effet d'échelle n'est pas perceptible sur la valeur de la contrainte limite.(voir Tableau 1.3).

AUTHORS	ROCK	VOL. RANGE (cm^3)	SR
Mogi (1962)	Marble	16 to $2\ 10^3$	1.12
Lundborg (1967)	Granite	5 to 154	1.25
Hoskins and Horino (1969)	Plaster	25 to $5.5\ 10^3$	1.08
	Limestone	25 to $1.3\ 10^4$	1.08
	Marble	25 to $5.5\ 10^3$	1.07
	Sandstone	25 to $1.6\ 10^3$	1.01
	Granite	25 to 694	1.12
Hodgson and Cook (1970)	Shale	11 to $2.2\ 10^5$	1.16
	Quartzite	11 to $2.2\ 10^5$	1.42
Hudson et al. (1971a)	Marble(3)	16 to $2.5\ 10^3$	1.25
	Marble(2)	11 to $1.6\ 10^3$	1.26
	Marble(1)	5 to 844	1.31
	Marble(.5)	3 to 422	1.17
	Marble(.3)	2 to 281	1.15
Swolfs (1983)	SandstoneV	11 to $4.9\ 10^3$	1.29
	SandstoneH	11 to $4.9\ 10^3$	1.37
	DioriteV	30 to $6.5\ 10^3$	1.38
	DioriteH	180 to $5.3\ 10^3$	1.20

Tableau 1.3 : Effet de taille sur différentes roches testées dans des tests uniaxiaux. (vol. range : gamme de volumes d'échantillons), (SR : Rapport de la résistance maximum sur la résistance minimum mesurée dans cette gamme), (dans le cas de l'étude de Hudson et al (1971) sur le marbre, le rapport hauteur sur diamètre est indiqué entre parenthèses), (dans le cas de l'étude de Swolfs (1983), v et h indiquent respectivement les échantillons verticaux et horizontaux. D'après Santarelli, (1987) cité par El bied (2002).

El Bied (2002) fait alors remarqué que les conditions d'essais peuvent influencer les limites de rupture, mais il n'y a pas suffisamment d'études dans la littérature réalisée avec et sans systèmes anti-frettage mettant en évidence l'effet d'échelle. Cela dit seule l'explication statistique de Weibull stipulant que l'augmentation du volume augmente la probabilité de l'existence de défauts majeurs est notable. Par conséquent, les essais exposés par Santerelli (1987) prouvent que la taille du VER a été respecté et qu'il n'y a pas de défauts majeurs dans les échantillons de grande taille testés, ce qui explique les rapports SR proche de 1 .

1.2.3 Conclusions :

Le but de notre étude étant de réaliser la caractérisation mécanique des propriétés intrinsèques pour l'intégration du marbre dans le bâtiment. Des essais sans système anti-frettage pourraient nous fournir des pistes quant à la configuration des colonnes de soutiens permettant de favoriser la tenue à la contrainte. En effet, grâce à l'observation des modes de ruptures caractéristiques les essais en conditions frettées nous permettraient de mettre en évidence et de quantifier l'influence du frottement, de l'élancement sur la contrainte limite en compression.

Aussi, des pistes exploitables par la suite lors de la construction, pourront être envisagées. Egalement, ces essais permettraient de déterminer l'élancement optimum, atténuant ainsi au maximum les effets de frottement et d'éviter l'instabilité par flambement lors de la caractérisation du marbre sous compression.

Les études vues dans la littérature nous permettent pour l'instant de dire que le système anti-frettage le plus efficace (essais propres à la roche) est la lubrification avec l'acide stéarique avec protection imperméabilisante, mais concernant l'élancement optimum et l'effet d'échelle les conclusions doivent être vérifier dans le cas de nos marbres, cela dit, des indications constructives, quant à la procédure expérimentale, ont été apporté par cette étude, mais aussi des points de comparaison des modes de ruptures sont maintenant possibles.

1.3 Observation des mécanismes d'endommagements locaux des roches sous compression uniaxiale :

Les roches sont des matériaux fragiles hétérogènes à plusieurs échelles. Il a été établi précédemment que la rupture des milieux hétérogènes fragiles sous compression est due à la génération, la croissance et la coalescence des microfissures qui induisent un endommagement local, se traduisant par une rupture catastrophique à l'échelle macroscopique [X.H. Xu 2005].

Pour comprendre le comportement en déformation des roches, et en soustraire des modèles théoriques performants, l'investigation de l'effet de la sollicitation mécanique sur la roche ne doit pas se limiter à l'échelle macroscopique, mais elle doit s'étendre aux phénomènes microscopiques locaux.
Il est par suite utile : d'observer à l'échelle microscopique la variation et le développement des fissures, de déchiffrer et de caractériser les schémas de fissurations. Dans ce but, beaucoup d'études sous microscope électronique ont été réalisées.

Ces études visent la compréhension des différents mécanismes : de fermeture de fissure [Batzle et al 1980], de croissance de la rupture, lors d'essais d'indentation [Lindqvist et al 1984 , Zhang et al 2000], de propagation en bout de fissure [Noeln-Hoeksema et Gordon 1987] ou d'initiation et de propagation sous compression du marbre [Zhao 1998, Zhao et al 1992, 1993a,b]

Cette partie de l'étude bibliographique est basée sur les différentes observations expérimentales. Elle s'articule en deux étapes : la première concerne l'initiation de l'endommagement à l'échelle locale ; nous y décrivons la morphologie des fissures préexistantes dans les roches susceptibles d'initier l'endommagement, ainsi que les mécanismes de créations et de fermetures de fissures.
Nous exposerons dans la deuxième étape, les schémas de propagation et de coalescence, vus dans la littérature.

1.3.1 Initiation de l'endommagement

Dans le cas des roches sous faible pression de confinement, les phénomènes plastiques étant négligeables par rapport à la fissuration [Blair 1998], l'initiation de l'endommagement sous sollicitations mécaniques à température ambiante, se traduit toujours par la création d'une fraction vide dans le matériau. D'ailleurs, le seuil d'initiation a été défini, dans le paragraphe précédent, comme étant le début de l'augmentation non linéaire de la déformation radiale et volumique ou le début de la déformation dilatante [Martin 1993, Eberhardt 1999].

Cette portion de vide adjointe à la roche de départ, est soit le résultat de la création d'une nouvelle fissure, soit de l'ouverture d'une ou plusieurs fissures déjà préexistantes. Nous faisons dans ce qui suit le bilan des différentes fissures reconnues dans la roche, qu'elles soient déjà préexistantes ou nucléées suite au chargement.

1.3.1.1 Les fissures préexistantes ou nucléées dans les roches :

On sait que les mécanismes d'initiation permettent la germination de plusieurs types de microfissures. D'autres fissures (méso, macro, inter intra granulaire, interconnexion …) peuvent aussi survenir lors du métamorphisme ou se développer pendant le chargement.
Les marbres calciques peuvent donc contenir un ensemble de fissures, susceptibles d'initier l'endommagement. Dans la littérature, on note une utilisation abusive des différents termes décrivant les discontinuités et les ruptures. Le sens étant le plus souvent confus. Nous définissons et nous décrivons, dans ce qui suit, les types ainsi que les morphologies possibles des fissures nucléées et préexistantes.

Microfissures :

Simmons et Richter 1976 décrivent, dans leurs travaux sur les roches ignées, les caractéristiques des microfissures. Ils définissent une microfissure comme étant : *« Toutes ouvertures dans une roche qui possèdent une ou deux dimensions plus petites que la troisième… Pour les microfissures 'planes' une dimension est beaucoup plus petite que les deux autres, l'élancement ou le facteur de forme « ratio aspect » de la fissure (largeur/ longueur) doit être inférieur à 10^{-2} mm et est typiquement compris entre 10^{-3} et 10^{-5}. La longueur… est de l'ordre de 100µm ou moins ».*
L'élancement, « ratio aspect » énoncé par Simmons et Richter, s'applique à la majorité des fissures de la roches (micro, méso et macroscopiques). Engelder (1987) définit les microfissures comme étant des discontinuités planes dont la plus grande dimension est de l'ordre du diamètre d'un ou plusieurs grains, soit une longueur variant du micron au millimètre.

Aussi, suivant leurs longueurs respectives les fissures peuvent donc être subdivisées en trois classes : Les fissures macro, méso et mésoscopiques. (voir Figure 1.47)

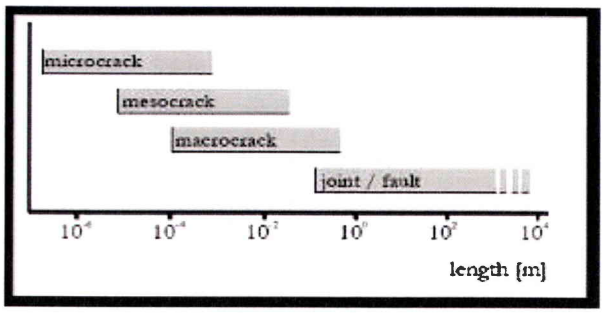


Figure 1.47 : Dimensions des différentes discontinuités vides de la roche (crack = fissure, fault= faille, length = largeur). D'après [Backers 2004].

Joints, Failles, Meso et Macro fissures :

Les mésofissures sont des discontinuités longeant plus de grains que les microfissures [Backers 2004]. Les mésofissures sont formées par une interconnexion complexe de microfissures issues des ruptures microscopiques. De même pour les macrofissures qui sont plus grandes (voir Figure 1.48). Les macros et les mésofissures peuvent être générées à la suite de la propagation de microfissures formant ce qu'on appelle des fissures de ramification « branching cracks ».

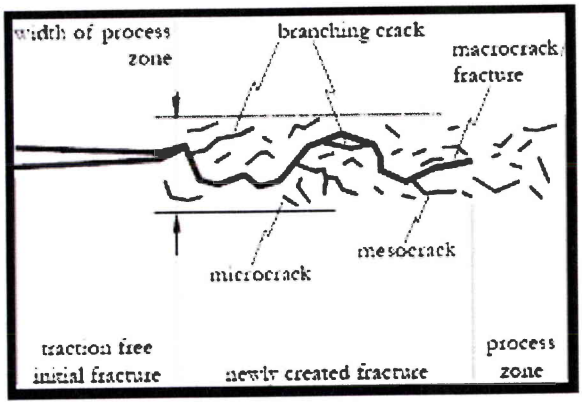


Figure 1.48 : Nomenclature du système de rupture dans la zone du processus. D'après [Liu et al 2000].

Dans le domaine de la tectonique ou de la géologie, les échelles d'observation sont beaucoup plus importantes. De ce fait, la création des ruptures est indiquée par les termes joint ou faille, dont les dimensions sont de l'ordre du mètre [Becker 1891, Pollard and Segall 1987, Pollard et Aydin 1988].

Suivant leurs situations dans la roche, une subdivision des fissures est aussi possible. Simmons et Richter (1976) ont proposé une « classification » des fissures basiques : Les fissures au joint de grains coïncidentes ou non-coïncidentes, les fissures intra granulaires ou cristallines, et les fissures inter granulaires ou cristallines.
Kranz (1983) souligne les difficultés lors de l'observation et la description des fissures sous microscope. A titre d'exemple dans le cas de la description des fissures **trans**granulaires, la plupart des auteurs s'exaucent avec la définition qui stipule qu'une fissure **trans**granulaire est le résultat de la propagation d'une fissure à travers le grain, d'un joint de grain à un autre. Cependant, il est difficile de distinguer une fissure **trans**granulaire dans une toile d'interconnections de fissures **intra**granulaires. Aussi, Dunn et al. (1973) font remarquer que la fissure **inter**granulaire, peut être une fissure au joint de grain le long d'une partie de sa longueur. Pour ces raisons, les dénominations des différents types de fissures doivent être clarifiées.

Fissure au joint de grain :

Par définition la fissure au joint de grain est localisée à l'interface entre les grains, cependant la distinction entre une fissure coïncidente au joint de grain et une fissure non coïncidente doit être réalisée. Simmons et Richter 1976 font remarquer que la fissure non coïncidente s'étend sur une distance très courte dans le grain suivant un angle important par rapport au joint de grain ou est proche et subparallèle au joint du grain. Les fissures coïncidentes aux joints de grains séparent les grains, elles sont marquées par des cavités allongées dans les roches cristallines et peuvent être ouvertes ou colmatées dans le cas des roches métamorphiques (intactes) [Padovani 1982, Kranz 1979].

Fissure intra cristalline ou granulaire:

Les fissures (microfissures) intra cristallines ou granulaires sont restreintes à un seul grain. Elles sont en général de petite taille, beaucoup plus petite que la taille du grain, et possèdent une largeur de l'ordre de 1µm. L'élancement est de l'ordre de 10^{-2} à 10^{-4}, d'où leurs formes toujours

effilées. Ces fissures peuvent être tridimensionnelles ou avoir des marques incurvées en deux dimensions [Kranz 1983]. Les observations après déformations montrent que ces fissures sont majoritairement extensives (mode I) [Tapponier et Brace 1976] avec peu de mouvements de cisaillement entre les surfaces de la fissure intragranulaire[Wong 1980].

Fissure en clivage :

Ces fissures sont un cas particulier des fissures intracrystallines, elles surviennent le long de plans parallèles dans le grain, et la séparation s'effectue suivant les plans de clivage de la roche cristalline.

Fissure inter cristalline ou granulaire :

Les fissures inter crystallines ou granulaires s'étendent d'un joint de grain et traversent un ou plusieurs grains [Engelder 1987]. Ces fissures sont plus grandes que les fissures intracristallines, cependant, elles sont morphologiquement identiques. Elles sont en général parallèles (*subparallele*) à la direction maximum de contrainte.

1.3.1.2 Mécanismes de création de nouvelles fissures dans les roches

Les premiers concepts de concentration de contrainte, et d'équilibre d'énergie, nécessaires à la compréhension de l'initiation de l'endommagement [CFCFF 1996], remontent à Inglis 1913 et Griffith 1921. Aujourd'hui, il est clair que la fissuration se produit quand la contrainte locale dépasse la contrainte limite locale [Simmons et Richter 1976]. Plusieurs configurations induisent une nucléation de fissure. Sous sollicitation mécanique, six mécanismes principaux de création de nouvelles fissures dans les roches, ont été établis par Kranz 1983 :

1. Interaction des macles avec les joints de grains ou avec d'autres macles.
2. Séparation par clivage (cristallographie).
3. Relaxation de l'énergie de déformation emmagasinée.
4. Translation et rotation des grains.
5. Disparité de la compliance élastique aux joints de grains (concentration de contrainte en traction au voisinage des inclusions).
6. Concentration de contrainte au voisinage des discontinuités: joints de grains, cavités intracristallines, fonds de fissures…

1. Maclage et macles induisant une microfissuration :

Comme il a été précisé dans **la première partie**, l'étude des différentes macles a été la plus abordée par les géologues pour reconstituer l'historique tectonique [Olsson 1974, Tullis 1980, Rowe et Rutter 1990, Ferill et al 2004…] (Figure 1.49). Les premiers travaux datent du 19e siècle, la littérature précoce a été présentée par Klassen-Neklyudova (1964). Le développement des recherches dans ce domaine a permis de mettre à jour plusieurs résultats. Bien que l'objectif principal soit d'ordre géologique, les conclusions de ces études sont utiles pour le mécanicien.

Grâce à ces études, on prend conscience que les macles mécaniques ou de déformation, surtout dans le cas de la calcite, jouent un rôle dans l'accommodation de la déformation sous compression uniaxiale. En effet, les mécanismes de macles ont été reconnus comme étant les mécanismes les plus importants dans le cas des roches carbonatées, particulièrement dans le cas de la calcite où elles sont activées à basse température [Barber et Wenk 1977, Schubnel 2004].

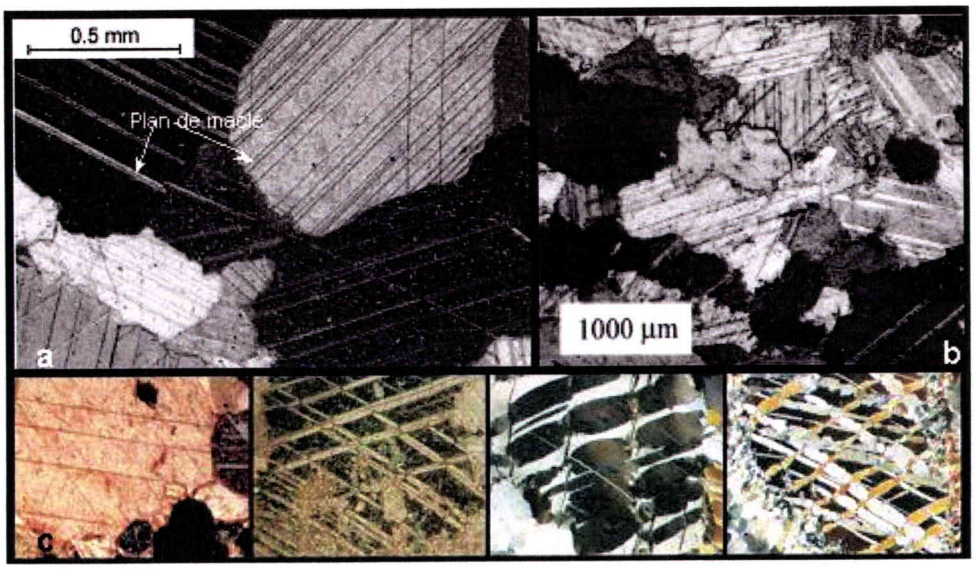


Figure 1.49 : Les différentes macles déjà préexistantes dans les marbres .a) En haut à gauche macles dans le marbre de Carrare [Bernd et Weiss 2000]. b) En haut à droite macle dans le marbre de Parautochthon, [Ulrich etal 2001]. c) En bas, de gauche droite : évolution des types de macles avec l'augmentation de la température (macles de recuit dans la calcite) [Ferill et al 2004]

Nous rappelons que les macles sont une association polycristalline formée par la juxtaposition (ou l'enchevêtrement) de deux parties homogènes, ou plus d'une même espèce cristalline, orientées, l'une par rapport à l'autre, suivant des lois bien définies [Lacombe 2007]. Il existe trois types de macle, classées d'après les mécanismes permettant la formation de cet enchevêtrement : les macles de croissance, les macles de recuit et les macles mécaniques.

*Les macles de croissance ou macles primaires s'opèrent pendant la croissance du cristal.

*Les macles de recuit, ou macles de transformation s'opèrent suite à un changement thermique.

*Les macles mécaniques ou de déformations sont réalisées à la suite d'une sollicitation mécanique (concernés par l'étude).

Dans les carbonates, plus précisément dans le cas des mabres calciques, suite à la déformation de la calcite, on peut assister soit à la formation de macle « Twinning » suivant les plans de macle « e » ou « r » [Barber et Wenk 1977, Bueble et Schmahl 1999, Paterson et Turner 1970] (voir Figure 1.50, 51 et Tableau 1.4), soit à une séparation du cristal « Parting » suivant les plans de macle « e » et « r » . Une nucléation de fissure intragranulaire est par suite induite (à ne pas confondre avec le clivage). Le maclage en soi n'est pas un mécanisme de nucléation de microfissures.

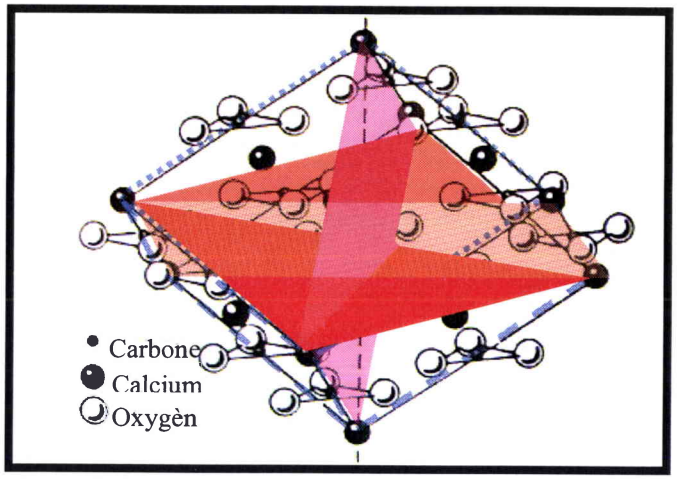


Figure 1.50 : Morphologie de la maille élémentaire de la calcite, en rouge plan de macles « e » et en bleu les plans de macles et de clivage « r ».

Rhombohedral morphological cell indices	Hexagonal morphological cell indices	Letter symbol	Hexagonal structural cell indices (used in this paper)
$1\bar{1}0$	$2\bar{1}10$	a_1	$2\bar{1}10$
$01\bar{1}$	$\bar{1}2\bar{1}0$	a_2	$\bar{1}2\bar{1}0$
$\bar{1}01$	$\bar{1}\bar{1}20$	a_3	$1\bar{1}20$
100	$10\bar{1}1$	r_1	$10\bar{1}4$
010	$\bar{1}101$	r_2	$\bar{1}104$
001	$0\bar{1}11$	r_3	$0\bar{1}14$
011	$\bar{1}012$	e_1	$\bar{1}018$
101	$1\bar{1}02$	e_2	$1\bar{1}08$
110	$01\bar{1}2$	e_3	$01\bar{1}8$
$\bar{1}11$	$\bar{2}021$	f_1	$\bar{1}012$
$1\bar{1}1$	$2\bar{2}01$	f_2	$1\bar{1}02$
$11\bar{1}$	$02\bar{2}1$	f_3	$01\bar{1}2$

Tableau 1.4: Indices et lettres symboles des plans cristallographiques des carbonates rhomboïdaux. D'après [Barber et Wenk 1977].

Pour plus de précision, nous rappelons que le marbre calcique est un assemblage de cristallite de carbonate de calcium 'calcite' (généralement rhomboédrale). Du fait de la complexité de la structure naturelle, la maille élémentaire est représentée par la maille de clivage (Figure 1.50). D'après la structure de la maille, cette dernière peut être exprimée dans une structure hexagonale (axe ternaire) et la notation des plans cristallographiques est équivalente à : $\boldsymbol{h\,k\,i\,l \equiv h\,k\,.\,l \equiv h\,k\,l}$

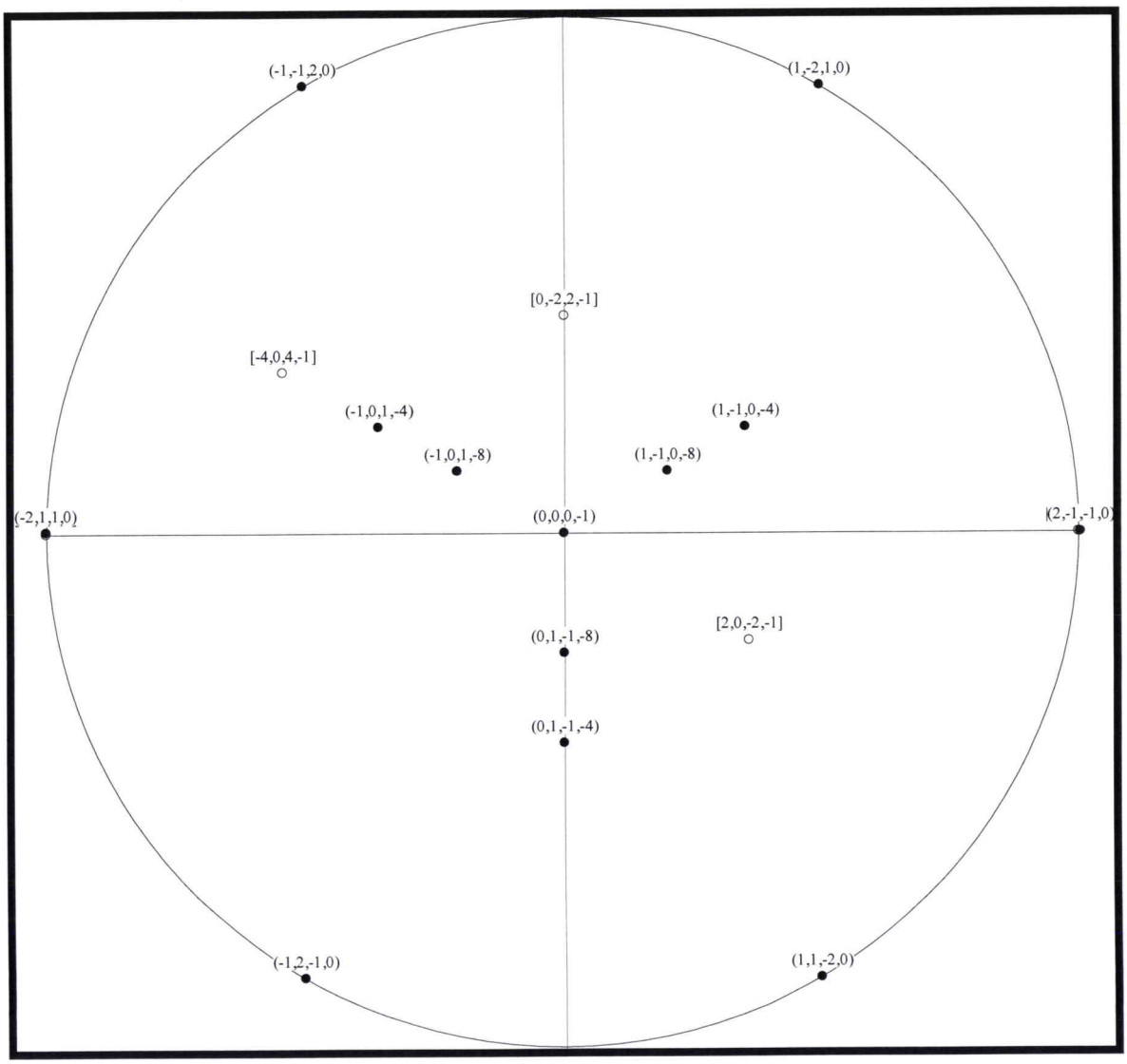


Figure 1.51 : Positions des différents plans cristallographiques de la calcite sur la figure de pôles.

Dans le cas de la calcite, il existe plusieurs macles possibles [Klassen-Neklyudova 1964]. La loi de macle la plus commune au maclage de déformation (ou mécanique) des carbonates, est le maclage suivant le plan e_3, pour lequel la direction de déplacement positive en cisaillement est <0221> (Figure 1.52) [Barber et Wenk 1977]. Dans ce cas, la matrice de passage des indices des plans de Miller est la suivante :

$$\begin{pmatrix} H \\ K \\ I \\ L \end{pmatrix}_T = \begin{pmatrix} -1/3 & 1/3 & 0 & -1/6 \\ 1/3 & -2/3 & 1/3 & 0 \\ 0 & 1/3 & -1/3 & 1/6 \\ -8/3 & 0 & 8/3 & 1/3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ i \\ l \end{pmatrix}_H$$

T : indice macle (Twined) et H : indice hôte (Host) d'après [Barber et Wenk 1977].

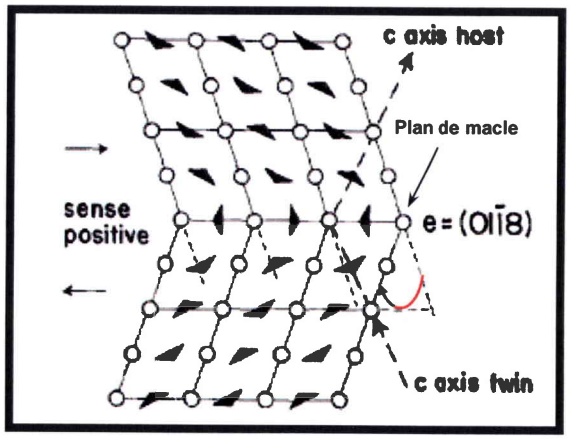


Figure 1.52 : Maclage suivant e_3 dans la calcite suivant le sens positif <2110> , les triangles noirs représentent le groupe CO_3^{2-} et les ronds le calcium Ca^{2+} . en rouge angle de rotation des plans de la maille. D'après [Barber et Wenk 1977].

D'un point de vu géométrique, le maclage peut être considéré comme un microcisaillement [Lacombe 2006] : les plans cristallographiques se cisaillent et translatent parallèlement au plan invariant (fixe) de maclage, le déplacement est de l'ordre de l'Angstrœms (voir Figure 1.51), vu le maclage important que peut subir un grain de marbre calcique (voir Figure 1.49), la relaxation de l'énergie de déformation emmagasinée par maclage peut être non négligeable.

La résistance d'un système de glissement cristallin est exprimée en fonction d'une contrainte cisaillante critique τ_c (voir équation ci-dessous). Une fois la contrainte atteinte le maclage se produit, mais le plan de maclage ne se maclera pas davantage si la contrainte augmente [Lacombe 2006]. Cependant, à basse température, l'augmentation de la déformation produit préférentiellement de nouvelles macles fines [Groshong, 1974].

$$\tau_C = \sigma \cdot S \qquad (1.6)$$

σ : Correspond à la valeur de la contrainte appliquée au point critique.
S est le facteur de Schmid, tel que

$$S = \cos\alpha \cdot \cos\beta \qquad (1.7)$$

α : angle entre la direction de compression et la normale au plan de macle
β : angle entre la direction de compression et le vecteur déplacement par maclage.

Les études de Friedman et Heard (1974), Tullis (1980), et Rowe et Rutter (1990) montrent que la contrainte de cisaillement nécessaire pour activer le maclage est indépendante de la température et de la vitesse de déformation. Le maclage est actif sous compression statique [Lacombe 2006].

D'après les études de Schmid et Patterson (1977), Spiers (1982), Spiers et Rutter (1984), il apparaît que le maclage « e » dépend de la taille des cristaux (ou des grains), il est plus aisé dans les roches à gros grains, que dans les roches à petits grains (marbre ultra ou mylonitique). En effet, les joints de grains présentent des obstacles à la propagation libre des macles. La déformation expérimentale coaxiale ou non coaxiale des roches calciques naturelles ou synthétiques [Spiers 1979, 1982, Wenk et al. 1986, Schmid et al., 1987, Barber et Wenk 1977] a permis de préciser la contribution du maclage à la déformation basse-température des roches carbonatées. Il en découle, que les macles s'initient à des stades précoces de la déformation, et leur développement dépend essentiellement de l'orientation des cristaux par rapport au champ de contraintes appliqué (voir Figure 1.53).

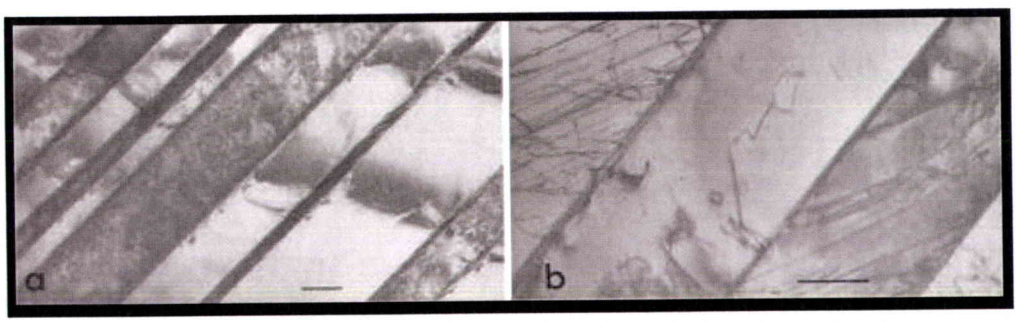


Figure 1.53 : Macles d'essais expérimentaux de déformation de la calcite. Essai sous compression suivant {1010} à 25°C. a)macle lamellaire. b) dislocation entre les macles.Barre d'échelle 1µm. D'après [Barber et Wenk 1977].

Bien que l'orientation de la contrainte soit homogène [Spiers 1979], la déformation par maclage se distribue de façon hétérogène, et ne reflète pas la déformation totale imposée à la roche. Cette déformation par maclage peut conduire à une texture caractéristique. Les expériences de cisaillement simple [Schmid et al. 1987] montrent que le maclage « e » est responsable du développement d'une orientation cristallographique préférentielle. Enfin, la déformation des grains, mal orientés, pour le maclage est assurée par des systèmes de glissement intracristallins, notamment le glissement « r ». Mais même dans les grains bien orientés, le maclage ne peut pas encaisser une

déformation importante au-delà d'une limite de densité de maclage. Dans ce cas d'autres phénomènes de déformation cristalline prennent le relais pour continuer la déformation.
Ce peut être également le glissement « r », mais aussi les microfissures, et éventuellement la rupture de grains. Les macles concentrent la contrainte à la rencontre d'une discontinuité, comme un joint de grain ou une deuxième macle [Kranz 1983]. Olsson et al 1976 ont identifié et illustré trois types de nucléation de microfissures induites par des macles (Figure 1.54). Ces mécanismes ont été observés dans le cas de la calcite par Rizer (1977) et par Olsson (1976) et Koelsch (1979) sur le marbre.
Marshall (1977), Barber et Wenk (1977), suggèrent la possibilité du chemin inverse, c'est-à-dire que la concentration de contrainte autour des microfissures peut notamment induire la génération de macles (*Figure 1.53*).

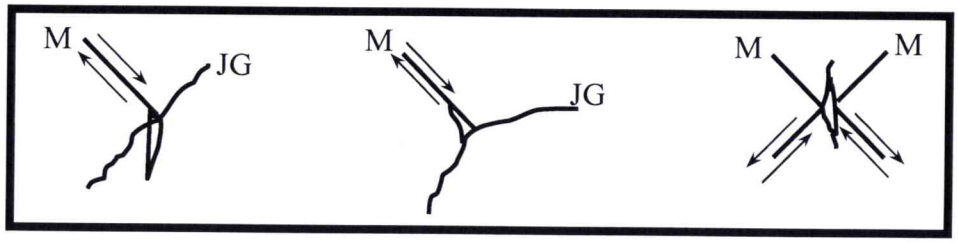


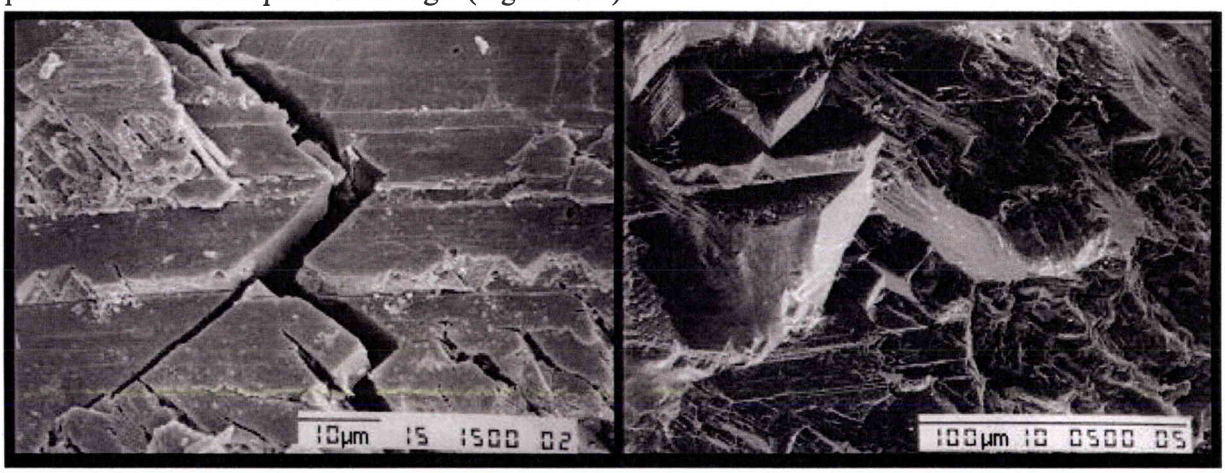
Figure 1.54 : Schéma des macles induisant une nucléation de fissure. M : Macle, JG : Joint de Grain. D'après [Olsson et Peng 1976]

Notons qu'**à température ambiante**, les dislocations ont une influence dans la fissuration des métaux, mais dans le cas des roches (cas de la calcite [Kranz 1983], du quartz [Dunning et al 1988], du granite [Tullis et Yund 1977]), à température ambiante, les dislocations n'influencent pas la création de microfissures. Les observations indirectes (« Etch Pitting Technique ») des dislocations [Olson 1981] sur la calcite déformée à température ambiante, le confirment.
Dans le cas des **hautes températures,** les dislocations provoquent la nucléation des microfissures [Kronenberg et Shelton 1980, Carter 1981].
Compte tenu de l'importance des effets de concentrations de contraintes (liées aux hétérogénéités à l'échelle des grains) dans la nucléation des macles, [Spiers 1982, Wenk et al. 1986, Rowe et Rutter 1990] le seuil de maclage peut être considéré comme constant (typiquement 10 MPa) ; si la taille des grains est importante et homogène pour une quantité de déformation interne donnée [Lacombe 2006].
Cependant, Burkhard (1993), De Bresser et Spiers (1997) et d'autres auteurs, considèrent ce seuil arbitraire de 10MPa injustifié. Newman (1994) mentionne que l'existence d'un seuil de maclage est compromise, non seulement par la sensibilité du maclage à la taille du grain, mais aussi à la distribution de la taille des grains, qui influence les concentrations de contraintes.
Enfin, Tullis 1980 considère que le seuil de maclage représente plus la contrainte nécessaire à la propagation, plutôt que la nucléation des macles en raison des nombreuses sources de concentration de contrainte dans les cristaux à l'échelle du grain. Ces divergences de points de vue, amènent le débat sur le choix du critère approprié ; qui à son tour relance la discussion sur le choix de la technique expérimentale de détermination de la valeur critique.

Pour résumer, dans les roches carbonatées, il existe une population de macles induite par les conditions de métamorphisme et d'exhumation. Sous déformation mécanique, de nouvelles macles peuvent apparaître et absorber l'énergie de déformation [Lacombe 2007]. Les plans de macles ainsi formés, deviennent des plans de faiblesses où les microfissures peuvent facilement se propager suite à la déformation. Aussi, la **séparation** (Parting) suivant les plans de macles peut facilement s'opérer, créant ainsi des microfissures dans les plans de macles. Suite au « Parting » un glissement suivant les plans « e » a lieu, si ce glissement rencontre un joint de grain ou une autre macle, une fissuration y est créée [Olsson et Peng 1976]. Le maclage (≠ Parting) consiste en une transformation du réseau cristallin, le mécanisme de maclage en soit ne crée pas de microfissures dans le plan de la macle. Cependant, il peut interagir à la rencontre d'un joint de grain ou d'une autre macle [Olsson et Peng 1976] (ou d'une autre hétérogénéité type inclusion ou pore) de la même manière que les plans de glissements induits par le « Parting » et nucléés des microfissures selon les trois mécanismes décris dans la Figure 1.55.

2. Séparation par clivage

La calcite se caractérise par un clivage « parfait » suivant trois plans. La Figure 1.50 montre la maille élémentaire de la calcite rhomboédrique appelée aussi maille de clivage. En effet, le clivage se produit suivant les trois plans « r » [Brace et Walsh 1962, Griggs et al 1966, Barber et Wenk 1977, Lacombe 2007, Dal Pino et al 1999, Carlos Rodriguez-Navarro 2003...], par suite les six faces de la maille élémentaire sont des plans de clivage. Dans la calcite les liaisons C-O sont considérées comme covalentes donc très rigides (4 fois plus fortes que la liaison simple O-Ca). De cette différence résulte l'excellent clivage de la calcite qui rompt le minimum de liaisons Ca-O et aucune liaison C-O [Brace et Walsh 1962]. Contrairement au maclage, le clivage n'est pas une transformation du réseau cristallin, mais une séparation suivant les plans de clivage « r ». Le clivage parfait de la calcite constitue l'un des mécanismes de nucléation de fissures les plus observés lors de l'endommagement des carbonates et des roches calcaires (voir Figure 1.55, 56). Sous compression uniaxiale la plupart des fissures intragranulaires sont activées par les plans de clivage [Ganne et al 2006]. Ces constatations ont toujours été confirmées par les études sous microscope électronique à balayage (MEB), [Kranz 1983, Barber et Wenk 1977]. Les observations montrent que les microfissures intragranulaires se situent le plus souvent dans les plans de clivage. (Figure 1.55)



(a) *(b)*

Figure 1.55 : (a) Fissure intragranulaire due au clivage de la calcite dans le marbre de Dyonisos sous compression uniaxiale cyclique. (b) Rupture par clivage du marbre de Lorano . D'après [Dal Pino et al 1999]

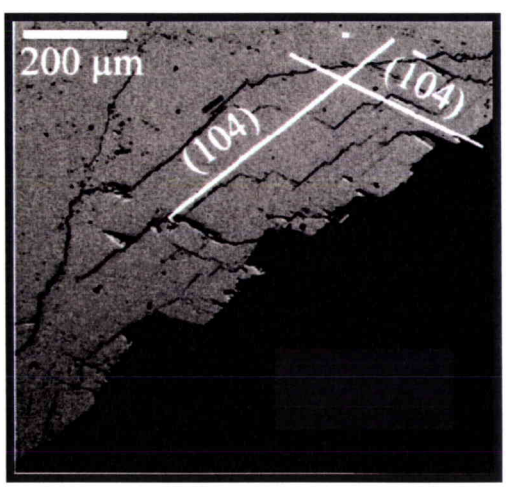


Figure 1.56 : Endommagement par clivage intragranulaire suivant les plans « r ». Essais sous irradiation laser du marbre « Blanco de Macael ». D'après [Carlos Rodriguez-Navarro 2003].

Dans le cas des roches, plusieurs auteurs [Wawersik et Brace 1971, Brace 1971, Bombolakis 1973, Sprunt and Brace 1974, Mosher et al. 1975, Tapponnier et Brace 1976, Kranz 1979] affirment que sous compression, la première fissuration macroscopique détectable survient en premier dans les joints de grains (**intergranulaire**) et les fissures secondaires apparaissent dans les plans de clivage (**intragranulaire**).
Bien que le clivage soit la première cause de fissuration intragranulaire dans les roches calciques, le clivage peut aussi induire une microfissuration intergranulaire. On sait que sous compression, à l'échelle du grain, le clivage du cristal constitutif de la roche (quartz, calcite…) peut être activé avant, ou en même temps, que la décohésion des grains et la fissuration intergranulaire. Dans ces conditions, il est clair que le clivage peut être une source de nucléation de microfissures (**intergranulaire**) dans les joints de grains de la même manière que le maclage.

Comme on peut le constater sur les différentes figures (1.55-56), la fissuration induite par le clivage, dans les grains calciques (rhomboédriques) des marbres, est nette et suit parfaitement les plans « r ». La rupture des liaisons Calcium-Oxygène peut apparaître dans les différents plans de clivage qu'une fois la contrainte critique atteinte. On trouve dans la littérature, plusieurs études qui traitent des critères du clivage.

Les travaux de Schultz (1994) proposent une revue des critères historiques de ce phénomène. Auparavant les critères proposés, y compris ceux basés sur la structure cristalline et les propriétés du cristal, s'appliquent uniquement à des cristaux particuliers, et n'ont pas une application universelle. Les travaux de Schultz montrent que la ténacité (K_{Ic}) des plans cristallographiques est le critère le plus approprié. Les mesures révèlent que la ténacité des plans de clivage des monocristaux est généralement de l'ordre de 1 MPa.m $^{1/2}$ ou moins.

La mesure de la ténacité de la rupture fragile des agrégats polycristallins a été comparée aux valeurs monocristallines du clivage. Il en découle que les ténacités polycristallines soient constamment plus élevées, en partie en raison de l'absence de continuité des fissures par le biais du clivage des agrégats polycristallin. Toutefois, l'augmentation de la ténacité est seulement de 1-2 MPa.m $^{1/2}$. Enfin, Schultz affirme que la ténacité des agrégats polycristallins est souvent très anisotrope et que les valeurs des microstructures à forte texture peuvent approcher ceux des monocristaux.

3. Relaxation de l'énergie de déformation emmagasinée en bande de déformation (ou de pilage) :

La concentration de contrainte extensive ou compressive dans les frontières des bandes ou des lamelles de déformation (comme les lignes de glissements : plans de clivage « r » ou macle « e, r » dans le cas de la calcite), peut être relaxée par la nucléation de microfissures inclinées par rapport à ces bandes (voir les microfissures inclinées par rapport aux plans de macles de la Figure 1.52.b, et les microfissures perpendiculaires aux plans de clivage Figure 1.55.a). Des microfissures approximativement perpendiculaires aux bandes de déformation ont été constatées dans le cas du quartz [Carter et Kirby 1978] et du plagioclase par [Marshall et McLaren 1977] (Figure 1.57) .

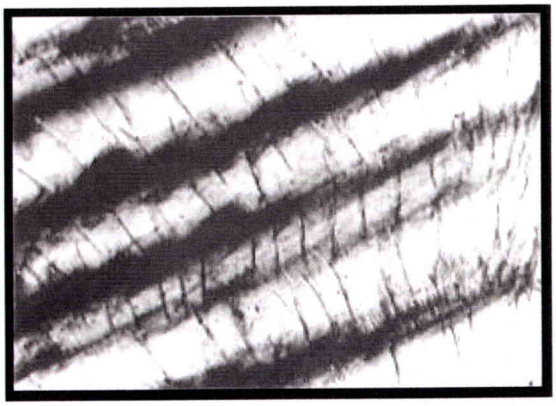


Figure 1.57 : Image sous microscope électronique à balayage des bandes de déformation dans le plagioclase naturellement déformé [Kranz 1983] Échelle 575µm du haut vers le bas.

4. Translation et rotation des grains

Sous contrainte déviatorique, dans les roches cristallines, un mouvement des grains peut provoquer un glissement des joints de grain créant des fissures coïncidentes dans les joints de grains [Kranz 1983]. Dans les roches moins cimentées que les roches cristallines, comme les roches sédimentaires (calcaire, grès), le mouvement des grains est plus évident [El Bied 2000, Savanick et Johnson 1974]. Dans le cas des agrégats cristallins où l'imbrication des grains est très prononcée, la rotation et la translation des grains sont plus difficiles à réaliser, mais le mouvement des grains reste possible [Walsh 1965].

5. Disparité de la souplesse élastique aux joints de grains (ou Concentration de contrainte en traction au voisinage des inclusions)

Sous compression, au voisinage des inclusions, quand deux minéraux différents soudés sont sujets au même champ de contrainte, l'élément le moins compressif (ou le plus rigide) est sujet à des contraintes de traction sur ses frontières [Dey et Wang 1981]. Ces dernières peuvent atteindre la limite de la contrainte locale en traction du joint à la frontière créant une microfissuartion au joint (Figure 1.58,59). Cette situation s'applique aussi dans le cas de deux minéraux adjacents fortement anisotropes non alignés.

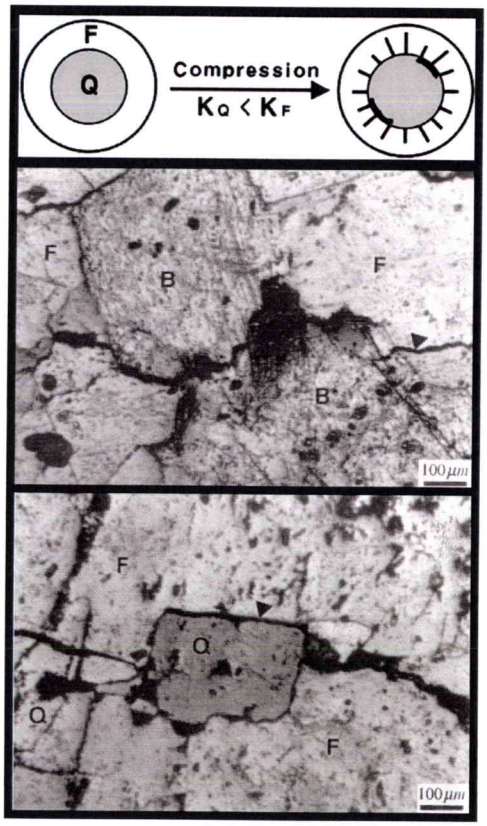


Figure 1.58:
En haut : L'inclusion induit une microfissuration suite à la contrainte compressive externe du à la différence de concentration de contrainte K avec le milieu extérieur qui est fonction du module élastique.

Image sous microscope du granite. Inclusion de Biotite(B) dans le Feldspar(F).

Inclusion de Quartz(Q) grain dans le Feldspar (F).

D'après [Lee et al 2006] .

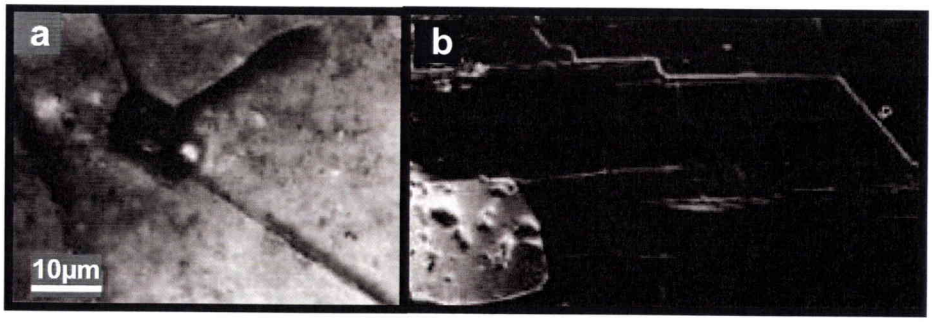


Figure 1.59 :a) Microfissuration induite par une inclusion opaque [Mitra 1978] b) Microfissures dans le granite de Westerley déformé expérimentalement. Echelle 50μm. On note une microfissuration induite par l'inclusion en bas à gauche et une fissuration due au clivage (le sens horizontale est la direction de compression maximale) . D'après [Wong 1982]

6. Concentration de contrainte au voisinage des vides (joints de grains, des cavités intracristallines, et des fonds de fissures).

Concentration de contrainte au voisinage des joints de grains

Les points ainsi que les lignes de contacts entre les joints de grains présentent des sites de discontinuités de matières et d'orientations cristallographiques. Ces sites sont des lieux de haute concentration de contraintes [Kranz 1983]. Dans le cas des roches, Wawersik et Brace 1971, Bombolakis 1973, Sprunt and Brace 1974, Mosher et al. 1975, Tapponnier et Brace 1976, Kranz 1979 affirment que sous compression, la première fissuration détectable dans les expériences en laboratoire survient en premier dans les joints de grain (fissuration intergranulaire) (voir Figure 1.60) elle est toujours extensive (mode I) [Kranz 1983, Gallagher et al.1974, Lee et al 2006…]. En effet, sous compression, la contrainte compressive globale est convertie en une concentration de contrainte locale en traction [Pollard et Aydin 1988]. La contrainte locale en traction dans ces régions, excède facilement la limite locale et par suite on active la microfissuration. Gallagher et al.1974 analysent et présentent des exemples d'initiation de microfissuration dans les joints de grains du calcaire.

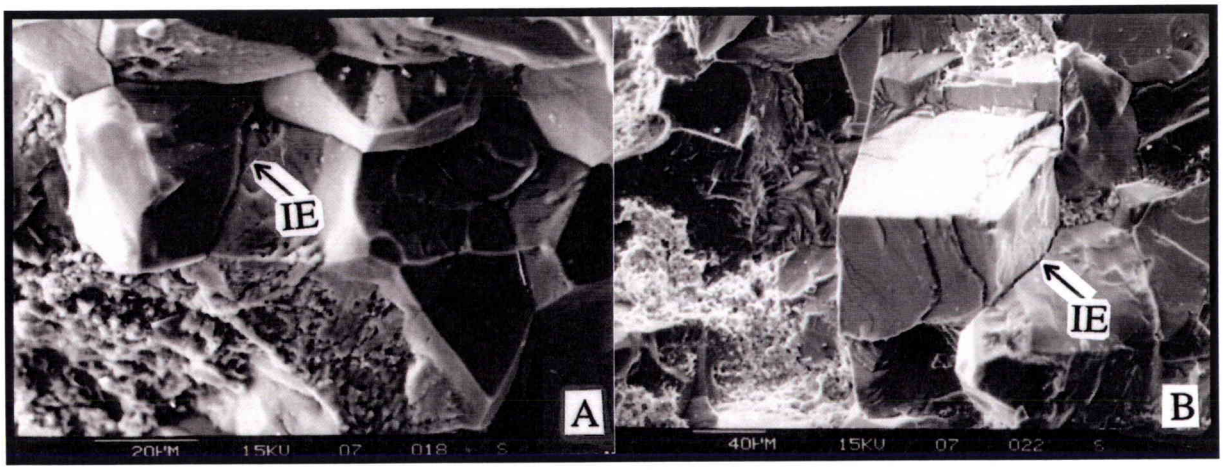


Figure 1.60 : Photos de la de la surface de rupture du marbre de Fangshan sous compression dynamique. On note sur les images a) et b) l'apparition des microfissures au joint de grain « IE ». D'après [Zhang et al 2000]

À ce stade, deux questions se posent dans le cas de la nucléation des microfissures dans les joints de grains, la première concerne la conversion de la contrainte compressive en traction, la deuxième concerne la morphologie et la nature des joints de grains dans les agrégats cristallins et son influence sur la création des microfissures.
D'après la première partie de l'étude bibliographique sur la géologie, il apparaît que ce sont : les phénomènes de recristallisations, la nature des cristaux de la roche et les conditions de métamorphisme, qui pilotent la morphologie des joints de grains.
Dans le cas du marbre blanc de Macael, aucune donnée n'est présentée dans la littérature à ce sujet. Seule une étude expose la structure du réseau intergranulaire [Pilar Lapuente et al 2000].

Pour les marbres calciques, la plupart des études relatent de la décohésion des grains et l'apparition des microfissures sous sollicitations environnementales des grains [Logan 2004, Viles et Moses 1998] (voir Figure 1.61, 62, 63). C'est récemment qu'une attention est accordée à la nature des joints de grains [J.L Urai et al 1990].

White et White (1981) notent dans le cas des roches, que la structure des joints de grains s'approche plus de la structure des céramiques que des métaux. Suite aux observations sous microscope électronique à transmission, White et White 1981 montrent l'existence de cavités, de tubes de jonction et la présence de fluide dans les joints de grains du quartz mylonitiques et des tectonites. D'autres observations, sur d'autres roches, établies par Christie et Ord 1980, Green et Radcliffe 1975, et Kirby et Green 1980, Hiraga et al 1999 le confirment (voir Figure 1.61c,d). White et White 1981 montrent aussi que la largeur des joints de grains dans le cas des roches est supérieure à celle des métaux. Cependant, Kranz 1983 indique que dans le cas des roches cristallines les grains présentent une imbrication serrée (tight interlocking) .

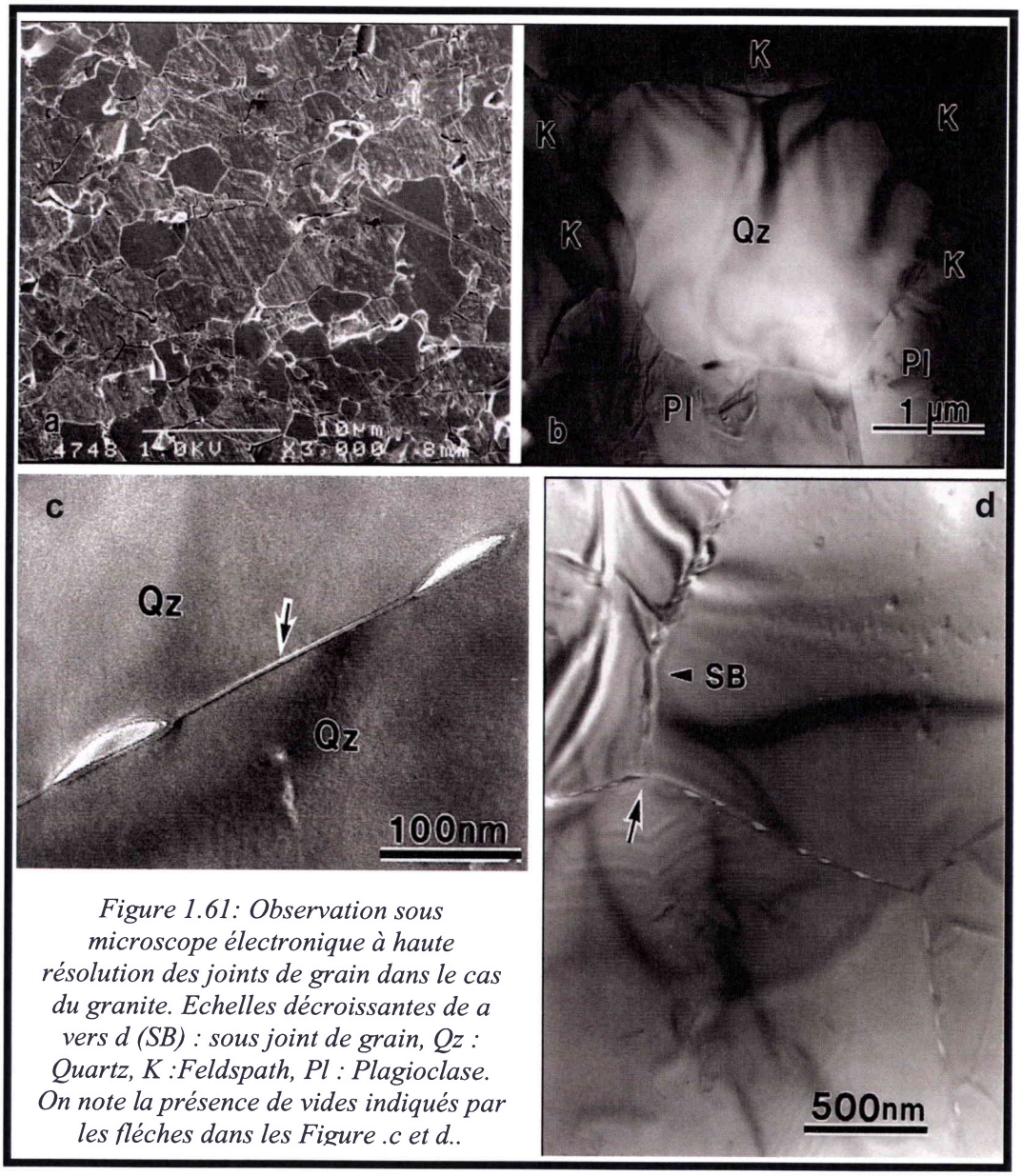


Figure 1.61: Observation sous microscope électronique à haute résolution des joints de grain dans le cas du granite. Echelles décroissantes de a vers d (SB) : sous joint de grain, Qz : Quartz, K :Feldspath, Pl : Plagioclase. On note la présence de vides indiqués par les fléches dans les Figure .c et d..

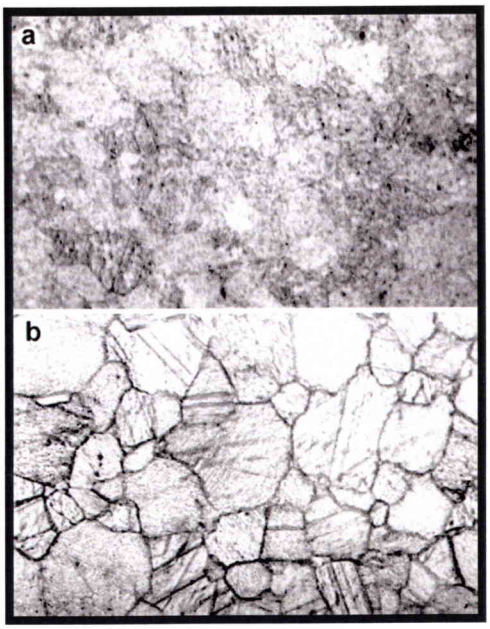


Figure 1.62 : Décohésion des grains à la suite de cycles thermiques du marbre de la province de Carrare. On note la différence entre le marbre intact en a) et la séparation des grains en b). D'après [Logan 2004]

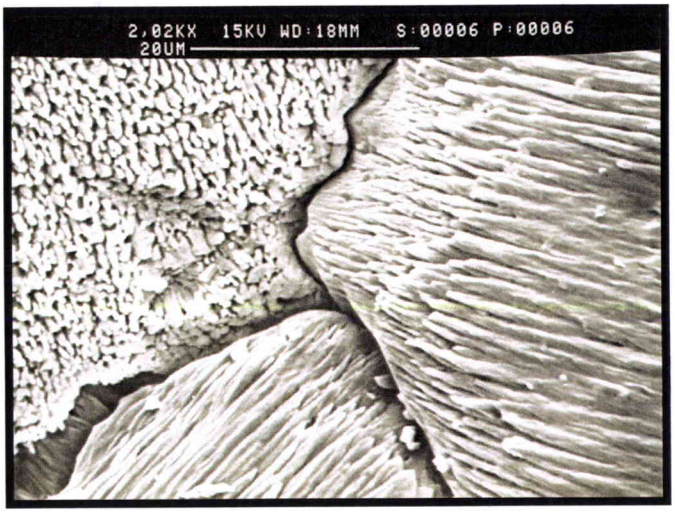


Figure 1.63 : Décohésion des joints de grain et création de fissures dans le marbre sous conditions environnementale. D'après [Viles et Moses 1998]

La structure des joints de grains dans les roches est donc très compliquée et la compréhension de la nature ainsi que de la morphologie des intergrains, nécessite encore plus d'observations directes [J.L Urai et al 1990]. Suivant les différentes conditions de métamorphisme, les stades de recristallisation du marbre calcique, et les inclusions minérales présentes dans la roche, on s'attend à rencontrer plusieurs morphologies de joints de grains dans les marbres de Macael. Ces morphologies peuvent aller d'une imbrication serrée et une forte cohésion entre les grains, à des microfissurations, des cavités et des régions de décohésion.

1.3.1.3 Concentration de contrainte au voisinage des cavités intracristallines et des fonds de fissures :

Les discontinuités de vides rencontrées dans les agrégats cristallins, comme les fissures intracristallines et les pores, concentrent la contrainte dans la roche hôte. Le signe et l'intensité de ces concentrations dépendent de la géométrie, de l'orientation des microcavités, des champs de contrainte qui leur sont appliqués et du tenseur mécanique des propriétés du milieu qui les entoure.

Beaucoup d'études vues dans la littérature enquièrent sur les modèles de nucléation de microfissures suite à la concentration de contrainte induite par les pores et les fissures préexistantes sous compression uniaxiale. [Kranz 1979, Wong 1982, Bombolakis 1973, Brace 1971, Adams et Sines 1978, Griffith 1921, Eberhardt 1998, Wong et al 2002, 2004, Klein et Reuschlé 2004 , Yin Ping Li et al 2004]

Selon la géométrie de la fissure et son orientation par rapport à la contrainte compressive, la fissure aura tendance soit à se refermer ou arrêter de croître, soit à générer des microfissures, soit à s'ouvrir et se propager.

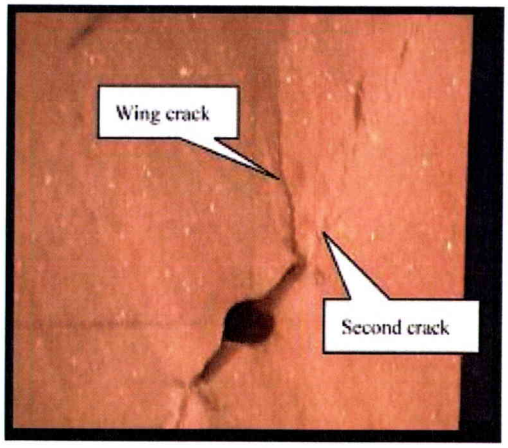


Figure 1.64 : Nucléation de fissure en aile (wing crack) et de fissure secondaire (secondary crack) au bord de la préfissure (20mm de long) dans le marbre de Huangshi sous compression uniaxiale. D'après [Yin Ping li et al 2004]

Adams et Sines (1978), Bombolakis (1973), Bobet (2000), Yin ping li (2004), Shen (1993) ont montré l'apparition et l'initiation des fissures secondaires en bout des fissures préexistantes. Chaque fissure secondaire est initiée là où la contrainte en traction est maximale, à savoir les joints, les microcavités préexistantes, les bouts et les fonds de fissures, et les frontières à angle aigu des pores.

NB : Une petite confusion est à éclaircir, en effet en bout de fissures, deux types de microfissures ***secondaires*** *sont initiés les fissures en ailes (wing crack) et les fissures « secondaires » (secondary crack) (voir Figure 1.63). Ces deux fissures sont considérées comme auxiliaires (donc secondaires) à la fissure mère. La dénomination « fissures secondaires » (secondary crack) vues dans la littérature peut porter à confusion. Bobet 2000 définit les fissures en ailes comme étant des fissures en traction et les fissures secondaires (secondary crack) comme des fissures dans les zones de cisaillement en bout de la fissure mère qui se propage suivant deux directions possibles et sont plus ou moins coplanaires sur le plan de la fissure mère.*

1.3.2 Schéma de fermeture de fissure :

Il a été démontré dans la description des différentes phases du comportement macroscopique de la roche sous compression, qu'une première phase non linéaire de la courbe contrainte déformation est due à l'accommodation de la déformation par la fermeture de fissure. D'autre part, Eberhardt et bien d'autres ont proposé un seuil de contrainte correspondant à la fermeture des fissures dans le cas du granite.

Le phénomène de fermeture de fissure est difficile à percevoir à l'échelle macroscopique. Aussi, mise à part, la mesure de déformation ou la mesure acoustique [Kikuchi 1981, Eberhardt 1999], seule la mesure de la densité de fissuration, induite lors de l'essai, est un moyen de quantification du taux d'ouverture et de fermeture totale [Wulff et al 1999, Meglis et al 1996].

Pour mieux percevoir et comprendre, le phénomène de fermeture, des expériences à plus petite échelle (sous microscope), est nécessaire.

À l'échelle microscopique, des essais intéressants ont été établis par [Batzle et Simmons 1980]. En effet, la fermeture de microfissures (microfissures induites par des sollicitations thermiques) sous l'augmentation de contrainte compressive uniaxiale, a été observée directement dans le cas du granite, sous microscope électronique à balayage par Batzle et Simmons 1980. Les travaux effectués ont permis de montrer que la contrainte de fermeture ainsi que ces différentes caractéristiques (vitesse, pression de fermeture finale, etc ...) dépendent de l'orientation de la fissure, de la forme, de la rugosité de surface, et de la nature des intersections et interactions dues à la rupture.
Parmi leurs principales conclusions, on peut retenir : « *les Fissures perpendiculaires à la contrainte se ferment et celles parallèles à la contrainte tendent à s'ouvrir... les fissures longues et étroites (avec un faible élancement) se ferment à des niveaux de pression relativement faible. À certaines intersections, une rupture cause l'ouverture d'une fissure alors qu'une autre se ferme simultanément, ceci dépend de leurs orientations... un mouvement de cisaillement le long d'intersection de fissures est parfois nécessaire à la fermeture d'autres fissures* » [Batzle et Simmons 1980].

Il est par suite évident que la simulation des différents mécanismes de fermeture de fissures dépend du modèle de fissures choisi. Par exemple, il a été démontré que sous compression uniaxiale, la pression nécessaire à la fermeture des fissures ou des cavités circulaires minces « penny shape » sous contrainte normale aux axes, est de l'ordre du module d'élasticité du matériau environnant, multiplié par l'élancement « ratio aspect » de la fissure [Kranz 1983].

La fermeture de fissure est donc considérée dans ce cas, comme une réduction de l'élancement qui tend vers zéro quand la fermeture est complète. Plusieurs modèles se basant sur les fissures planes ont été élaborés dans le but de simuler la fermeture de fissures [Pan et Wen 2001, Zang 1993a,b, Sholz et Engender 1982, Gangi 1981, Walsh et Grosenbaugh 1979, McClintock et Walsh 1962…].
Ces modèles ont permis de montrer que la pression de fermeture est aussi fonction de la distribution des aspérités de la fissure choisie lors du calcul. Les fissures fermées représenteront par la suite une part assez importante dans l'endommagement de la roche [Brace and Bombolakis, 1963]. Suite aux effets de friction, ces fissures vont concentrer la contrainte de cisaillement en bout de fissure et se propageront dans le matériau (voir Figure 1.65). [McClintock et Walsh 1962, Brace et Bieniawski 1965]

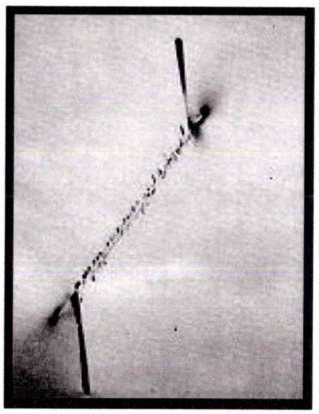


Figure 1.65 : Propagation de fissure à partir d'une fissure fermée dans la glace. D'après [Brace et Bieniawski 1965]

En Résumé : L'analyse des différentes observations expérimentales à l'échelle microscopique de la roche sous sollicitations mécaniques (ou thermiques), nous a permis de comprendre le comportement macroscopique de la roche sous compression, et les phénomènes locaux engendrant l'endommagement progressif et la rupture macroscopique.

Pour les marbres calciques, on recense plusieurs mécanismes susceptibles d'accommoder la déformation sans créer de vide dans le matériau comme le maclage et la fermeture de fissures. Les discontinuités diverses comme les fissures, les joints de grains, les inclusions, les plans de macles et de clivages constituent la principale source de concentration de contrainte et de génération de fraction vide dans les marbres calciques.

Si on suit le cycle des différentes phases du comportement sous compression de la roche, le paragraphe exposé ci-dessus, nous permet d'interpréter les trois premiers intervalles (fermeture des fissures, déformation élastique et initiation). L'augmentation de la déformation induit par la suite la croissance et la coalescence de tous les défauts décrits. On s'intéresse dans ce qui suit aux mécanismes de propagation et de coalescence induisant l'apparition de la rupture macroscopique.

1.3.3 Schémas de propagation et de coalescence à l'échelle méso et macroscopique:

En général, les fissures se propagent dans la direction de compression, quitte à dévier de leur plan initial si nécessaire. En effet, la propagation tend toujours à minimiser l'effet de la contrainte de cisaillement et maximiser le taux de restitution d'énergie de déformation. La présence des différentes hétérogénéités affecte le schéma de propagation, en modifiant le champ de contrainte à leurs voisinages ou en introduisant une anisotropie dans la rigidité locale de cohésion.

Les discontinuités de la roche peuvent donc représenter un chemin ou au contraire une barrière à la propagation. Dans le but de comprendre et de visualiser ces différents phénomènes, beaucoup d'auteurs ont effectué des essais sous microscopes. Nous exposons dans ce qui suit les diverses conclusions des **observations** de la surface d'échantillons sous compression.

Malgré la diversité de la microstructure des roches, dans la majorité des études expérimentales on note quelques points communs quant à la prédominance d'un schéma de propagation. Les observations expérimentales montrent qu'à une échelle macroscopique, les fissures sont en partie : soit transgranulaires, soit coïncidentes avec les joints de grain, tout dépend du type de roche étudiée.

Dans le cas du grès, Hoagland et al (1973) observent que la plupart des zones de propagation sont dans le ciment calcique. Hamil et Sriruang (1976) observent une prépondérance des fissures se propageant le long des joints de grains dans le cas des roches sédimentaires, mais pour les roches cristallines la propagation est essentiellement transgranulaire. Dans le granite de Westerley, Friedman et al 1970 trouvent que plus de 75% des ruptures en cisaillement naissantes, sont parallèles aux plans de clivage du Feldspath ou des joints de grains ou des deux. Cependant, sous compression la fissuration transgranulaire est dominante dans le granite. Atkinson (1979) observe que la propagation des fissures dans le marbre de Carrare est influencée par les plans de clivage de la calcite, que se soit en inter ou intragranulaire. La propagation en échelon d'un plan de clivage à un autre, a aussi été beaucoup observée [Bombolakis 1973, Simmons et Richter, Dunning et al 1980].

Bien qu'une prédominance des fissures transgranulaires dans les roches cristallines soit mise en avant dans ces différentes études expérimentales, la propagation dépend du type et de la composition ainsi que de la répartition des différents défauts et des plans de faiblesses de la roche [Zhao 1998, Kranz 1983] ; nous ne pouvons rien conclure quant à la prédominance de la propagation intergranulaire dans le marbre calcique. De plus, mis à part la répartition des discontinuités de la roche, la propagation est aussi influencée par la vitesse de chargement.

D'après Spetzler 1979, Swanson 1980, à très faible vitesse de déformation, les roches subissent une propagation intergranulaire des fissures, et plus on augmente la vitesse du chargement plus on augmente la propagation transgranulaire. Les essais d'indentation de Zhang et al (2000) sur le marbre de Fungshan confirment ces observations. Ces derniers montrent que plus on augmente la vitesse de chargement, plus l'activité de microfissuration est importante. En effet, les fissures de ramification, signe de l'intensification de l'activité de microfissuration, sont plus présentes en régime dynamique que statique. Notons aussi que la propagation devient instable dans le cas dynamique. Pour qu'il y ait instabilité de propagation, il faut que l'intensité de concentration de contrainte K soit, égal au facteur de ténacité K_c, dans le cas contraire la fissure est stable (voir Figure 1.66)

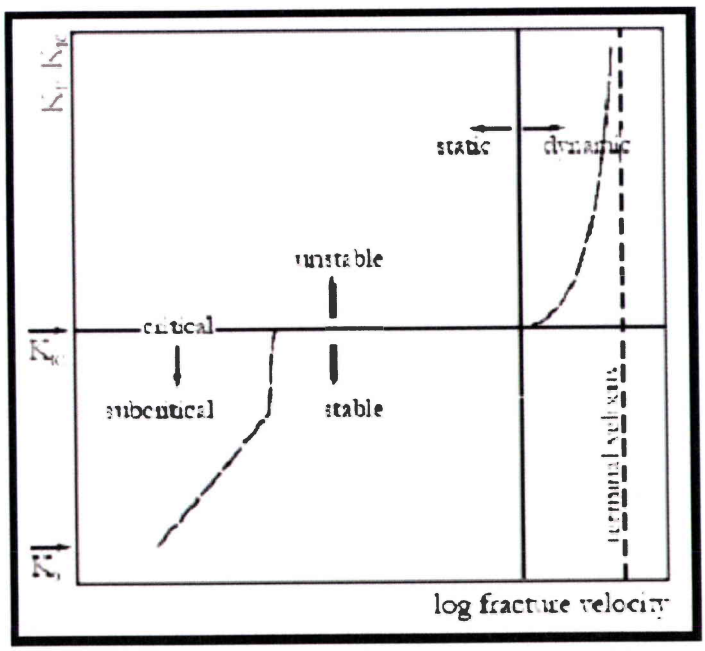


*Figure 1.66 : Représentation schématique du facteur d'intensité K en fonction du logarithme de la vitesse de rupture en mode **I** , et du régime dynamique & statique en fonction du régime stable & instable.*
D'après les schémas originaux de [Zhang et al 1999, Atkinson 1984] modifié par [Backers 2004]

En régime statique, les essais sur le marbre de Fungshan, montrent que les fissures prédominantes sont les fissures **intergranulaires,** mais les fissures **intra**granulaires sont toujours présentes. En régime dynamique Zhang et al (2000) constatent que les fissures intragranulaires prennent le dessus, mais ils affirment que quelques fissures intergranulaires sont activées en même temps.

Les essais de compression uniaxiale sous le MEB établis par Zhao 1998 sur le même marbre de Fungshan que Zhang et al 2000 ont permis d'établir une analyse statistique sur le nombre, l'orientation et la longueur des fissures à différents stades de l'essai de compression. Ces conclusions quant à la propagation des fissures mettent en avant la prédominance des fissures extensives (mode *I*) qui sont décrites comme abondantes (voir Figure 1.67, 68). Dans le but de mieux percevoir les schémas de propagation, beaucoup d'études similaires sous MEB, en accord avec les conclusions de Zhao 1998, ont été réalisées sur des échantillons minces ; Ingraffea et Heuze 1980 sur le calcaire, Petit et Barquins 1988 sur le grès, Jiefan et al. 1990 et Chen et al. 1992 sur le marbre, Huang et al. 1999 et Celestino et al. 2000 sur le marbre et Shang et al. 1999 sur le granite et le marbre. Yin-Ping Li et Wang 2005 émettent des réserves quant à l'interprétation objective de ces observations. Kranz 1983, fait aussi remarquer qu'en majorité ces observations sont effectuées sur des surfaces planes, après que les contraintes de cisaillement s'effacent, de plus, les déplacements cisaillant préservés sont trop petits pour être détectés.

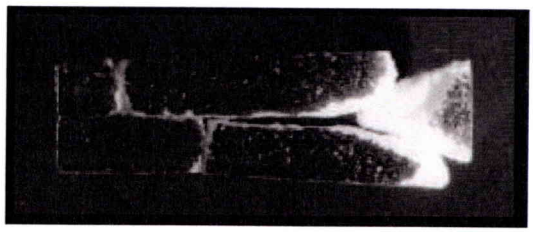


Figure 1.67 : Ruptures macroscopiques de l'échantillon de marbre sous compression uniaxiale. D'après [Zhao 1998]. [Notons l'apparition d'un cône de frottement et deux macrofissures perpendiculaires à la direction de chargement signe d'un effet de flambement de l'échantillon vu l'élancement important (20/5)].

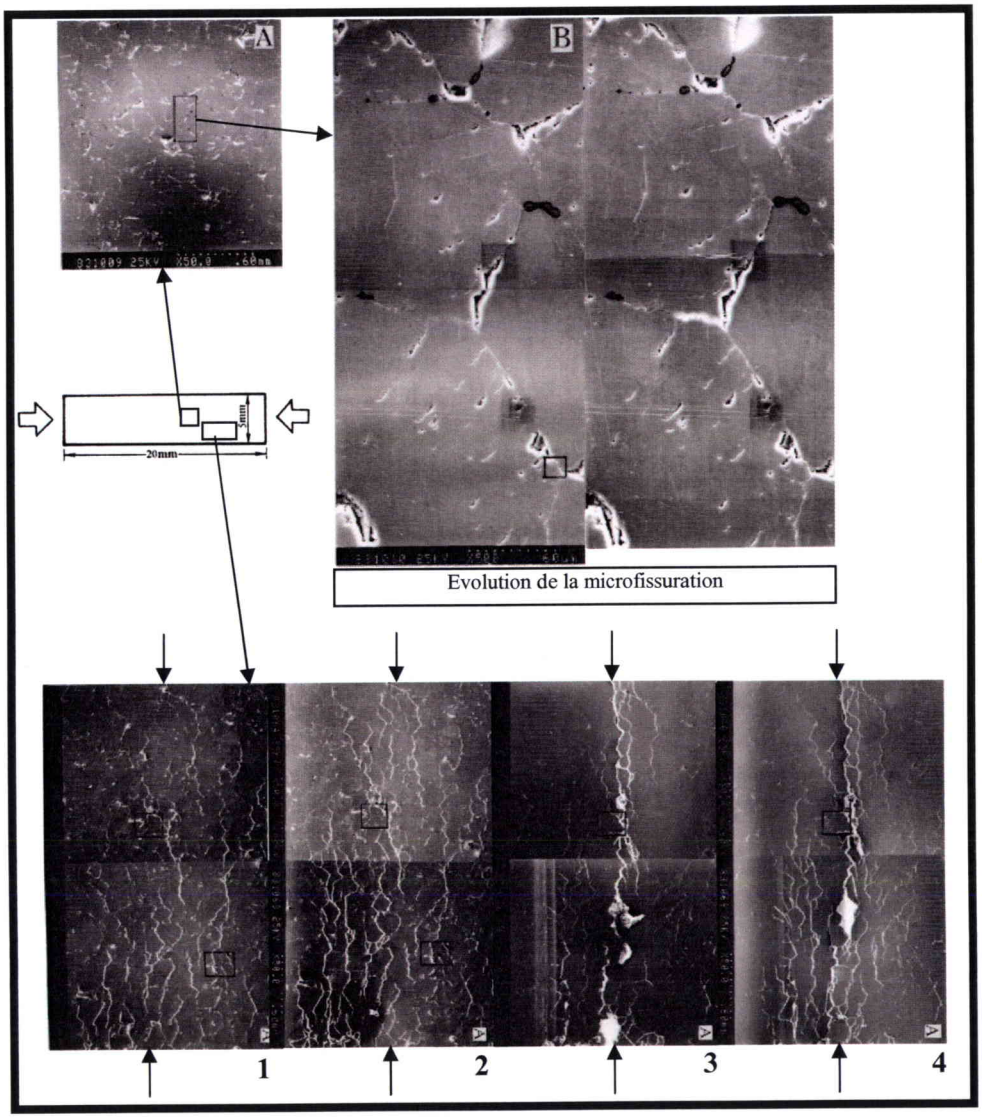


Figure 1.68 : En haut : Propagation le long des défauts existant dans le marbre sous compression (évolution de la microfissuration de 70% de la contrainte limite à 91% de la contrainte limite). En bas : Image 1 & 2 : 59% & 73% de la contrainte maximale. Des microfissures avec une orientation aléatoire s'initient. Image 3 & 4 : 88% & 96% de la contrainte limite. Une augmentation du nombre et de la taille des fissures est notée, aussi la direction de propagation est essentiellement suivant la direction de compression. Remarquons que la coalescence s'effectue à travers les joints de grains, et les meso et les macrofissures coalescentes en zigzag. D'après [Zhao 1998]

La plupart des études expérimentales décrite précédemment affirment que la majorité des microfissures sous compression extensive et leurs croissances sont essentiellement en mode **I**. [voir aussi : Diederisch 2004, Eberhardt 1998, 1999, Bobet 2000]. Mis à part les classifications géométriques des fissures, une subdivision cinématique des fissures en deux classes : fissures en extension et fissures en cisaillement sont aussi possibles, selon que les plans des fissures soient très proches de l'extrémité de la fissure, respectivement, perpendiculaires ou parallèles au plan de propagation instantanée [Kranz 1983].

En résumé, d'après les différentes observations de faciès, ce qu'on peut affirmer pour l'instant, c'est que les fissures macroscopiques dans le marbre calcique sous compression uniaxiale (en régime statique) auront une aptitude à se propager en mode ***I*** , puisque le K_{IC} est toujours inférieur au K_{IIC} dans la plupart des roches (voir Tableau 1.5) (les configurations en cisaillement sont rares [Brace 1976]). Hors mis les déductions des observations expérimentales, la propagation aura tendance à suivre un chemin intragranulaire, vu le clivage parfait de la calcite, mais aussi une tendance intergranulaire suivant l'abondance des microfissures coïncidentes [Wong 2004]. Aucune prédominance n'est évidente.

Rock type	Value [MPa m$^{1/2}$]	References
K_{IC}		
Diorite (Äspö)	3.21	Staub et al. (2003)[1]
Diorite	2.22-2.77	Beauman et al. (1989)[1]
Dolostone	0.81-2.57	Gunsallus & Kulhawy (1984)[2]
Granite	~2.0	Ingraffea (1981)[3]
	1.88	Rao et al. (2003)[4]
	0.65-2.47	e.g. Müller & Rummel (1984)[1], Ouchterlony (1988)[1], Ouchterlony & Sun (1983)[1]
Limestone	~0.8	Ingraffea (1981)[3]
	0.82-2.21	e.g. Beauman et al. (1989)[1], Guo (1990)[1], Ouchterlony & Sun (1983)[1]
P=0.1MPa	0.42	Al-Shayea et al. (2000)[5]
P=28MPa	1.57	
Marble	2.21	Rao et al. (2003)[4]
	0.46-2.25	e.g. Beauman (1999)[6], Guo (1990)[1], Müller & Rummel (1984)[1], Ouchterlony (1988)[2]
Sandstone	1.67	Rao et al. (2003)[4]
	0.67-2.56	e.g. Guo (1990)[1], Ouchterlony (1988)[1,2], Meredith (1983)[2]
P=0.1MPa	1.08	Müller (1984)[1]
P=40MPa	2.21	
P=80MPa	2.54	

Rock type	Value [MPa m$^{1/2}$]	References
K_{IIC}		
Granite	~2.2	Ingraffea (1981)[3]
	4.90	Rao et al. (2003)[4]
	1.75-20.60	Singh & Sun (1989)
Limestone	~0.9	Ingraffea (1981)[3]
P=0.1MPa	0.92	Al-Shayea et al. (2000)[5]
P=28MPa	2.18	
Marble	6.1	Rao et al. (2003)[4]
	3.33-6.36	Rao (1999)[4]
Sandstone	4.95	Rao et al. (2003)[4]
	0.32-0.41	Singh & Sun (1989)
K_{IIC}/K_{IC}		
Granite	~1.1	Ingraffea (1981)
	2.6	Rao et al. (2003)
Limestone	~1.1	Ingraffea (1981)
P=0.1MPa	2.1	Al-Shayea et al. (2000)
P=28MPa	1.4	
Marble	2.8	Rao et al. (2003)
Sandstone	3.0	Rao et al. (2003)

Tableau 1.5: Les différents facteurs de concentrations de contraintescritiques (ténacité) K_c de diverses roches, vus dans la littérature. D'après [Backers 2004]

La microfissuration résulte des concentrations de contraintes à l'échelle du grain, de ce fait la propagation et la coalescence dépendent fortement de la géométrie des fissures, de leurs orientations par rapport au champ de contrainte, des hétérogénéités rencontrées sur leur chemin, et des orientations et des tailles des grains. Vu la complexité de la microstructure des roches, la détermination d'un schéma de propagation à partir d'essais de compression sur des roches intactes est une tache difficile. Il apparaît donc nécessaire d'effectuer des essais sur des échantillons préfissurés (avec entaille voir Figure 1.64) pour pouvoir contrôler l'influence des différents paramètres sur le chemin de propagation et le schéma de coalescence.

Le schéma de propagation de fissures à partir d'une fissure préexistante a été décrit par Bobet 2000 dans la Figure 1.69. Les fissures en ailes sont extensives et se propagent d'une manière stable [Nemat Nasser 1986, Zhang et al., 1999, Atkinson, 1984, Sagong et Bobet 2002]. Elles suivent la direction de compression. Les fissures secondaires sont des fissures de cisaillement et se propagent d'une manière instable dans la direction coplanaire au plan de la fissure principale avec la même inclinaison que les fissures en ailes, mais dans la direction opposée. Leur initiation dépend fortement de la contrainte maximale en cisaillement [Bobet 2000]. Pour l'instant, seules quelques études ont permis de visualiser les fissures secondaires se propageant dans la direction coplanaire [Yin Ping Li 2004].

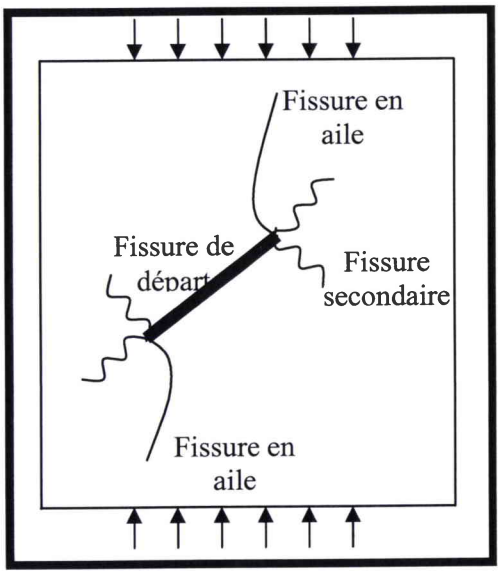
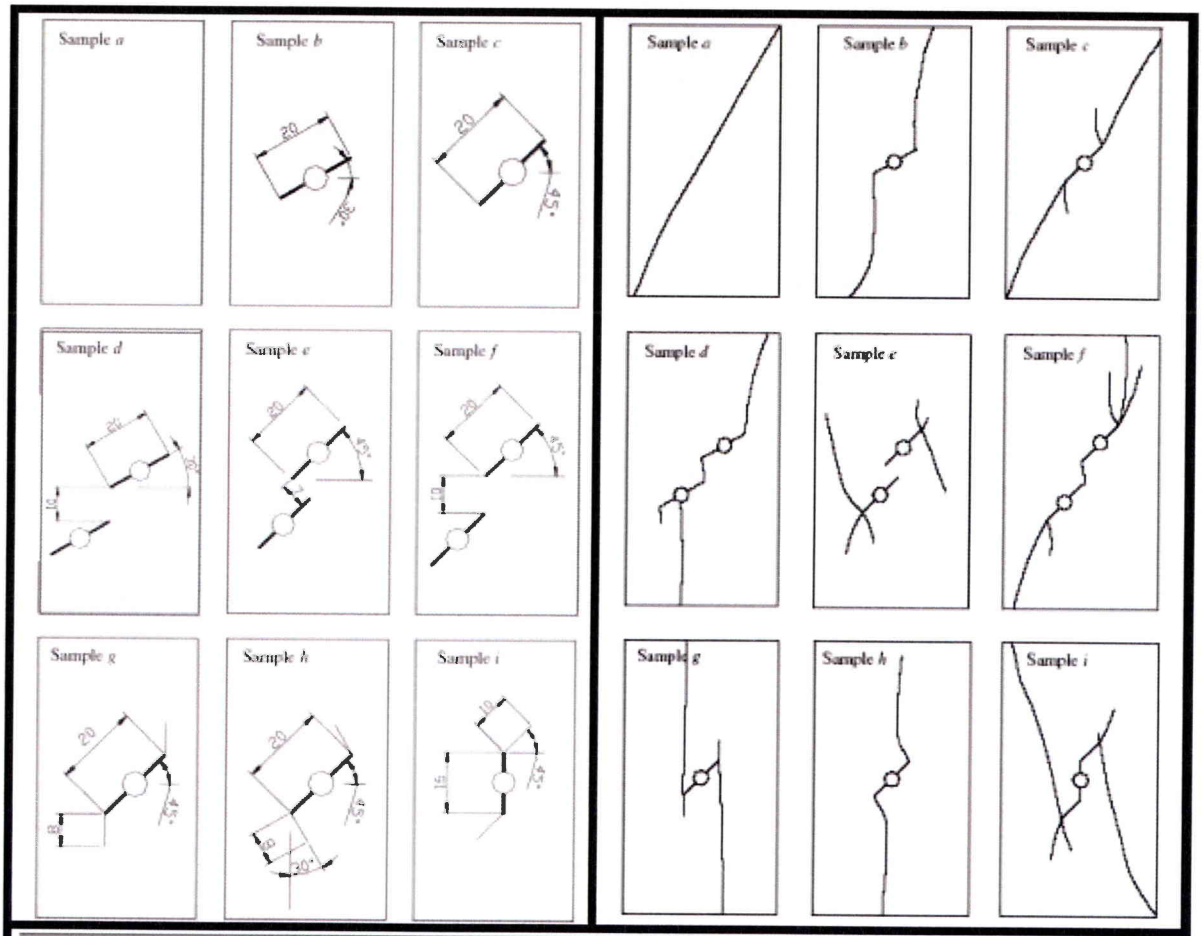


Figure 1.69 : Schéma de propagation de fissures sous compression uniaxiale. D'après [Bobet 2000] (Notons que le Schéma de Bobet est basé sur une fissure « idéale » isolée, or dans la roche naturelle les formes des fissures rémanentes sont très variées [Li et Wang 2003] .)

Différents travaux [Reyes et Einstein 1991, Shah 1990a,b, Shen 1993, 1995, Bobet 1997, Bobet et Einstein 1998, Zhu et al. 1998, Wong et Chau 1998, Vasarhelyi et Bobet 2000, et Wong et al. 2001, Backers 2002]sur les essais de compressions d'échantillons de roches préfissurées ont permis de mettre à jour les conclusions suivantes :

*L'initiation s'effectue toujours en bout de fissure. Les fissures en aile (fissure due à la traction) et les fissures secondaires tendent à s'aligner avec la direction principale de chargement quelle que soit l'orientation de la fissure.

*La propagation des fissures nucléées dépend fortement : de la longueur, de la géométrie et de l'orientation de la fissure préexistante par rapport au champ de contrainte. En effet, suivant l'orientation de la fissure unique, une compétition entre les forces de cisaillement et de traction est produite. Cette compétition se manifeste lors de la rupture par l'apparition, des fissures secondaires (Figure 1.69 cas de l'échantillon g) ou des fissures en ailes (Figure 1.70 cas de l'échantillon b) et de la prédominance de l'une par rapport à l'autre quand elles apparaissent en même temps (Figure 1.70 cas de l'échantillon c) [Yin Ping li 2004]



Sample number	Initial angles	Elastic moduli (GPa)	Critical collapse loads (MPa)	Supplement
a	–	16.5	77.35	No crack
b	66°	12.9	45.02	Single crack
c	55°	15.1	61.79	Single crack
d	63°	10.1	33.29	Double cracks
e	52°	14.8	40.65	Double cracks
f	58°	14.5	47.32	Double cracks
g	–	11.0	43.93	Zigzag crack
h*	–	–	–	Zigzag crack
i	56°	13.3	57.73	Zigzag crack

Figure 1.70 : En haut à gauche : Schémas des différentes configurations de préfissures dans le marbre de Huangshi. A droite : les différents modes de propagation et de coalescence des différents cas suite aux essais de compression uniaxiaux. En bas, Tableau des mesures de ; l'angle d'initiation des fissures en ailes, des modules élastiques, et des valeurs de contrainte limite en compression suivant les différents cas. D' après [Yin Ping li 2004]

*Les fissures secondaires apparaissent dans le cas d'une préfissure dont l'orientation, la géométrie et la taille induisent des contraintes de cisaillement, leur propagation est plus ou moins stable suivant la configuration de la fissure et les propriétés de la roche [Yin Ping li 2004].

*Comme on le constate sur le tableau de la Figure 1.70, les différentes configurations de préfissures affaiblissent plus ou moins les propriétés élastiques de la roche et affectent la contrainte limite en compression. Ce qu'il faut remarquer, c'est que les valeurs du module d'élasticité « E » et de la contrainte maximale en compression, ne dépendent pas de la quantité de vide créée dans le matériau, mais de sa géométrie et de son orientation par rapport au chargement (comparer cas b aux cas e et f de la Figure 1.70).

*Aussi, l'angle de l'initiation de la rupture des fissures en ailes (ou en extension) dépend de la roche étudiée [Zhu et al 1998, Yin Ping li 2004].

*Enfin, concernant les fissures en zigzag le mécanisme de rupture est plus compliqué, la rupture finale est imprévisible [Yin Ping li 2004]. Ce qu'on peut conclure, c'est que plus les fissures sont proches, plus la valeur de la contrainte maximale est faible.(voir Figure 1.70 , comparer cas e, avec f et d).

*Également suivant leur initiation et leur propagation, les fissures les plus proches de la direction de chargement, que ce soit les fissures secondaires ou les fissures en ailes, forment la ruine finale.

*Tous les essais cités, se basent sur les observations bidimensionnelles des surfaces d'échantillons de roches préfissurées à différents stades du chargement. Or, la propagation des fissures ne s'effectue pas suivant un plan. Brace et Bombolakis 1963, et Horii et Nemat-Nasser 1985 indiquent qu'à l'échelle micro ou mésoscopique, les fissures en mode ***II*** ne se propagent pas dans leur plan.

*Excepté les études sismologiques [Olsen et al 1997, Dalguer et al 2003…], les études, à l'échelle du mécanicien, concernant le phénomène de croissance et de propagation tridimensionnelle de la fissure sont encore exceptionnelles [Dyskin et Germanovich 1999, Sahouryeh et Dyskin 1997, Dyskin et al. 1994, Li et al.1988, Wong et al. 2003, 2004, Healy et al 2006]. Les essais de Wong et al. 2003,2004 montrent que la propagation des fissures en ailes est tridimensionnelle, les fissures en ailes sont par suite appelées les fissures en pétales, deux types de fissures tridimensionnelles ont été observés (les fissures en pétales Figure 1.71 (a) et les fissures en échelle (c)). Wong et al. 2003,2004 montrent dans ces travaux sur le marbre calcique de Chine, préfissuré, que la propagation dépend fortement non seulement de son orientation **α** (voir Figure 1.71) mais du rapport de sa profondeur **d** par la largeur du spécimen **t** [**d/t** voir Figure 1.72].

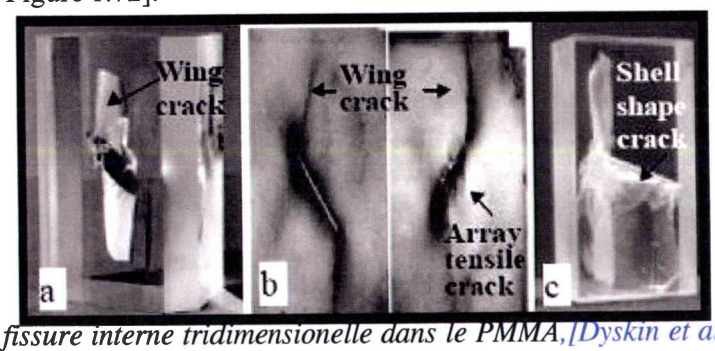


Figure 1.71 : (a) fissure interne tridimensionelle dans le PMMA,[Dyskin et al.1994]. (b) fissure interne tridimensionelle dans le marbre, [Li et al.1988]. (c) fissure interne tridimensionelle en échelon dans le PMMA [Wong et al. 2003]

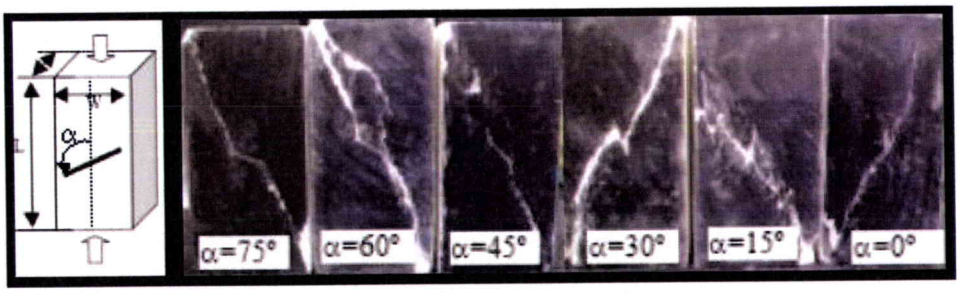


Figure 1.72 : Schéma de propagation suivant l'orientation de la fissure. D'après [Wong 2004]

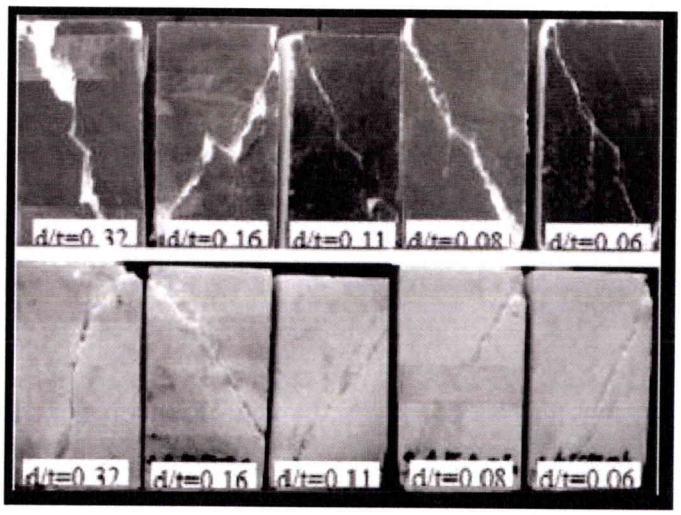


Figure 1.73 : Influence du rapport (d/t) sur le schéma de propagation. Images de face et de dos des échantillons de marbre de chine. D'après [Wong 2004].

Pour conclure, la propagation est directement liée à la géométrie de la fissure et la nature du milieu dans lequel elle évolue. Les essais avec deux ou plusieurs fissures montrent que le phénomène de coalescence entre deux fissures est très variable et imprévisible. Les schémas de coalescence dépendent fortement de la configuration de la roche à chaque instant du chargement.

L'hypothèse de Griffith [Griffith 1900] décrivant la rupture de la roche comme étant due à la croissance d'une fissure a été rejetée par Wawersik et Fairhust 1970, Kranz 1983 et bien d'autres. La coalescence et l'interaction des différentes fissures sont la principale cause de macrofracture des roches. D'après les différents essais expérimentaux et les premiers modèles développés [Bombolakis 1964, Hoek et Bieniawski 1965, 1984, Lange 1968, Swain et Hagan 1978, Segall et Pollard 1980, Dey et Wang 1981] , il est clair que certaines configurations de fissures sont plus favorables que d'autres. En effet, c'est la concentration de contrainte entre les fissures qui permet la connexion ou la liaison entre les deux bouts de fissures.

Les travaux de Hoek et Bieniawski (1965) montrent l'influence de différentes configurations de fissures sur la contrainte d'initiation de la rupture en compression (voir Figure 1.74). Les travaux de Shen (1995) sur des échantillons de gypse avec une double fissure sous compression uniaxiale, montrent que le mode de rupture et de coalescence dépendent de l'angle de liaison « bridge angle » (voir Figure 1.74)

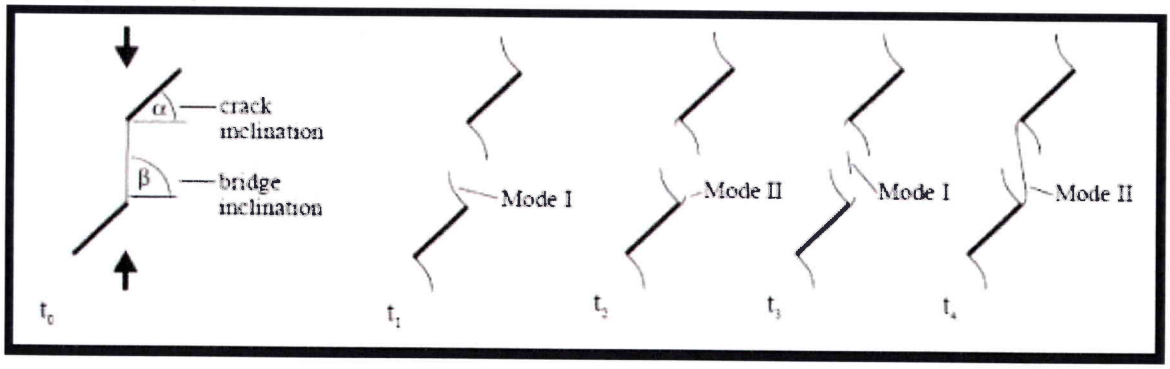


Figure 1.74 : Géométrie et développement de la fissuration avec l'augmentation du chargement. A t_1 : développement des fissures en ailes en mode I, t_2 : initiation des fissures secondaires en mode II t_3 : ouverture de fissure entre les deux fissures en aile et en t_4 : les fissures sont connectées en mode II. D'après [Shen 1995 modifié par Backers et al 2002]

Comme la concentration de contrainte est directement liée à l'organisation des discontinuités de la roche par rapport au chargement, la coalescence est par suite dépendante des différentes configurations des fissures initiées et qui se sont propagées à l'échelle méso ou macroscopique. Les différentes expériences avec deux préfissures concordent avec cette idée.

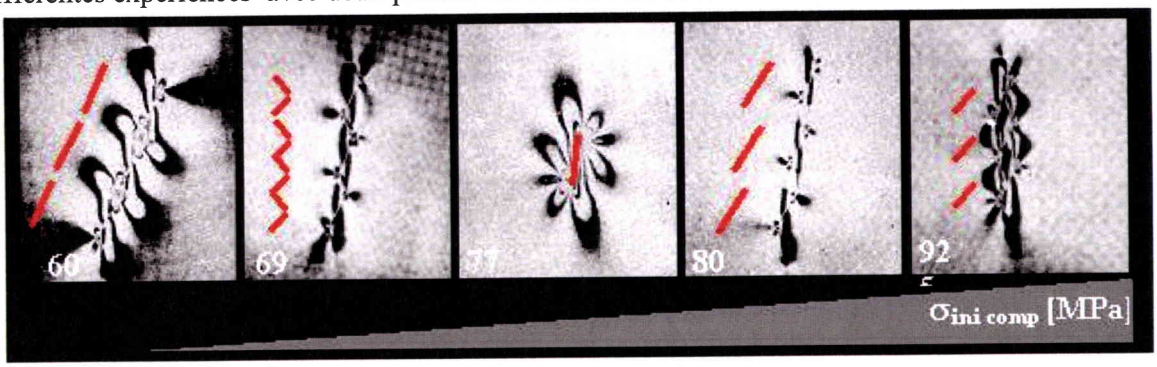


Figure 1.75 : Effet des différentes configurations de fissures sur la contrainte d'initiation en compression $\sigma_{ini\ comp}$. D'après [Hoek et Bieniawski 1965].

Suite aux différentes observations expérimentales des mécanismes d'initiation à différentes échelles, il a été clairement établi que la population des microfissures initiales est répartie d'une manière aléatoire dans la roche. Suite à l'augmentation du chargement, cette répartition devient de plus en plus localisée au fur à mesure que l'on s'approche de la contrainte critique [Olsson 1974, Hoshino et Koide 1972, Sangha et al 1974, Rong et al 1979, Spetzler et al 1981, Sondergeld et Estey 1981]. Cette localisation accompagne la formation de colonnettes bornées par des fissures parallèles (voir Figure 1.75, 76) qui se courbent quand la contrainte augmente. La formation de la rupture macroscopique est réalisée suite à l'interconnexion des différentes zones de concentration de fissures et des joints de grains. La majorité des observations post rupture, indiquent que la densité de fissures est élevée dans les zones de rupture et presque inexistante quelques grains plus loin [Friedmann et al 1970, Tullis et Yund 1977, Wong 1980, 1982]

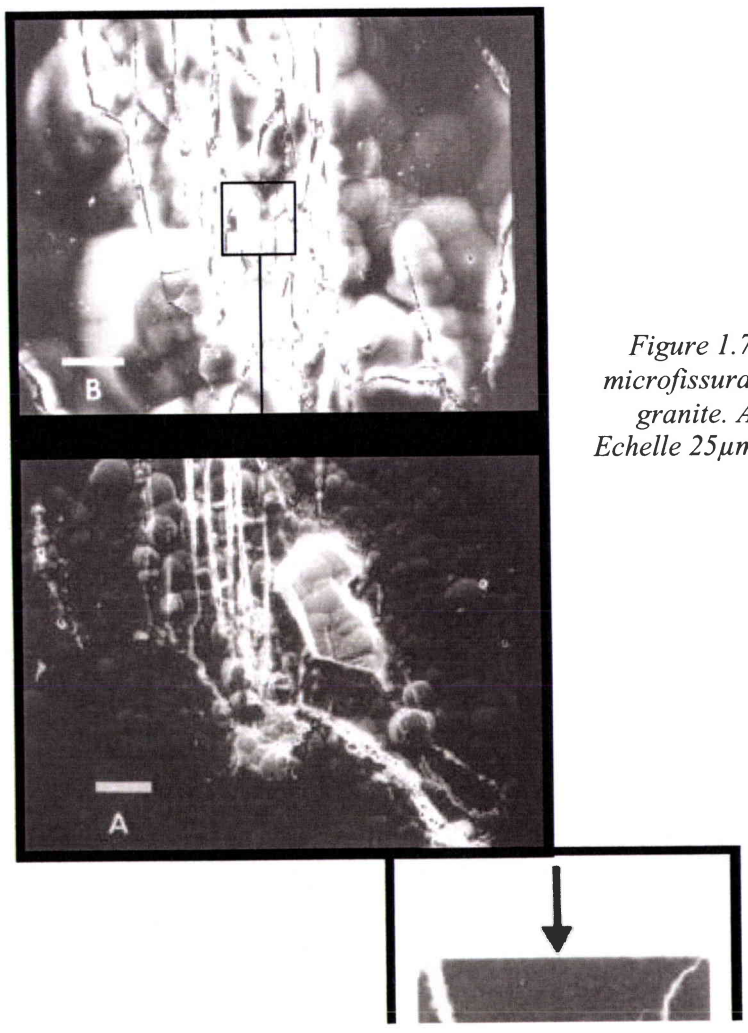


Figure 1.76: Localisation de la microfissuration en colonne dans le granite. A) Echelle 350µm, B) Echelle 25µm. D'après [Kranz 1983]

Figure 1.77 : Localisation de la fissuration dans le gneiss sous compression uniaxiale. (σ_c= 60 MPa) . Image au centre de l'échantillon voir [Li et al 1998]

En résumé : De l'initiation à la rupture finale (en passant par la propagation et la coalescence), il apparaît que sous compression uniaxiale, dans le cas des roches cristallines, la rupture macroscopique est essentiellement le résultat de la fissuration extensive, qui s'initie et se propage suivant la direction de chargement maximale. Son interaction avec l'ensemble des différents défauts préexistants et nucléés suite au chargement, induit une localisation et une instabilité de la déformation se traduisant par la rupture fragile finale. Le mode de rupture en clivage axiale semble donc le plus commun.

Aussi, les différentes observations expérimentales ont démontré la variété des mécanismes d'initiation possibles dans la roche, mais aussi la grande complexité des différents modes de propagations. Bien que la généralisation du comportement sous compression soit impossible, les différents essais avec une préfissure [Chen et al 1995, 1992, Yin Ping Li 2005, 1988, Bobet 2000, Wong 2002, 2004…] ou deux préfissures inclinées [Reyes et Einstein 1991, Shah 1990a,b, Shen 1993, 1995, Bobet 1997, Bobet et Einstein 1998, Zhu et al. 1998, Wong et Chau 1998, Vasarhelyi et Bobet 2000, et Wong et al. 2001] exposés et cités, ont permis d'établir quelques schémas utiles à la modélisation et la prédiction du comportement sous compression. Nous exposons dans ce qui suit les différents modèles et idéalisations des mécanismes d'initiation, de propagation et de coalescence. Nous verrons aussi que les fondements de la mécanique de la rupture [Griffith 1921, Inglis 1913, Paterson 1978, Rudnicki 1980] sont déduits de la croissance d'une unique fissure isolée, or on sait très bien que la réalité s'éloigne fortement des idéalisations habituelles [Sawn 1975].

1.5 Conclusion du chapitre 1 :

L'étude bibliographique relatant des mécanismes d'endommagements locaux, constitue une référence, qui sera indispensable à l'interprétation des mécanismes d'endommagements locaux, observés sur les marbres de Macael. En effet, la détection, par l'observation, des mécanismes microscopiques régissant l'endommagement progressif du géomatériau, nous sera utile à la définition des précurseurs dominant de la fissuration.

La deuxième partie de cette étude, relatant du comportement des roches sous différents cas de charges, nous renseigne sur les difficultés et les complications possibles lors des essais expérimentaux. Grâce à la définition des modes de ruptures sous compression uniaxiale, l'interprétation des faciès devient un indicateur de l'efficacité de l'essai, mais aussi du comportement du marbre.
Aussi, la compréhension des mécanismes d'endommagement intervenant dans les différentes phases du comportement sous compression, nous permettra de définir la phase d'initiation.

2. Analyse à différentes échelles de l'architecture interne de trois marbres de Macael

Table des matières

2. Analyse à différentes échelles de l'architecture interne de trois classes de marbre de Macael. 82
Introduction 83
2.1. Étude des marbres de la région : 84
2.2 Classification et choix des échantillons de marbres 88
2.3 Analyse à différentes échelles de l'architecture interne de trois de marbre de Macael 90
2.3.1 Analyse de l'architecture interne du Travertino Rosa de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique : 91
2.3.1.1 Analyse des défauts vides dans le Travertino Rosa: 94
2.3.1.2 Estimation de la taille du VER du Travertino Rosa: 96
2.3.2 Analyse de l'architecture interne du Travertino Crema de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique : 96
2.3.2.1 Analyse des défauts vides 98
2.3.2.2 Estimation de la taille du VER 98
2.3.3 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » à différentes échelles 99
2.3.3.1 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » dans la direction 0°: 100
2.3.3.2 Résultats de l'analyse statistique dans la direction 0°: 103
2.3.3.3 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » dans la direction 90°: 106
2.3.3.4 Analyse du Blanco de Macael « pur » à l'échelle microscopique : 111
2.3.3.5 Analyse des défauts dans le cas du Blanco de Macael « pur » : 112
2.3.3.6 Synthèse : 114
2.3.4 Analyse de l'architecture interne du Blanco avec des bandes minérales à différentes échelles : 115
2.3.4.1 Analyse à l'échelle microscopique : 116
2.3.4.2 Analyse des défauts dans le cas du Blanco avec des bandes minérales : 119
2.3.5 Conclusion : 119
2.3.6 Estimation de la taille du VER : 121
2.4 Conclusion chapitre 2 : 121

Introduction

La région de Macael est une zone géologique riche en roches carbonatées métamorphiques (voir annexe). Une variété impressionnante de marbres apparaît dans la région. Par conséquent, la première étape de caractérisation est la distinction et le classement de ces marbres. La deuxième, concerne le choix d'une classe à étudier en accord avec les différents industriels.

Nous commençons par établir dans ce chapitre, un état des lieux à différentes échelles des marbres de la région de Macael et de ses alentours. Ce travail contribue à l'établissement d'une vision globale des roches de la région. Plus de détails concernant l'historique du complexe métamorphique sont exposés en annexe.

2.1. Étude des marbres de la région :

Les différents travaux de Martinez Martinez (2002), Vissers et al (1995), Augier (2004), Lopez Sanchez-Vizcanio (1995), Rogriguez Gordillo (2005) décrivent la grande diversité des roches carbonatées du complexe métamorphique du Nevado Filabride (voir Figure 2.1 et annexe).

Les marbres, extraits par les différents industriels de la région étudiée, proviennent essentiellement des hauteurs situées entre le village de Cobdar au sud et Macael au nord, et entre Laroya à l'ouest et Lijar à l'est (Figure 2.2). Cette région recensent environ 125 marbres différents allant du marbre blanc calcique pur aux brocatelles (voir catalogue, Mesones et Rocas y travertinos). Les travaux de Lopez Sanchez-Vizcanio (1995) (Figure 2.1a, b) permettent une première identification de la composition et de la structure des marbres des zones concernées.

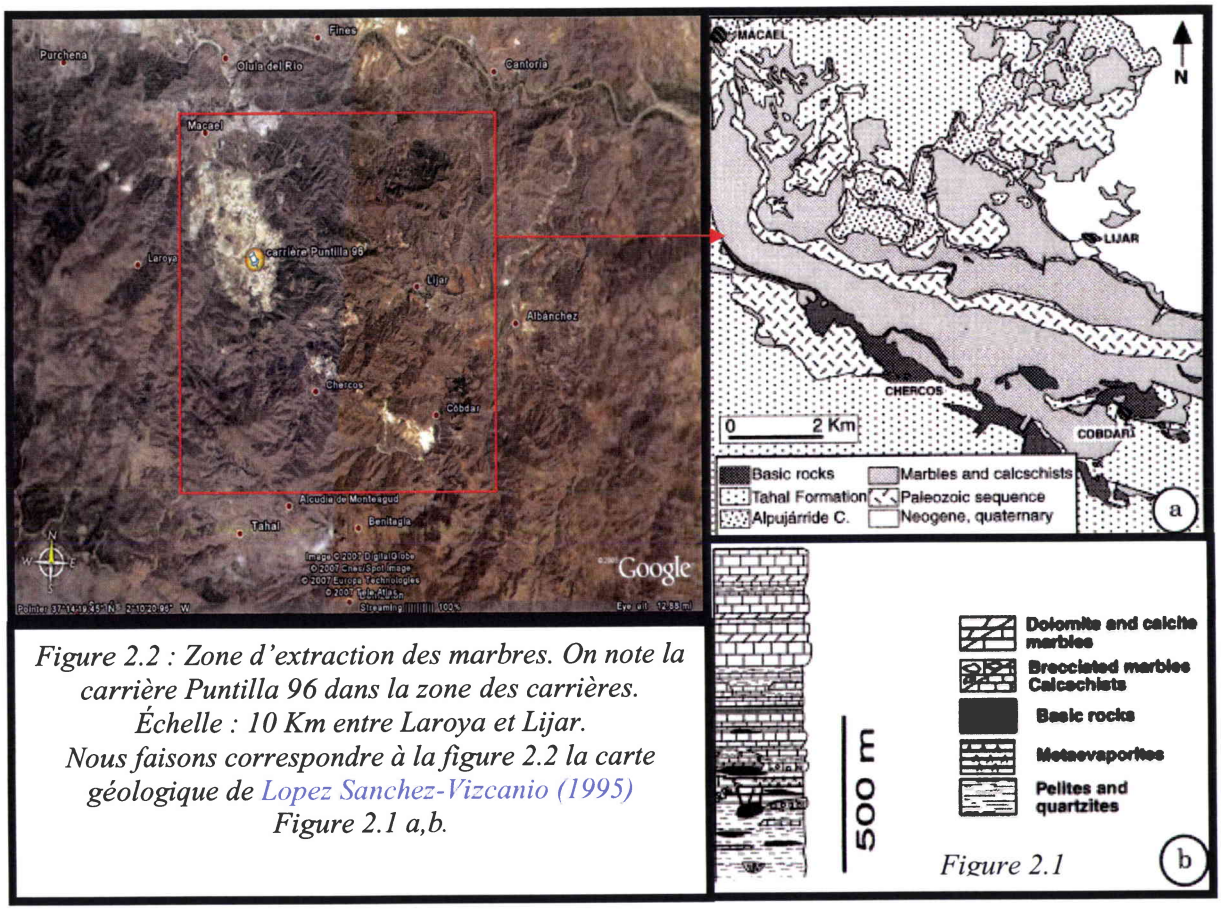


Figure 2.2 : Zone d'extraction des marbres. On note la carrière Puntilla 96 dans la zone des carrières. Échelle : 10 Km entre Laroya et Lijar. Nous faisons correspondre à la figure 2.2 la carte géologique de Lopez Sanchez-Vizcanio (1995) Figure 2.1 a,b.

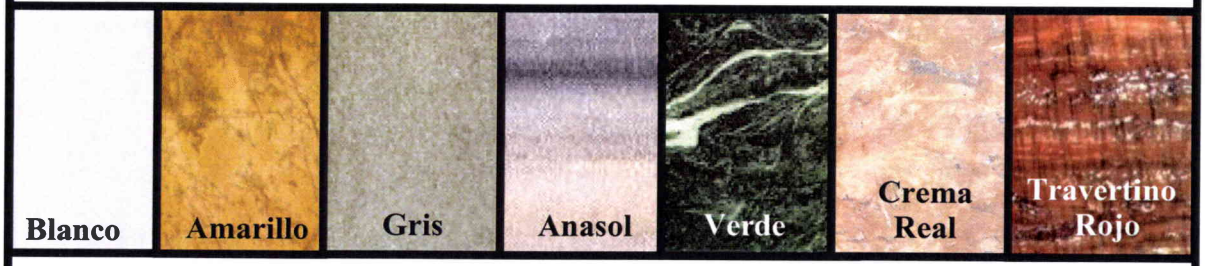
Figure 2.1

A cette échelle, les travaux Lopez Sanchez-Vizcaino (1995), situent les marbres dans les formations de roches carbonatées, dans **les hauteurs de la zone.** Ces formations présentent des niveaux de marbres calciques et dolomitiques contenant des évaporites¤ et des schistes calcaires (calcschiste).

Les hauteurs développent deux ordres lithologiques¤ distincts, [Lopez sanshez Vizcaino 1995] respectivement dans **une séquence supérieure** et **une inférieure** (Figure 2.1b).

Les analyses in situ, effectuées par le CTAP, décrivent des marbres à faible porosité (<2%) dans les séquences inférieures et différents degrés (0,01 à 10%) dans les séquences hétérogènes supérieures. Nous présentons dans la Figure 2.2 ci dessous, sept marbres reflétant la diversité de la production locale.

Marbre	Densité (g/cm^3)	absorption %	Porosité %	Dolomite %	Calcite %	MgO %	CaO %	SiO_2 %	FeO_2O_3 %
Blanco de Macel	2,72	0,16	0,60	0	99	0,89	54,80	0,08	0,14
Amarillo Macael	2,84	0,06	0,19	89	9	18,4	36,20	0,3	0,21
Gris Macael	2,69	0,53	1,3	0	92	0,79	54,90	1,5	0,3
Anasol	2,71	0,15	0,42	0	89	0,66	49,00	6,4	2
Verde Macael	2,81	0,2	0,28	-	-	0,07	49,64	0,17	0,28
Crema real	2,67	0,44	1,2	-	-	-	-	-	-
Travertin rojo	2,6	0,19	5,6	-	-	-	-	-	importante



Marbre	Minéraux principaux	Minéraux accessoires
Blanco de Macel	calcite	Quartz , moscovite, pyrite
Amarillo Macael	calcite et dolomite	Moscovite, Quartz
Gris Macael	calcite	Quartz , Plagioclase, Moscovite
Anasol	calcite et moscovite	Epidote, Quartz, plagioclase, Turmaline zircon.
Verde Macael	serpentine et calcite	pyrite et magnetite

Figure 2.3 : Quelques propriétés des marbres extraits de la région de Macael.

Le gris de Macael est un marbre provenant de la séquence inférieure, il présente une concentration de Plagioclase (minéral méta-granitique) lui conférant cette couleur grise. Les autres marbres proviennent essentiellement des séquences supérieures hétérogènes, ils peuvent être essentiellement dolomitiques comme l'Amarillo ou calcique comme l'Anasol, très poreux comme le travertin Rojo ou peu poreux comme le Blanco. Ce tableau donne une idée de la variété de composition et de structure de la production locale.

Une vision à l'échelle régionale permet ainsi une distinction globale des propriétés des marbres des deux unités concernées, si on veut maintenant caractériser le marbre pour une utilisation dans le bâtiment, l'analyse de la structure des marbres se doit d'être plus précise et par conséquent l'échelle d'étude doit être réduite.

Si on amoindrit, maintenant, l'échelle d'observation à l'échelle d'une carrière (quelques centaines de m²), on se rend compte que l'hétérogénéité minérale et structurelle est localement plus marquée.

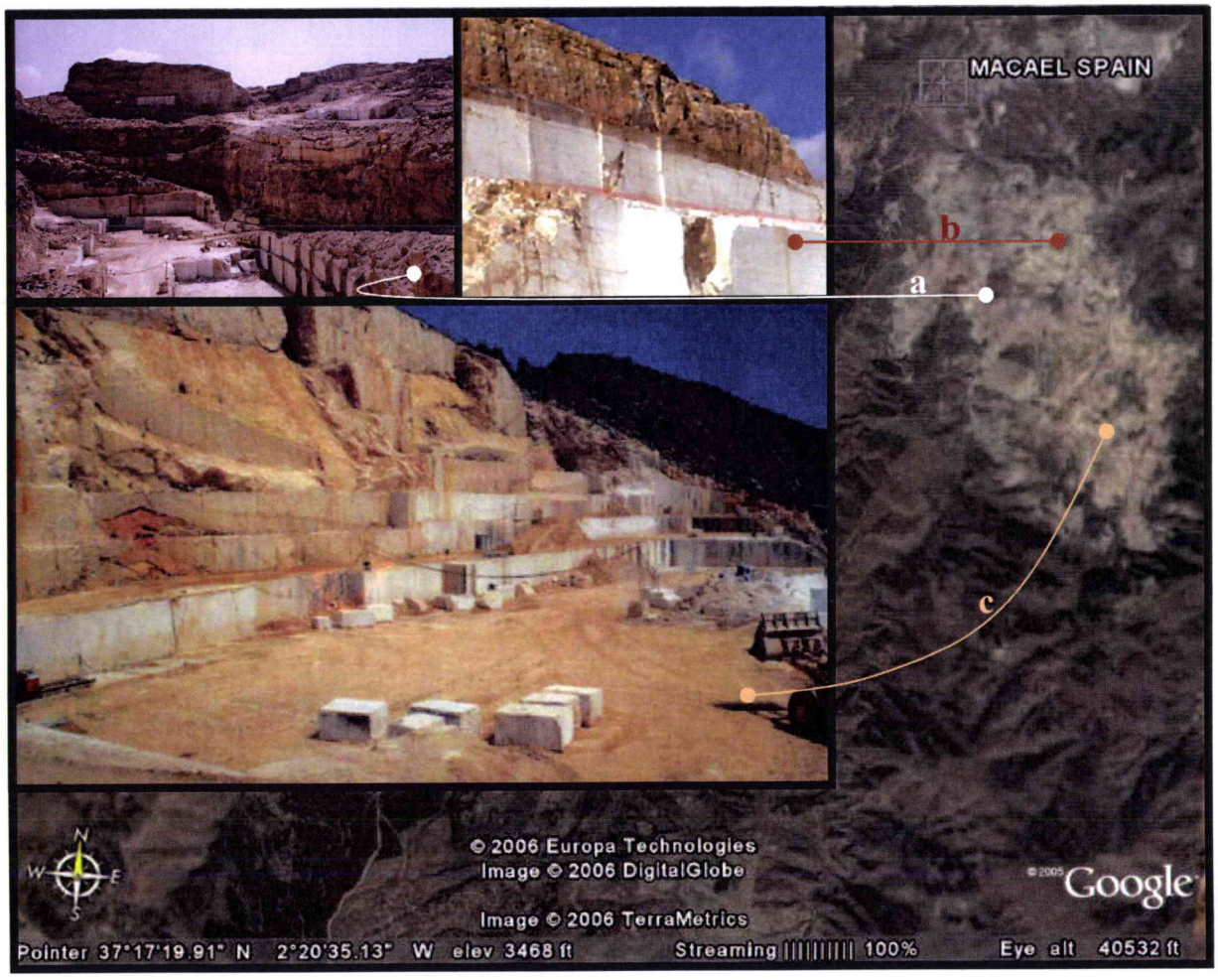


Figure 2.4 : a)Photo de la carrière de la Umbria d'après [Rodriguez Gordillo 2005]. b) Photo de la veine de marbre blanc d'une des carrières de l'unité de Calar Alto. c) Photo de la carrière de Puntilla.

Dans une carrière, les teintes de couleurs et les porosités des différentes veines, permettent la distinction entre un marbre calcique pur, un marbre impur ou un travertin (Figure 2.4).

Les dénominations ou identifications « commerciales des marbres » (Figure 2.3) sont basées sur des observations à l'échelle du filon, sachant que dans une même carrière plusieurs marbres distincts peuvent apparaître (Figure 2.4, 2.5), l'échelle d'analyse des marbres s'amoindrie alors de l'échelle de la carrière à l'échelle du filon.

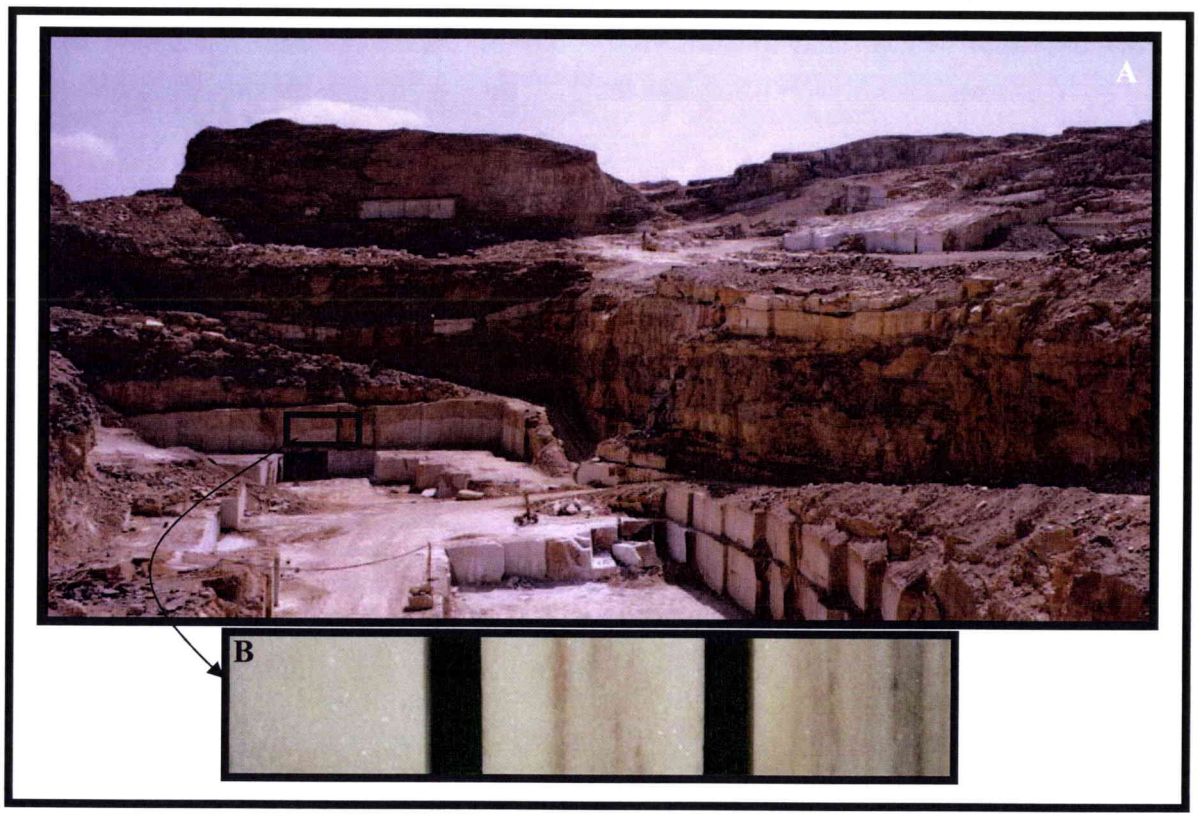


Figure 2.5 : A Photo de la structure minérale des carrières de Macael.
B) Différentes concentrations de minéraux secondaires (accessoires) dans le marbre calcique (Blanco de Macael) extrait de la carrière de la Umbria. D'après [Rodriguez – Gordillo 2005].

A l'échelle d'un filon soit quelques mètres en profondeur et une centaine de mètres en largeur (Figure 2.5), nous constatons aussi différents degrés d'hétérogénéités.

Dans les travaux de Rodriguez–Gordillo (2005) sur le marbre extrait de la carrière de la Umbria, (Figure 2.4a et Figure 2.5A), les veines présentent un marbre calcique blanc pur et impur avec différentes bandes d'inclusions plus ou moins denses. Ainsi, suivant le lieu d'extraction d'un bloc de marbre, l'hétérogénéité de composition peut varier (Figure 2.5B).

Comme les dénominations commerciales se réfèrent au filon, des confusions peuvent alors apparaître. En général le Blanco de Macael est présenté comme un marbre blanc pur (99% de calcite), or dans le même filon il peut être marqué par différents degrés de recristallisation (voir annexe) et des inclusions minérales de tailles et de densités différentes. Ceci explique les différences dans les tailles de grains et dans la composition chimique des marbres de Macael vus dans la littérature [Pilar Lapuente 2000, Rodriguez-Gordillo 2005, Carlos Rodriguez-Navarro 2003, Esbert 2003, Grossi 2003, U.Zezza et E.Sebastia'n 1992].

L'objectif industriel de la thèse étant de caractériser le comportement sous compression d'un marbre, permettant d'assurer un rôle de soutien structurel dans le bâtiment, cette première analyse des marbres de la région, montre que la caractérisation d'un marbre n'est possible qu'après analyse de différents blocs du même filon. En effet, l'historique des diverses déformations antérieures (voir annexe) marque la microstructure et influence le comportement mécanique. Comme un marbre peut présenter plusieurs degrés d'hétérogénéités, l'étude de caractérisation mécanique doit être effectuée par « classe » de marbre, c'est à dire, divers blocs de marbre (d'un même filon) présentant des minéraux constitutifs principaux et différentes concentrations et structures de minéraux secondaires. Vu la grande diversité des marbres des environs de Macael un choix doit être formulé, pour cela une classification préliminaire doit être effectuée.

2.2 Classification et choix des échantillons de marbres

L'objectif à long terme du « projet colonne » est de fournir une classification des marbres de Macael en fonction des capacités structurelles. Pour l'instant, aucune campagne d'essais, prenant en compte les degrés d'hétérogénéités et les différentes concentrations minérales, n'a été réalisée. Seulement quelques estimations existent dans les catalogues.

Dans ces conditions, d'autres méthodes de classification doivent être envisagées. La littérature propose quelques pistes. En effet, le grand nombre de mécanismes d'endommagement mis en compétition lors du processus de rupture a donné lieu au développement de lois universelles. Ces dernières peuvent être utilisées dans différents cas simples afin de prédire la résistance à la rupture d'une roche. En conséquent, plusieurs systèmes de classification ont été développés pour être utilisés comme des outils prédictifs de la capacité sous chargement de divers types de roches [Lockner 1995]. Les paramètres de qualité comme : le RQD [Deree 1964], la classification géomécanique CSIR [Bieniawski 1976], la classification RMR [Bieniawski 1989] , GSI [Hoek et Brown 1995] ou l'index Q de qualité NGI [Barton et al 1974] et bien d'autres sont résumés dans Hoek , Brown 1980, et Touitou 2002. Ces différents systèmes, ont tenté de prendre en compte des facteurs décrivant le type de roche (comme l'altération des joints, les caractéristiques des discontinuités, etc...) pour estimer leurs résistances mécaniques. Ces classifications ont été très utiles pour des évaluations de terrain avant forage ou pour caractériser des massifs rocheux. L'application de ces techniques, dans notre cas, présente beaucoup de difficultés. En effet, cette classification demande des études statistiques sur le terrain, et étant donné le grand nombre de carrières de la région, ce travail nécessiterait beaucoup de temps et de moyens. Or, le temps imparti et les moyens consacrés au choix de la classe, ne nous permettaient pas l'application de ce type de méthodes. D'autres méthodes de classification doivent être envisagées.

La géologie et la minéralogie proposent une classification basée sur l'aspect visuel et la texture (au sens géologique) de la roche. Pour distinguer les différents marbres, ce classement nous permet en premier lieu de définir quelques grandes catégories:

- Les travertins : sont des marbres à forte porosité. (ex : Travertino Rojo, Rosa, Crema, Ambar…)
- Les marbres compacts unicolores : limités aux blancs et aux noirs, avec d'autres plus ou moins mélangés de teintes diverses sur un fond quelconque. (ex : Macael Rio, Blanco Agua…)
- Les marbres cristallins saccharoïdes : qui ont une cassure à gros grains très caractéristique, semblable à celle du sucre. (Blanco de Macael, Anasol…)
- Les marbres 'veinés' présentant des 'veines' variées sur un ton uniforme, mais dont le dessin est irrégulier ou se prolonge dans la masse sur toute sa longueur. (Verde, Marquina Florido…)
- Les marbres bréchés, composés d'éléments anguleux de coloris divers réunis par ciment naturel. (ex : Emperador oscuro, Rojo Baztan,…)

- Les brocatelles, qui sont un aggloméré de coquilles en fragments. (ex : Rojo Bidasoa, Rojo Caravaca…)
- Les marbres concrétionnés, comportant de grandes taches blanchâtres sur un fond rouge.(ex : Crema real, Lago Rosa…)

Chaque catégorie ainsi définie, présente à son tour, différents degrés d'hétérogénéités minérales selon le marbre considéré. Dans les travertins, nous retrouvons :

- Des marbres très poreux, présentant un haut degré d'hétérogénéité minérale, comme dans le cas des filons de Travertino Rojo ou Rosa.

- Des travertins relativement homogènes, comme dans le cas du Crema ; où une seule couleur est prédominante et une répartition des pores suivants des lignes parallèles à la veine sont repérables.

- De même pour les autres variétés, pour citer un autre exemple ; dans la catégorie des marbres cristallins saccharoïdes, malgré la présence de différentes bandes minérales dans le filon du Blanco de Macael, ce marbre présente une composition minérale relativement homogène comparée à l'Anasol (voir Figure 2.3). Donc, trois sous catégories ont été définies ; une forte, une moyenne et une faible hétérogénéité minérale.

Grâce à cette première estimation un choix a pu être réalisé, les différents industriels et le CTAP nous ont proposé une étude comparative préliminaire de la CCU sur des échantillons provenant de différents blocs de trois veines de marbres de **la séquence supérieure** :

1. Le Blanco de Macael (un marbre cristallin saccharoïde à faible hétérogénéité minérale)
2. Le Travertino Rosa (un travertin à forte hétérogénéité minérale).
3. Le Travertino Crema (un travertin à faible hétérogénéité minérale). (Voir Figure 2.6)



Figure 2.6 : Photos des trois échantillons de marbres, à gauche Blanco de Macael, au centre Travertino Rosa, à droite Travertino Crema.

2.3 Analyse à différentes échelles de l'architecture interne de trois de marbre de Macael

Cette première analyse a pour objectifs, la détermination de l'architecture interne de ces trois marbres et la définition de la taille du volume élémentaire représentatif VER en fonction de l'hétérogénéité à différentes échelles.

Une fois la taille du VER défini, nous pourrons effectuer des essais de compression afin de comparer les CCU. Le marbre présentant la plus grande résistance en compression (CCU) sera choisi, pour une caractérisation de son comportement sous compression.

Pour une caractérisation globale des trois filons sélectionnés, différents blocs de marbre ont été extrait de trois carrières. Les blocs de Travertino Crema, de Travertino Rosa et de Blanco ont été prélevés à différents endroits des filons. **Cinq échantillons** cylindriques de 8cm de hauteur et 4cm de diamètre ont été par la suite dégagés des différents blocs par carottage comme c'est décrit dans la Figure 2.7.

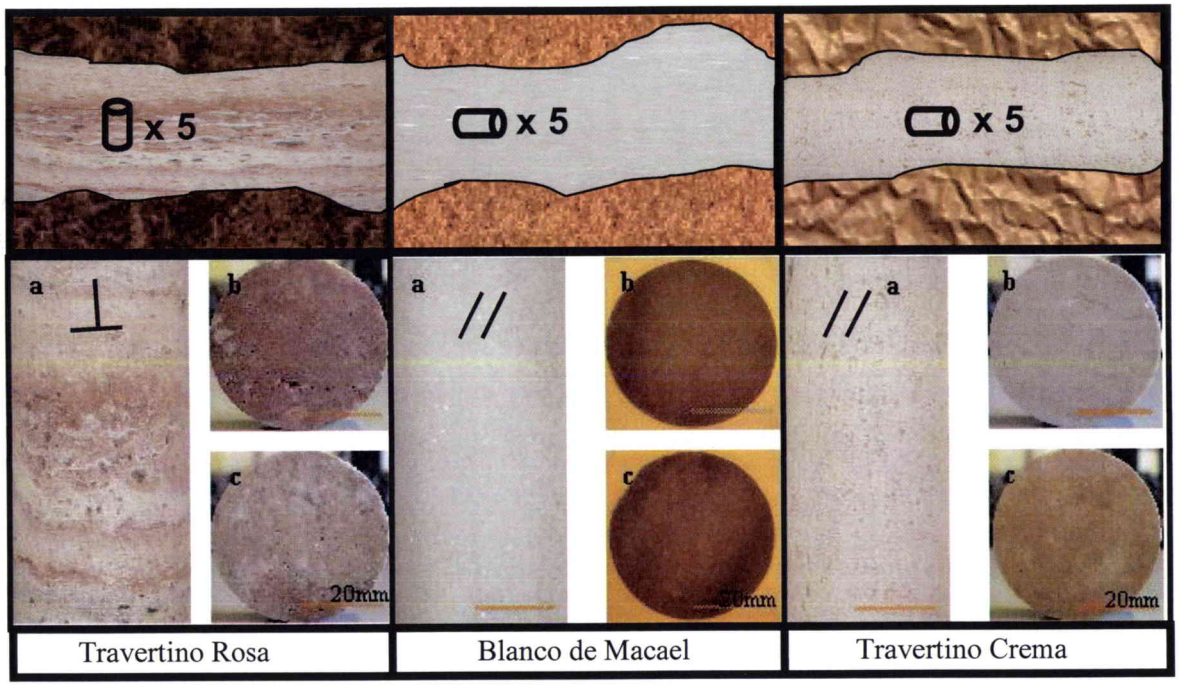
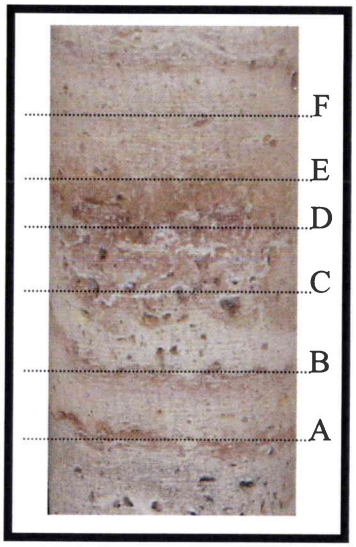


Figure 2.7 : En haut, croquis représentatifs des orientations des blocs et des échantillons extraits. En bas, photo des différents spécimens étudiés [Mehiri 2004]

Dans **chaque échantillon** cylindrique, nous avons découpé **trois spécimens** (voir Figure 2.7 b et c). **Les quinze échantillons** correspondant aux trois marbres, ont été par la suite polis avec des papiers à différents niveaux de granulosité, de 120 jusqu'au niveau 4000. Les échantillons de 1cm de hauteur et de 4cm de diamètre, ainsi obtenus ont été par la suite, attaqués à l'éthanol pendant quelques secondes, et rincés à l'eau distillée. Les spécimens ainsi préparés ont été photographiés et observés au microscope optique. L'analyse à ces deux échelles des clichés est présentée dans ce qui suit.

2.3.1 Analyse de l'architecture interne du Travertino Rosa de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique :



Afin de caractériser l'architecture interne, plusieurs mesures ont été effectuées. La première consiste en la détermination de la porosité apparente (6%), de l'absorption d'eau (1,8%) et de la densité (2,6 g/cm^3), ces mesures ont été effectuées au CTAP selon la norme [EN 1936 et EN 1925].

Nous présentons dans ce qui suit l'analyse à l'échelle macroscopique (échelle de l'œil) et à l'échelle microscopique du Travertino Rosa.

Comme on peut le voir, dans la Figure 2.8 (en haut), le Travertino Rosa présente une composition minérale très hétérogène, aussi divers défauts et cavités sont visibles à cette échelle (Figures 2.7 , 2.8). Les photos de la Figure 2.9 sont représentatives de la composition du Travertino Rosa.

Figure 2.8 : Photos du Travertino Rosa,
Indiqué en pointillés, le lieu d'extraction des trois échantillons.

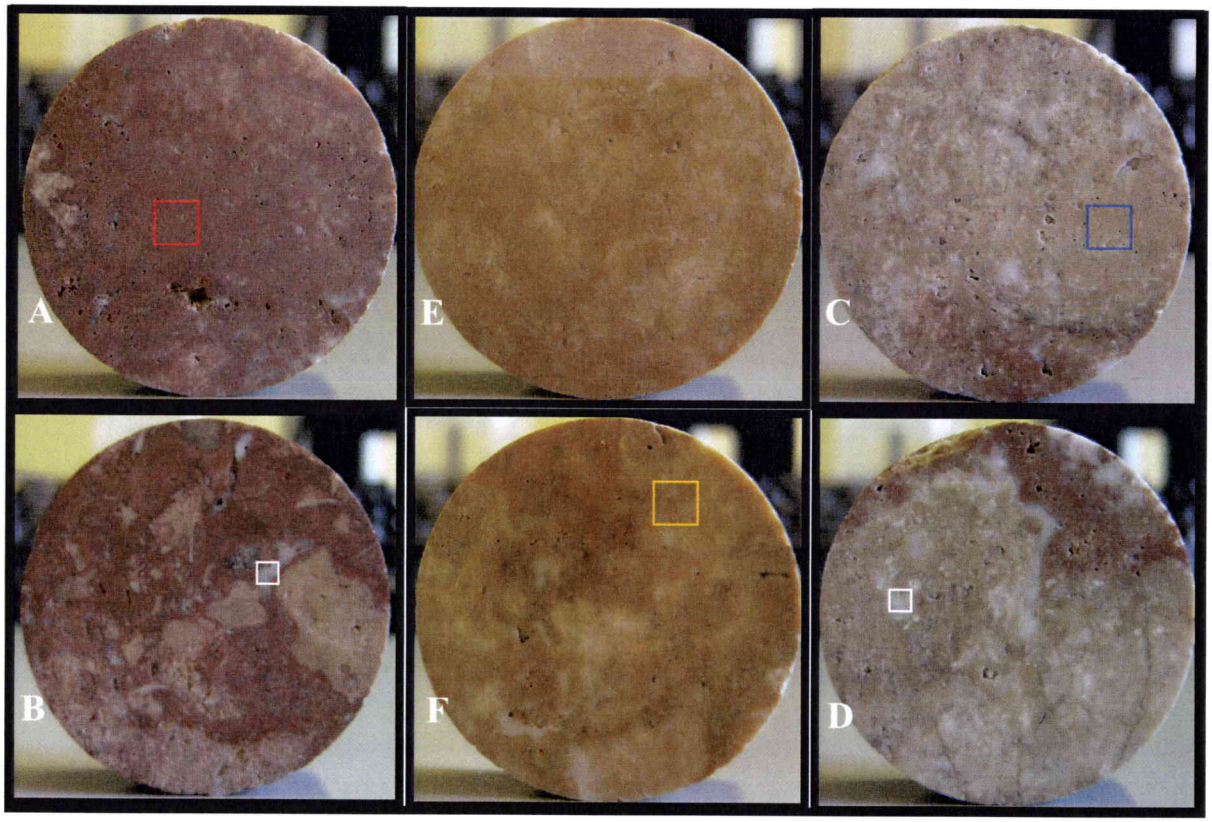


Figure 2.9: Photos des différentes coupes du Travertino Rosa. Diamètre des échantillons 4cm.

L'analyse visuelle nous permet de distinguer différents minéraux principaux avec diverses structures grâce aux différentes couleurs et textures caractéristiques. On note la présence d'oxyde de fer (couleur rouille) [voir carré rouge Figure 2.9A] avec une texture (poussiéreuse) friable, de carbonate de calcium cristallisé 'calcite' (couleur blanche, cristalline) [carré blanc, Figure 2.9D], de

dolomite (couleur chair, cristalline) [voir carré orange], et de quartz (couleur beige) [voir carré bleu], à différentes concentrations. D'autres minéraux secondaires gris ou noirs sont également observables. Sachant que sur les quinze échantillons (∅ 4cm x 1cm) observés sur un même bloc, les compositions varient d'une manière importante d'un échantillon à l'autre. Une estimation objective des différentes concentrations est très difficile.

Les observations, à l'échelle microscopique, révèlent aussi une forte hétérogénéité minérale (Figure 2.10). Les clichés de la zone riche en oxyde de fer (coupe A Figure 2.9, correspondant à la Figure 2.10), montrent que ce dernier est présent sous forme de grains, d'une taille de l'ordre du µm, aléatoirement distribués sur des agrégats essentiellement calciques (Figure 2.10b) et dolomitique (Figure 2.10c). La Figure 2.10a montre des zones rouges, de l'ordre de 20µm² comprenant une forte concentration d'oxyde de fer, mais aussi des zones plus grandes (environ 50µm²) essentiellement calciques blanches (à gauche de la Figure 2.10a) et des zones dolomitiques au centre de la Figure 2.10a. Aussi, différents minéraux secondaires (micas ou des inclusions métagranitiques) sont dispersés aléatoirement dans la structure.

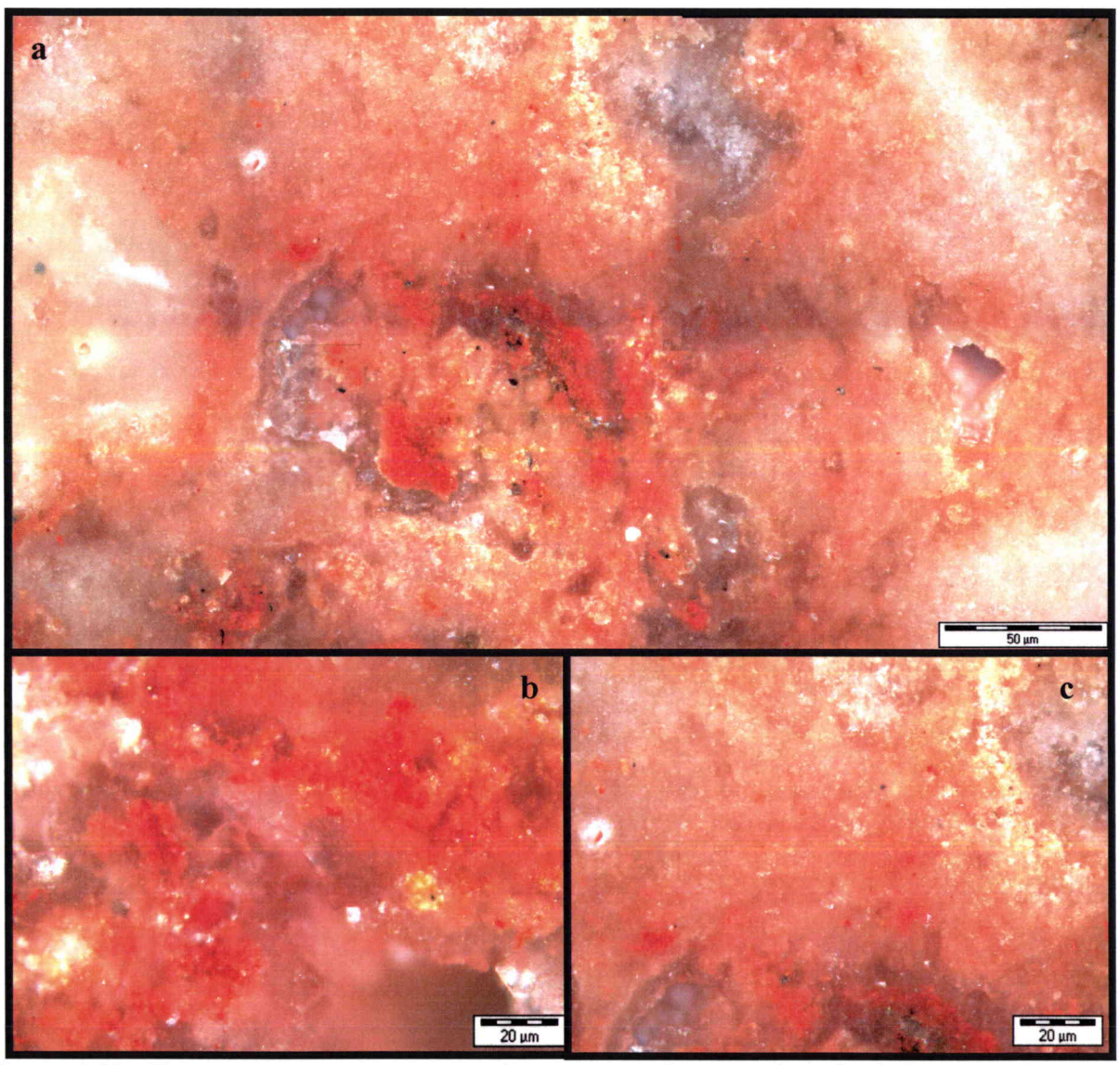


Figure 2.10 : Photo sous microscope optique d'une strate riche en oxyde de fer du Travertino Rosa.

Les figures 2.10b et 2.10c montrent que la concentration d'oxyde de fer est faible comparé à la concentration de la calcite ou de la dolomite. De par leurs transparences, la calcite et la dolomite accentuent la couleur rouge. Bien qu'à l'échelle méso et macroscopique, la couleur prédominante soit le rouge,(relatif à l'oxyde de fer) à une échelle plus réduite on constate que l'aspect est différent.

Si on regarde maintenant au microscope une strate riche en dolomite (coupe F Figure 2.9 correspondant à la Figure 2.11), on note de la même manière que l'hétérogénéité minérale est similaire. A savoir, une prédominance de la couleur chair et de la texture cristalline, caractéristiques de la dolomite.

Dans cette zone (Figure 2.11a), la composition est perturbée par des agrégats blancs de calcite, des zones rouges d'oxyde de fer, et différentes inclusions de minéraux opaques.

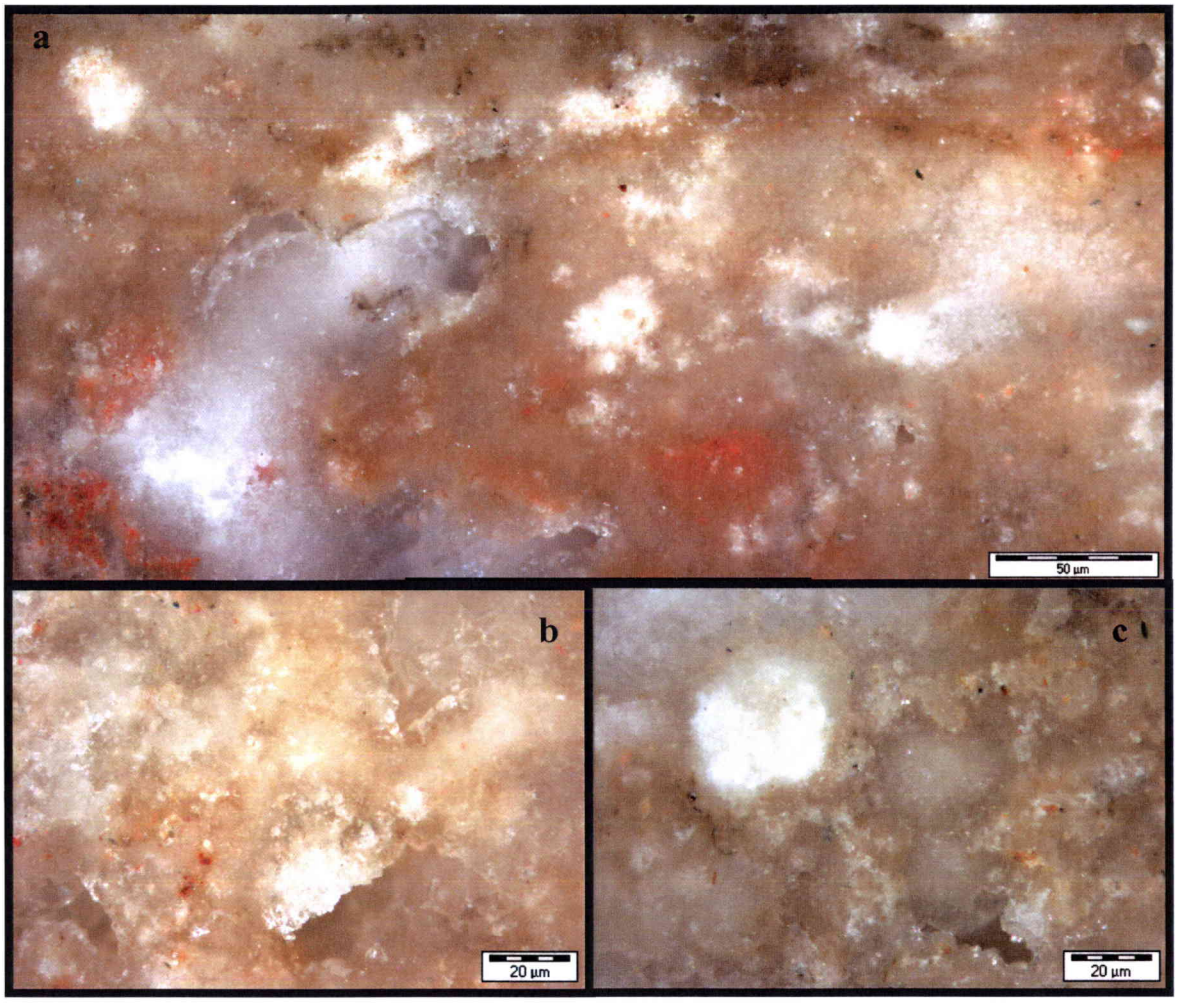


Figure 2.11 : Photo sous microscope optique d'une strate riche en dolomite du Travertino Rosa.

En résumé, le Travertino Rosa présente une très grande hétérogénéité minérale à toutes les échelles, (de l'échelle du filon à l'échelle microscopique).

2.3.1.1 Analyse des défauts vides dans le Travertino Rosa:

Grâce aux trente clichés des faces des échantillons étudiés, nous avons pu réaliser une estimation de la morphologie et de la proportion des vides présents dans ce marbre. Nous expliquons dans ce qui suit la procédure adoptée :

1- Dans les mêmes conditions d'éclairage et le même angle de prise de vue, les photos ont été réalisées avec un objectif ef-s 60mm macro (Canon), au rapport de grandissement 1:1, avec une résolution de 10 mégapixels, en ajustant l'histogramme des couleurs et par suite la courbe du seuillage, nous avons révélé les aspérités de la surface dans une couleur sombre.

2- L'image obtenue est par suite échangée en niveaux de gris, rendant, ainsi visible, que les pores (voir Figure 2.12). Les images sont transformées en calques en supprimant les zones blanches.

3- Enfin, par superposition du calque asur les images d'origine, nous avons pu vérifier et valider la procédure de traitement d'image pour le reste des échantillons.

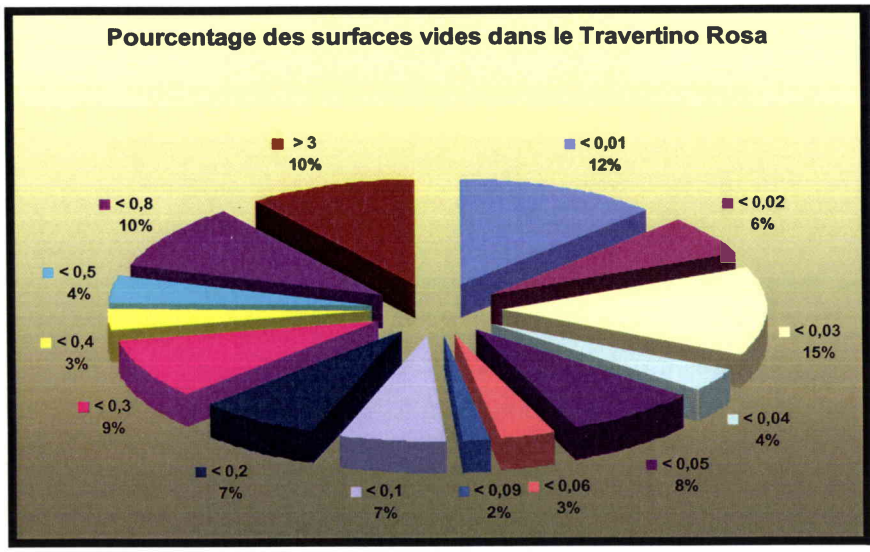
4- Les calques sont traitées par le logiciel d'analyse d'image Aphelion®. La macro utilisée fournit les paramètres géométriques de chaque défaut identifié (surface, taille du plus grand axe de la petite ou la plus grande ellipse approchant la surface du grain…).

Un développement approfondi, de la procédure d'analyse d'image, sera exposé dans le chapitre 4.



Figure 2.12 : Images de trois étapes du traitement permettant la mise en évidence des vides.

Comme indicateur de la taille de défauts vides, nous avons retenu la surface de l'ellipse moyenne, approchant au mieux la surface du défaut. Nous présentons dans la figure 2.13, le pourcentage des surfaces vides par rapport au total de la surface observée.



vides %	Aire mm²
12,4	< 0,01
6,3	< 0,02
13,5	< 0,03
3,5	< 0,04
8,2	< 0,05
3,1	< 0,06
1,9	< 0,09
6,5	< 0,1
7,4	< 0,2
9,3	< 0,3
3,3	< 0,4
4,3	< 0,5
9,8	< 0,8
10,3	> 3

Figure 2.13 : Distribution des pourcentages de surfaces vides par rapport au total de surface observée.

Bien que les zones riches en oxyde de fer présentent des défauts vides de grande taille de l'ordre de 5cm; l'analyse statistique effectuée à cette échelle sur l'ensemble des zones minérales composant ce marbre, dévoile que plus de 50% des défauts, ont une surface inférieure à 0,1mm².
L'observation au microscope des vides de petite taille (Figure 2.14), révèle des cavités d'une profondeur importante, généralement supérieure au plus grand axe de l'ellipse moyenne.

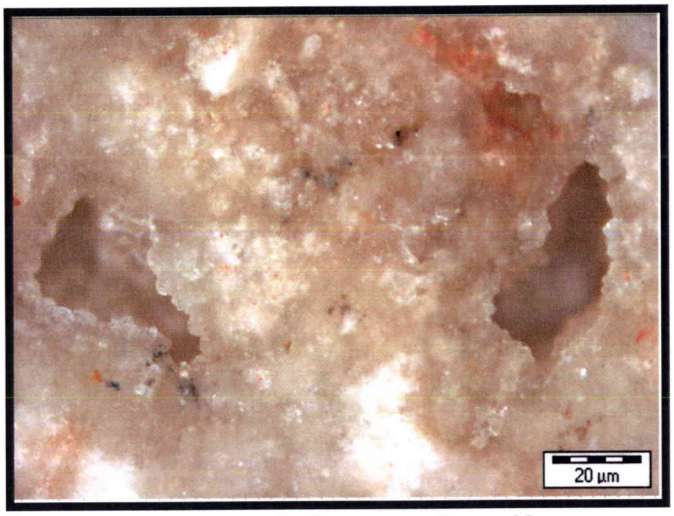


Figure 2.14 : Photo au microscope des pores du Travertino Rosa. Nous remarquons la profondeur des pores.

Les défauts de grandes tailles (supérieures à 3mm²) sont de formes géométriques très aléatoires (Figure 2.15).

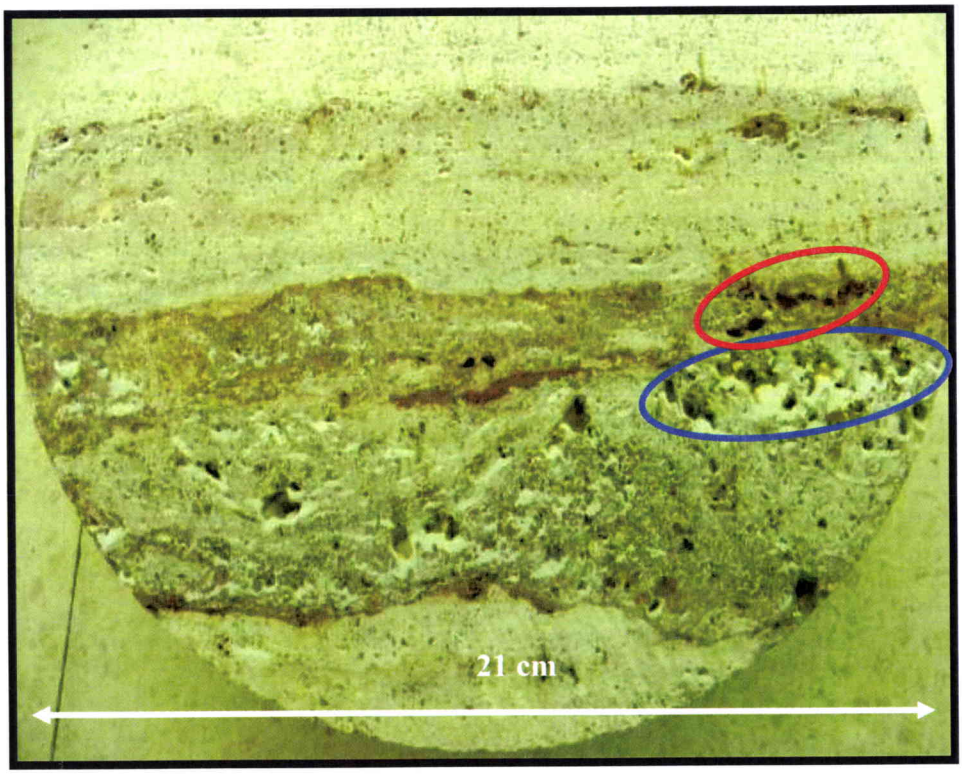


Figure 2.15 : Photo d'un échantillon présentant des défauts centimétriques extraits de la veine du Travertino Rosa.

Pour l'instant, aucune estimation, représentative du pourcentage vide, ne peut être dégagée de cette première analyse. En effet, une estimation objective des défauts nécessite une analyse à plus grande échelle.

2.3.1.2 Estimation de la taille du VER du Travertino Rosa:

{ RD }

La question qui se pose maintenant concerne l'évaluation de la taille du VER à tester sous compression. Si on suit les différentes normes [EN 1926, UNE 22-950-90/1...], la taille du VER serait **10 fois supérieure** à la taille du plus grand grain ou défauts observés. L'échelle d'analyse des défauts effectuée précédemment ne nous permet pas de définir avec certitude une taille maximale de défaut. Cependant, la figure 2.15 montre un défaut (entouré en bleu) de l'ordre de 7cm. Si on suppose maintenant que le plus grand défaut observé est de cette taille dans ce cas le VER serait de 0,34m^3 et la surface à comprimer de 4900cm^2. Si ce marbre présente une résistance à la compression de 5MPa (valeur très sous estimée) il nous faut une machine de compression dont la capacité est supérieure à 2450KN. Or nous disposons pour l'instant que d'une machine de 2000KN.

2.3.2 Analyse de l'architecture interne du Travertino Crema de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique :

Pour l'étude du Travertino Crema, nous avons procédé de la même manière que pour le Travertino Rosa (Figure 2.16).

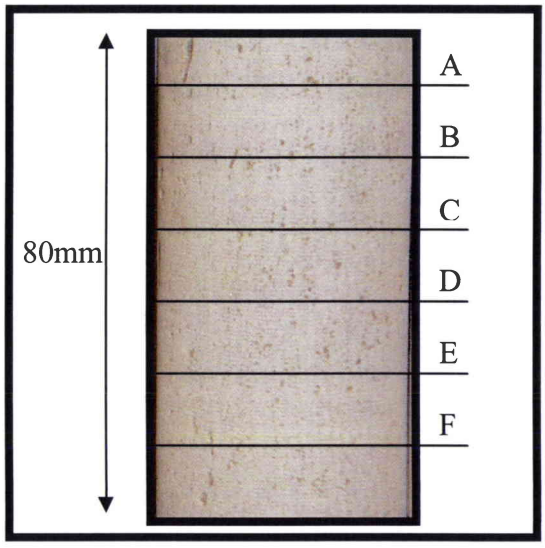


Figure 2.16 : Photo d'un échantillon cylindrique de Travertino Crema..

L'analyse des photos Figure 2.17, montre une homogénéité de la composition minérale beaucoup plus prononcée que dans le Travertino Rosa. Ce marbre, essentiellement dolomitique, dévoile une couleur beige (crème) et une texture compacte. Aussi, les différentes teintes de couleurs et textures révèlent la présence de calcite, de quartz, et de mica dans sa composition minérale secondaire.

On remarque, aussi bien à l'échelle de la carrière qu'à l'échelle des échantillons, une porosité non négligeable, répartie en plans horizontaux, et des fissures mésoscopiques (voir Figure 2.17) .

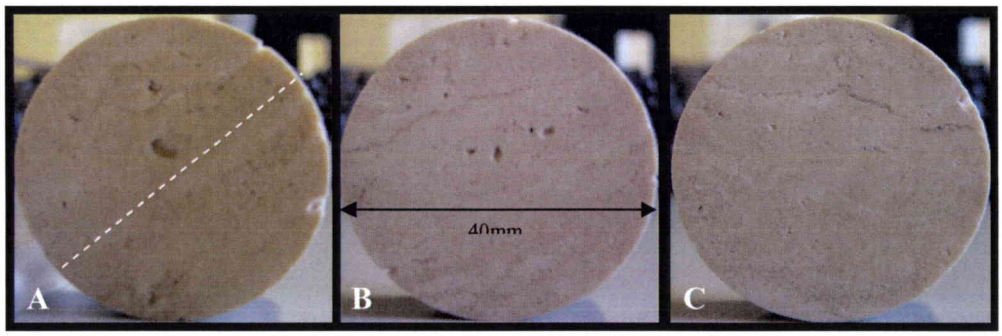


Figure 2.17 : Photos des différentes coupes du Travertino Crema.
Diamètre des échantillons 4cm.

L'analyse à l'échelle microscopique, des fissures observées précédemment, montre que ces dernières forment une succession d'assemblages de pores de l'ordre de 300µm (Figure 2.18). Ces images laissent penser que les pores dans ce marbre se présentent sous la forme d'un réseau communicant.

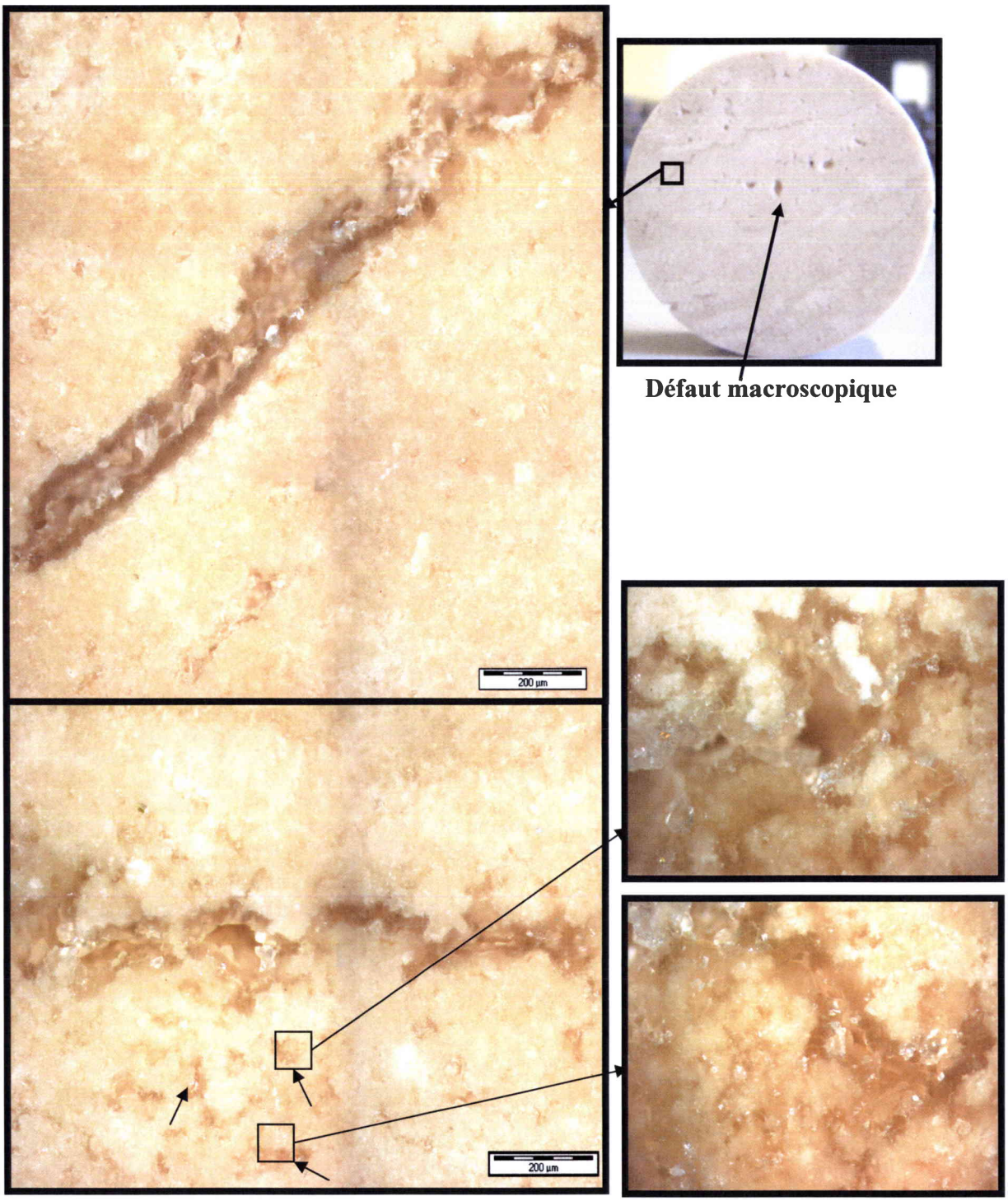


Figure 2.18 : Photos sous microscope optique des fissures observées dans le Travertino Crema.

Les clichés, à l'échelle microscopique, révèlent la présence de vides de l'ordre de 40µm² entre les différents cristaux de dolomite (comme indiqué par les flèches dans la figure ci-dessus.)
Ces photographies indiquent également que la taille des grains est largement inférieure à celle des défauts macroscopiques (Figure 2.17).

En résumé, de l'échelle macroscopique (Figure 2.17) à l'échelle microscopique (Figure 2.18), l'homogénéité de la composition minérale est toujours conservée.
Enfin, d'après l'analyse à ces deux échelles, il s'avère que la taille des défauts macroscopiques est de loin supérieure à celle des grains. Par conséquent, nous pouvons conclure que la taille du VER de ce marbre dolomitique ne dépend que de la taille des défauts[EN 1926, UNE 22-950-90/1...].

2.3.2.1 Analyse des défauts vides

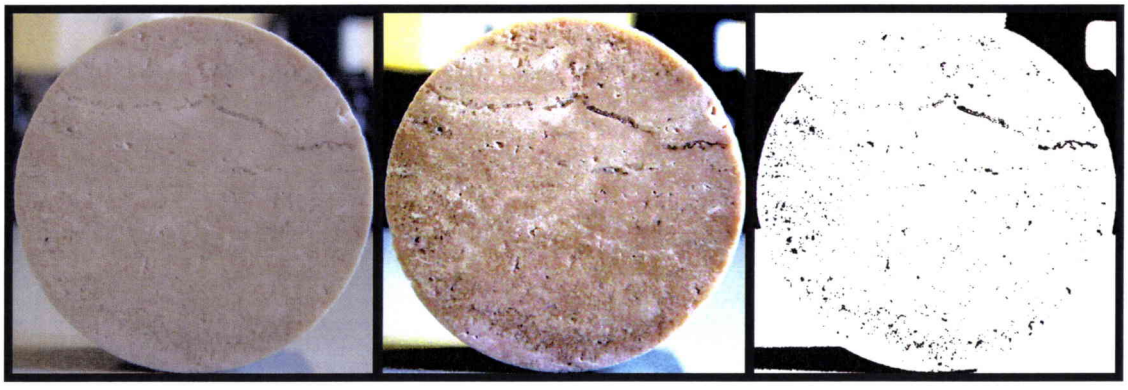
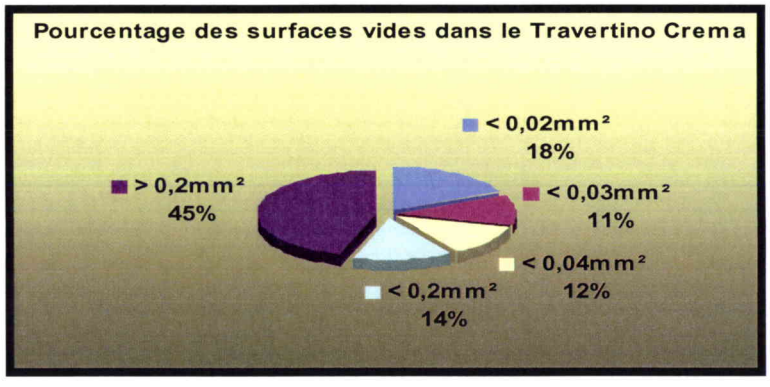


Figure 2 .19 : Images de trois étapes du traitement permettant la mise en évidence des vides.

Pour l'estimation de la population du vide, la même méthode de traitement d'image que pour le Travertino Rosa a été adoptée dans le cas du Crema (Figure 2.19). Le détail de la distribution des tailles est présenté dans la figure ci-dessous.



vides %	Aire mm²
18,1	< 0,02
11,0	< 0,03
12,3	< 0,04
13,7	< 0,2
45,0	> 0,2

Figure 2.20 : Répartition de la taille des vides dans le Travertino Crema

Le Travertino Crema présente une composition homogène essentiellement dolomitique avec 6% de vide dont 18 % sont inférieurs à 0,02 mm² et sont répartis en plans très minces (0,1mm).
Les défauts vides ont une taille de l'ordre d'une dizaine de micromètres et représentent environ 20% de la surface vide. Enfin 60% de la surface vide, indique une taille supérieure à 0,04mm² et est distribuée dans la direction de la veine (Figure 2.16).

2.3.2.2 Estimation de la taille du VER

Les défauts de l'ordre du centimètre, sur le Crema, sont rares, comparés au Travertino Rosa. Le plus grand défaut vide perçu est de l'ordre de 20 mm.

Par conséquent, d'après les normes, la taille du VER est de 200mm. Cette première estimation de la taille du VER est encore à confirmer par les essais expérimentaux.

2.3.3 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » à différentes échelles

Le Blanco de Macael est un marbre essentiellement calcique, cristallin de texture saccharoïde. Ce dernier est l'un des marbres les plus abondants de la région. Les veines exploitées, dans les différentes carrières, varient entre un aspect blanc pur et un marbre blanc traversé par des bandes minérales de différentes teintes : grise, jaune, brune et blanche, parfois quelques bandes minérales vertes apparaissant à différents endroits du filon considéré. La distribution des minéraux secondaires, dans ce marbre, est suivant un plan horizontal (voir Figure 2.21).

Pour cette première analyse, le CTAP nous a proposé l'étude de deux niveaux du filon de Blanco. Cinq échantillons ont été extraits par carottage de deux blocs distincts de deux niveaux du filon, un niveau **blanc homogène pur** (*rare*) et un niveau incluant **une moyenne concentration** [« moyenne » en référence à Rodriguez-Gordillo 2005] **de bandes centimétriques grises** (*abondant*). Les **cinq** échantillons cylindriques **(4cm*8cm)** ont été extraits **comme indiqué dans la figure 2.21**, **trois** dans le niveau de marbre blanc pur et **deux** dans le niveau contenant des bandes centimétriques d'inclusions grises (Figure 2.21).

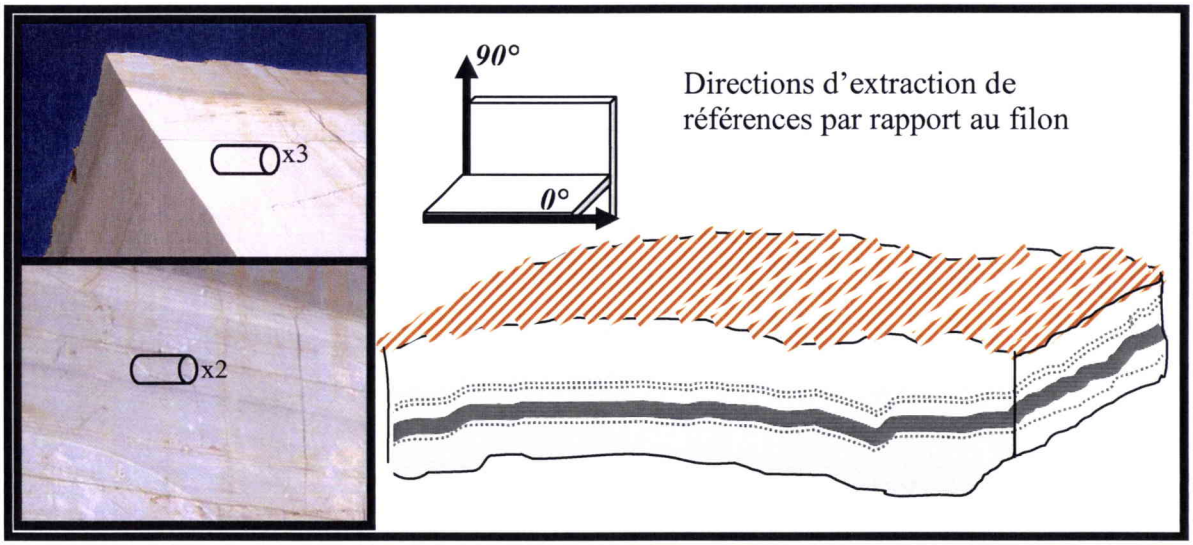


Figure 2.21 : Schéma descriptif des échantillons et des directions d'extraction.

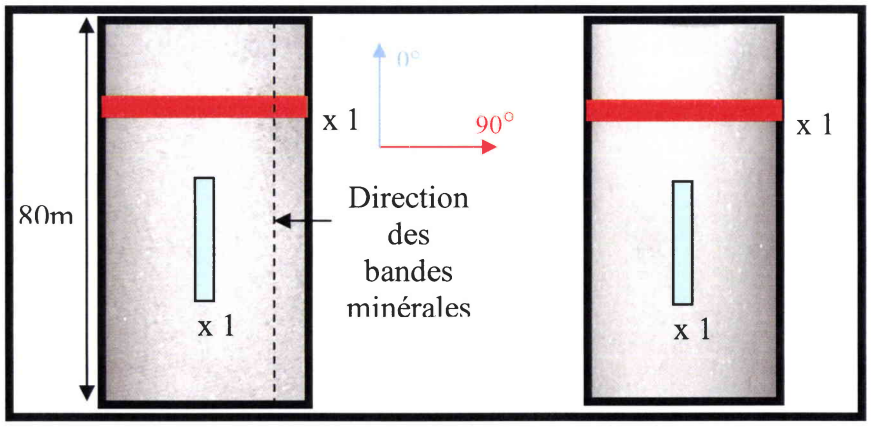


Figure 2.22 : Lieu d'extraction des spécimens observés des échantillons cylindriques, à gauche un Blanco avec des bandes grises, à droite Blanco pur.

Par la suite, deux spécimens (4cm x 1cm) ont été découpés dans chaque échantillon cylindrique. Pour l'analyse, nous avons étudié des échantillons représentant deux directions perpendiculaires comme décrit dans la Figure 2.22.

2.3.3.1 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » dans la direction 0°:

Pour l'observation de l'architecture interne des échantillons du Blanco de Macael, à l'échelle de l'œil nu, nous avons exploité les propriétés transparentes de la calcite. Par polissage, nous avons réduit l'épaisseur des échantillons de 1cm à 3mm, et nous avons pris des photos des deux faces des échantillons, en exposant les faces opposées du spécimen à une lumière blanche (Figure 2.23).

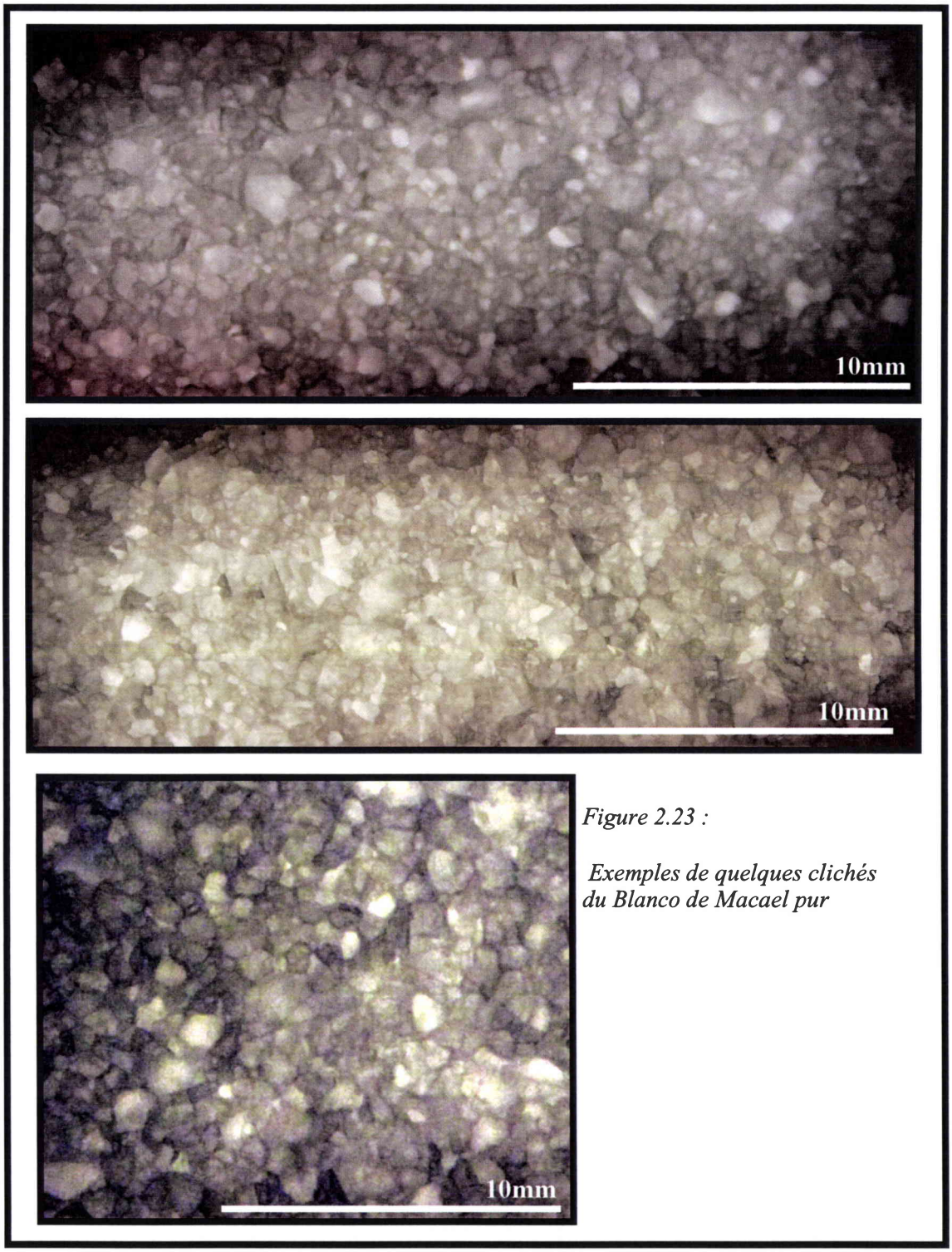


Figure 2.23 :

Exemples de quelques clichés du Blanco de Macael pur

Contrairement aux deux travertins observés précédemment les images, à l'échelle macroscopique du Blanco de Macael, montrent une texture polycristalline homogène, où nous distinguons clairement (Figure 2.23) un assemblage compact (non poreux) de grains calciques. Dans cette direction aucun défaut vide n'est détecté. Afin de définir la taille du VER, nous nous baserons, dans ce cas, sur l'étude de la taille de grains.

Les images, de la Figure 2.23, montrent, que la taille des grains est de l'ordre de quelques dixièmes de millimètres. Par conséquent, il est préférable d'effectuer des images avec un faible grossissement avec le dispositif d'observation, utilisé précédemment, composé d'un appareil photo et d'un objectif macro. En effet, si nous comparons les clichés sous microscope optique du marbre de Carrare [Schenk 2005], la taille de grain étant de l'ordre de 20µm pour ce marbre (une photo au microscope regroupe un grand nombre de grains et une estimation de la distribution des tailles de grains est beaucoup plus aisée sous microscope.)

Afin de mettre en avant le réseau de joint de grain et étudier la morphologie et la distribution des grains, un traitement d'image est nécessaire :
L'image acquise par l'appareil photo (Figure 2.24a), est traitée de manière à faire apparaître les contours des joints de grains (une explication détaillée, du traitement d'image, est exposée dans le chapitre 4), deux des étapes du traitement sont représentées respectivement dans la Figure 2.24 et 2.25.

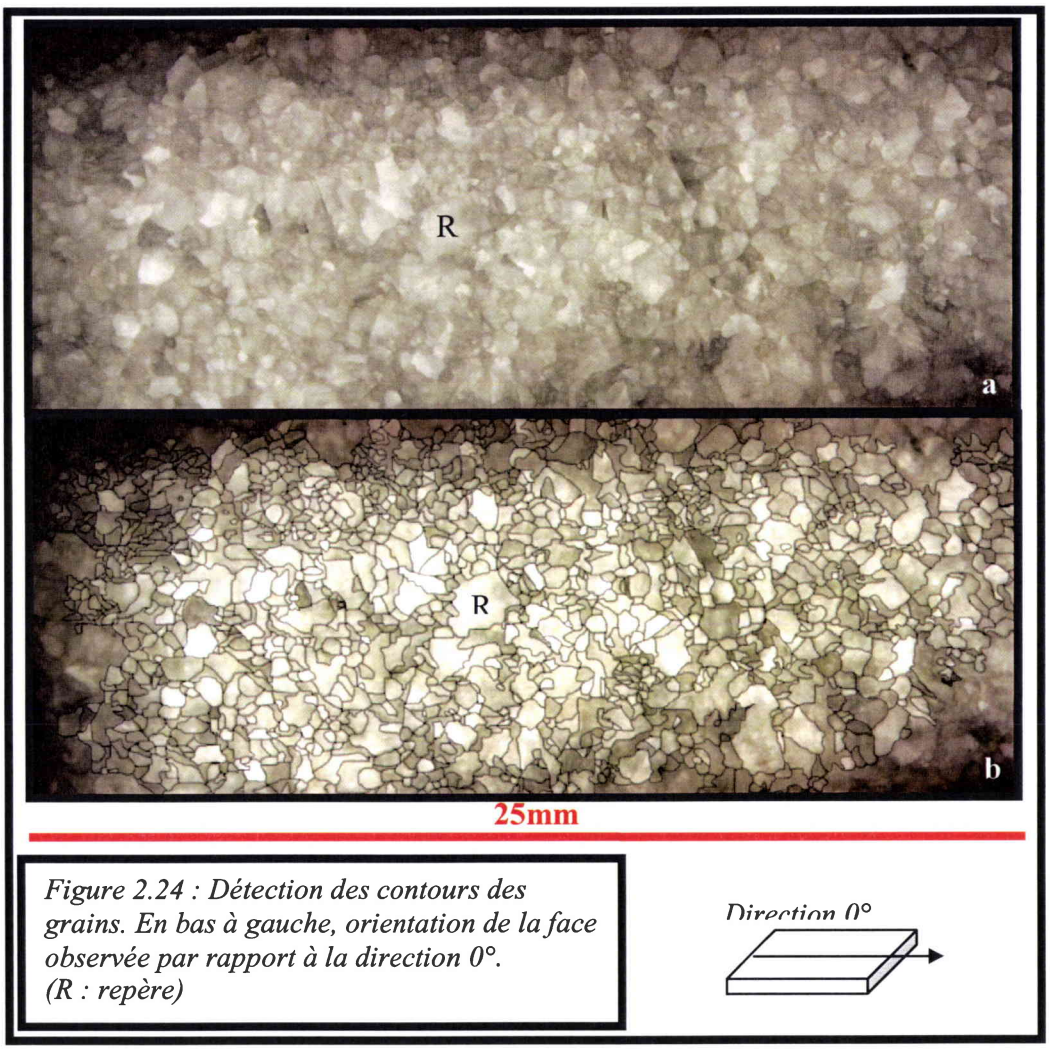


Figure 2.24 : Détection des contours des grains. En bas à gauche, orientation de la face observée par rapport à la direction 0°. (R : repère)

L'image obtenue (Figure 2.25) est par la suite transférée sur Aphélion® qui repère, labellise les contours fermés (donc les grains) et décompte le nombre de pixels dans chaque grain. L'échelle de l'image étant définie au départ, le calcul des surfaces peut être effectué. Les grains sont par la suite assimilés à des ellipses pour définir leur largeur (petit axe de l'ellipse) et leur hauteur (grand axe de l'ellipse). Plus de détails sur l'analyse d'image par le logiciel Aphélion seront présentés au chapitre 4.

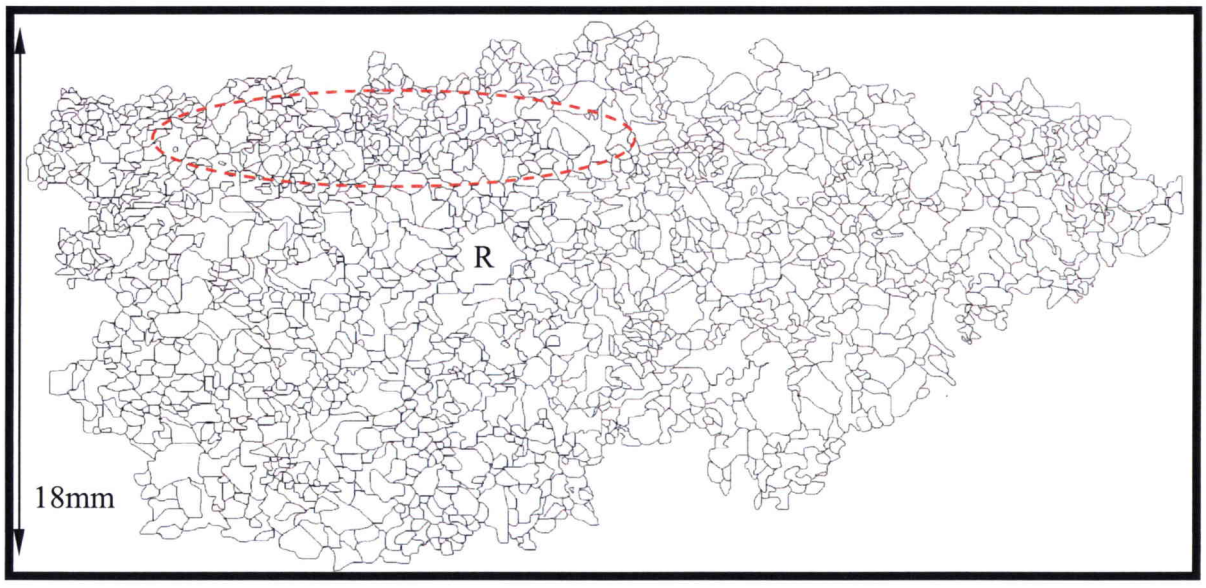


Figure 2.25 : Image des contours de grains obtenus après traitement de l'image prise par l'appareil photo.

La Figure 2.25 représente la répartition des grains de calcite dans le cas des échantillons pris dans la direction 0° du niveau de blanc pur.

Dans cette direction, deux tailles prédominantes de grains sont visibles, à savoir une répartition aléatoire des grains de l'ordre du millimètre et des groupements de grains de la taille de quelques centaines de micromètres (entourée en rouge Figure 2.25).

Dans le but de valider ces observations et de quantifier les caractéristiques géométriques des grains, nous avons analysé les différents clichés du Blanco 'pur' dans le plan horizontal.
Nous avons photographié plusieurs zones, d'environs 300mm², et nous avons transféré les claques obtenus sur le logiciel Aphélion®. Nous avons réussi à identifier 2984 grains dans cette direction pour une surface totale de 864mm².

2.3.3.2 Résultats de l'analyse statistique dans la direction 0°:

Le graphique 2.27, présente la distribution de la surface des grains : par rapport au nombre de grain total, en bleu, et par rapport à la surface totale en violet.
A titre d'exemple les grains dont la taille est inférieure à 0,05mm², représentent 2% du nombre total de grain (soit 0,02*2984grains) et 0,6% de la surface totale (0,006*864mm²)

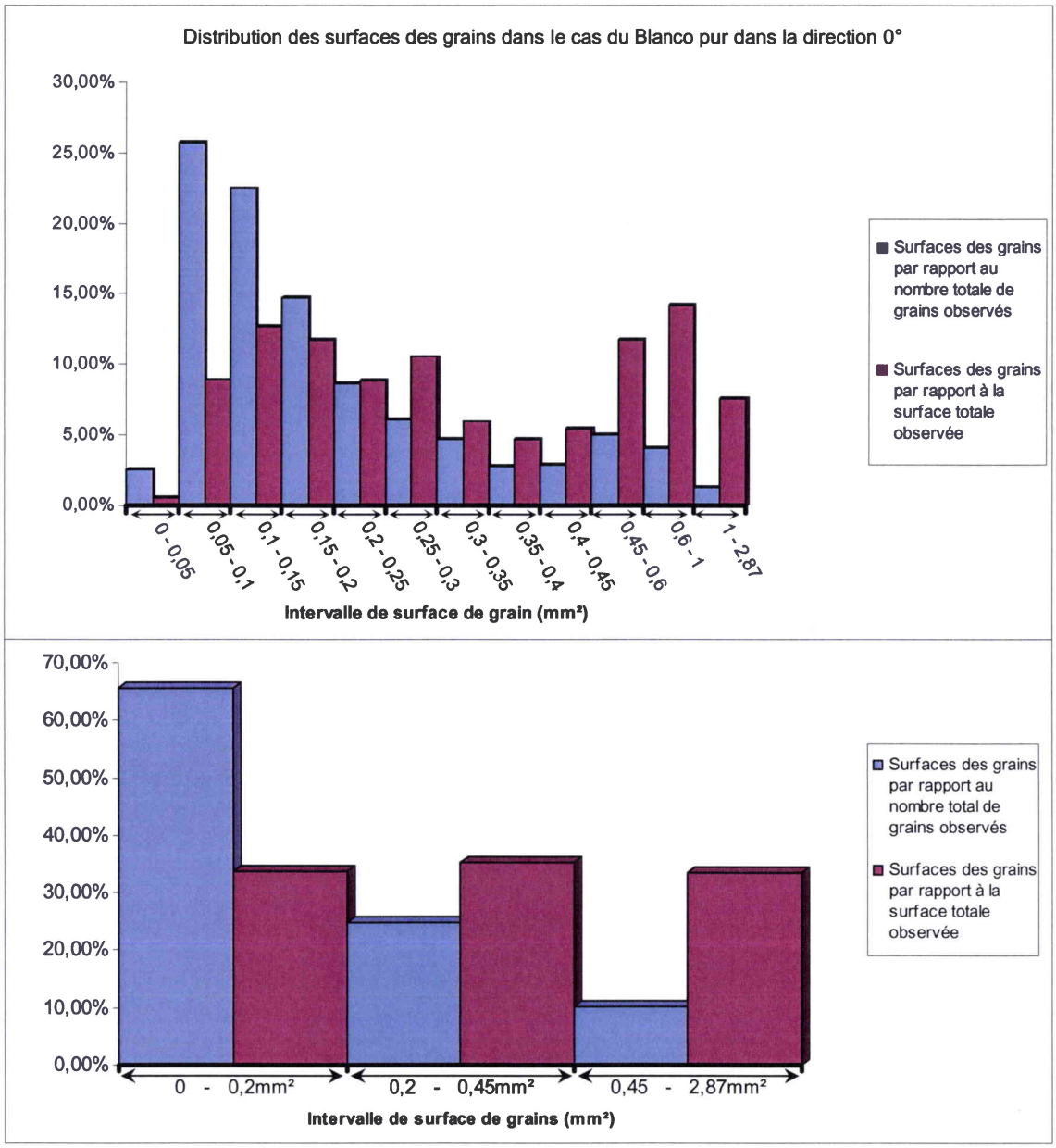


Figure 2.27 : Distribution des surfaces des grains du Blanco de Macael dans la 0°.

Nous constatons dans la Figure 2.27, que pour une surface totale de 864mm², nous avons un très faible nombre de grains de grande taille (>1mm²) environ 1% et environ 25 fois plus de grain de très petite taille (<0,1mm²).

Si nous nous basons sur l'hypothèse de Schmid et al (1977), stipulant que les marbres calciques tendent vers un équilibre de taille de grain (équiaxe) pendant la déformation, et sur le fait

que la recristallisation dynamique (voir annexe) subie tend à réduire la taille de grain par rotation des sous grains et à restaurer la géométrie par la migration des joints de grains.
Nous pouvons dire, d'après la Figure 2.27, que le Blanco de Macael, présenté, tend vers une taille de grain équiaxe moyenne autour de 0,1 μm^2.

Si nous raisonnons, maintenant, sur trois tailles de grains, (Figure 2.27), on constate que nous sommes en présence d'un grand nombre de grains (65%) de petite taille (<0,2mm^2), d'un nombre moyen (25%) de grains de taille moyenne et d'un faible taux de grains de grande taille (10%).

L'analyse de l'allongement (hauteur/largeur) des grains, présentée dans le graphique 2.28, montre que les grains tendent vers une géométrie équiaxe.

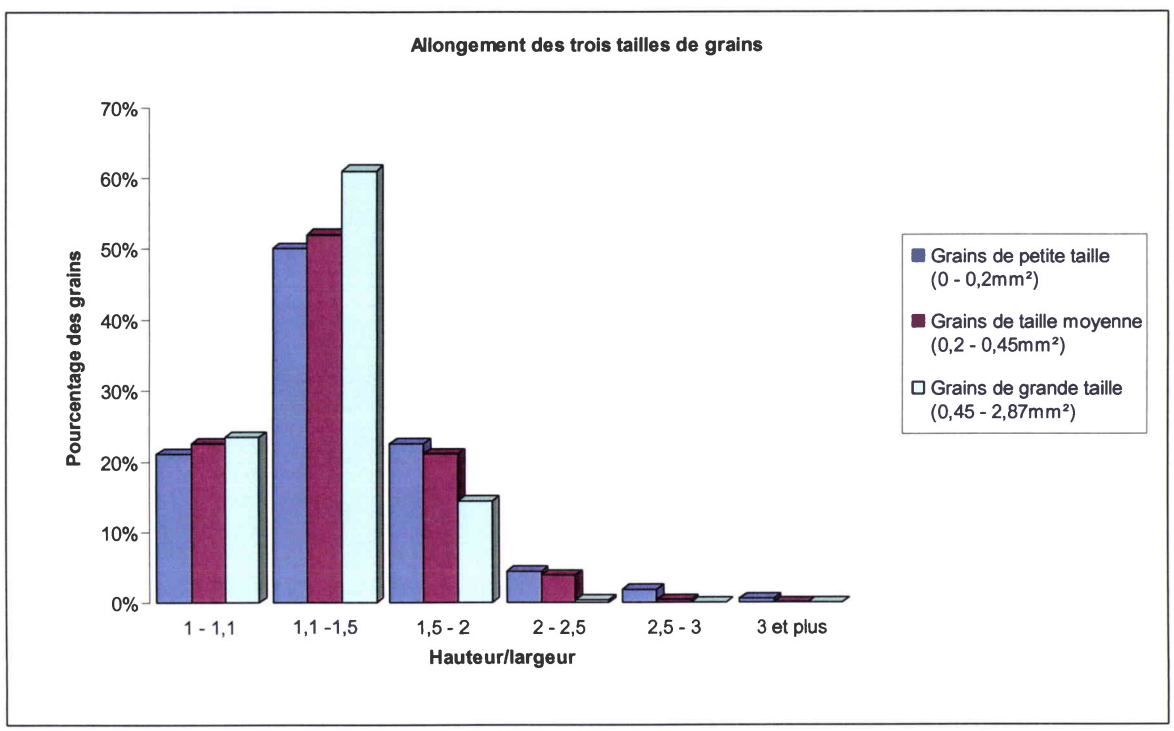


Figure 2.28 : Pourcentage des grains en fonction du facteur de forme ou de l'allongement.

En effet, comme on peut le noter sur le graphique, plus de 80% des grains des trois tailles, tendent vers un allongement de 1 (<1,5).

Pour visualiser la géométrie préférentielle ou la direction d'allongement privilégiée, nous nous concentrons sur les grains non-équiaxes.

Sachant qu'environ 23% des grains de chaque taille (petite 21%, moyenne 24% et grande 25%) sont équiaxes (Hauteur/Largeur : comprise entre 1 et 1,1), le graphique 2.30 présente l'orientation α par rapport à la direction horizontale 0° (des grains non-équiaxes pour chaque taille) du plus grand axe de l'ellipse approchant la forme du grain (Figure 2.29).

Les ellipses moyennes approchant la géométrie du grain ont été définies sur 12 angles (de 0° à 175° par pas de 15°) avec une tolérance de plus ou moins 3 degrés.
Autrement dit, si un grain présente une orientation de 22,5°, il sera assimilé à l'ellipse à 15° si elle approche plus sa surface réelle que celle à 30°.

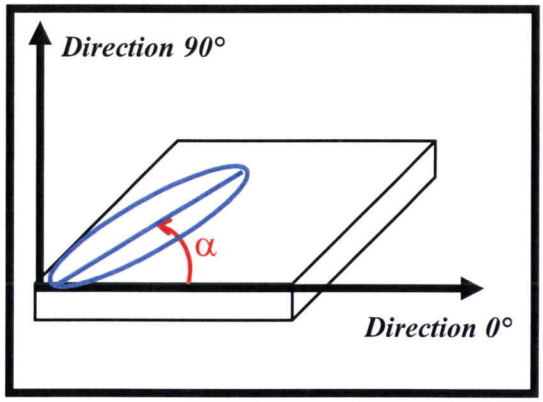


Figure 2.29 : Définition de l'angle α..

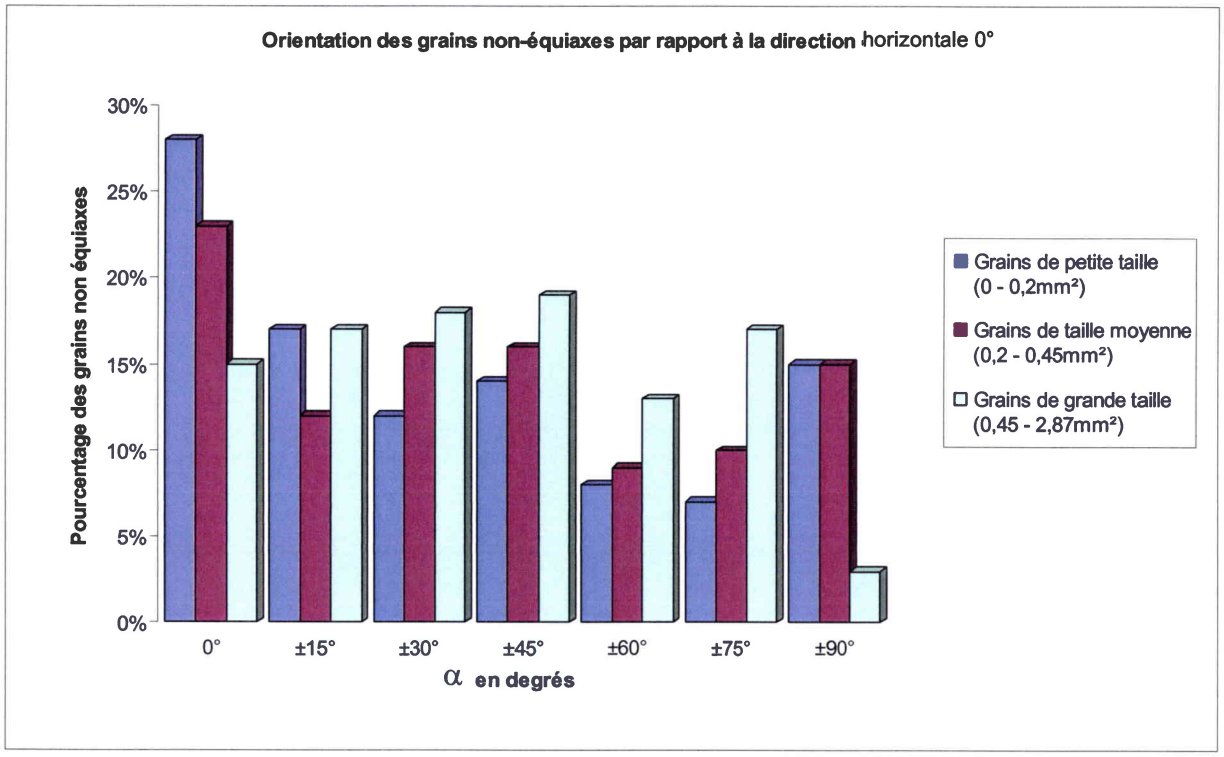


Figure 2.30 : Orientation du plan grand axe de l'ellipse par rapport à la direction 0°.

La Figure 2.30 montre, que nous sommes en présence d'une forme géométrique privilégiée, à savoir, un allongement de plus 20% des grains de petite et moyenne taille, dans une direction préférentielle. Vu le faible nombre des grains de grande taille et aussi le fait que le plan observé soit parallèle à la veine, l'orientation de ces derniers semble aléatoire.

En résumé, le niveau de Blanco de Macael pur présente 60% de grains dont la taille est inférieure à 200µm, 20% de ces grains sont équiaxes et 28% des 80% de grains restants, présentent un allongement suivant une direction coplanaire à la direction 0° .

2.3.3.3 Analyse de l'architecture interne du Blanco de Macael « pur » dans la direction 90°:

L'étude de la composition minérale et des défauts de la microstructure à cette échelle des échantillons pris dans la direction verticale 90°, montre les mêmes caractéristiques que précédemment.

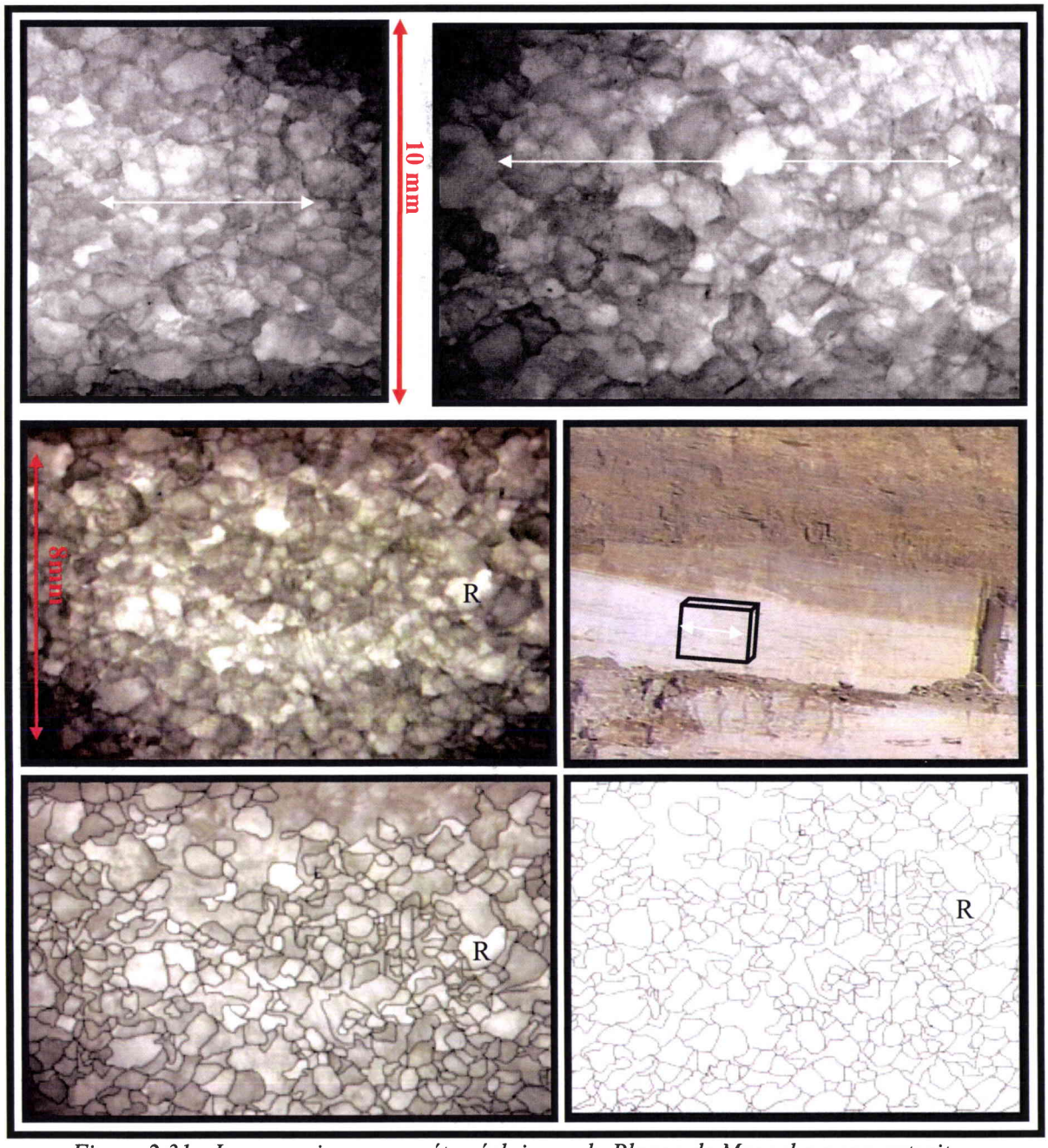


Figure 2.31 : Images prises avec rétro éclairage du Blanco de Macael « pur » extrait perpendiculairement à la veine. Les flèches blanches indiquent la direction d'extraction 0° la flèche noire le plan d'observation.

Les images de la Figure 2.31, prises sur les échantillons de marbre blanc (pur) dans cette direction, montrent des zones de quelques mm² où la distribution des grains de petite taille est dans la direction horizontale du filon. Cette direction est confirmée lors de l'observation de tous les échantillons du marbre blanc pur.

Afin de quantifier, statistiquement, les propriétés géométriques, des grains de Blanco 'pur' pris dans la direction verticale, la même procédure que précédemment a été effectuée. Sur les différents clichés, nous avons pu repérer 2064 grains pour une surface totale de 520mm².

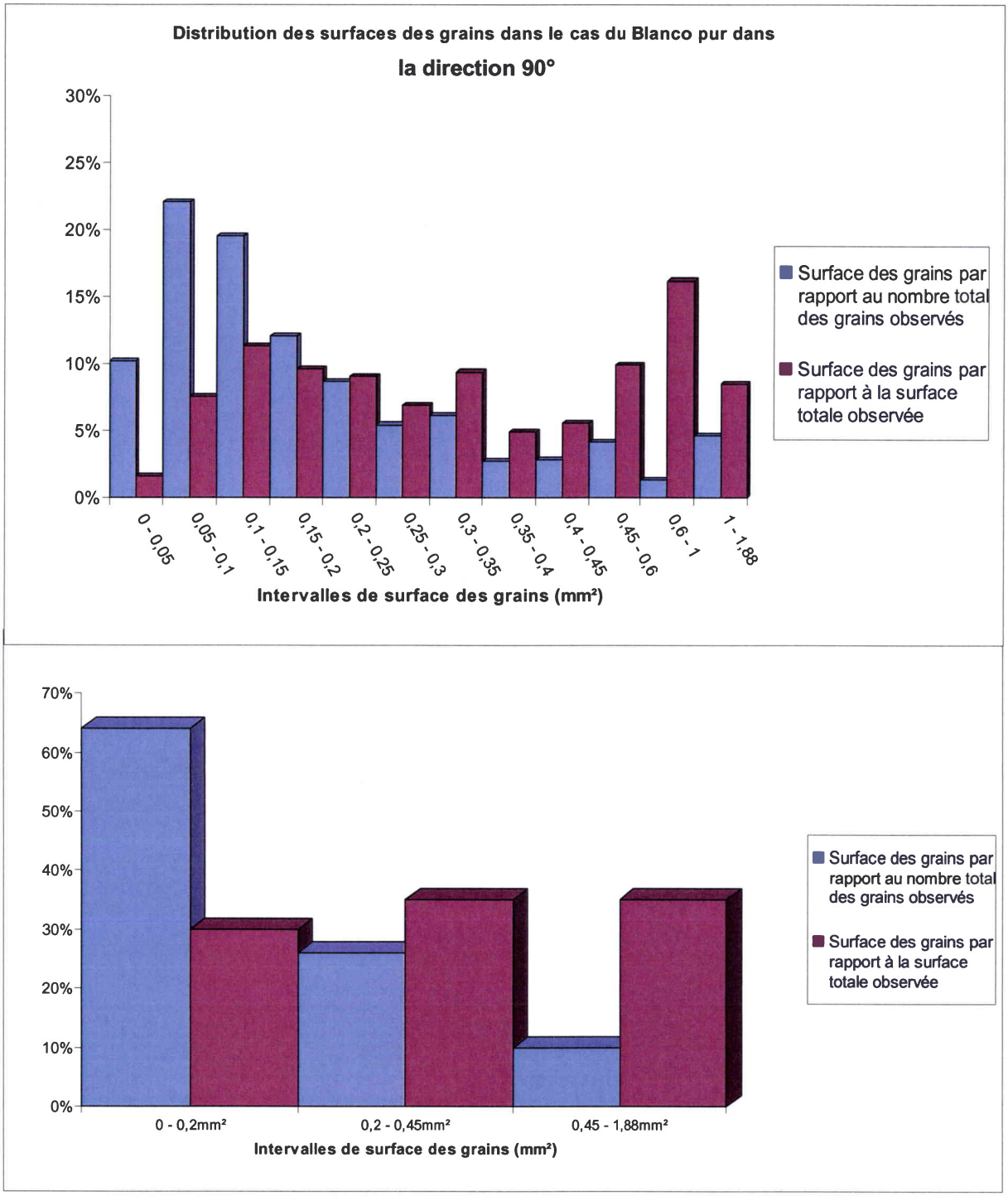


Figure 2.32 : Pourcentage des grains en fonction du facteur de forme ou de l'allongement.

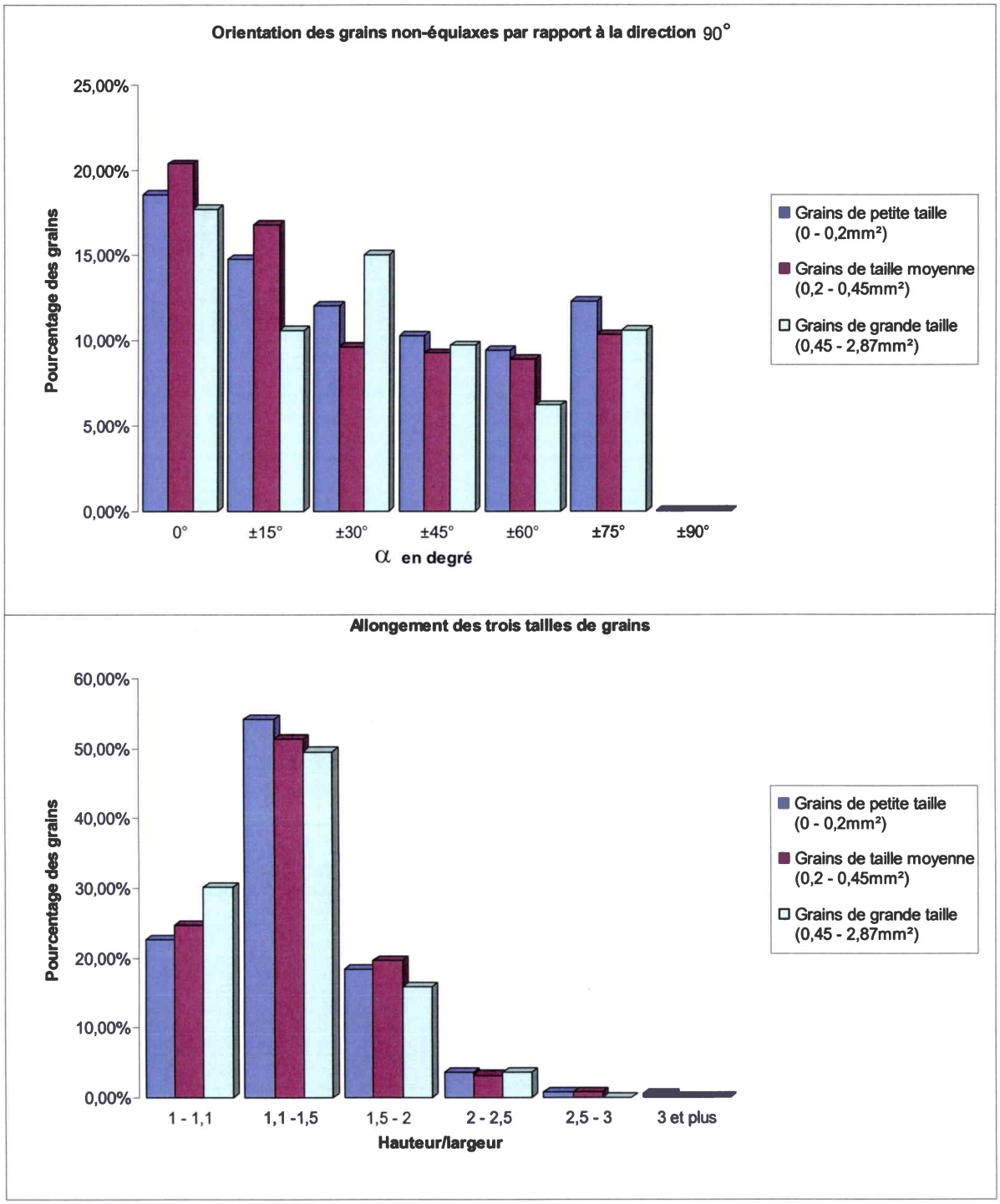


Figure 2.33 : En haut : Orientation du plan grand axe de l'ellipse par rapport à la direction 0°. En bas allongement des trois tailles de grains.

D'après les graphiques 2.32 et 2.33, la distribution des tailles de grains ainsi que leurs allongements semblent identiques aux échantillons pris dans la direction opposée. Par contre, en ce qui concerne l'orientation de l'axe de l'ellipse moyenne, nous remarquons que le taux de grains, dont la direction est verticale, est presque nul. Plus de 45% des grains non-équiaxes sont orientés suivant un angle de ±30° degrés.

Pour la répartition spatiale des grains suivant la direction horizontale, cette distribution n'est remarquable que dans quelques zones et est par la suite masquée lors de l'étude statistique. Cela dit, la répartition est facilement discernable, comme on peut le constater sur l'un des calques observés (Figure 2.34) .

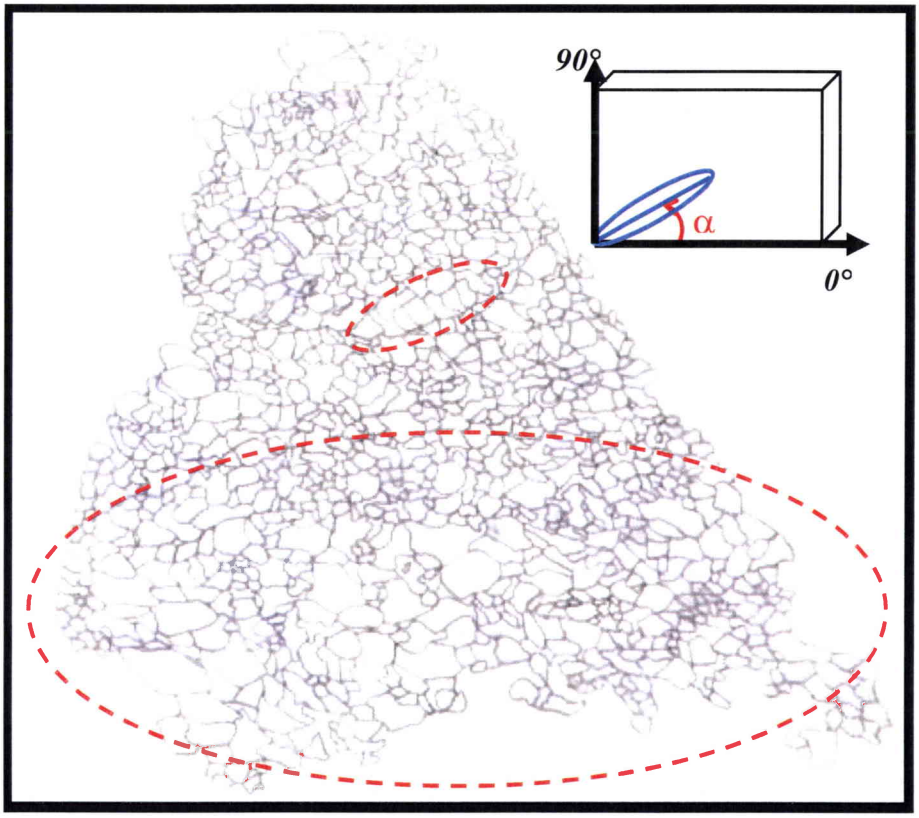


Figure 2.34 : répartition suivant une direction préférentielle de groupements de grains.

En résumé : L'observation de l'architecture interne des échantillons du niveau de Blanco de Macael 'pur' révèle une forte homogénéité de la composition minérale. A cette échelle le Blanco de Macael confirme l'analyse chimique effectuée par le CTAP, à savoir une composition minérale autour de 99% de calcite. La taille du plus grand grain observé est de 3mm, et aucun défaut n'est visible à cette échelle. ***Dans ces conditions, la taille du VER serait de l'ordre de 30mm.***

Nous avons remarqué dans le plan de la veine, trois tailles de grains, prédominantes :

*Pour la première, la plus grande, (surface>0,45mm²) les grains dans les deux directions occupent environ 30% de la surface, mais représentent seulement 12% du nombre de grain total observé. Les plus grands grains de cette classe (toujours dans les deux directions) représentent 5% des grains>0,6mm², les premiers stades de recristallisation dynamique sont visibles de par les grains dont la surface est comprise entre 0,45-0,6mm², ils représentent environ 7% du nombre total de grains observés. Dans la direction parallèle à la direction de la veine, les grains non-équiaxes ne dégagent pas une orientation préférentielle de l'allongement, par contre dans la direction opposée on remarque sur le graphique 1.30 que les grains non équiaxes de cette taille tendent vers une direction privilégiée entre -30 et +30°).

*Pour les grains de taille moyenne (0,2mm² - 0,45mm²), dans les deux directions ces grains occupent 30% de la surface totale observée représentent environ 25% du total des grains, cette population présente une orientation privilégiée, un allongement dans la direction α entre 0° et ±15° est dominant, ce dernier est beaucoup plus prononcé dans la direction 90° (Figure 2.33) que dans la direction 0° (Figure 2.30).

*Les grains de petite taille dominent l'architecture du Blanco de Macael. Ces derniers représentent plus de 30% de la surface totale et plus de 60% de la population des grains dans les deux directions d'observation. Les grains non équiaxes représentant environ 75% des grains, dont la surface est inférieure à 0,2mm², sont majoritairement orientés vers une direction privilégiée entre –30 et 30°.

Les graphiques 2.30 et 2.33 montrent que tous les grains tendent vers une structure équiaxe, mais pour l'instant le facteur de forme ou l'allongement dominant est compris entre 1,1 et 1,5.
Cette répartition des tailles et des morphologies de grains peut induire une anisotropie de la réponse mécanique.

Les détails concernant la morphologie et les tailles de grains sont des indicateurs de l'historique de déformation.

2.3.3.4 Analyse du Blanco de Macael « pur » à l'échelle microscopique :

L'analyse à l'échelle microscopique du Blanco de Macael pur, que nous proposons dans ce qui suit, concerne la composition chimique et l'identification des défauts de la microstructure.

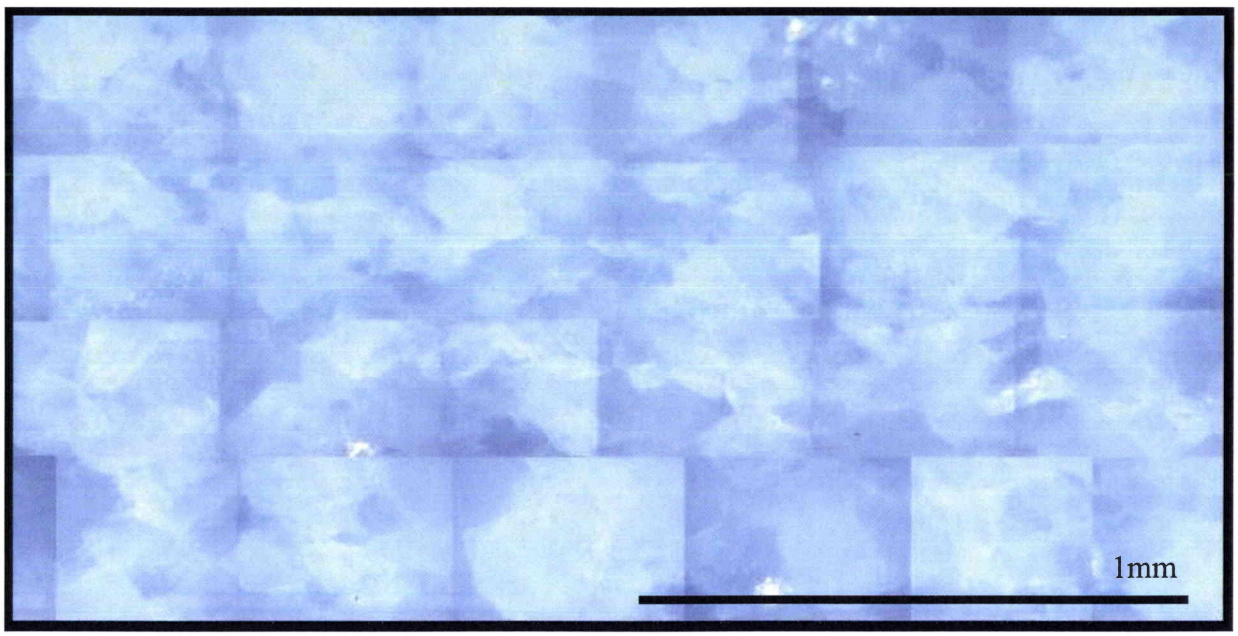


Figure 2.35 : Collage (Stitching) de photos prises sous microscope d'un échantillon de Blanco de Macael pur extrait dans la direction perpendiculaire à la veine.

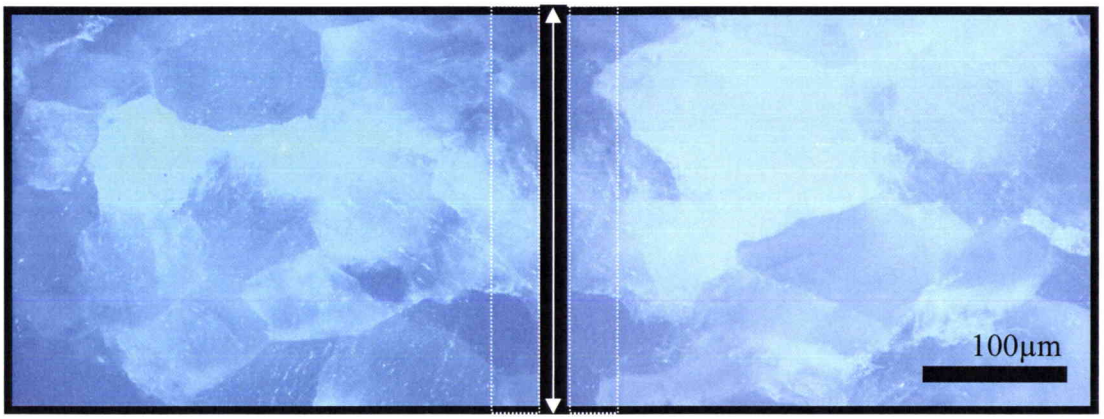


Figure 2.36 : Observation au microscope optique sous lumière polarisée de la zone à faible taille de grain à gauche. À droite, la zone voisine présentant une taille de grain plus importante.

L'analyse à l'échelle microscopique confirme l'état d'homogénéité minérale. En effet, la Figure 2.35 et la Figure 2.36 ont été prises dans la direction 90° définie dans la Figure 2.34 et elles montrent la distribution des grains suivant la direction plane (horizontale). Dans la Figure 2.36, nous distinguons à gauche, un groupement de grains présentant une faible taille comparée aux grains voisins. Le lecteur remarquera que les deux clichés sont voisins et la zone de superposition est encadrée en blanc en pointillés.

2.3.3.5 Analyse des défauts dans le cas du Blanco de Macael « pur » :

L'analyse des défauts à l'échelle microscopique, révèle la présence dans la microstructure d'une faible concentration de pores (<1% du total de la surface observée) dont la taille moyenne est de l'ordre de 100µm. Les défauts vides sont majoritairement situés aux joints de grains de grande taille (voir Figure 2.37).

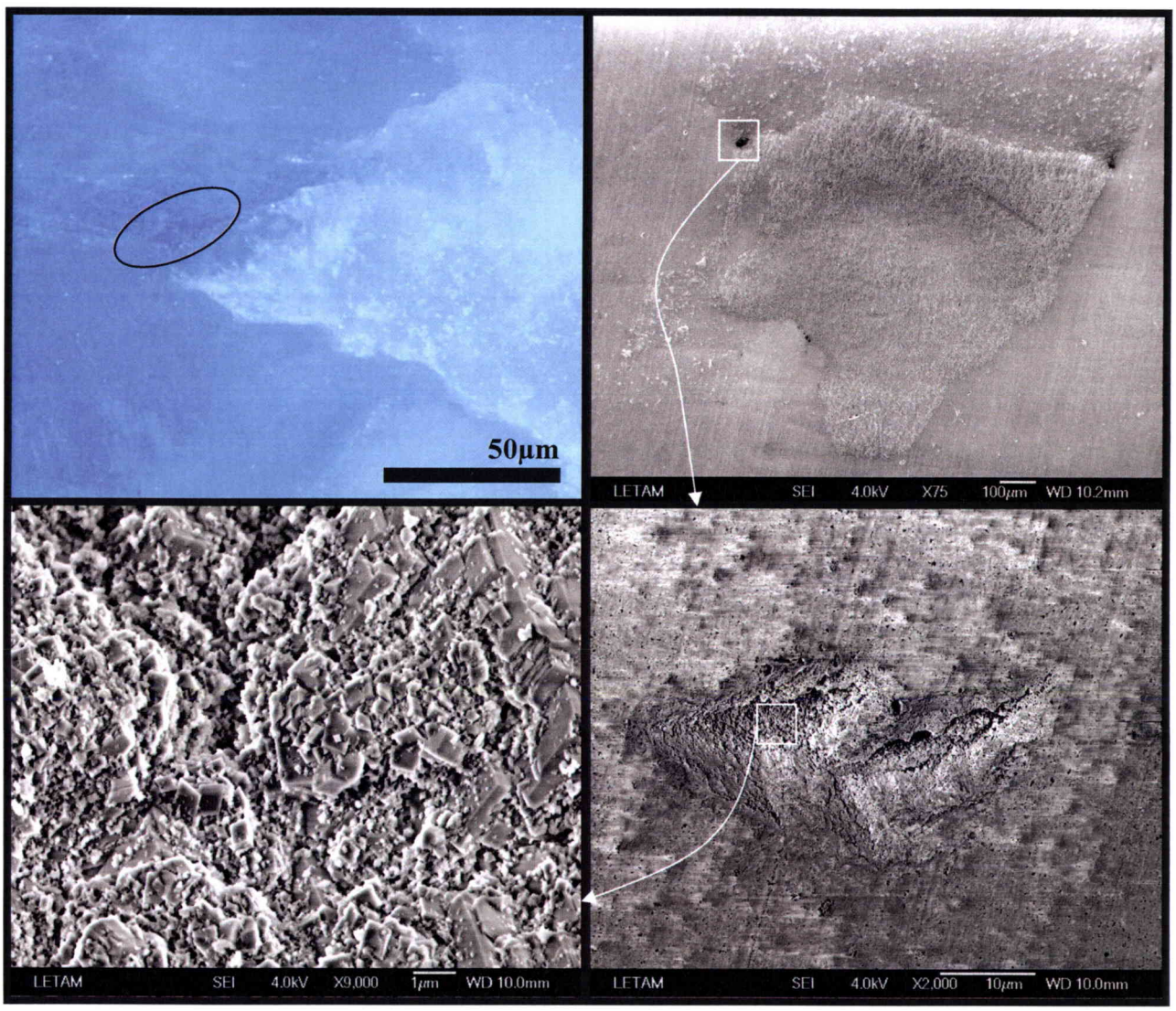


Figure 2.37 : a) Photo au microscope optique sous lumière polarisée, le défaut vide est entouré. Les images (b, c, d) ont été prises au meb.

L'analyse des différentes images, à l'échelle microscopique, révèle aussi la présence de grains maclés (Figure 2.38). Après dépouillement des différentes photos prises dans les deux directions, nous avons observé, sur une population d'environ 2500 grains, 800 présentant des macles soit plus de 30% de la population totale.

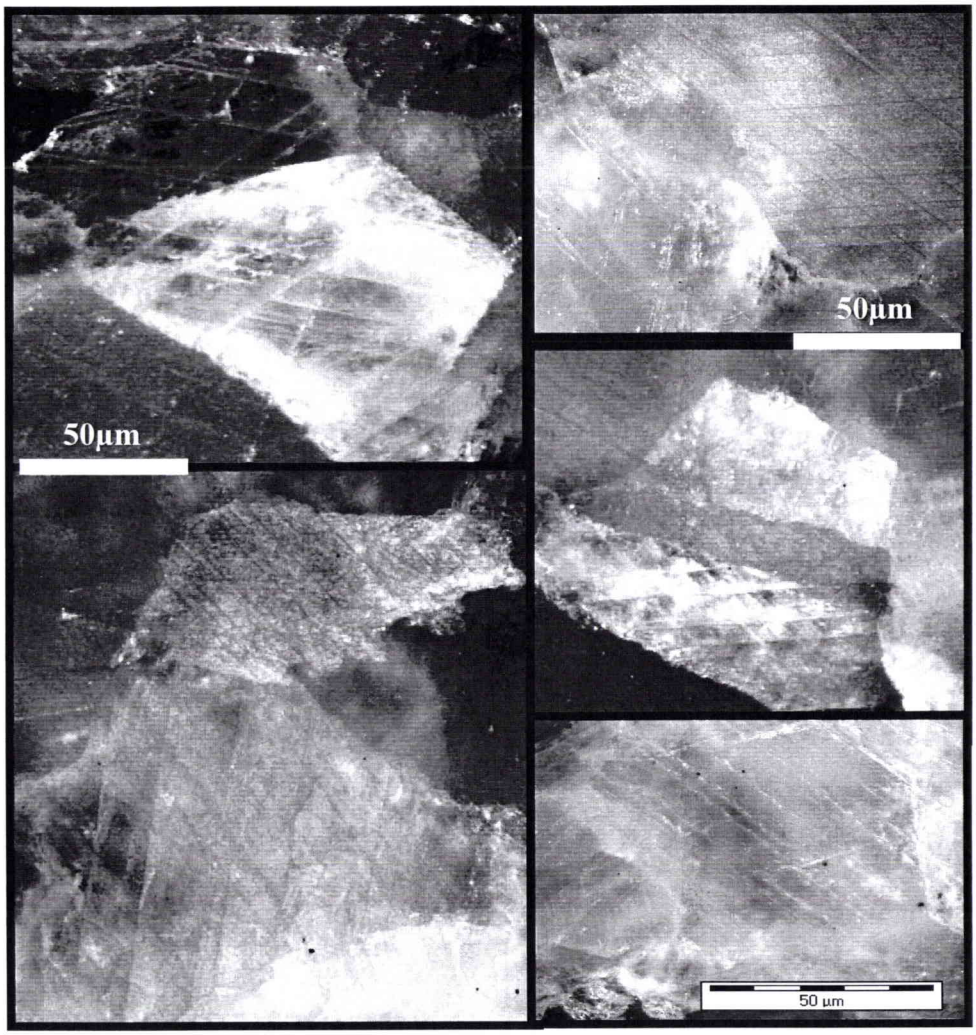


Figure 2.38 : Photos des macles vues dans le cas du Blanco de Macael pur.

À cette échelle, nous avons aussi décelé la présence de fissures intergranulaires et intragranulaires.
La Figure 2.39a montre un exemple du type de fissures intergranulaires présent dans le matériau. Ces fissures se retrouvent majoritairement autour des grains de grande taille. Leurs tailles sont de l'ordre de 800µm. Les fissures **inter**granulaires sont presque inexistantes autour des grains de plus petite taille. Les fissures **intra**granulaires sont de l'ordre d'une dizaine de micromètres.
Les fissures microscopiques **intra**granulaires (≈10µm) sont, majoritairement, dues au clivage parfait de la calcite, comme nous pouvons le constater sur la Figure 2.39b.

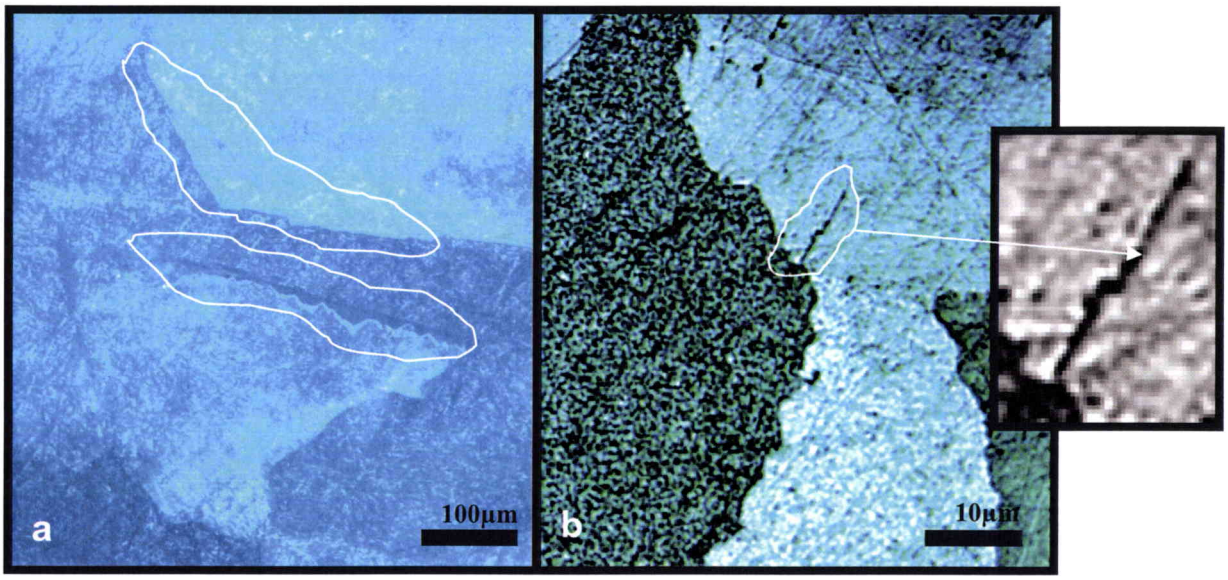


Figure 2.39 : a) fissure intergranulaire. b) fissure intragranulaire.

2.3.3.6 Synthèse :

Suite aux observations, à différentes échelles, des échantillons de Blanco de Macael, du niveau de marbre « pur » essentiellement calcique, nous pouvons établir un premier bilan de l'architecture interne de ce marbre.

Concernant la composition minérale, ce marbre est essentiellement calcique. Les observations au microscope, sous lumière polarisée, et les analyses chimiques effectuées au CTAP révèlent la présence de grains de mica, d'épidote, de titanite et de quartz. Ces concentrations sont très faibles, en effet, le pourcentage de minéraux secondaires représente moins de 1% de la composition totale. Ce marbre a aussi montré un pourcentage d'environ 30% de grains maclés.
L'observation des défauts sur les différents échantillons montre :

- La présence de pores aux intergrains de l'ordre de 10µm
- Des fissures intergranulaires ; dont la taille avoisine la taille des grains protolitiques.
- Des fissures intragranulaires, de quelques micromètres, essentiellement dues au clivage de la calcite.

2.3.4 Analyse de l'architecture interne du Blanco avec des bandes minérales à différentes échelles :

Si nous regardons maintenant les échantillons, provenant du niveau présentant des bandes minérales grises (Figure 2.21), nous remarquons, dans la Figure 2.40, que les grains de calcite sont allongés et répartis dans la direction horizontale 0° soit du filon.
Dans les échantillons observés, les inclusions présentent une répartition plane (Figure 2.40). Enfin, à cette échelle aucun défaut de la microstructure n'est visible.

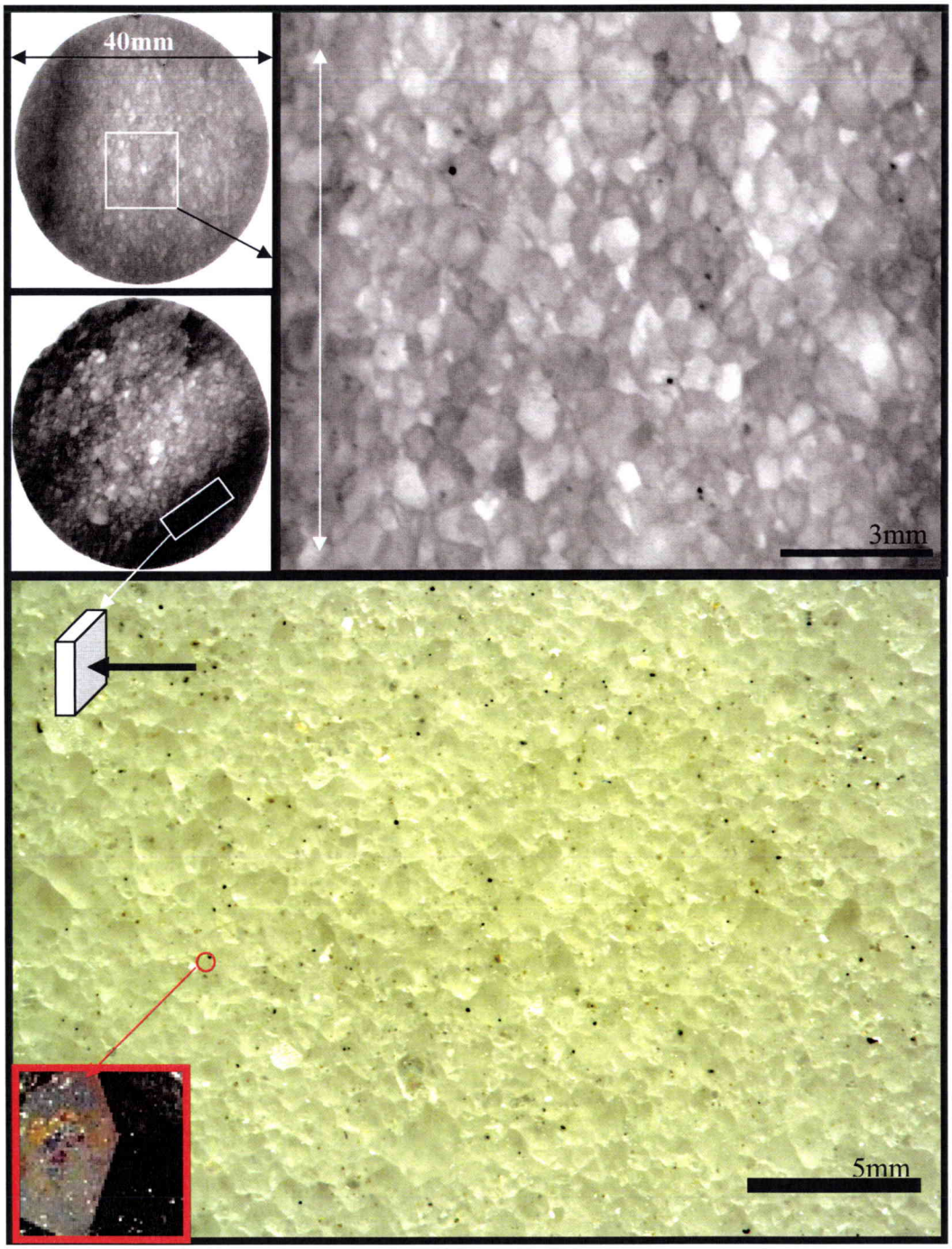


Figure 2.40: En haut, images rétro éclairées de l'échantillon de Blanco de Macael avec des bandes minérale. En bas, image de l'échantillon extrait dans la direction 0°, on note l'abondance des inclusions minérales.

Après application de la même procédure d'analyse de la répartition des grains que précédemment, les échantillons, extraits du niveau avec des inclusions de pyrite, montrent les même distributions de morphologie de grains que le niveau de Blanco pur.

2.3.4.1 Analyse à l'échelle microscopique :

L'analyse macroscopique montre que le marbre 'impur'ou veiné présente la même répartition des grains que le marbre 'pur', la différence réside dans la présence des inclusions minérales.
L'observation, des échantillons pris parallèlement aux bandes d'inclusions, (Figure 2.40) montre une répartition en bandes aléatoires d'inclusions de différentes tailles, dont la couleur jaune laiton à jaune or éclaire la surface en bleu, en vert ou en rouge.
Pour déterminer la nature de ces inclusions, des prélèvements ont été effectués dans la masse calcique (Figure 2.48) de différents échantillons, et une analyse chimique (Figure 2.49 et tableau 1.3) des inclusions extraites a été effectuée.

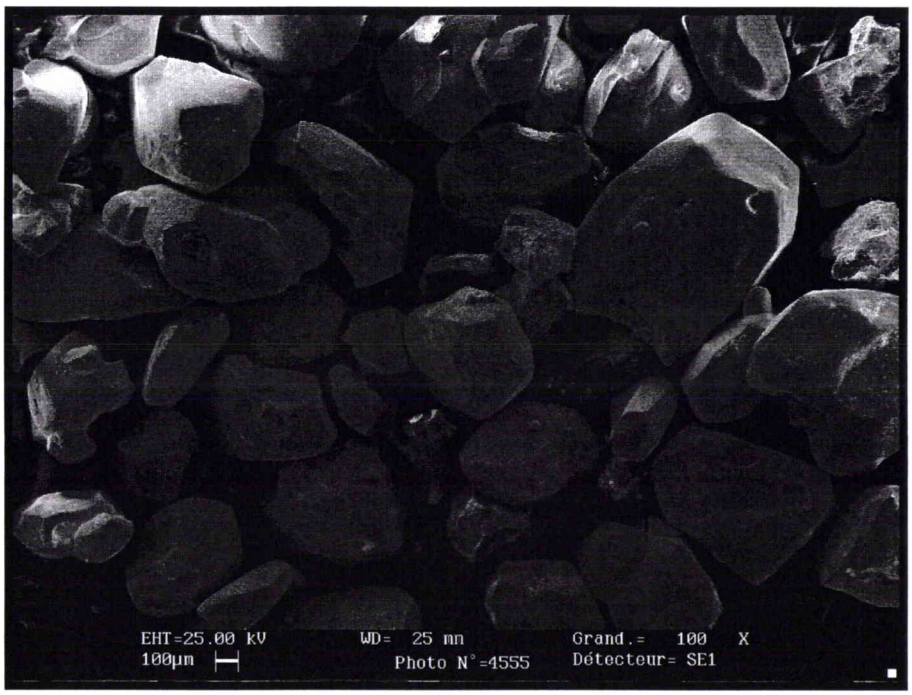


Figure 2.48: Image au meb des inclusions minérales extraites des échantillons.

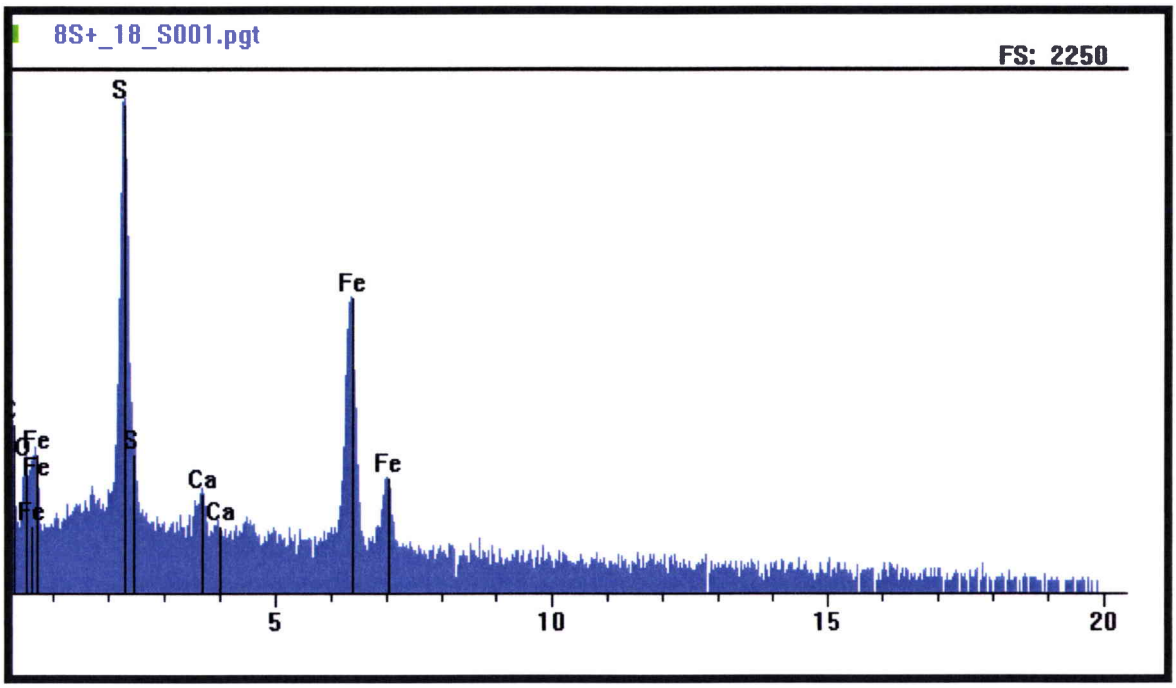


Figure 2.49 : Spectre de l'analyse chimique des inclusions.

Element	Wt%	At%
C	72,71	86,08
O	7,64	6,79
S	11,06	4,90
Ca	0,38	0,14
Fe	8,21	2,09
Total	**100,00**	**100,00**

Tableau 1.3 : Composition chimique des inclusions extraites des échantillons

L'analyse chimique révèle la présence de résidus de Calcite $CaCO_3$, de Fer et de souffre. Vu l'aspect des inclusions, leurs textures et les résultats de l'analyse chimique, nous pouvons affirmer qu'il s'agit d'inclusions de Pyrite FeS_2.

Les différentes bandes grises, vues dans le filon, présentent une répartition de grains de pyrite dont la taille varie entre 1 à 1000µm. Les observations à l'échelle microscopique révèlent aussi la présence d'oxyde de fer rouge (voir Figure 2.50) en très faible quantité comparée à la pyrite.

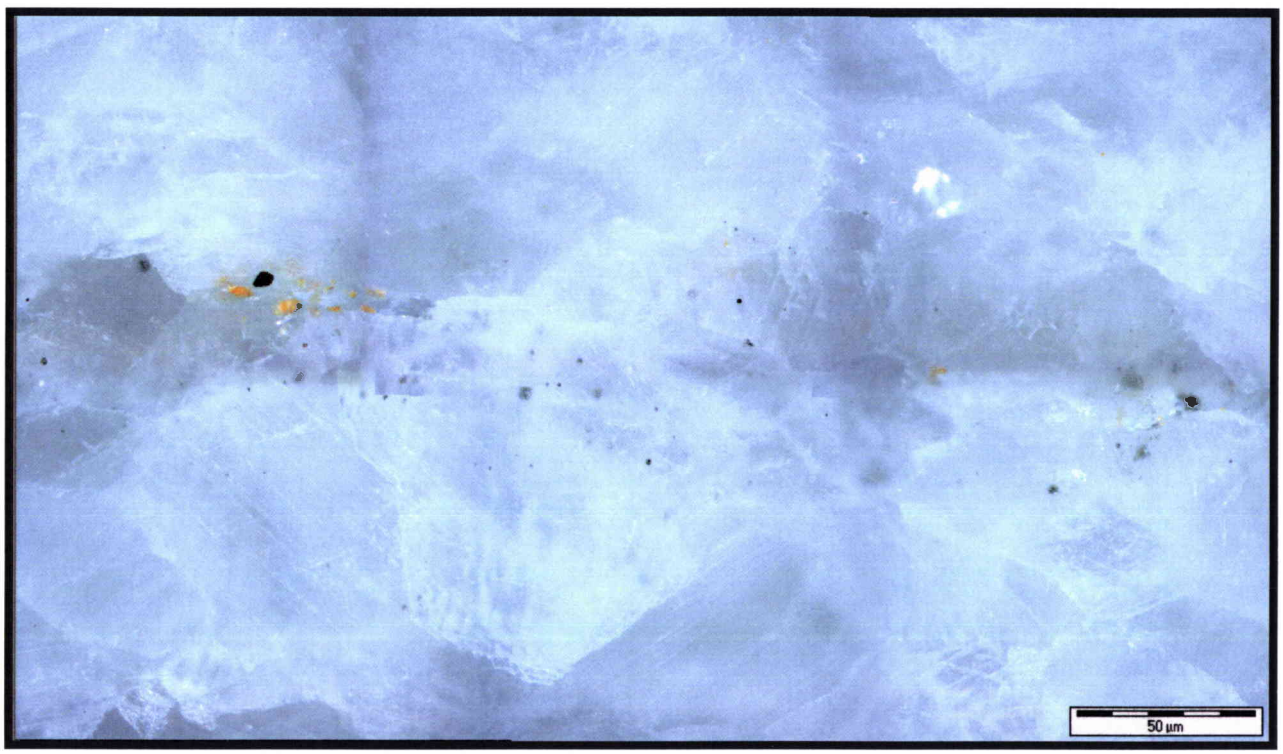


Figure 2.50 : Image au microscope optique d'un échantillon pris perpendiculairement à la veine. Nous observons la bande minérale de pyrite et quelques inclusions d'oxydes de fer.

Nous constatons sur la Figure 2.50 que les inclusions de pyrite sont réparties, dans les grains. Aussi, une autre tendance a été remarquée (mais pas encore quantifiée), en effet ; les différents clichés, des zones à forte concentration de pyrite, montrent, que les grains voisins des inclusions sont relativement de petite taille (<0,2mm²). Enfin, sur tous les échantillons observés, nous avons constaté que les inclusions de pyrite sont réparties suivant des bandes de quelques millimètres d'épaisseur dans les deux directions d'extraction étudiées.

2.3.4.2 Analyse des défauts dans le cas du Blanco avec des bandes minérales :

Concernant les défauts présents dans la microstructure, mis à part la présence d'inclusion de pyrite, les constatations sont les mêmes que pour les échantillons de marbre blanc pur. Nous remarquons de la même manière, la présence de grains maclés (environ 30%), de pores aux joints de grain, des fissures intergranulaires autour des grains de grande taille, et aussi des fissures intergranulaires, dues au clivage parfait du minéral, de même taille que dans le niveau précédent.

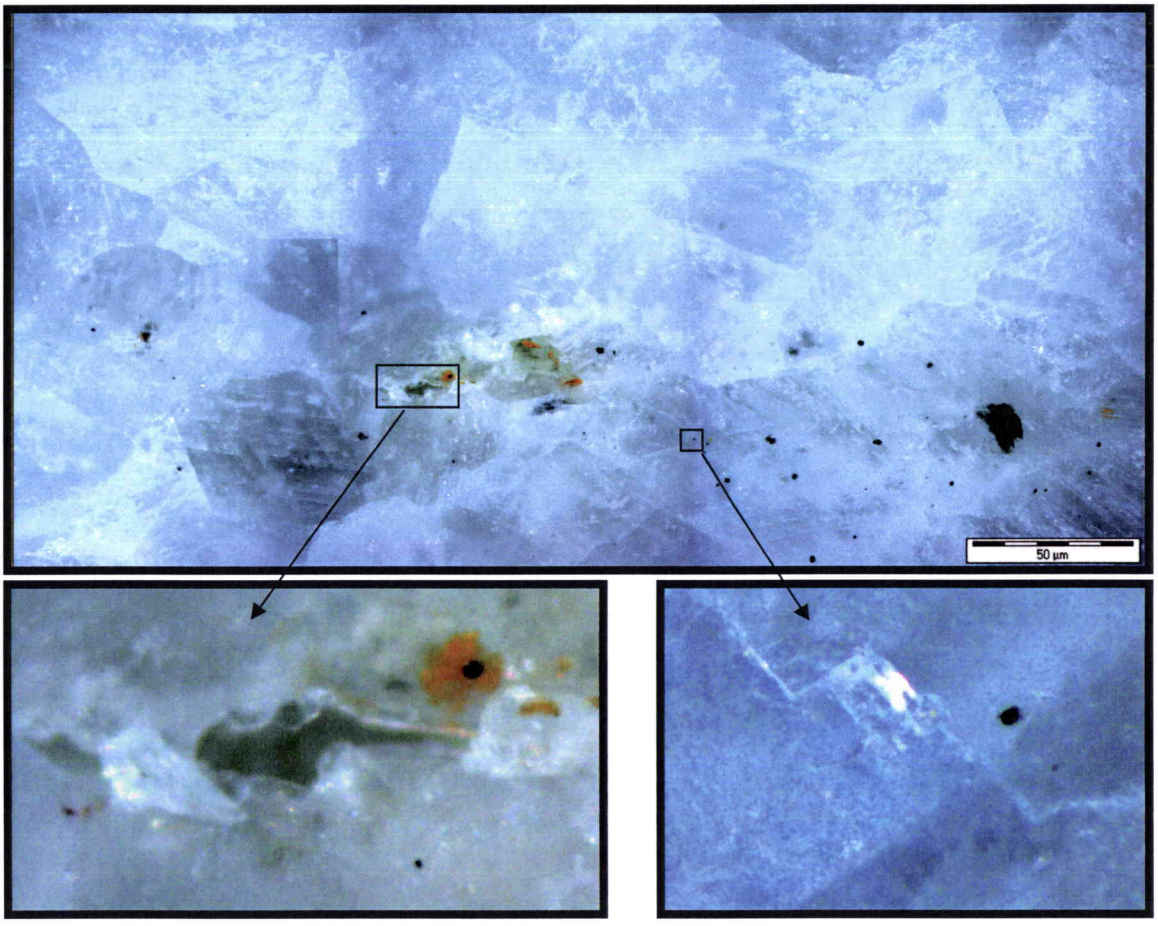


Figure 2.51 : Images au microscope optique des défauts observés dans le Blanco de Macael avec des inclusions de pyrite.

2.3.5 Conclusion :

En résumé, les échantillons de Blanco de Macael (pur et avec des inclusions de pyrite), montrent une structure polycristalline essentiellement calcique (autour de 99% de calcite suivant la densité de pyrite), des pores aux joints de grains, des fissures intergranulaires majoritairement réparties autour des grains de grandes tailles, et des fissures intragranulaires de très faible taille, dues au clivage.

Les premières estimations, de la porosité apparente, mesurées par le CTAP, pour ce marbre, montrent une très faible valeur, inférieure à 0,2%. La faible fraction de la surface des pores et des fissures dans les deux niveaux de ce marbre est estimée à environ 0,5%.

Les seules différences entre les deux types de marbre constatées lors de cette analyse, concernent la présence d'inclusion de pyrite. Ces dernières peuvent représenter, comme nous le constatons sur la Figure 2.52, jusqu'à 4% de la surface d'un échantillon.

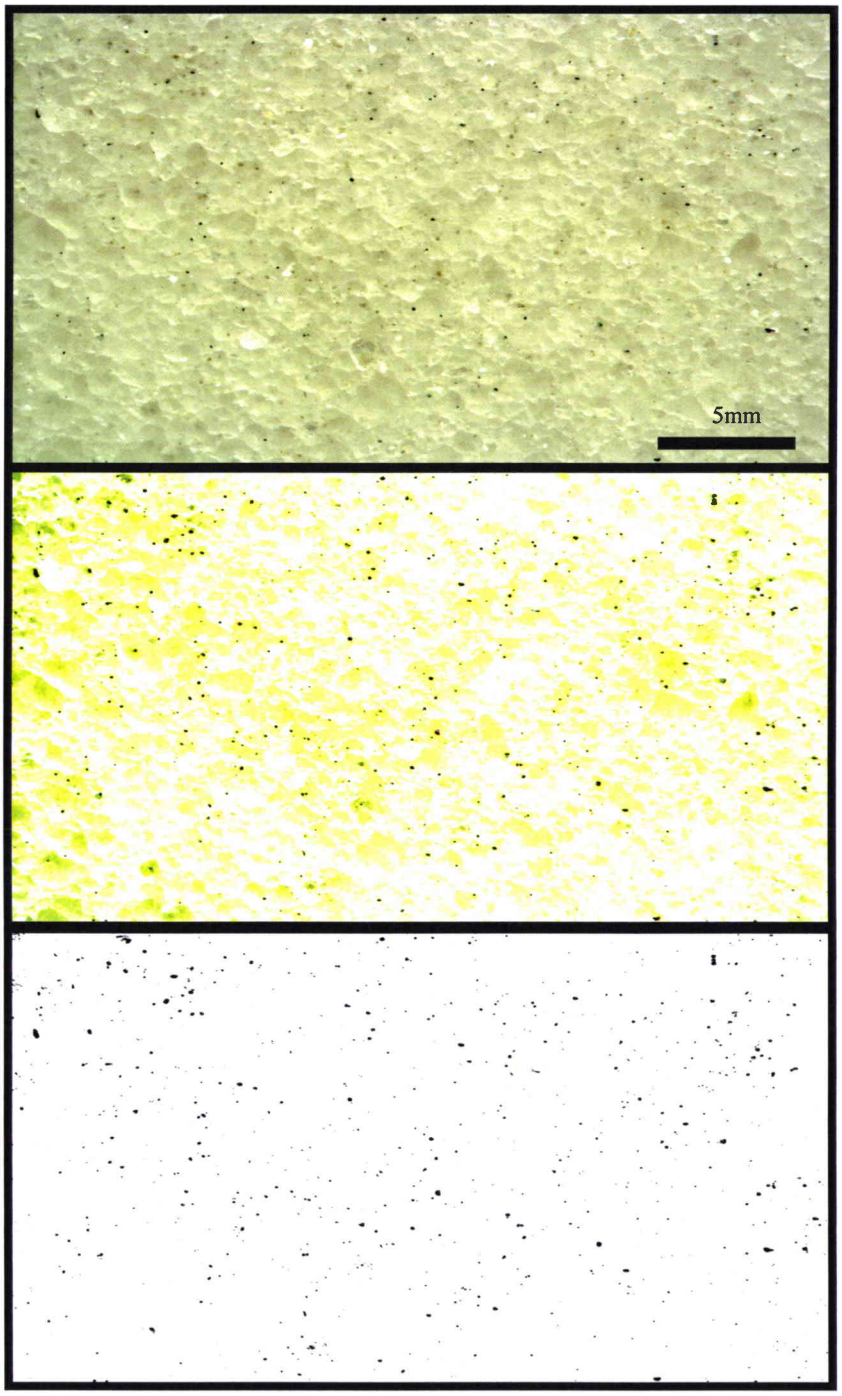


Figure 2.52 : Trois étapes relatives aux traitements d'images pour le calcul de la densité de pyrite.

Nous avons observé 3 spécimens (1cm*4cm) extrait dans la direction 0° de marbre pur et 3 dans la direction opposée du même marbre, 2 spécimens dans la direction verticale 90° du marbre veiné et 2 dans la direction opposée.
Sachant que différentes microstructures peuvent apparaître dans une même carrière comme décrit par Shenk (2005) et Oesterling (2004) dans le cas du marbre de Carrare (ou Schenk (2005) pour le marbre calcique Grec extrait du complexe du dôme de Naxos ou encore dans le cas du marbre calcique du Canada (voir annexe) il faut vérifier si tout le filon présente la même microstructure.

2.3.6 Estimation de la taille du VER :

Comparé aux deux travertins, le Blanco de Macael pur présente une composition homogène, et de rares défauts vides de taille micrométrique. Comme les grains sont de l'ordre du millimètre, la taille du VER sera de l'ordre du plus grand grain observé. Après analyse des différents échantillons, la taille moyenne étant de l'ordre de 0,7mm et environ 3mm pour le plus grand grain observé. En ce qui concerne le marbre avec des bandes de pyrites, la taille moyenne des grains observés est aussi du même ordre, par contre une intention particulière doit être accordée à la répartition et à la densité des inclusions minérales.
En effet, une dépendance de la valeur CCU à la concentration des grains de pyrite est possible, et ce, quelle que soit la taille du VER. Nous estimons donc pour l'instant une taille minimum de 30mm pour ce marbre.

2.4 Conclusion chapitre 2 :

Dans le cas du Travertino Rosa, l'étude de la microstructure a révélé une composition minérale très hétérogène à toutes les échelles, mais seulement une répartition très aléatoire des tailles de défauts vides dans la microstructure. En raison de la taille du VER estimé et des moyens mis à notre disposition pour la mesure d'une valeur moyenne de la « **CCU** » de ce marbre, les essais ne sont pas réalisables pour l'instant. Nous avons pris la décision avec le CTAP et les industriels concernés de nous concentrer sur la mesure de la valeur de la CCU du Blanco de Macael et du Travertino Crema.

Nous avons noté, lors de l'étude de la microstructure, que dans le Travertino Crema les pores étaient répartis suivant des plans parallèles horizontaux, cette caractéristique pourrait induire une anisotropie de la réponse mécanique sous compression. Une étude dans les deux directions doit donc être effectuée.

De même pour le Blanco de Macael « pur » et « veiné » la forme des grains de calcite et la répartition des inclusions de pyrites pourraient induire une anisotropie. Des tests d'échantillons pris dans les deux directions doivent aussi être effectués.
La question se posant, maintenant, concerne les conditions d'essais optimales. La littérature relate des différents problèmes de l'essai de compression uniaxiale, nous décrivons dans ce qui suit les travaux effectués pour la mise en évidence de l'effet des différents paramètres de l'essai sur la valeur de la contrainte limite en compression uniaxiale.

3. Définition des conditions d'essais

Table des matières

3. Définitions des conditions d'essais.....122
Introduction : 123
3.1 Procédure expérimentale 124
3.1.1Dispositif expérimental 124
3.2 Définition des conditions d'essai dans le cas du Travertino Crema : 125
3.2.1 Étude de l'effet de l'élancement dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 0° :126
3.2.2 Synthèse : 129
3.2.3 Étude de l'effet de l'élancement dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 90° : 133
3.2.4 Etude de l'effet de la lubrification dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 0° 140
3.2.5 Etude de l'effet de la lubrification dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 90° : 143
3. 3 Conclusion des essais sur le Travertino Crema 144
3.4 Définition des conditions d'essais dans le cas du Blanco de Macael 145
3.4.1 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales à 45° de la direction de compression : 145
3.4.2 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression (0°): 151
3.4.3 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression (90°): 158
3.4.4 Effet de la lubrification et de la protection imperméabilisante sur le Blanco de Macael :.....162
3.4.4.1 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression : 163
3.4.4.2 Effet de la lubrification avec protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression : 164
3.4.4.3 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression : 166
3.4.4.4 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression : 167
3.5 Discussion et résumé des résultats de la campagne d'essais 169
3.6 Préparation au dispositif de mesure.....170
3.7 Comparaison entre le Travertino Crema et le Blanco de Macael :.....171
3.8 Conclusion du chapitre 3.....175

Introduction :

Après l'estimation des tailles de VER correspondantes au Blanco de Macael et au Travertino Crema, seuls les essais de compression sur des échantillons de différentes tailles, nous permettront de valider ou de corriger ces valeurs et de **choisir le marbre présentant la plus grande CCU**. Mais tout d'abord nous devons définir les conditions d'essais nous permettons de distinguer les valeurs et les modes de ruptures intrinsèques de chacun de ces deux matériaux.

3.1 Procédure expérimentale

Suite aux différentes conclusions des essais de compression uniaxiale vus dans la littérature, relatant de l'influence des conditions d'essais, comme l'élancement, le frettage et l'effet de taille, nous avons procédé à **deux compagnes d'essais** pour chaque marbre (Blanco de Macael et Travertino Cream).

***Dans le cas du Travertino Crema :** une série d'essais, sans système antifrettage sur trois tailles d'échantillons avec différents élancements sur des échantillons extraits parallèlement (0°) et perpendiculairement (90°) à la direction du filon de trois blocs (A, B, C) distincts, a été effectuée en collaboration avec le CTAP. Cette première campagne d'essais vise à mettre en évidence l'effet de l'élancement et du frottement sur la valeur de la CCU, déterminer l'élancement optimum, et valider ou corriger la valeur estimée du VER.
La deuxième campagne d'essais de compression uniaxiale, effectuée au LFM sur le même marbre, a pour objectif la mise en évidence de l'effet de la lubrification sur la valeur de la CCU. Pour ce faire, des échantillons dans les deux directions provenant des trois blocs A, B, et C ont été testés avec une lubrification du contact échantillon plateau à l'acide stéarique sans protection imperméabilisante et avec protection imperméabilisante en polyéthylène. De ces deux campagnes d'essais, les conditions d'essais optimales pourront être définies et une mesure de la valeur de la CCU peut être effectuée.
***Dans le cas du Blanco de Macael :** Les conclusions du chapitre précédent, quant à l'influence des bandes minérales de pyrite, nous ont induits à prendre en compte ce paramètre lors des deux campagnes. Nous avons extrait à 0° du filon de Blanco pur, des échantillons de différentes tailles et de différents élancements, et d'un bloc présentant la même concentration de bandes de pyrite centimétriques réparties aléatoirement, nous avons extrait des échantillons à 90° et à 45° du filon.
Comme pour la Travertino Crema la première campagne vise à mettre en lumière l'effet du frottement et de l'élancement sur la valeur de la CCU mais aussi de l'effet de la répartition des bandes de pyrite sur la CCU. La deuxième campagne d'essais a pour objectifs la mise en évidence de l'effet de la protection imperméabilisante sur la valeur de la CCU, et la validation de la taille du VER estimé précédemment.

3.1.1Dispositif expérimental

Nous disposons au sein du CTAP d'une machine de compression contrôlée en charge et équipée d'un vérin hydraulique d'une capacité maximum de 2000KN. Cette machine est équipée d'une rotule et de plateaux en acier trempé de 225mm de diamètre, pouvons recevoir des échantillons d'une hauteur maximale de 350mm (voir Figure 3.5). Aussi une machine de compression (Zwick/Roell) est disponible au **L**aboratoire de **F**iabilité **Mécanique** (voir Figure 3.4) contrôlée en déplacement d'une capacité maximale de 200KN, équipée aussi d'une rotule et de plateaux en acier trempé de 100mm de diamètre.

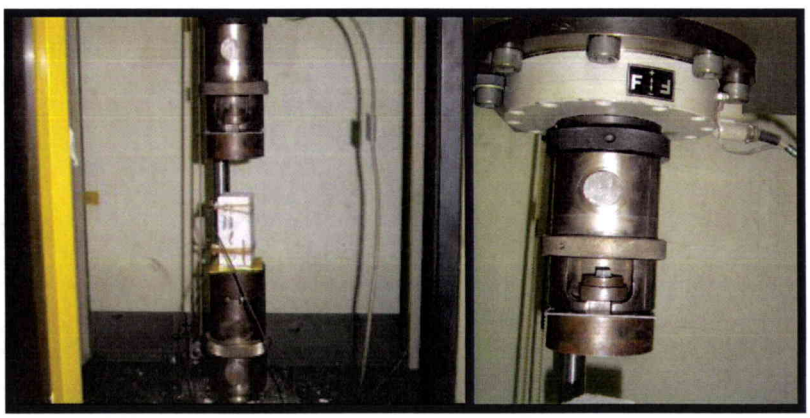


Figure 3.4 : Photos de la machine de traction compression du LFM utilisée pour les essais de compression. À droite image du capteur de force.

Les plateaux des machines présentent un défaut de surface inférieur à 0,005mm. Tous les échantillons cylindriques ont été polis et rectifiés. Les échantillons présentant un défaut de planéité supérieur à 0,04mm n'ont pas été testés. Tous les essais ont été réalisés en condition statique, nous avons utilisé des vitesses très faibles, par exemple dans le cas des essais effectués au CTAP sur la machine contrôlée en charge nous avons appliqué la même vitesse de 0,06MPa/s, soit 2,4KN/s ; pour les échantillons de 210mm de diamètre, et dans le cas de la machine contrôlée en déplacement au LFM, les essais ont été réalisés à une vitesse de déplacement du plateau de 0,025mm/min.

3.2 Définition des conditions d'essai dans le cas du Travertino Crema :

Pour l'étude du Travertino Crema, l'analyse de l'architecture interne à démontrer une distribution planaire des pores. Par conséquent nous avons effectué des essais dans les deux directions. De plus, ce marbre présente un réseau communicant de pores. Ainsi, la mesure de la porosité apparente nous renseigne sur la fraction vide dans l'échantillon. Cette mesure a été réalisée au CTAP selon la norme [EN 1936] sur tous les échantillons avant test.

Pour déterminer la gamme de sections praticables sur les deux machines de compression, nous avons effectué des essais préliminaires avec la section et la hauteur maximale (225mm*340mm) sur la machine de 2000KN. Ces premiers essais en condition frettée, sur des échantillons de Travertino Crema de section égale au plateau (comme c'est précisé dans la majorité des normes), ont montré un endommagement précoce dû à un effet de bord.
La Figure 3.5 montre que l'échantillon de 225mm de diamètre et de 340mm de hauteur se met en tonneau et malgré l'intensité du frottement qui augmente avec la contrainte appliquée, on note une dilatation de l'échantillon. Suite à cette déformation radiale, le périmètre extérieur de l'échantillon n'est plus sollicité. Des fissures apparaissent alors aux bords, elles se propagent par la suite dans l'échantillon et ce dernier s'écaille. (Voir Figure 3.6)



Figure 3.5 : Endommagement des bords des échantillons et écaillage des faces non sollicitées suite à la déformation radiale.

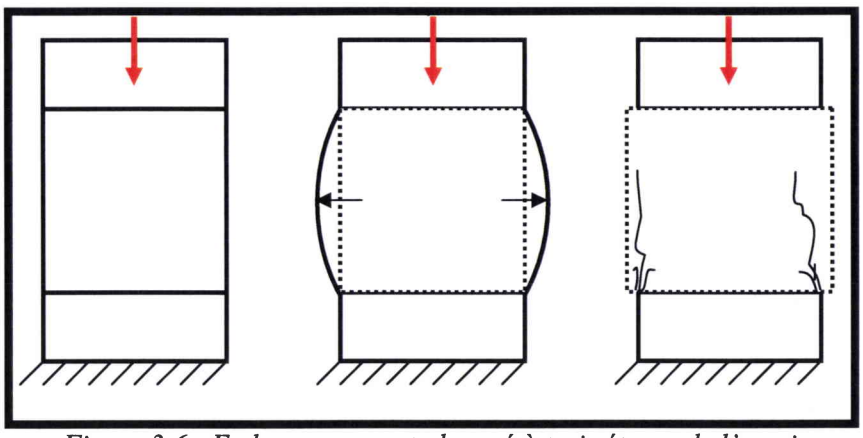


Figure 3.6 : Endommagement observé à trois étapes de l'essai

3.2.1 Étude de l'effet de l'élancement dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 0° :

Suite à ces essais, nous avons réduit la section à 220mm pour éviter les effets de bord et nous avons effectué des essais en conditions frettées sur des échantillons cylindriques avec trois élancements différents (1,4 ; 0,7 ; 0,4).

Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
I-A1	4,1%	315	220	41	1,4	OUI
I-B1	4,2%	317	220	40	1,4	OUI
I-C1	4,1%	316	220	29	1,4	OUI
I-A2	3,9%	158	220	42	0,7	OUI
I-B2	3,8%	158	220	51	0,7	OUI
I-C2	4,3%	159	220	50	0,7	OUI
I-A3	4,5%	80	220	>51	0,4	NON
I-B3	4,5%	80	220	>51	0,4	NON
I-C3	4,4%	80	220	>51	0,4	NON

Tableau 3.3 : Résultats de la campagne d'essais sur le Travertino Crema extrait 90° (les pores sont parallèles à la direction de compression). Ces échantillons sont repérés par l'indice « I ». Les élancements sont indicés de 1 à 3.

Dans le cas des échantillons « I » d'élancement 1,4 et ce pour les trois blocs (A, B,C) sans système anti-frettage, la rupture observée est toujours une rupture mixte entre une rupture en cône et une rupture suivant les plans des pores comme on peut le constater dans le cas de l'échantillon I-B1 sur la Figure 3.7 et I-C1 sur la Figure 3.7. Suite aux contraintes de cisaillements induites par le frottement un état de compression triaxial est réparti sur deux cônes opposés (Figure 3.8) comme décrit par Paterson, Hawkes et Mellor. Et dans notre cas, un des deux cônes (cône haut dans le cas de I-A1 et I-B2 et cône bas pour I-C1) se fissure suivant les plans des pores, mais sa trace est visible sur les différents éclats (voir Figures 3.7, 3.9).

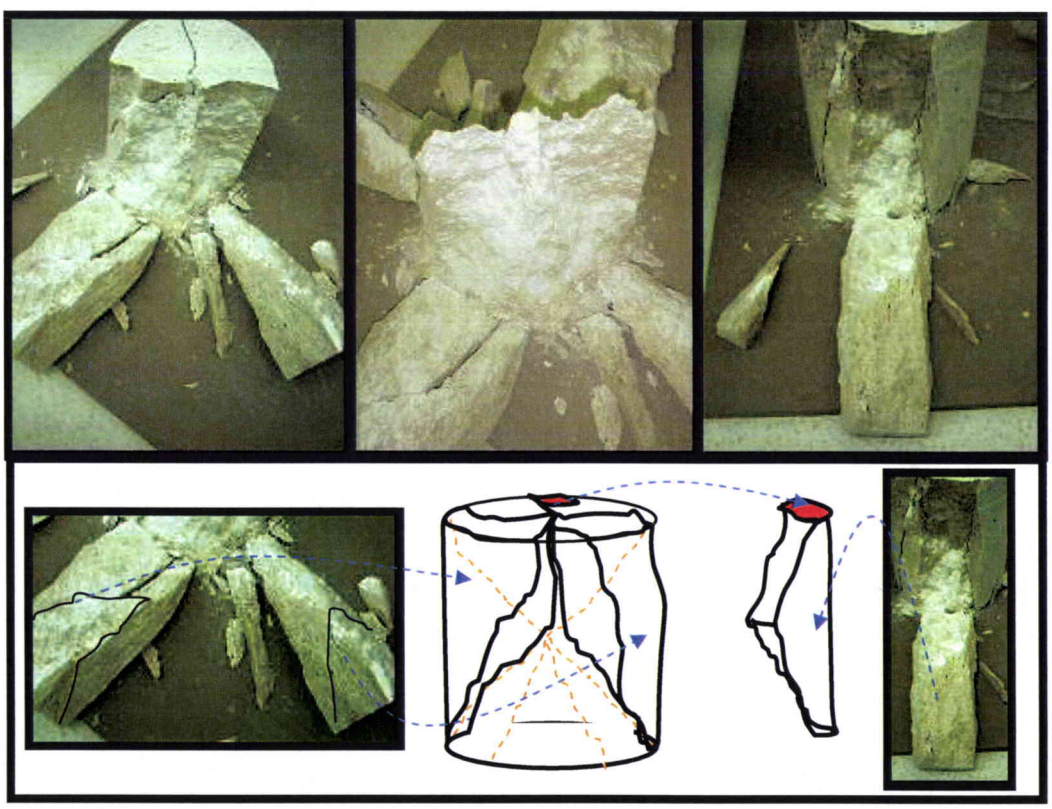


Figure 3.7 : Photos de l'échantillon I-B1 après essai. On note le cône de frottement et les colonnettes dans le sens de la porosité.

Ce qu'on remarque aussi c'est de la poussière blanche autour des cônes, ceci est probablement dû au broyage des grains (Figure 3.7), signe d'une intensification des contraintes dans cette zone.

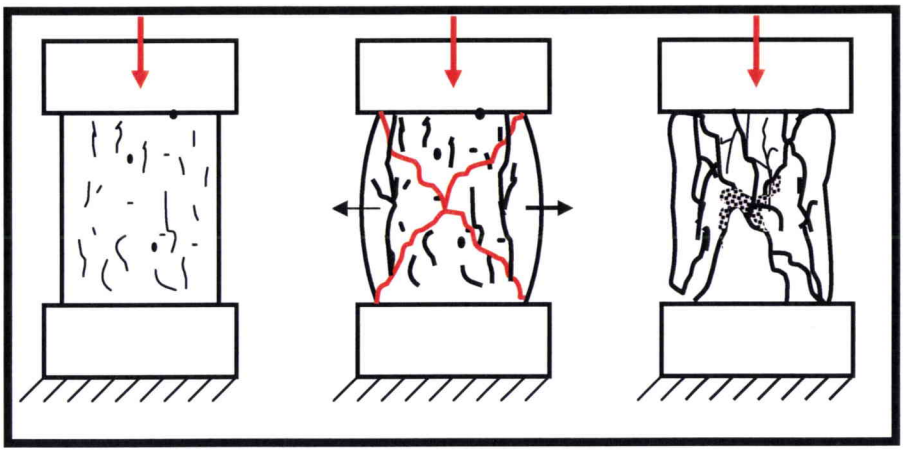


Figure 3.8 : Croquis du mode d'endommagement de l'échantillon I-B1 et I A-1.

Les échantillons endommagés présentent aussi des faces verticales nettes, sans poussière, dans la direction des pores. En effet, dans le cas de ces échantillons la fissuration se propage facilement dans les plans de faiblesses (Figure 3.9).
Ce cas de figure est très prononcé dans l'échantillon I-C1 qui casse d'une manière précoce (29MPa) comparé à l'échantillon I-A1 et I-B1, suivant un plan vertical, mais dans ce cas un des deux cônes de frottement reste visible, le deuxième cône (bas) se devine grâce à la structure des éclats en orange et bleu dans la Figure 3.9.

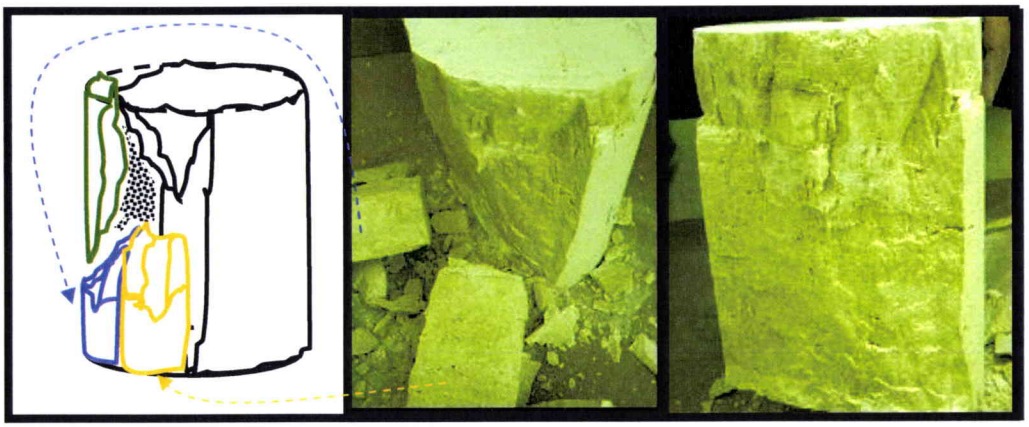


Figure 3.9 : Rupture de l'échantillon I-C1.

Comme on peut le voir sur la Figure 3.9, le sommet du cône (haut) présente une faible trace blanche, par contre la face de l'échantillon (plus bas) est nette et sans poussière signe qu'une intensification de la contrainte n'a pas eu lieu dans cette zone. L'échantillon s'est désolidarisé suivant un plan de pores. Le cône de frottement opposé (bas) est seulement visible sur les trois éclats dessinés sur la Figure 3.9.

Dans le cas des essais avec un élancement de 0,7 le mode de rupture est quelque peu différent et la moyenne de CCU augmente d'une dizaine de MPa. Ce qu'on remarque en premier dans le cas de ces échantillons cassés, c'est l'augmentation du volume de poussière blanche et des petits éclats (Figure 3.10). Ceci montre que plus on diminue l'élancement plus on augmente le volume des zones affectées par une compression triaxiale et la contrainte autour des cônes est plus intense. Les trois échantillons testés montrent un mode de rupture mixte, à savoir un bloc central dont la forme s'approche de deux cônes verticalement opposés (voir Figure 3.10, 3.11, et 3.12), et autour de ce bloc plusieurs morceaux rompus suivant les plans de pores (Figure 3.11c).



Figure 3.10: Rupture de l'échantillon I-B2.

Ce mode de rupture mixte quelque peut différent des échantillons avec un élancement de 1,4 s'explique par le fait que la résistance des roches augmente sous compression de confinement. Cet état de pression de confinement plus prononcé sur les faibles élancements va induire l'augmentation de la CCU. La mise en tonneau de l'échantillon, quant à elle, va affecter la périphérie de l'échantillon et beaucoup moins la zone centrale sous pression hydrostatique. Comme l'échantillon présente des plans de faiblesse verticaux, la fissuration se produit alors verticalement autour de la zone confinée.



Figure 3.11: Rupture en cône dans le cas de l'échantillon I-A2 d'élancement 0,7.

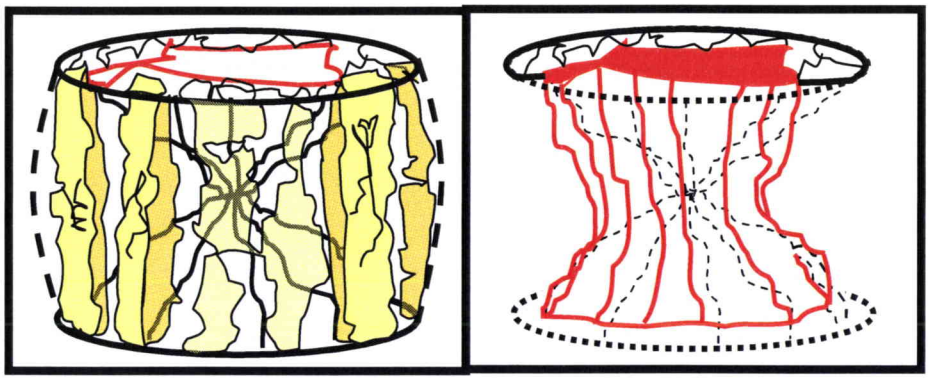


Figure 3.12 : Croquis de la rupture de l'échantillon I-A2 et I-B2.

Sur les trois essais effectués, on note aussi une valeur de CCU inférieur aux deux autres dans le cas de l'échantillon I A-2, en effet sur cet échantillon, on note globalement le même mode de rupture (Figure 3.11b), la seule différence, et qui est la cause de cet endommagement précoce, est la rupture nette suivant un plan vertical (Figure 3.11c) de forte densité de pores (indiqué par une flèche sur la Figure 3.11a)

Dans le cas des échantillons d'élancement 0,4, nous avons atteint la contrainte maximale de la machine (51MPa) sans observer de rupture, malgré la présence de plans de fortes porosités comme on peut le voir sur l'échantillon I A-3 (Figure 3.13). Ceci confirme le fait que la diminution de l'élancement accentue l'effet de la contrainte triaxiale induite par le frottement et par suite l'augmentation de la CCU.

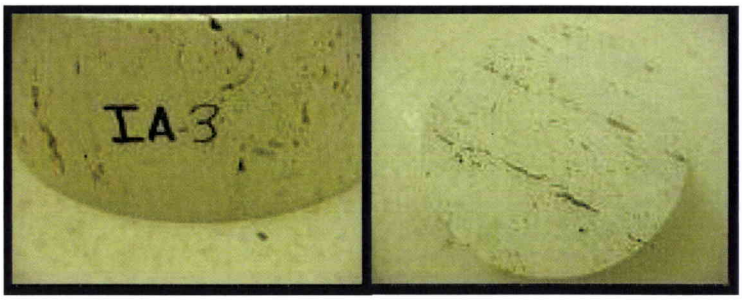


Figure 3.13 : Pas de rupture dans le cas des échantillons d'élancement 0,4 à l'échelle 1.

3.2.2 Synthèse :

*Ces premiers essais montrent que la CCU en conditions frettées, augmente avec la diminution de l'élancement. Les différents essais vus dans la littérature sur les roches montrent que la valeur de la CCU converge vers une valeur définissant un élancement optimal. Pour l'instant, on ne dispose que de deux points de cette courbe (élancement 1,4 et 0,7) puise que les échantillons de 0,4 n'ont pas rompu.

*Aussi la rupture caractéristique de ce type d'essai est la rupture mixte en cône, et en clivage axial suivant les plans de faiblesse, accompagnée de poussière, signe d'un broyage de grains dans les zones fortement sollicitées (autour des cônes).

*On observe que suivant la répartition des pores, des ruptures verticales par désolidarisation suite à la propagation des fissures dans ces plans de faiblesses, apparaissent d'une manière précoce dans le cas de l'échantillon I C-1 et I A-2.

Ces ruptures précoces soulèvent la question : est-ce un effet d'échelle ?. La réponse est un peu ambiguë, puise qu'un effet d'échelle est lié à la probabilité d'existence d'un défaut majeur, or la mesure de la porosité apparente nous confirme le contraire (4% en moyenne), mais il est aussi possible qu'il existe un défaut isolé que nous n'avons pas repéré sur les faciès de rupture, dans ce cas les essais dans la direction contraire pourront le vérifier. Mais d'après ces premiers essais c'est la répartition des pores qui serait en cause En effet, comme ce mode de rupture en clivage axial a été observé pour des tailles d'échantillons importantes environ la taille du VER (estimé à 200mm), la probabilité d'existence de réseaux de pores communiquant exceptionnellement denses est plus vraisemblable. La question qui se pose alors, est-ce que cette probabilité est la même pour des échantillons de plus petite taille et est-ce qu'il y a une influence sur la valeur moyenne de la CCU ?

Pour compléter la courbe CCU en fonction de l'élancement et répondre à la question posée, nous avons effectué des essais au LFM sur des échantillons avec trois élancements différents (2, 1, 0,25), sur des spécimens de 40mm de diamètre. En complément d'autres essais ont été effectués au CTAP sur des échantillons de 50mm de diamètre et un élancement de 2, aussi pour vérifier si d'autres paramètres dépendant de la machine ou autre peuvent être responsables de ces ruptures précoces.
Le Tableau 3.4 expose les résultats des essais effectués au sein du LFM, et le Tableau 3.5 les résultats des essais au CTAP. Nous rappelons que ces essais sont effectués sans système anti-frettage.

Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
I-A'1	4,5%	80	40	35	2	OUI
I-B'1	4,3%	80	40	32 MPa)	2	OUI
I-C'1	4,1%	80	40	36	2	OUI
I-A'2	4,1%	40	40	45	1	OUI
I-B'2	4,0%	40	40	48	1	OUI
I-C'2	4,0%	40	40	47	1	OUI
I-A'3	4,0%	10	40	65	0,25	OUI
I-B'3	3,9%	10	40	69	0,25	OUI
I-C'3	4,2%	10	40	66	0,25	OUI

Tableau 3.4 : Résultats des essais effectués sur la machine de compression du LFM.

Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
I-A'3 a	4,2%	100	50	35	2,0	OUI
I-B'3 a	3,9%	100	50	33	2,0	OUI
I-C'3 a	3,9%	100	50	32	2,0	OUI

Tableau 3.5 : Résultats des essais effectués sur la machine de compression du CTAP.

Dans le cas des essais sur les échantillons avec un élancement de **2** réalisés au LFM et au CTAP, le mode de rupture est le même que pour les échantillons de plus grande taille avec un élancement **1,4**. On observe de la même manière une rupture mixte à savoir, un cône du au frottement et une séparation suivant les plans des pores (Figure 3.14). Les valeurs de CCU mesurées pour l'élancement de 2 sont plus faibles que pour l'élancement de 1,4 et comparé à l'ensemble des essais aucune rupture précoce n'a été constatée sur les six échantillons testés. Nous vérifions aussi grâce à ces essais, que l'utilisation de deux machines différentes, n'a aucune influence sur les valeurs de contrainte maximale.

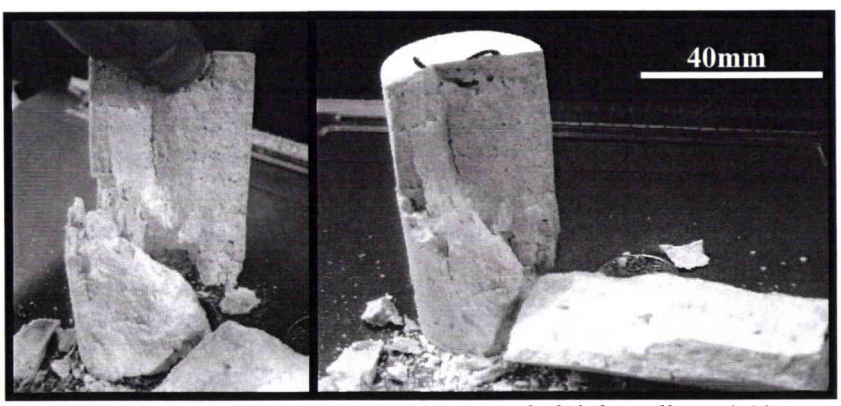


Figure 3.14 : Rupture en mode mixte de l'échantillon I-B'1.

En ce qui concerne les échantillons avec un élancement de 1 et de 0,25 la rupture est identique aux échantillons de plus grande taille et d'élancement 0,7. On observe une partie centrale non affectée par la fissuration et autour une rupture en colonnette (voir Figure 3.15) suivant les plans de faiblesse.
Ceci s'explique par la mise ne tonneaux de l'échantillon et la compression triaxiale subie dans les deux cônes de frottement.

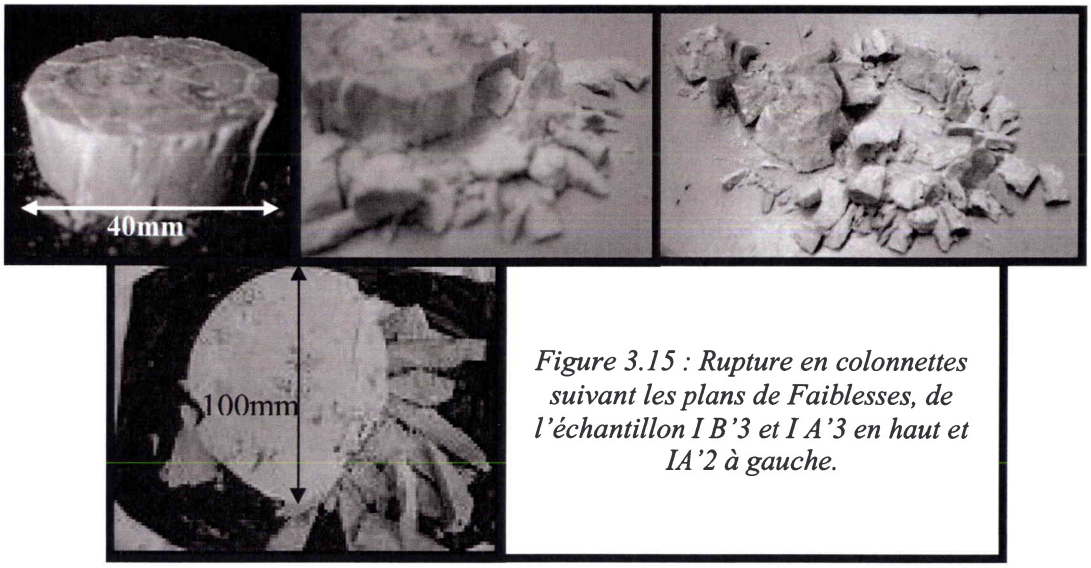


Figure 3.15 : Rupture en colonnettes suivant les plans de Faiblesses, de l'échantillon I B'3 et I A'3 en haut et IA'2 à gauche.

Comme des ruptures précoces n'ont pas été constatées malgré que le mode de rupture mixte soit le même pour les deux échelles, l'hypothèse la plus vraisemblable, serait que la probabilité d'existence de plans de faiblesses est dépendante de la taille. Dans ces conditions, une vérification avec des échantillons de plus grande taille (1m de diamètre) sur une machine de compression plus puissante et une analyse des défauts sur un plus grand nombre d'échantillons de Travertino Crema pourraient nous fournir une approche de la probabilité d'existence de niveaux de forte densité de pores interconnectés. Quant à l'existence d'un effet d'échelle c'est à dire une probabilité d'existence de défaut vide majeur en fonction de la taille, pour l'instant cet effet se traduit juste par une distribution et un écart type de la CCU plus important que pour les échantillons de plus petite taille comme ça été décrit par [Bernaix 1969], une vérification sera possible avec les essais dans le sens inverse.

Dans le cas du Travertino Crema avec des plans de « faiblesses » parallèles à la direction de compression, le mode de rupture caractéristique (pour les deux échelles) est un mode mixte entre une rupture en cône induit par : les contraintes de cisaillement dues aux frottements au contact échantillon/plateau et une rupture en clivage axial suivant les plans des pores. Les contraintes de cisaillements additionnées à la compression appliquée, créent un état de compression triaxiale répartie sur deux cônes opposés. L'un des deux cônes a été toujours observé d'une manière très claire dans le cas des échantillons avec un élancement de 2 ou 1,4 , mais vu la rupture en clivage axial le cône opposé a été fissuré et n'est visible que sur les éclats en périphérie (voir Figures 3.7, 3.9, 3.10 et 3.11).

Pour les échantillons avec un élancement égal à 0,7 et 1, le mode de rupture est aussi un mode mixte, mais les deux échantillons sont moins élancés, de ce fait, la zone qui est mise en tonneau est plus réduite. L'endommagement dans ce cas se traduit par une rupture en clivage axial autour d'un noyau central qui reste solidaire et dont la forme s'approche de deux cônes de bases opposés. Sur les échantillons avec un élancement de 0,25 et 0,4 le phénomène de compression triaxiale, induit par le frettage, est encore plus accentué.

Aussi, on remarque que l'intensité de la rupture fragile est de moins en moins conséquente plus l'élancement diminue, signe d'un radoucissement de la roche sous la pression hydrostatique. De ce fait, la quantité de poussière blanche, issue des broyages de grains autour des cônes de frottement, est de plus en plus importante.

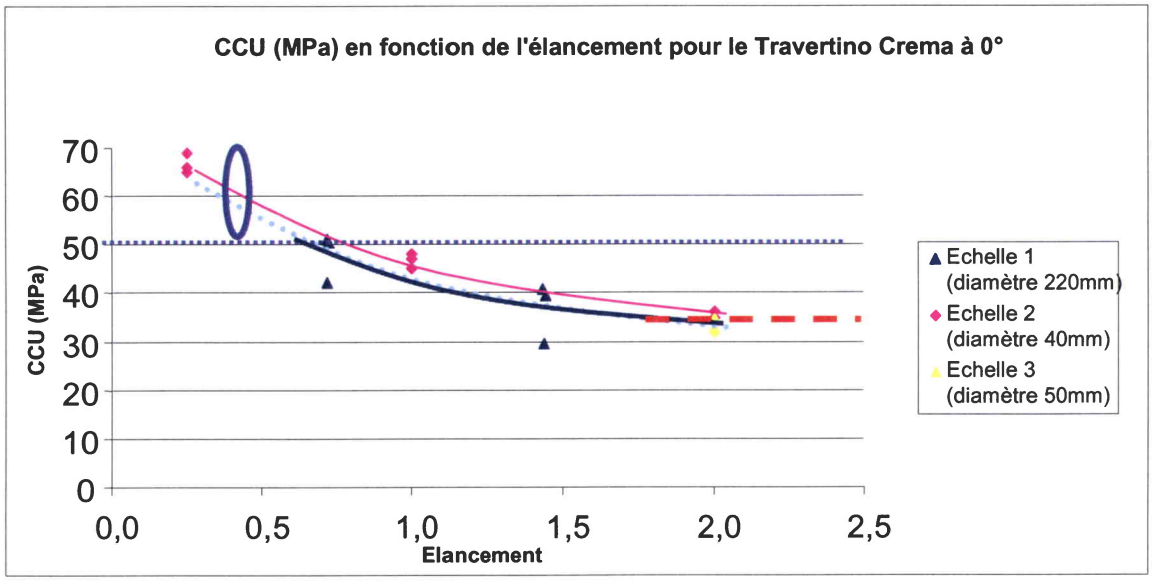


Figure 3.16 : Graphique récapitulatif des essais en conditions frettés. Contrainte de rupture de compression uniaxiale en fonction de l'élancement.

Concernant la valeur de CCU cette première campagne confirme l'augmentation de la résistance en compression en fonction avec la diminution de l'élancement. On note, sur la Figure 3.16, entre la valeur de CCU des échantillons avec un élancement de 2 et ceux avec un élancement 0,25 une augmentation de 100% de la CCU. À ce sujet plusieurs relations empiriques liant l'élancement à la valeur de la CCU sur plusieurs roches sont cités par [Vutukuri et al. 1974]. Vu le faible nombre d'essais, pour l'instant on ne peut encore prétendre à une relation générale liant la CCU et l'élancement, par contre une tendance est dégagée grâce à ces essais (Figure 3.16).

Cette première campagne, et les courbes ci-dessus nous permettent aussi de dire que l'élancement optimum se situe entre 1,75 et environ 2,25 (voir ligne rouge sur la Figure 3.16), en effet la courbe tendance en rose relative à l'échelle 2 (40mm) ainsi que les courbes en bleu (échelle 210mm) convergent vers une valeur stable de la CCU à partir d'un élancement de 1,75. L'allure des courbes de tendances obtenues concorde avec les travaux de Kartashov (voir Kartashov et al. 1970) sur le grès et Moggi 1966 sur le granite de Westerley.
Pour l'instant, l'intervalle d'élancement optimal est restreint entre 1,75 et 2,25 , des essais sur le Travertino Crema avec un élancement supérieur ou égal à 3 n'ont pas été effectués, et l'élancement indiquant l'instabilité par flambement est encore inconnu. Si on considère que l'élancement entre 1,75 et 2,25 est optimum, un élancement de 2 paraît être un bon compromis pour les essais de caractérisation du Travertino Crema.
Enfin l'estimation du VER de 200mm nous paraît pour l'instant excessive, comme on peut le remarquer les deux courbes de tendances (élancement/CCU) relatives aux deux échelles sont semblables, aussi l'effet d'échelle s'il existe, il se traduit pour l'instant par une dispersion des valeurs de la CCU.
Reste maintenant à définir les conditions optimales relatives au contact échantillon plateau. Mais nous exposons auparavant la campagne d'essais effectuée sur le Travertino Crema présentant cette fois une porosité perpendiculaire à la direction de compression.

3.2.3 Étude de l'effet de l'élancement dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 90° :

Cette campagne a été effectuée dans les mêmes conditions que précédemment, à savoir sans système antifrettage sur des échantillons cylindriques secs, avec une vitesse d'essai de 0,06MPa/s sur la machine de 2000KN et 0,025mm/min sur la machine contrôlée en déplacement. Le même contrôle de planéité, de parallélisme et de perpendicularité a été effectué, et les mêmes tolérances respectées.
Les résultats des tests, à l'échelle 1 (220mm), sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
II-A1	4,0%	316	220	51	1,4	Partielle
II-B1	4,6%	316	220	44	1,4	OUI
II-C1	4,1%	315	220	51	1,4	Partielle
II-A2	3,9%	158	220	>51	0,7	NON
II-B2	4,3%	159	220	>51	0,7	NON
II-C2	4,6%	157	220	>51	0,7	NON
II-A3	3,8%	80	220	>51	0,4	NON
II-B3	4,2%	80	220	>51	0,4	NON
II-C3	4,4%	80	220	>51	0,4	NON

Tableau 3.6 : Résultats des CCU suite aux tests de compressions sur les échantillons cylindriques de Travertino Crema avec une porosité perpendiculaire à la direction de compression.

Ce qu'on remarque en premier dans le Tableau 3.6 c'est l'augmentation des valeurs de CCU comparé au Crema extrait dans la direction opposée. En effet, seul l'échantillon II B-1 a complètement rompu comme on peut le voir sur la Figure 3.18. Pour l'instant, on note une rupture qui n'est pas mixte, et qui est seulement en cônes, clairement visible sur la photo 2.18, aussi cette rupture est accompagnée de poussière blanche.

On remarque aussi sur la Figure 3.18 qu'une face de l'échantillon est légèrement fissurée, mais n'a pas rompu. Suite à la mise en tonneau, l'échantillon se fissure en périphérie des cônes de frottement et la porosité facilite la propagation des fissures, comme on peut le voir à gauche de la Figure 3.17, sauf que dans le cas de cet échantillon, la fissuration s'est initiée dans une zone à faible concentration de pores ce qui explique que les fissures sont restées fermées comparé à la zone plus à gauche de l'échantillon. Les deux autres échantillons (Figure 3.19) avec un élancement de 1,4 présentent seulement les prémices de la rupture, à savoir une fissuration et un écaillage issus de la mise en tonneau, mais comme on a atteint la capacité maximale (51MPa ou 2000KN) de la machine on n'a pas pu rompre complètement l'échantillon. Les échantillons de plus faible élancement (< 1,4) n'ont pas rompu, seulement quelques fissures verticales sont apparues (Figure 3.20).

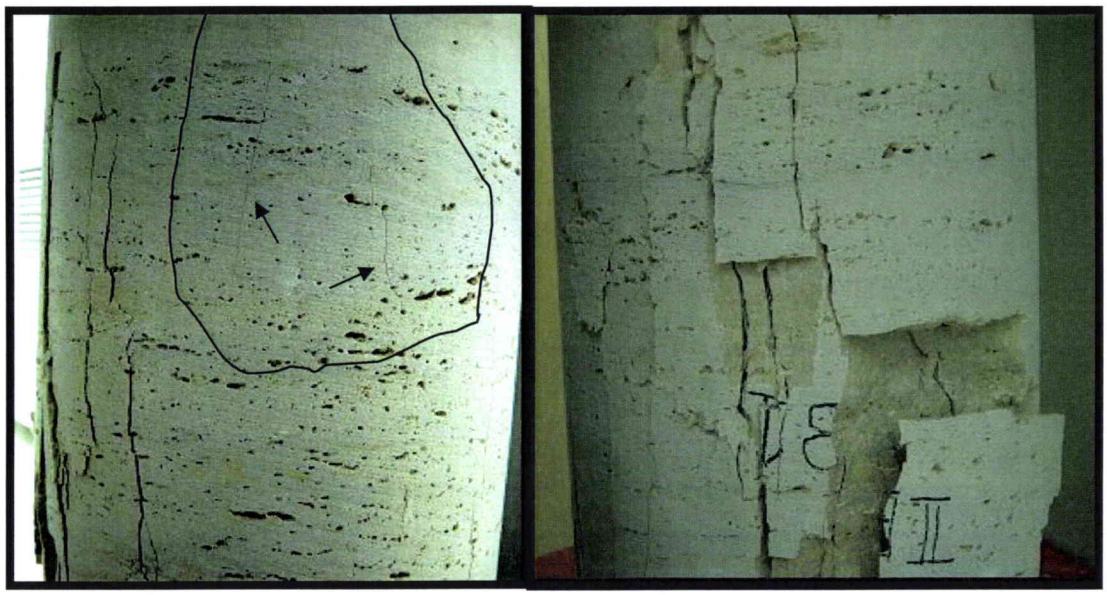


Figure 3.17 : Rupture en cône de l'échantillon II-B1 à gauche et au centre.

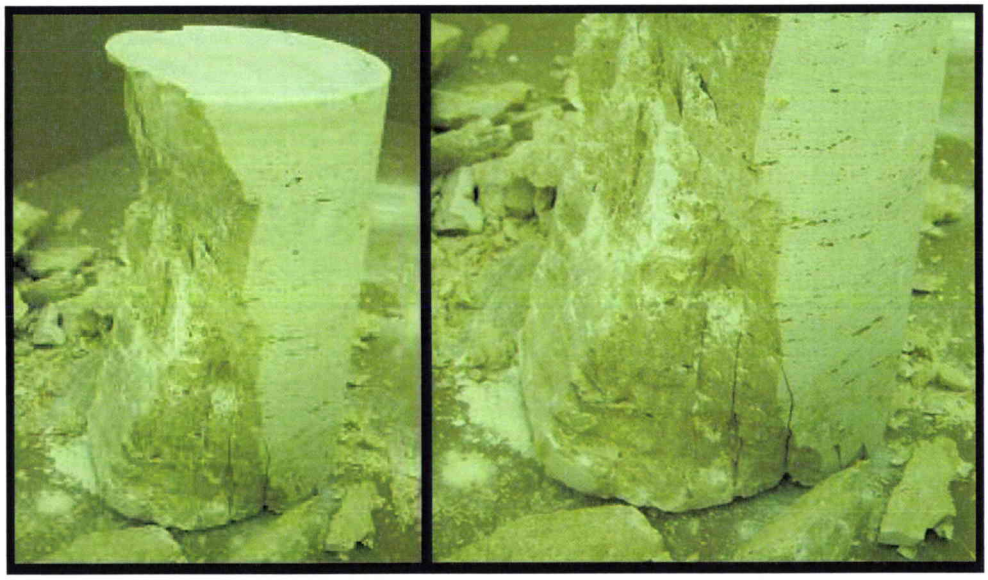


Figure 3.18 : Rupture en cône de l'échantillon II-B1 à gauche et au centre.

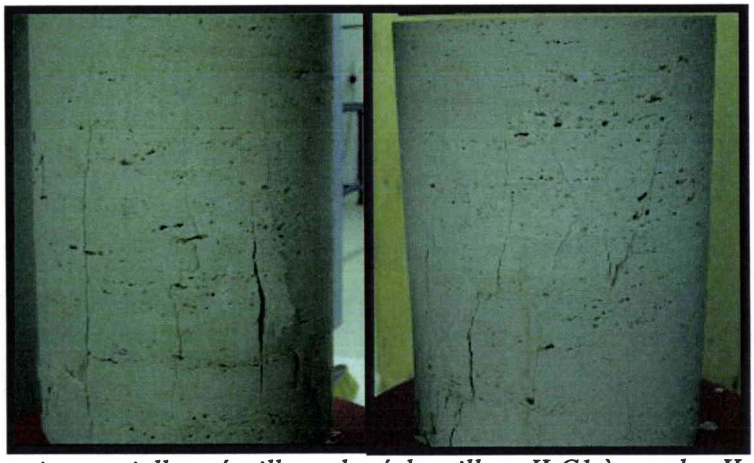


Figure 3.19 : Fissuration partielle et écaillage des échantillons II-C1 à gauche, II-A1 à droite, on note que la fissuration apparaît suite à la mise en tonneau.



Figure 3.20 : Photos des échantillons avec élancement de 0,7 et 0,4.

Suite à ces premiers essais, nous avons choisi d'effectuer une série de tests sur des échantillons avec 0,4 de rapport d'élancement et une section de 140mm de dimaètre pour compléter la courbe élancement /CCU relative aux échantillons de grande taille. Le tableau ci-dessous présente les résultats de ces essais.

Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
II-A3 a	4,1%	60	140	117	0,4	OUI
II-B3 a	4,5%	60	140	89	0,4	OUI
II-C3 a	3,9%	60	140	92	0,4	OUI

Tableau 3.7 : Résultats des essais sur les échantillons de 0,4 d'élancement.

Dans le cas de ces trois échantillons, la rupture survient beaucoup plus à la périphérie de l'échantillon, et elle se traduit par un écaillage suivant des plans verticaux (Figure 3.22). Ce qu'on constate alors comparé aux échantillons pris dans la direction opposée, que la rupture en clivage est principalement due à la répartition des pores, aussi la différence de prés de 40MPa dans la valeur de CCU, entre les deux directions, indique un durcissement du matériau sûrement, dû à la fermeture de pores perpendiculaires à la direction de compression (Figure 3.21).

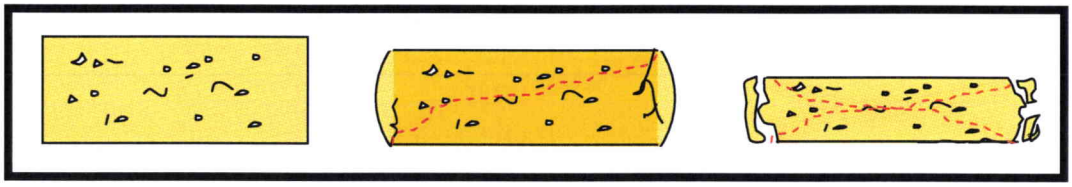


Figure 3.21 : Croquis de la rupture des échantillons de 0,4 d'élancement.

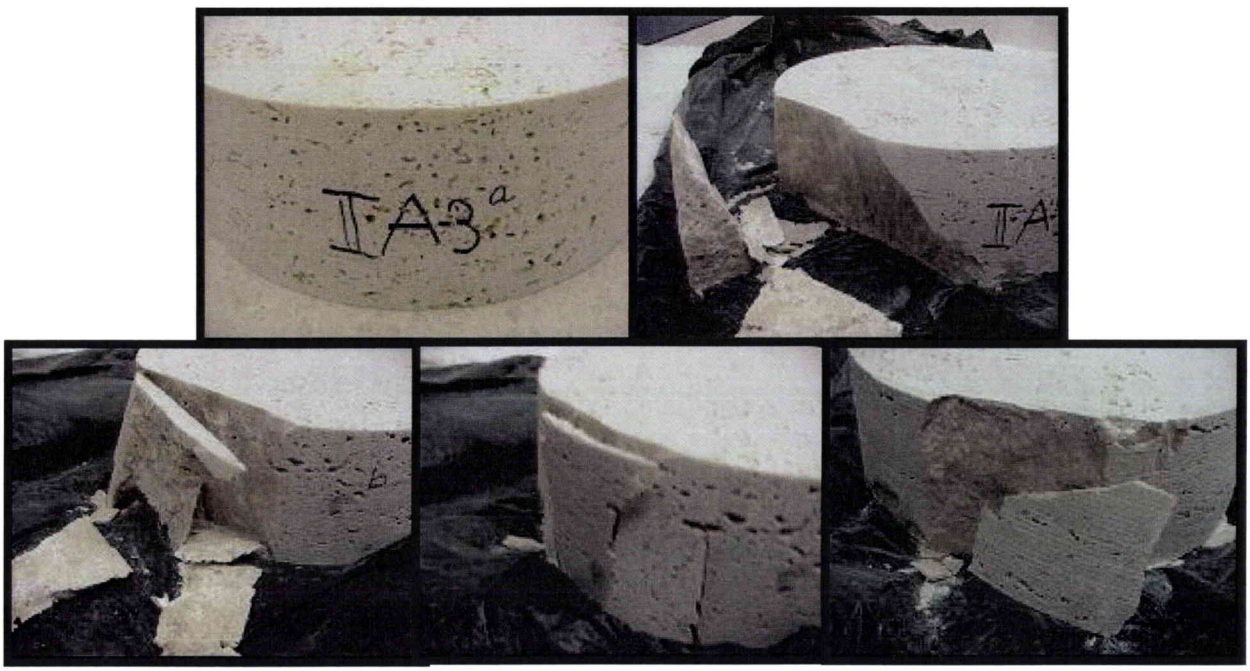


Figure 3.22 : Photos de la rupture de deux échantillons d'élancement 0,4.
En haut II A 3a et en bas II B 3a.

Ainsi, ce qu'on peut constater c'est que la direction de porosité influence considérablement le comportement sous compression, elle améliore la résistance à la compression. Les essais effectués vérifient que la rupture est directement liée à la répartition spatiale des pores et par suite l'hypothèse d'existence d'un effet d'échelle (soit un défaut majeur) est pour l'instant mise à l'écart. L'effet de l'élancement sur la CCU est encore imprécis, car nous ne disposons que de deux points sur la courbe élancement/CCU. Aussi, une campagne d'essais sur des échantillons cylindriques de petite taille (40mm de diamètre) a été effectuée sur la machine de 200KN. Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
II-A'1	3,5%	80	40	48	2	OUI
II-B'1	3,7%	80	40	45	2	OUI
II-C'1	4,1%	80	40	46	2	OUI
II-A'2	3,8%	40	40	74	1	OUI
II-B'2	3,8%	40	40	69	1	OUI
II-C'2	3,5%	40	40	70	1	OUI
II-A'3	4,5%	10	40	109	0,25	OUI
II-B'3	3,6%	10	40	101	0,25	OUI
II-C'3	4,4%	10	40	98	0,25	OUI

Tableau 3.8 : Résultats des essais de compression sur le Travertino Crema avec une porosité perpendiculaire à la direction de compression

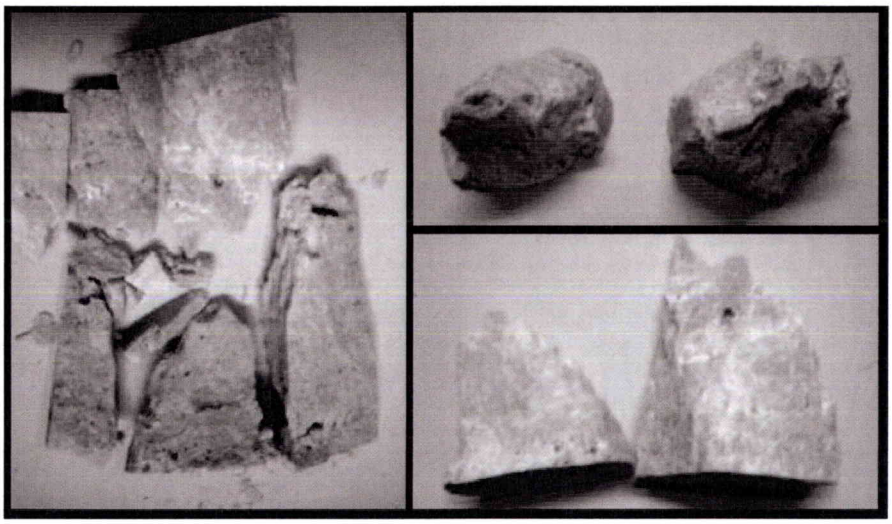


Figure 3.23 : Rupture en cône de l'échantillon avec un élancemement de 2.

Comme on peut le voir sur la Figure 3.23, dans le cas des échantillons avec un élancement de 2, la rupture en cône est nette. Aussi, pour les échantillons d'élancement de 1, la rupture est similaire à la rupture du Crema avec un élancement de 0,7 de plus grande taille (voir Figure 3.20), mais on observe pour cette taille beaucoup plus de poussière blanche. À noter aussi que la CCU dans cette direction dépasse largement la CCU des travertins pris dans la direction 0° (Figures 3.16 et 3.25).
Pour les échantillons de 0,25 d'élancement, la rupture est peu différente des échantillons, de 0,4 d'élancement et de plus grande taille, sauf qu'on observe des fissures sur la face de contact échantillon/plateau, mais l'écaillage est le même. Aussi, la CCU est plus grande.

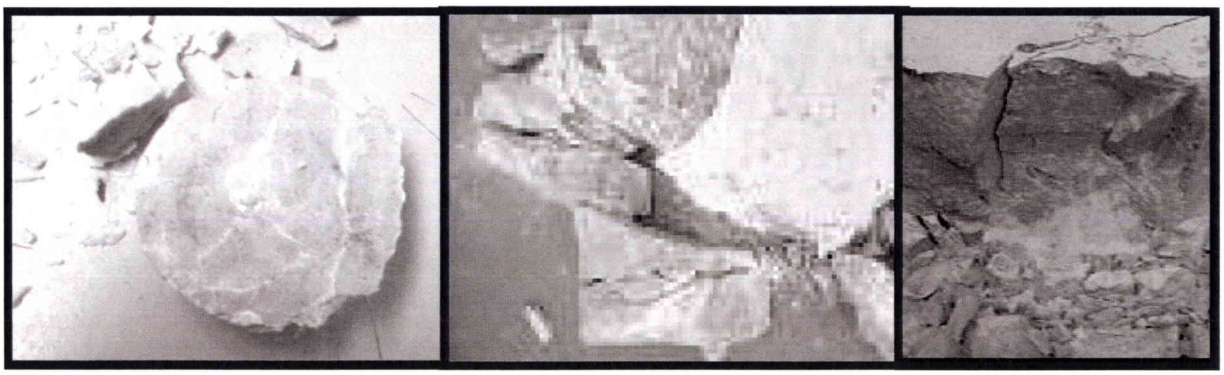


Figure 3.24 : Rupture en gros morceaux pas trop de colonnettes pour l'échantillon IIA'3 à gauche et IIC'2 à droite.

Si on trace maintenant les courbes de tendances présentant l'élancement/CCU, on constate de la même manière que l'élancement optimal est entre 1,75 et 2,25, *sauf que pour le Travertino Crema pris dans cette direction des essais ont été effectués par les industriels concernés suivant la norme AENOR UNE 22-950-90/1 qui préconisent des tests de compression statique sur des échantillons extrait à 90° avec un élancement de 2,5 et 3, et une taille minimum de 50 mm de diamètre et sans utilisation de lubrifiant, confirment que l'élancement optimum serait entre 1,75 et 3 en effet la valeur moyenne de CCU est annoncée aux environ de 563kg/cm^3.[Rocas y Travertinos]*

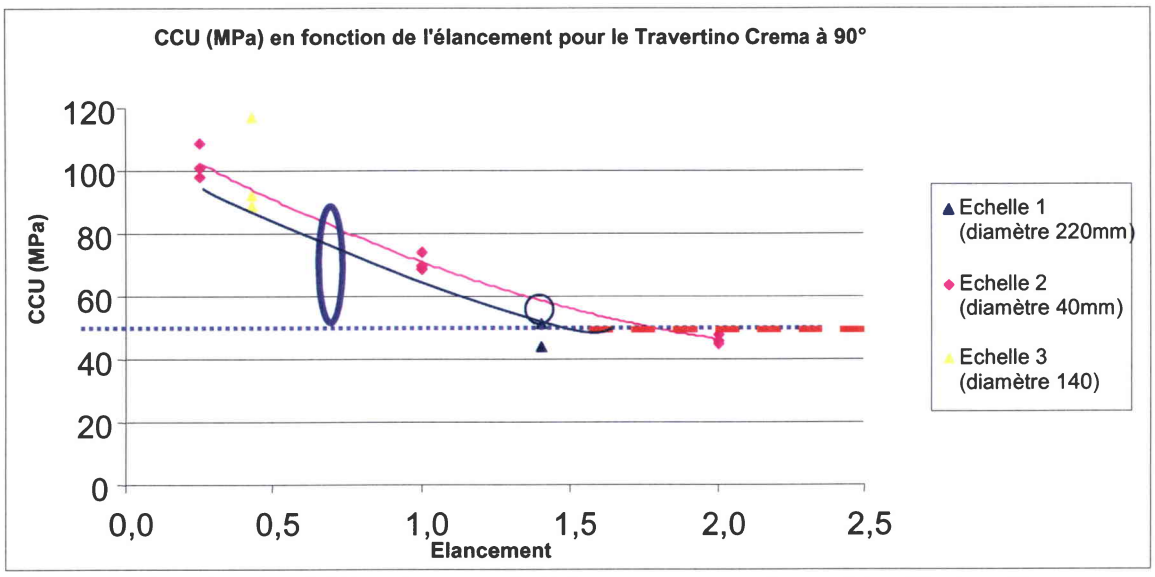


Figure 3.25 : Courbe CCU en fonction de l'élancement pour deux tailles d'échantillons.

Les essais effectués dans les deux sens sur le Travertino Crema montrent une anisotropie de la réponse en compression uniaxiale induite par la répartition des pores dans le matériau. Quand la direction de compression est parallèle à la direction des pores, la rupture caractéristique est une rupture mixte entre une rupture en clivage suivant la direction des pores et une rupture en cône. Dans le cas des échantillons présentant une porosité perpendiculaire à la direction de compression, le mode de rupture est prioritairement en cône et la CCU est environ 40% plus élevée. En l'absence de mesure de déformation, nous ne pouvons confirmer l'hypothèse liant la fermeture des pores à l'augmentation de la CCU. Par contre, l'augmentation de la quantité de poussière et la rupture moins brutale dans le cas des Crema à 0° prouvent qu'il y a radoucissement et par suite plasticité par fermeture des pores.

Ces essais nous ont permis de mettre en évidence l'effet du frottement et de l'élancement sur la valeur de la CCU pour les deux directions d'extraction. Des solutions quant à la conception de colonnes peuvent donc être envisagées. Pour l'instant nous savons qu'une colonne avec un grand élancement résistera moins à la compression qu'un empilement de blocs de faible élancement.(voir Figure 3.25)

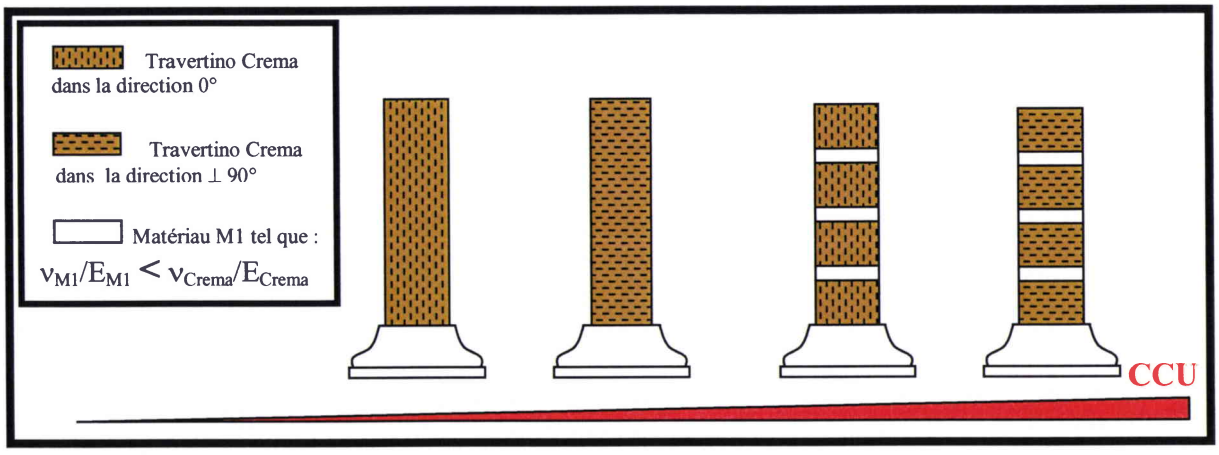


Figure 3.26 : Configurations de colonnes en fonction de la CCU. La valeur critique de l'élancement où l'instabilité par flambement est atteinte, doit être déterminée.

Aussi comme les deux courbes de tendances (Figure 3.16 et 2.25) pour les deux échelles se superposent et convergent vers une valeur de CCU stable pour un élancement entre 1,75 et 2,25 ; un élancement de 2 peut être considéré comme adéquat.

Aussi, la taille du VER estimé à 200mm est une taille visiblement excessive. En effet comparé à des tailles plus petites (40mm*10mm) les résultats s'approchent des échantillons de plus grande échelle. Reste maintenant à définir l'effet de la lubrification et de la protection imperméabilisante, sur la valeur de la CCU ces essais vont nous permettre de définir les CCU intrinsèques de ce marbre.

3.2.4 Etude de l'effet de la lubrification dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 0°

Les essais effectués précédemment nous ont permis de définir un élancement optimum de 2 et une taille de VER minimale. Pour mettre en évidence l'effet de la lubrification, nous avons effectué une campagne d'essais sur le Travertino Crema dans les deux directions sur des échantillons cylindriques de 50mm de diamètre et 100mm de hauteur au sein du LFM en lubrifiant à l'acide stéarique les plateaux : en utilisant une fois une protection avec un film de polyéthylène et une fois sans protection. Le tableau suivant résume les résultats de ces essais. Le lecteur remarquera que nous avons comparé ces résultats aux résultats sans système anti-frettage effectué précédemment.

Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 0°(avec lubrification et sans protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
A	4,1%	100	50	25	2,0	OUI
B	4,0%	100	50	26	2,0	OUI
C	4,4%	100	50	18	2,0	OUI
Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 0°(avec lubrification et protection imperméablisante)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
A	4,1%	100	50	28	2,0	OUI
B	3,9%	100	50	28	2,0	OUI
C	4,0%	100	50	30	2,0	OUI
Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 0° (sans lubrification)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
I-A'3 a	4,2%	100	50	35	2,0	OUI
I-B'3 a	3,9%	100	50	33	2,0	OUI
I-C'3 a	3,9%	100	50	32	2,0	OUI

Tableau 3.9 : Résultats des essais de compression effectués au LFM .

La Figure 3.27 et 3.29 montrent une des ruptures caractéristiques des échantillons sans protection imperméabilisante sous compression, en effet dans ces conditions l'échantillon est rompu en clivage axiale en trois blocs à 120° signe d'une intrusion du lubrifiant dans les pores créant un effet de poinçonnement.



Figure 3.27: Rupture à 120° de l'échantillon pris du Bloc A dans le cas de l'essai sans protection

Aussi dans les essais sans protection imperméabilisante nous avons observé une rupture suite à l'intrusion du lubrifiant sur un côté de la base de l'échantillon C et au centre de l'échantillon B crée ainsi une fissuration verticlae par un effet de poinçonnement, qui se propage aisément, vu que la porosité est parallèle à la direction de compression, ceci qui explique la valeur très faible de la CCU (voir Figure 3.27, 3.28 et 3.29) et la rupture en clivage axial (voir aussi l'échantillon B Figure 3.30).

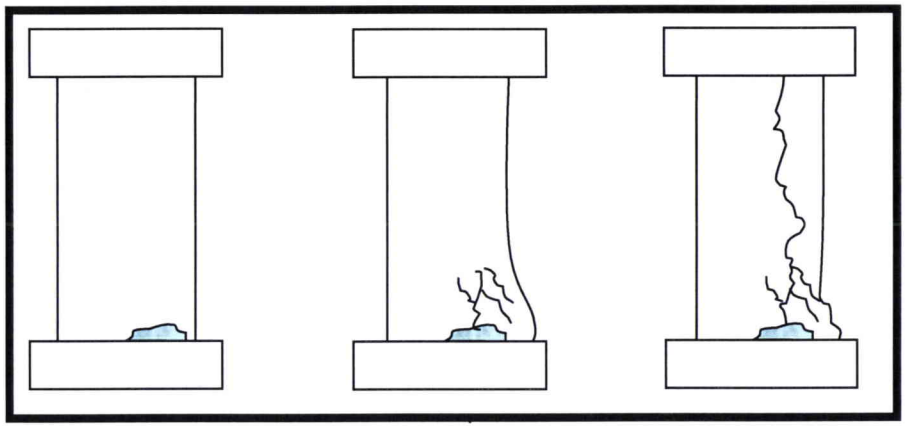


Figure 3.28 : Rupture par intrusion du lubrifiant dans le cas de l'échantillon C.

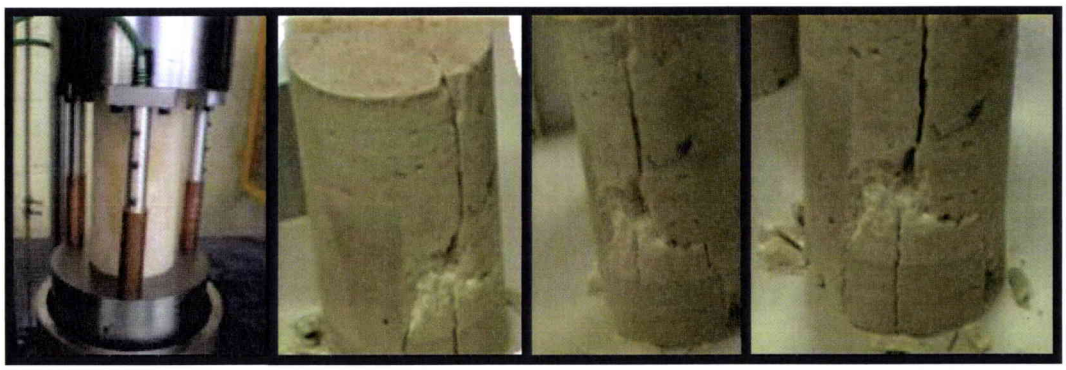


Figure 3.29 : Rupture de l'échantillon C sans protection suite à la propagation de la fissure activée par l'intrusion du lubrifiant sur un côté.



Figure 3.30 : Rupture de l'échantillon extrait du Bloc B sans protection imperméabilisante à 120° et effritement de l'échantillon à sa base aussi du à l'intrusion du lubrifiant.

Dans le cas, où on utilise une protection imperméabilisante, la rupture est en clivage axial pur, sans aucun effet de poinçonnement, et la valeur de la CCU est supérieure aux essais sans protection. Les échantillons B et C de la Figure 3.31 sont représentatifs de ce mode de rupture.

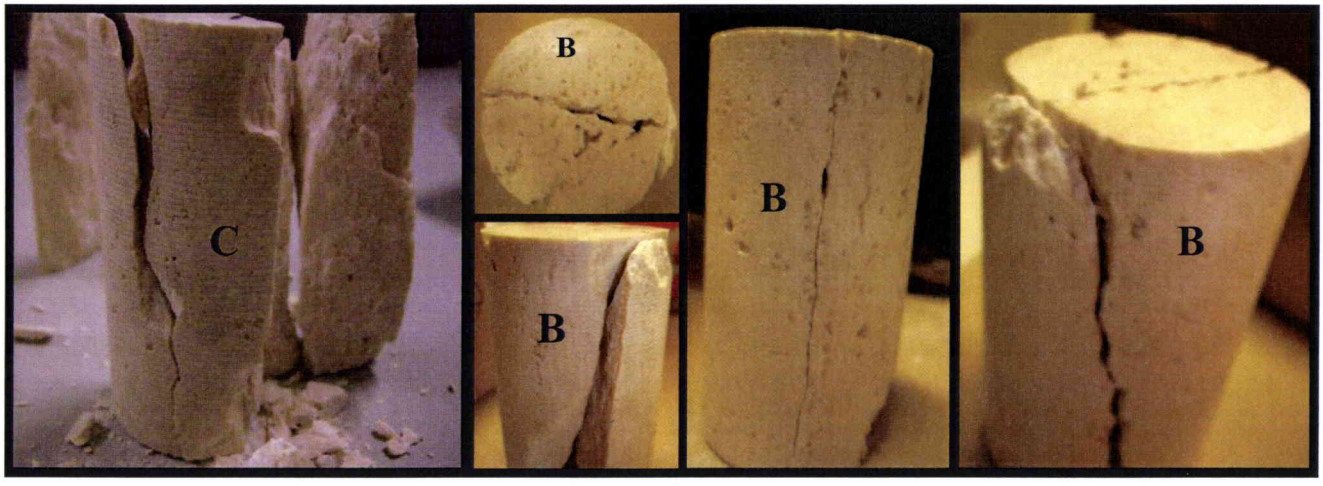


Figure 3.31 : Rupture en clivage axial des échantillons B et C avec protection imperméabilisante.

Comme c'est précisé dans la littérature, ce mode de rupture est le mode de rupture caractéristique de la rupture intrinsèque de la roche sous compression uniaxiale. Une particularité est à préciser dans ce cas, en effet, la répartition des pores suivant la direction de compression induit une rupture par décohésion et la propagation est facilitée par le réseau en plans des pores.
Si on compare maintenant les différentes CCU (Figure 3.32), on remarque que le frottement augmente la valeur de CCU et au contraire l'intrusion du lubrifiant dans la roche le fragilise.

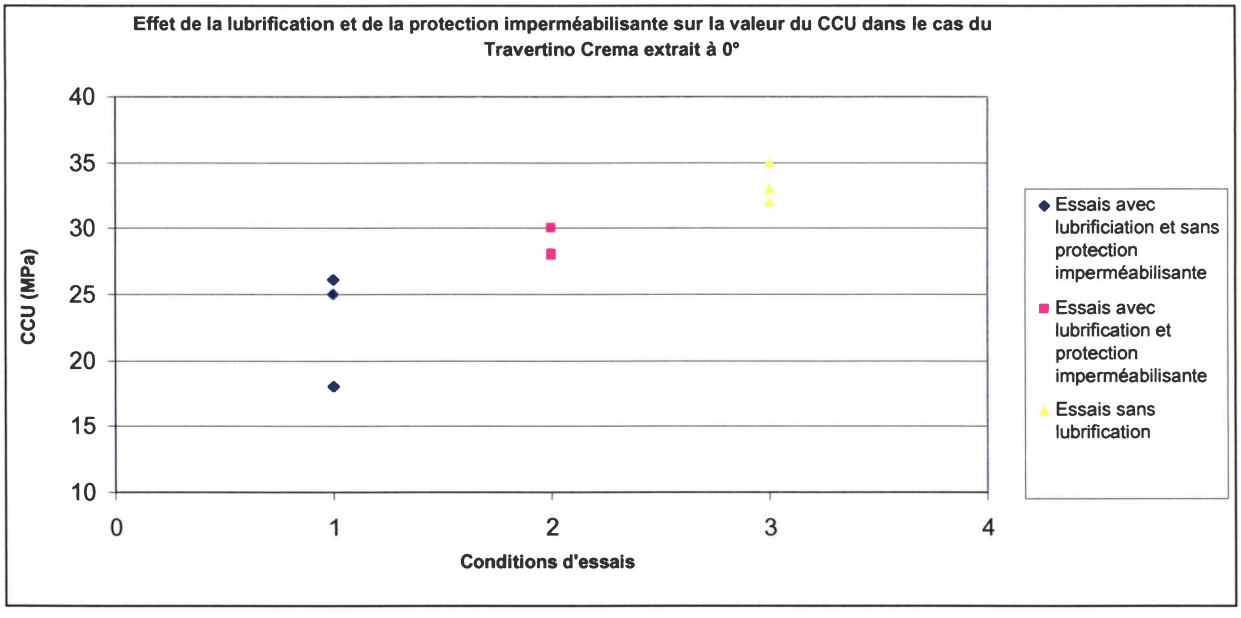


Figure 3.32 : Effet de frottement sur la valeur de la contrainte limite dans le cas du Travertino Crema avec une porosité parallèle à al direction de compression.

3.2.5 Etude de l'effet de la lubrification dans le cas du Travertino Crema pris dans la direction 90° :

Nous avons effectué de la même manière des essais sur le Travertino Crema avec une porosité perpendiculaire à la direction de compression avec et sans protection imperméabilisante. Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 90° (sans lubrification)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
II-A'1	3,5%	80	40	48	2	OUI
II-B'1	3,7%	80	40	45	2	OUI
II-C'1	4,1%	80	40	46	2	OUI
Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 90° (avec lubrification et protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
A	3,2%	100	50	38	2	OUI
B	4,0%	100	50	37	2	OUI
C	4,0%	100	50	35	2	OUI
Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 90°: (avec lubrification et sans protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
A	3,7%	100	50	33	2	OUI
B	3,9%	100	50	34	2	OUI
C	4,2%	100	50	32	2	OUI

Tableau 3.10 : Résultats des essais de compression d'échantillons extraits de trois blocs distincts (A, B, C).

Dans le cas des essais sans protection imperméabilisante, le mode de rupture est différent des échantillons vus précédemment. Sur les trois échantillons testés, l'intrusion du lubrifiant a pour effet d'écailler l'échantillon, et la propagation des fissures est beaucoup plus difficile, vu que les pores se présentent dans la direction perpendiculaire à la direction de compression. Sur les trois échantillons testés un seul présente une fissure parallèle à la direction de compression les deux autres s'écaillent seulement au bord. (Figure 3.33)

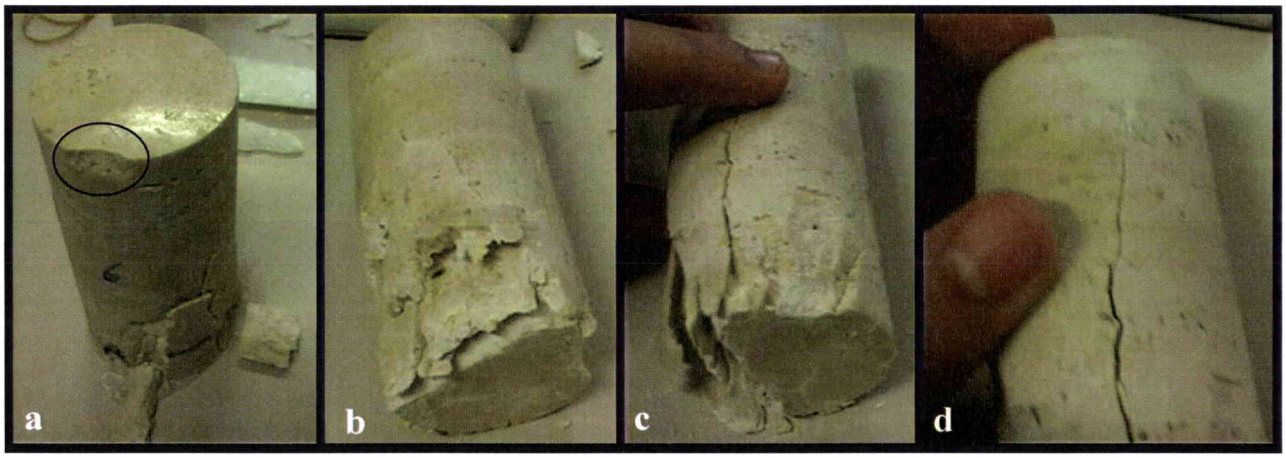


Figure 3.33 : a) Rupture de l'échantillon B sans protection imperméabilisante. On note un écaillage en haut, mais aussi en bas de l'échantillon. b) écaillage en bas de l'échantillon C. c et d) on note l'effet de l'intrusion du lubrifiant en bas de l'échantillon A et la propagation de la fissure.

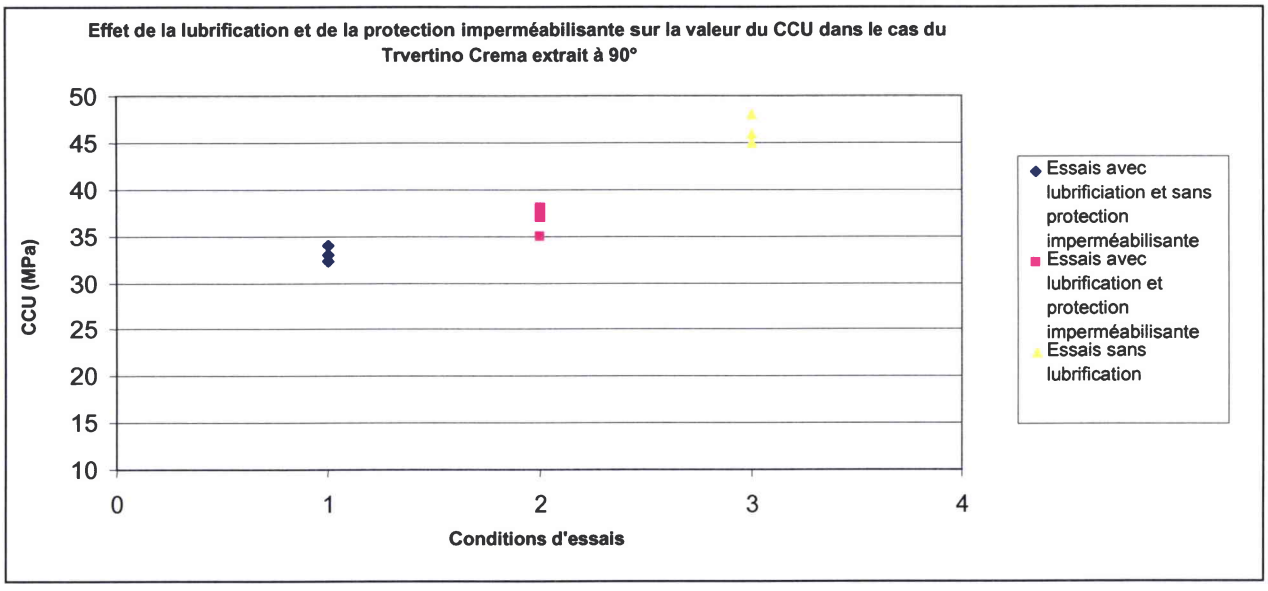


Figure 3.34 : Effet du frettage sur la contrainte maximale en compression uniaxiale.

Enfin dans le cas de l'utilisation de la protection imperméabilisante, la rupture est une rupture en clivage axial suivant des plans parallèles à la direction de compression, on note dans ce cas la présence de poussière blanche sur les faces verticales des échantillons (Figure 3.35).



Figure 3.35 : Rupture en clivage axial de l'échantillon extrait du Bloc A avec protection imperméabilisante.

3. 3 Conclusion des essais sur le Travertino Crema

Cette première campagne d'essais sur le Travertino Crema dans les deux directions nous a permis de :
*Mettre en évidence les modes de ruptures caractéristiques dans les différentes conditions d'essais.
*Estimer l'influence de l'élancement et du frottement sur la valeur de CCU.
*Constater l'influence de la répartition des pores par rapport à la direction de compression.
*Définir les conditions d'essais permettant de mesurer la CCU propre au matériau (élancement de 2, et système antifrettage avec lubrification à l'acide stéarique et protection imperméabilisante)
Enfin, pour le Travertino Crema avec une porosité parallèle à la direction de compression la valeur moyenne de CCU est de **29**MPa, et dans le cas du Travertino Crema dans le sens opposé elle est de **36**MPa.
Reste maintenant à effectuer la deuxième campagne d'essai sur le Blanco de Macael, afin de définir les conditions d'essais optimales et mesurer par la suite la CCU propre à ce matériau. Nous rappelons que le marbre présentant la plus grande CCU fera l'objet d'une étude plus détaillée permettant de simuler le comportement sous compression.

3.4 Définition des conditions d'essais dans le cas du Blanco de Macael

Nous rappelons que l'analyse de la microstructure a révélé, une très faible concentration de défauts vides dans les deux niveaux de Blanco (Blanco veiné et Blanco pur) et une porosité de l'ordre de 0,2%. La taille minimum du VER a été estimée en fonction de la taille du plus grand grain de calcite observé soit une taille de VER minimale de 30mm. Aussi, l'analyse du Blanco de Macael hétérogène (ou veiné) révèle différentes répartitions des bandes de pyrite et le même degré de déformation protomylonitique avancé. Vu l'absence de différences entre la taille de grain du Blanco pur et le Blanco avec des bandes de pyrite, ainsi que l'abondance du Blanco veiné dans la région de Macael, nous avons entrepris, en accord avec le CTAP, d'effectuer cette campagne d'essai sur le Blanco veiné. Les inclusions minérales ainsi que les grains calciques, de par leurs tailles et leur répartition sont susceptibles d'influencer le comportement sous compression uniaxiale et par suite la valeur de la CCU.
Afin de déterminer les conditions de lubrification, l'élancement optimum et de vérifier la taille du VER, nous avons procédé de la manière suivante :
Nous avons extrait du même bloc (≈2m^3) de la zone étudiée (représentée par les échantillons étudiés précédemment) et présentant visiblement la même concentration [Rodriguez Gordillo 2005] de pyrite que les spécimens étudiés précédemment, des échantillons cylindriques (220 mm de diamètre) avec trois élancements (1,4 ; 0,7 ; 0,4) montrant des bandes minérales parallèles à la direction de compression et des échantillons avec des veines de pyrite à 45° de la direction de compression. Aussi, des échantillons parallélépipédiques et cylindriques provenant du même bloc de Blanco de Macael veiné, ont été prélevés à 90° et présentent deux tailles (∅220mm, □50mm) et trois élancements différents.
Sur tous ces spécimens, nous avons effectué des essais de compression uniaxiaux statiques en conditions frettés, et de la même manière que pour la campagne d'essais sur le Travertino Crema, les vitesses d'essais, les tolérances de planéité et de parallélisme ont été respectées.
Les valeurs de CCU obtenues et les modes de ruptures observés pourront nous renseigner sur ; l'élancement et la taille du VER optimal, l'effet d'échelle et de la géométrie s'ils existent, mais aussi sur l'influence des bandes de pyrites et de leurs distributions.
Les résultats de cette campagne d'essais sont exposés dans ce qui suit.

3.4.1 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales à 45° de la direction de compression :

Cette première campagne d'essais (voir Tableau 3.11) a été effectuée au CTAP (capacité machine 2000KN) sans système antifrettage sur des échantillons dont la taille est 20 fois supérieure à la taille du VER estimée, et ce, sur 3 élancements différents.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bande de pyrite à 45° de la direction de compression (sans lubrification)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-A1	cylindrique	313	220	47	1,4	OUI
V-C1	cylindrique	313	220	46	1,4	OUI
V-A2	cylindrique	Tolérance de planéité non respectée		-	-	-
V-C2	cylindrique	160	220	51	0,7	PARTIELLE
V-A3	cylindrique	80	220	>51	0,4	NON
V-C3	cylindrique	80	220	>51	0,4	NON

Tableau 3.11 : Résultats de la campagne d'essai en condition frettés sur le Blanco avec une moyenne concentration de veines à 45° de la direction de compression

Si nous considérons seulement les valeurs de CCU, pour l'instant, aucune conclusion quant à l'effet de l'élancement ne peut être dégagée. Par contre les modes de ruptures, renseignent sur l'influence du frottement et de la répartition des inclusions de pyrite. Si nous analysons le mode de rupture des échantillons présentant un élancement de 1,4 , nous remarquons dans le cas de l'échantillon V-A1 (Figure 3.36), un mode de rupture mixte entre un clivage axial et une rupture en cône.

À première vue, la rupture paraît exclusivement en clivage axial et nous ne notons aucune influence des inclusions réparties à 45° par rapport à la direction de compression. (Figure 3.36 C, D, E). Si nous retirons maintenant les colonnettes (Figure 3.36 F,G) nous remarquons le cône de frottement, mais aussi une fissuration parallèle à la direction des bandes minérales (45°), accompagnée d'une grande quantité de poussière blanche due au broyage des grains de calcite.
A l'exception des fissures à 45°, ce mode de rupture est comparable à la rupture du Travertino Crema avec une porosité parallèle à la direction de compression.

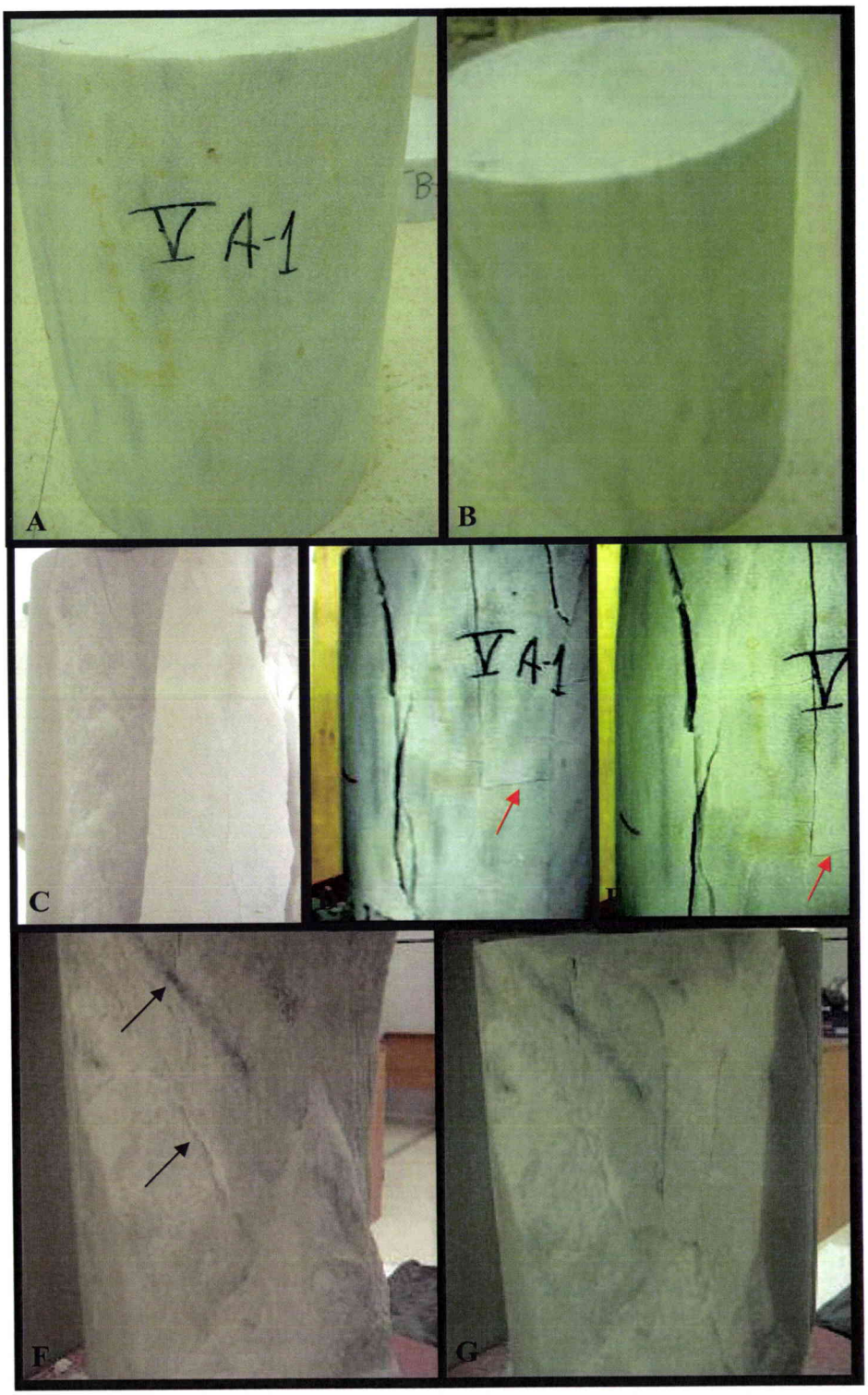


Figure 3.36 : Rupture en mode mixte de l'échantillon V A1.

Pour l'échantillon V C1 (Figure 3.37) le mode de rupture est aussi mixte, mais dans ce cas nous distinguons au premier abord, une rupture oblique et une rupture en cône. Après rupture totale, nous notons que la rupture n'est pas tout à fait oblique puisque la fissure à 45° ne traverse pas tout l'échantillon. Les figures 2.37D, E, et F montrent l'arrière de l'échantillon, et de ce côté, nous distinguons une rupture en clivage axial. Aussi, des fissures horizontales sur le bloc 2 sont perceptibles. Ces fissures planes ont été activées à la suite du détachement du bloc 1 (voir Figure 3.37), créant une instabilité par flambement sur le bloc 2 et 3 (bloc 1 de couleur turquoise, 2 en vert et 3 en orange). Cette instabilité a été aussi remarquée sur l'échantillon V A1 (flèches rouges Figure 3.37D, E)

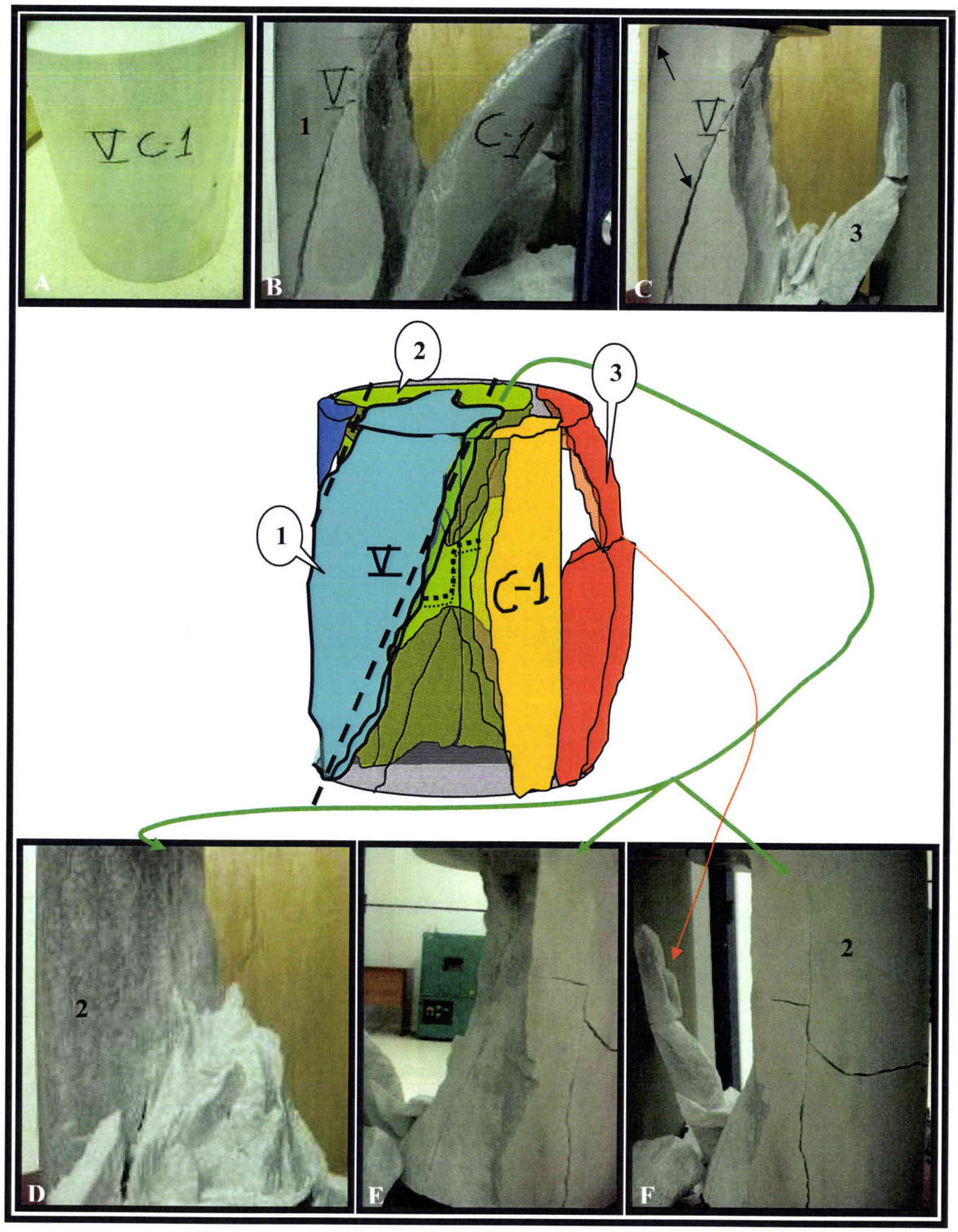


Figure 3.37 : Rupture en mode mixte de l'échantillon V C1.

Dans le cas de l'échantillon avec 0,7 d'élancement (Figure 3.38) seul un écaillage en périphérie de l'échantillon, suite à la mise en tonneau, est perçu à 50 MPa. Vu le faible nombre d'essais pour l'instant nous ne pouvons parler que d'une tendance de l'augmentation de la CCU avec la diminution de l'élancement.

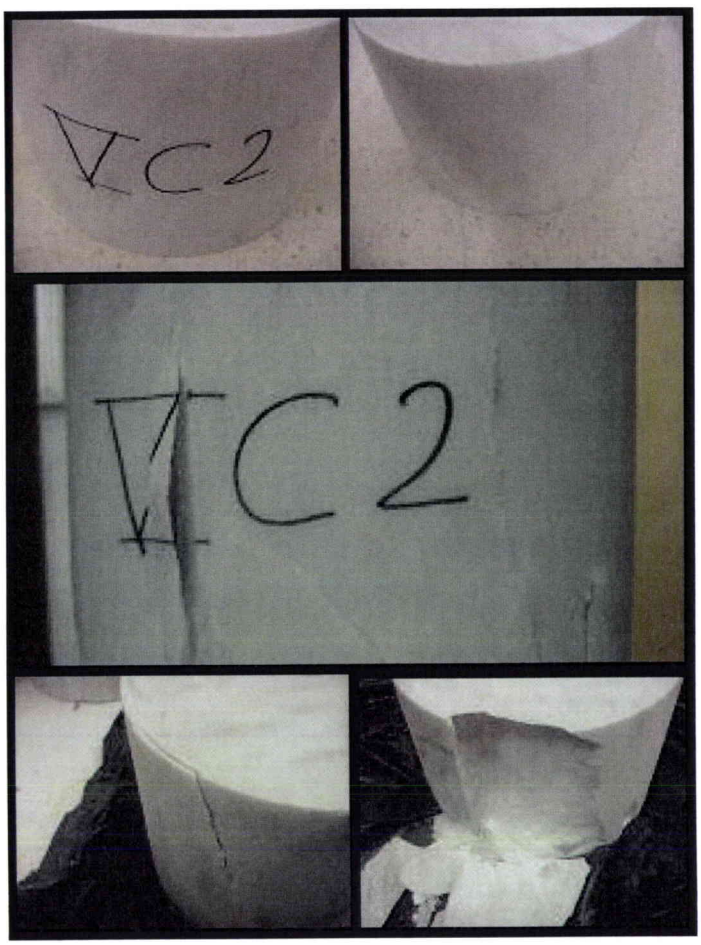


Figure 3.38 : Écaillage suite à la mise en tonneau de l'échantillon VC2.

Aussi, l'absence de rupture ou de fissures sur les échantillons avec un élancement de 0,4 tend à confirmer cette idée.

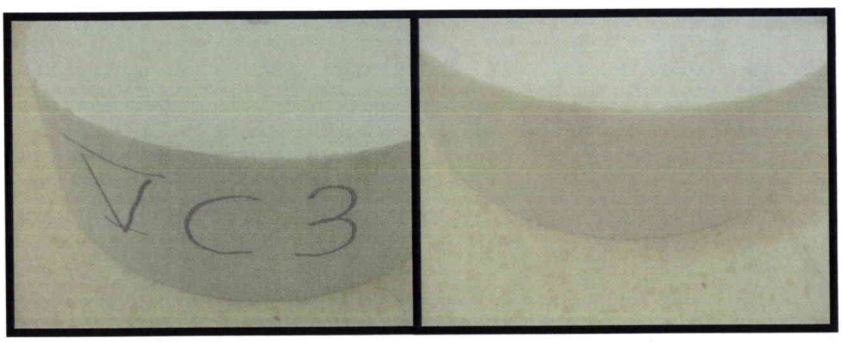


Figure 3.39 : Photos de l'échantillon V C3 après essai. Aucune fissure n'est constatée.

En résumé, dans le cas des deux échantillons V A1 et V C1 la rupture est une rupture mixte (rupture en clivage axial et une rupture en cône) caractéristique de l'effet de frettage Nous remarquons dans les deux cas, une fissuration à 45° dans la direction des bandes de pyrite.

Les deux faciès de rupture nous permettent de visualiser l'empreinte des zones de compression triaxiale. Aussi, la rupture en clivage axial suivant des colonnettes autour des cônes dans le cas des échantillons avec 1,4 et 0,7 d'élancement, prouve la mise en tonneau de l'échantillon.
Dans le but de voir l'effet de l'élancement sur la valeur de la CCU, nous avons décidé de compléter les essais sur des échantillons parallélépipédiques extraits du même bloc de 50 mm de largeur, et un élancement de 2. Les résultats de ces essais, effectués sur la machine de 250 KN au LFM, sont présentés dans le Tableau ci-dessous.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bande de pyrite à 45° de la direction de compression (sans lubrification)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-C1'	parallélépipédique	100	50	51	2,0	OUI
V-C2'	parallélépipédique	100	50	47	2,0	OUI
V-C3'	parallélépipédique	100	50	50	2,0	OUI

Tableau 3.12 : Résultats des essais sur le Blanco avec une moyenne concentration de pyrite à 45° de la direction de compression en conditions frettées.

Les valeurs de CCU obtenues sont très proches de celles avec des échantillons de 1,5 d'élancement, mais la moyenne est légèrement supérieure (3MPa) pour un élancement plus grand. La dispersion des valeurs de CCU fait naître un doute quant à l'existence d'un effet d'échelle et l'influence de l'élancement. Si nous observons les faciès de rupture (Figure 3.40 et 2.41), nous remarquons le même mode de rupture mixte, à savoir une rupture en clivage axial et une rupture en cône accompagnée de poussière blanche, mais à cette échelle aucune fissure à 45° suivant les bandes minérales n'a été établie.

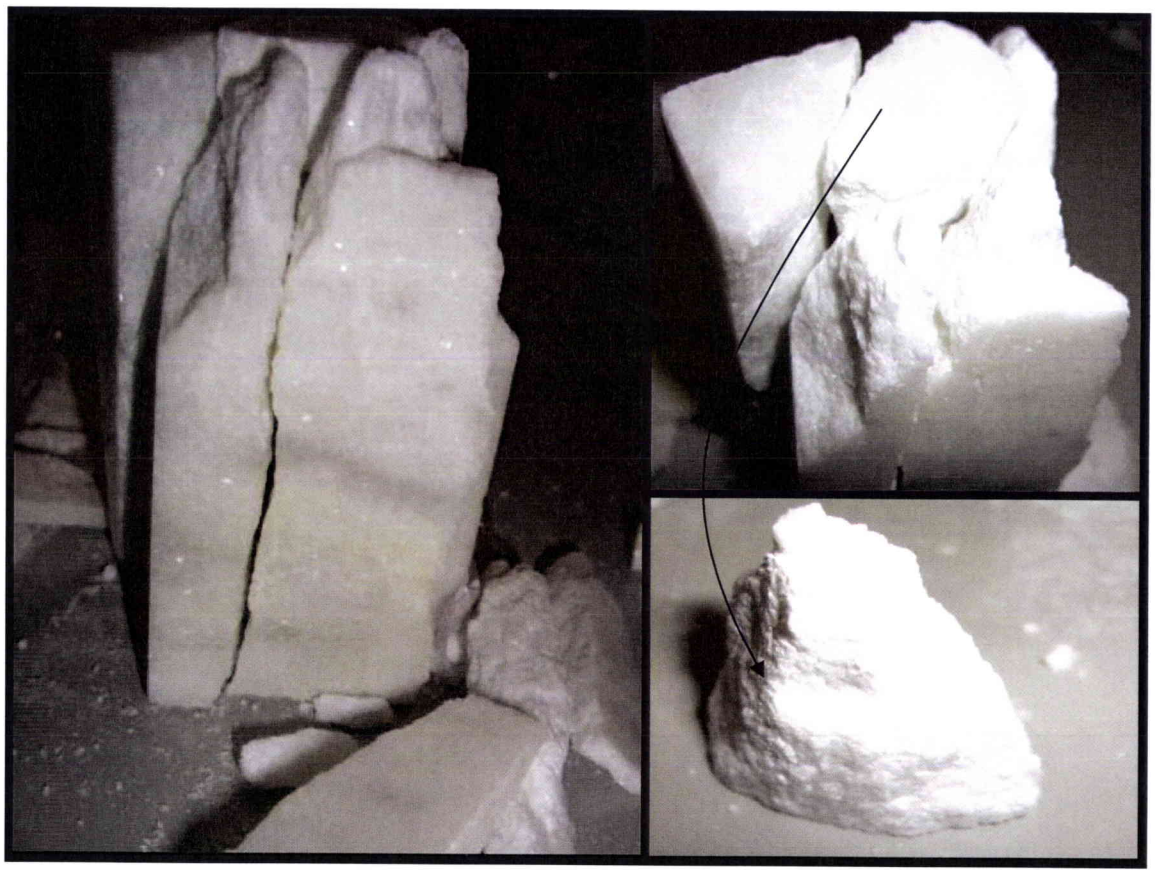


Figure 3.40 : Rupture de l'échantillon V C1'.On note le cône de frottement et la rupture en clivage axial.

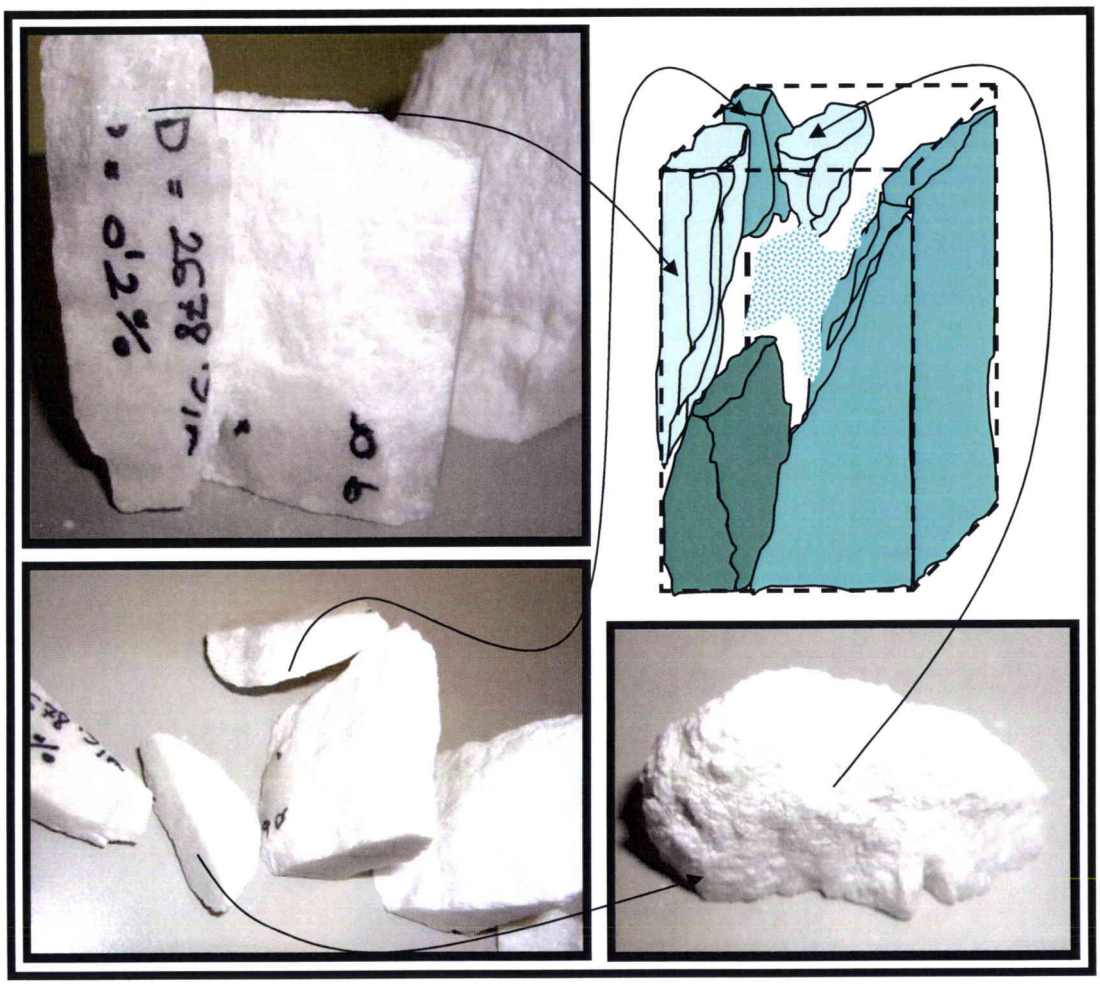
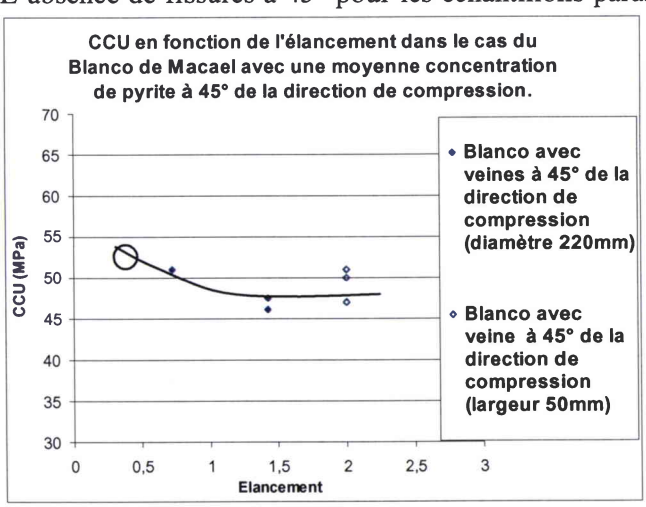


Figure 3.41 : Rupture en mode mixte de l'échantillon V C2'.

L'absence de fissures à 45° pour les échantillons parallélépipédiques, laisse donc penser, que c'est la répartition spatiale des inclusions de pyrite et leur concentration ainsi que leur taille qui fragilisent les échantillons de plus grande taille avec un élancement inférieur, ceci expliquerait la différence entre les valeurs de CCU entre les échantillons de grande taille et un élancement de 1,4 et ceux de petite taille et un élancement de 2. Pour l'instant, l'effet de l'élancement est masqué par la rupture « précoce » dans la direction des bandes de pyrite (ou l'effet d'échelle), mais dans cette direction d'extraction nous notons sur la Figure 3.42 (à gauche), que les valeurs de CCU convergent vers des élancements entre 1,4 et 2.



Un autre doute quant à l'effet de la géométrie (spécimens parallélépipédiques et cylindriques) est aussi émis par la dernière campagne d'essais. Pour fournir des réponses et éclaircir l'influence de ces différents paramètres, nous avons effectué des essais de compression avec des bandes de pyrite perpendiculaires et parallèles à la direction de compression sur des échantillons parallélépipédiques et cylindriques à différentes échelles.

3.4.2 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression (0°):

Nous ne disposons que de trois échantillons de grande taille pour les essais sur des spécimens provenant du même bloc que précédemment. Nous avons donc effectué les essais de compression, et les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bande de pyrite parallèles à la direction de compression (sans lubrification)						
V-B1	cylindrique	313	220	>51	1,4	NON
V-B2	cylindrique	159	220	50	0,7	OUI
V-B3	cylindrique	80	220	51	0,4	PARTIELLE

Tableau 3.13 : Résultats des essais sur le Blanco avec une moyenne concentration de pyrite parallèle à la direction de compression en conditions frettées.

Les valeurs de CCU ne nous renseignent pas quant à l'effet de l'élancement, mais l'observation des faciès explique ces valeurs. Dans le cas de l'échantillon V-B1 avec un élancement de 1,4, nous notons dans la Figure 3.43 l'apparition d'une fissure verticale à côté d'une bande minérale. Malgré que la concentration de pyrite dans la direction de compression, direction la plus fragile, soit visiblement identique, la rupture complète de l'échantillon n'a pas eu lieu à 51MPa.

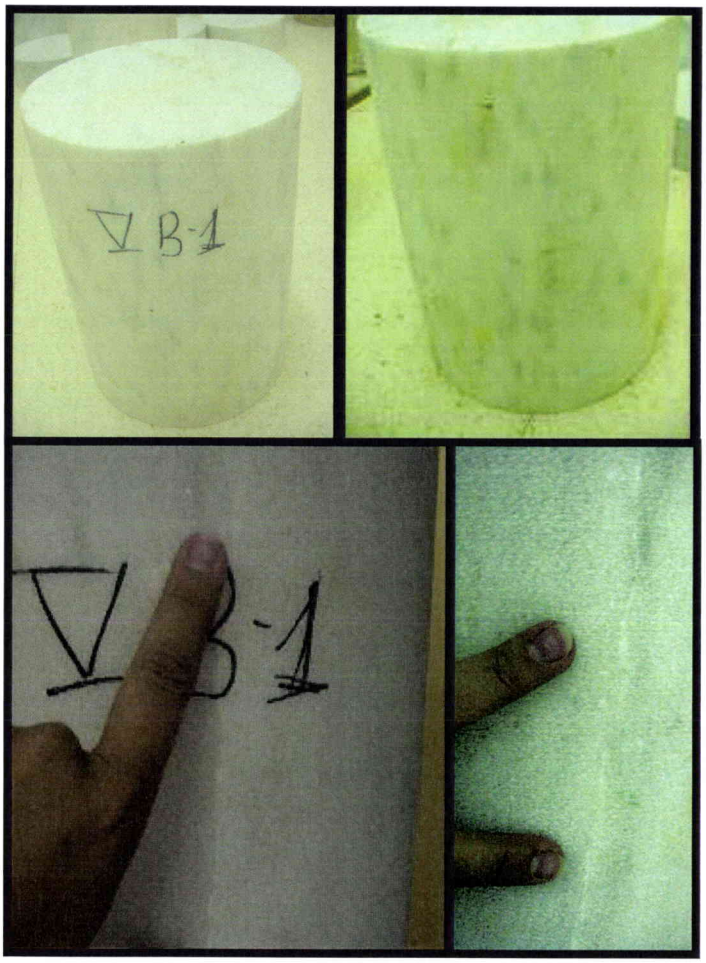


Figure 3.43 : Fissure de l'échantillon V-B1.

L'échantillon de 0,7 d'élancement extrait du même bloc, qui logiquement devrait être plus marqué par l'effet du frettage et par suite avoir une valeur de CCU supérieure, rompt à 50MPa en clivage axial dans la direction d'une bande de pyrite (Figure 3.44). Aussi, l'échantillon avec un élancement de 0,4 , présente une fissuration (écaillage) à 48 MPa sûrement due à la mise en tonneau (Figure 3.45).

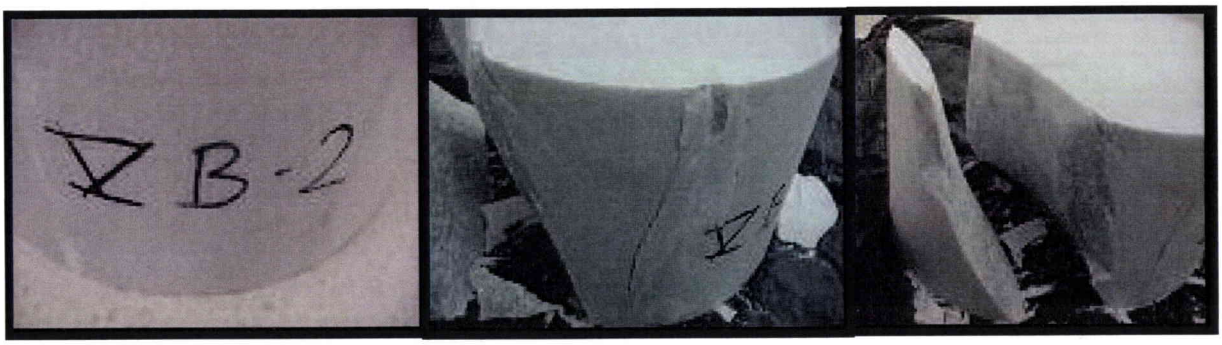


Figure 3.44 : Rupture et détachement suivant les bandes de pyrite.

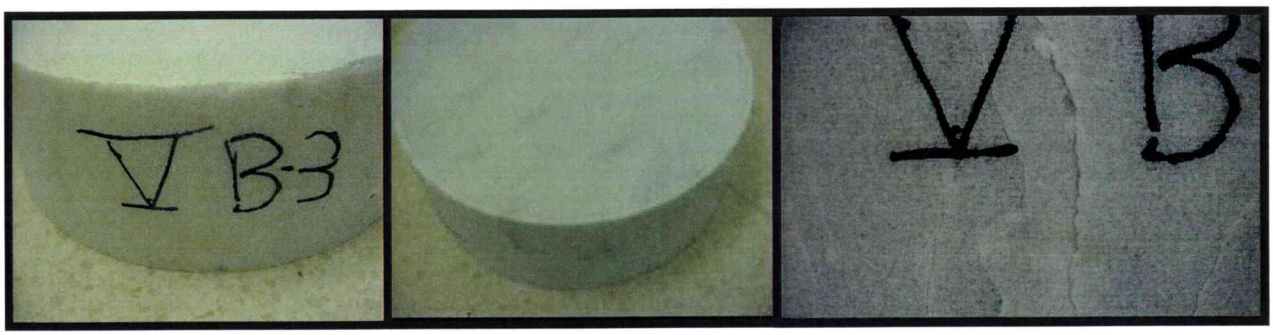


Figure 3.45 : Rupture partielle de l'échantillon V B3.

En résumé les modes de ruptures et les valeurs de CCU sur les échantillons avec les inclusions pyriques à 45° et parallèle à la direction de compression, nous permettent de conclure, dans un premier temps, que le frettage affecte le mode de rupture par l'apparition des cônes, mais l'apparition des fissures dans la direction des bandes de pyrites masquent l'effet du frettage sur la CCU. La question qui se pose est que cette fissuration peut être due soit à la morphologie des grains de calcite soit aux inclusions de pyrite. Ce que nous constatons aussi c'est que la rupture est affectée par la concentration et la taille des inclusions dans les bandes grises, en effet nous remarquons que la CCU dans le cas des échantillons à 45° et dont le diamètre est de 220mm est plus faible que dans le même marbre avec une taille plus petite. Des fissures suivant les bandes de pyrite apparaissent sur les grands échantillons et sont absentes dans les échantillons plus petits.

Cette même observation est peut-être valable dans le marbre avec des inclusions de pyrite parallèle à la direction de compression. Pour vérifier l'effet de la répartition et de la concentration des inclusions nous avons donc entrepris de faire des essais sur des échantillons cylindriques, avec un diamètre de 50mm sur la machine de 250 KN. Ces spécimens proviennent du même bloc. Les échantillons ont été **choisis** de manière à ce qu'on distingue **les mêmes veines de pyrite**. Les inclusions de pyrites dans ces échantillons sont réparties sur des plans parallèles à la direction de compression et sur des bandes de 1mm d'épaisseur dans une matrice calcique pure (voir Figure 3.46, 3.47 et 3.48). Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.14 .

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bande de pyrite parallèles à la direction de compression (sans lubrification)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-B1'	cylindrique	100	50	49	2,0	OUI
V-B2'	cylindrique	100	50	52	2,0	OUI
V-B3'	cylindrique	100	50	48	2,0	OUI

Tableau 3.14 : Résultats des essais sur le Blanco avec des bandes de pyrite localisées et parallèle à la direction de compression en conditions frettées.

Vu les valeurs de CCU nous sommes tentés de dire que l'augmentation de l'élancement n'a pas d'effet. Mais dans ces échantillons où les bandes de pyrite sont marquées, l'effet de la fissuration

le long des inclusions de pyrite sur la fragilisation du matériau est plus prononcé que précédemment, comme nous pouvons le voir dans la Figure 3.46 et 3.48.

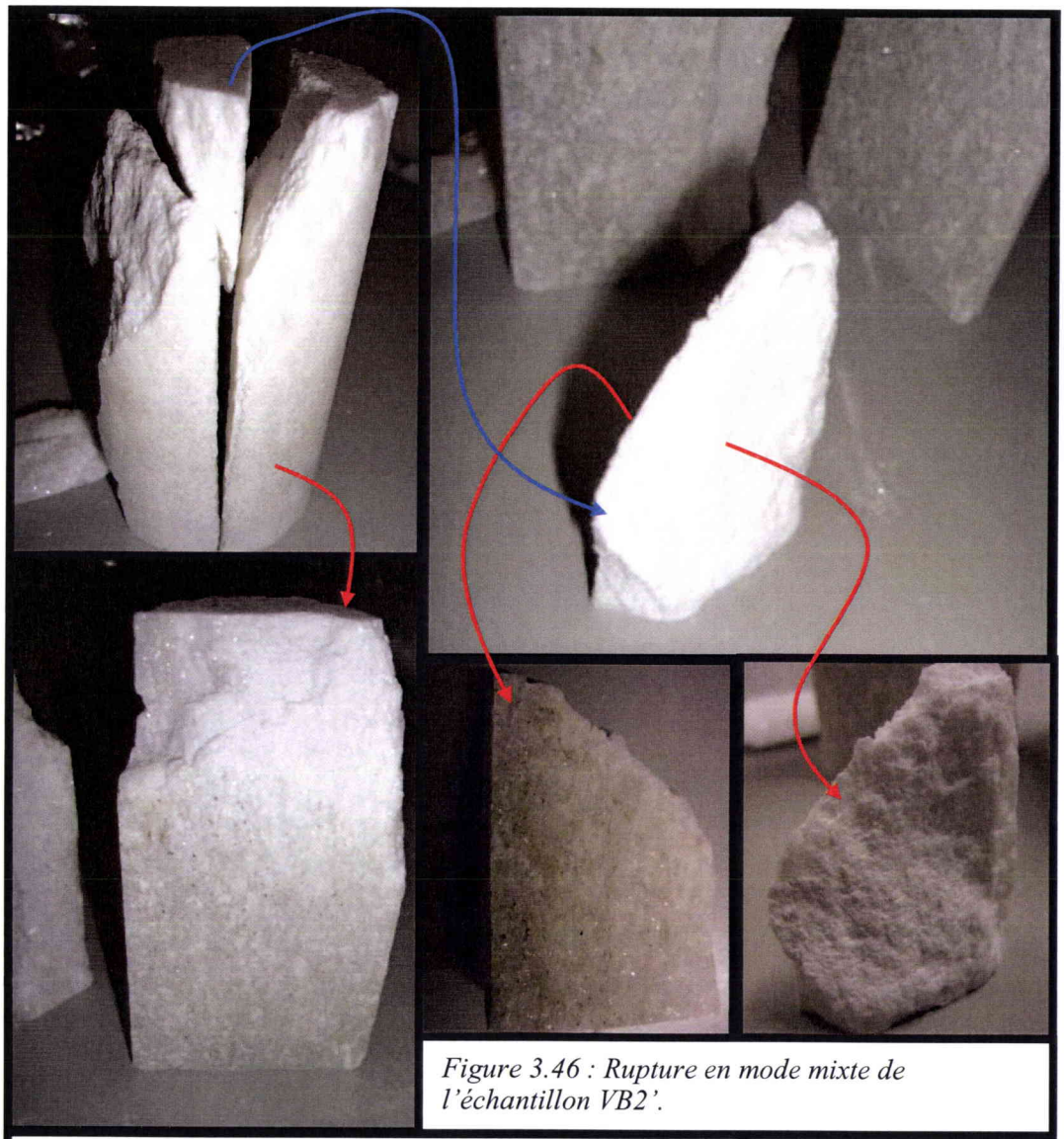


Figure 3.46 : Rupture en mode mixte de l'échantillon VB2'.

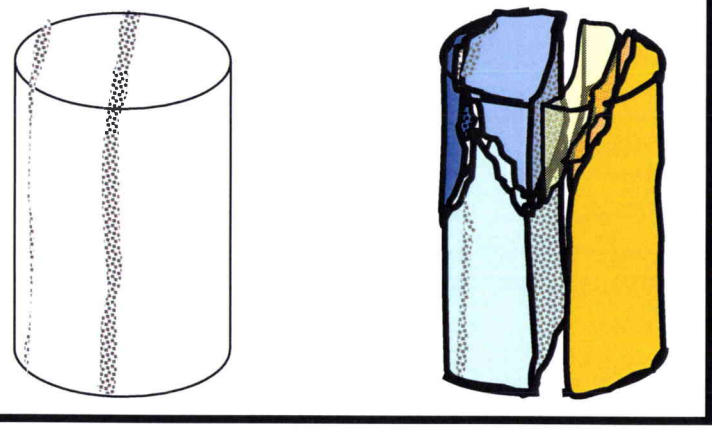


Figure 3.47 : Croquis de la rupture mixte de l'échantillon VB2'. On distingue le cône de frottement en haut de l'échantillon ainsi que la décohésion suivant la bande de pyrite.

Dans le cas de l'échantillon VB2' nous distinguons une rupture mixte entre un clivage axial et une rupture en cône accompagné de broyage de grains. Mais comme nous le remarquons sur la Figure 3.46 et le croquis 3.47, les deux bandes de pyrite (Figure 3.46) ont joué le rôle de plans de faiblesse et une décohésion de l'échantillon est vraisemblable sur les faces dépourvues de poussière.

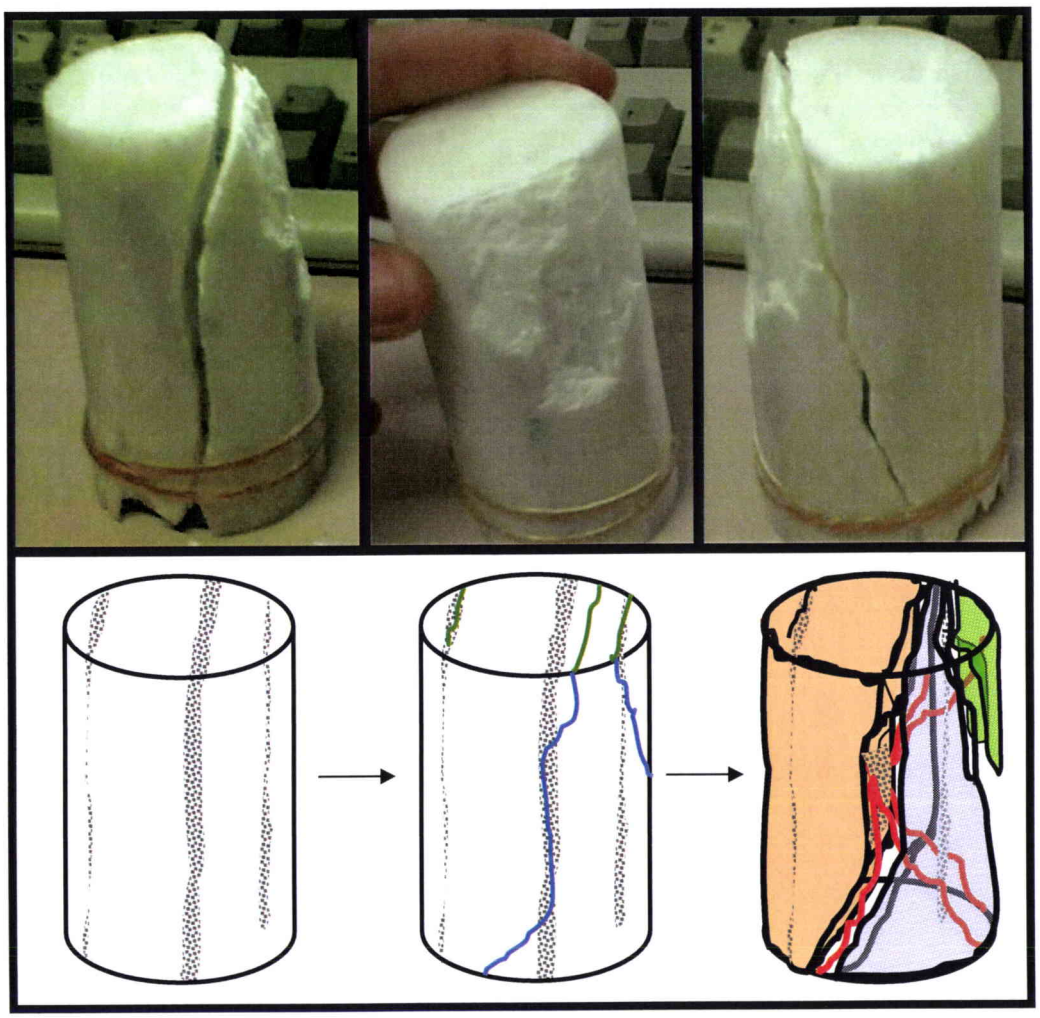


Figure 3.48 : Descriptif de la rupture en mode mixte de l'échantillon VB3'. Les traits en rouge représentent les cônes de frottements.

L'échantillon VB3' (ci-dessus) rompt de la même manière. La trace des deux cônes est visible sur l'échantillon rompu et la décohésion, suivant les plans de pyrites, est verticale. L'échantillon VB1' montre aussi le même mode de rupture.
En résumé, les échantillons présentant un élancement de 2 et des bandes de pyrites localisées, rompent en mode mixte : une rupture en cône, caractéristique de l'effet de frettage, et une rupture en clivage axial (ou décohésion) (Figure 3.48) suivant les inclusions minérales. Notre première constatation est que dans cette direction d'extraction du Blanco, les inclusions de pyrites influencent la valeur de la CCU en facilitant la propagation des fissures ; en effet, la pyrite étant plus dense (4,7g/cm^3) et plus dure (voir tenseur d'élasticité chap§5) que la calcite, elle crée une concentration de contrainte fragilisant ainsi le périmètre calcique (voir biblio§3). Aussi nous pensons que la CCU, sur des échantillons avec une faible concentration de pyrite, serait plus élevée. Pour ce faire, nous avons effectué des essais sur des échantillons avec un élancement de 1 et dont la taille est proche de la taille minimale du VER, ainsi la concentration de pyrite sera plus faible. Ces essais ont été effectués sur la machine de compression de 250KN, mais avec un capteur Entran de 50KN afin de réduire l'erreur de mesure de la force (Figure 3.49). Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-B1p	parallélépipédique	10	11	71	0,9	OUI
V-B2p	parallélépipédique	11	11	70	1,0	OUI
V-B3p	parallélépipédique	10	13	68	0,8	OUI

Tableau 3.15 : Résultats des essais sur les échantillons de petite taille de Blanco avec quelques inclusions de pyrite parallèle à la direction de compression en conditions frettées.

Comparé aux échantillons de même élancement avec une taille 20 fois supérieure les valeurs de CCU sont plus importantes (+15MPa). Si on regarde les images capturées par la caméra CCD, nous remarquons en premier le faible nombre de grains de pyrite à cette échelle, mais aussi la même rupture mixte en clivage axial avec deux cônes de frottement (le cône supérieur est visible au début de l'essai). Ces essais confortent plus l'idée que la baisse des CCU n'est pas due à un effet d'échelle, mais à l'influence de la concentration, de la taille et de la répartition des inclusions de pyrite.

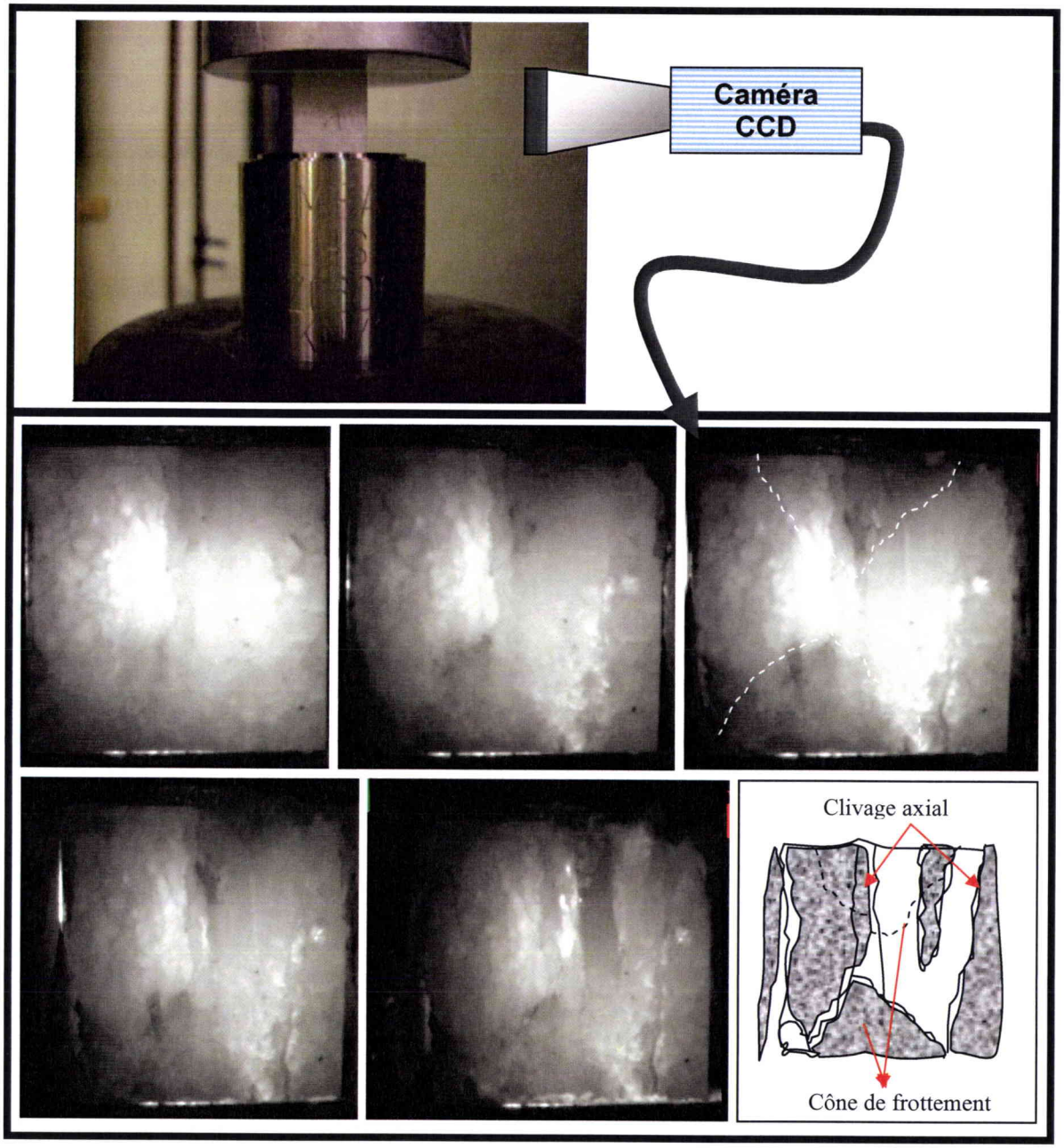


Figure 3.49 : Images de la dernière phase de la rupture mixte de l'échantillon V-B2p. (De 59MPa à 70MPa).

Conclusion 1 :

Au départ l'objectif de ces essais était de définir l'élancement optimal et de vérifier la taille du VER. Pour l'instant, nous ne pouvons nous prononcer sur ces deux paramètres, puise que le mode rupture, la CCU et la taille du VER sont apparemment directement liées à la répartition, la taille et la densité des inclusions de pyrite et probablement les grains calciques. Par contre, concernant l'élancement, une tendance est dégagée, nous pouvons considérer, qu'un élancement entre 1,4 et 2 est adéquat. Quant à la taille du VER, elle dépend de la répartition des grains de pyrite. Dans le cas des échantillons de petite taille (10mm), la répétabilité des essais est issue de la très faible concentration de grains de pyrite, aussi, cette remarque est valable pour les essais sur les échantillons cylindriques avec des plans de pyrites localisées presque identiques (repérage des échantillons présentant des bandes grises semblables, même épaisseur, même répartition spatiale et même teinte de couleur avant essais). Si on revient sur le schéma 2.51 exposé lors de l'analyse de l'architecture interne du Blanco et les photos du filon (Figure 3.50), l'observation des faciès de rupture, prouve que la répartition des grains de pyrite suivant la direction de foliation n'est pas homogène, la Figure 3.51 expose une répartition réaliste des inclusions pyrique.

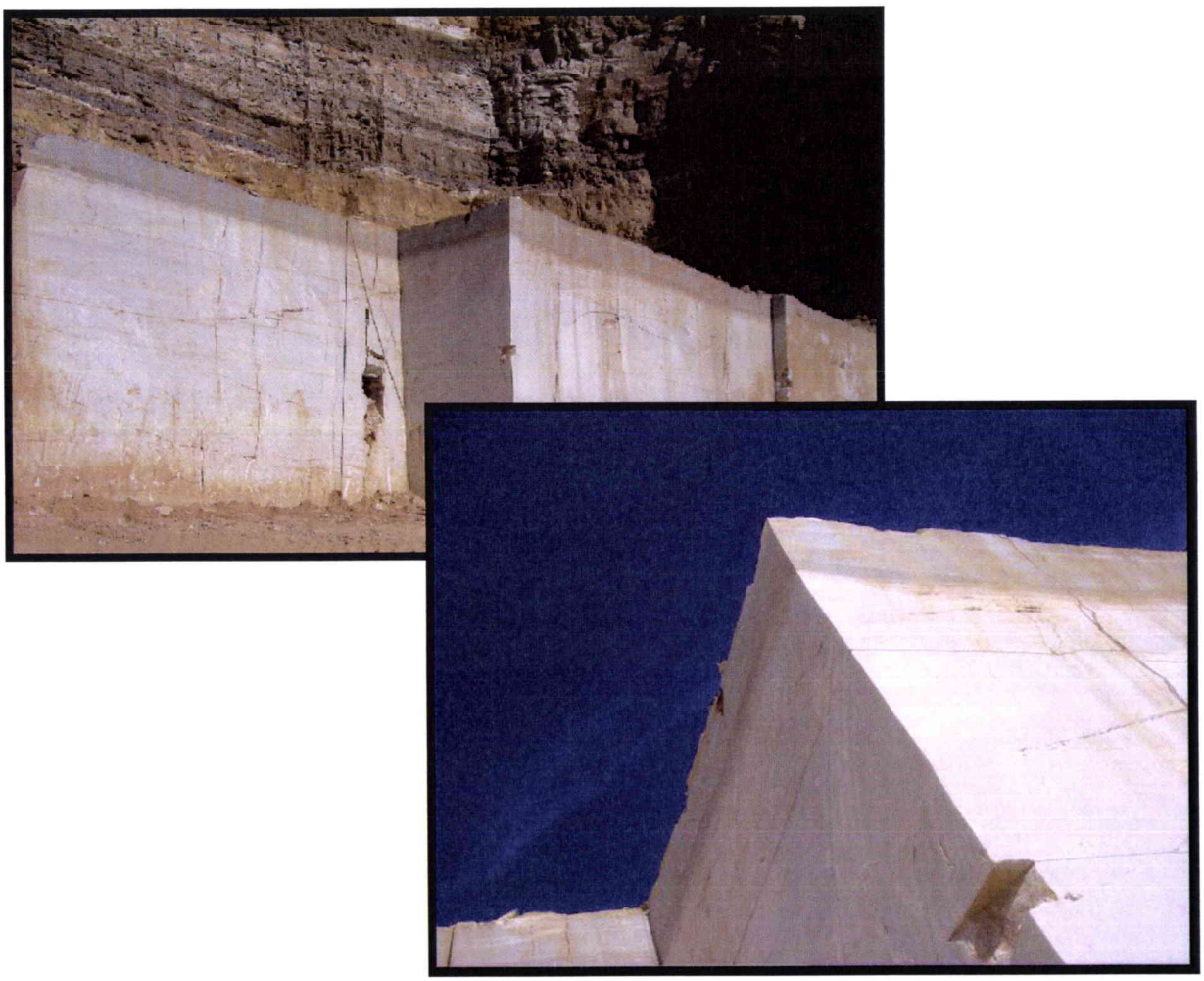


Figure 3.50 : Photos du filon de Blanco de Macael, on remarque les bandes d'inclusions puriques et les différents niveaux de concentration.

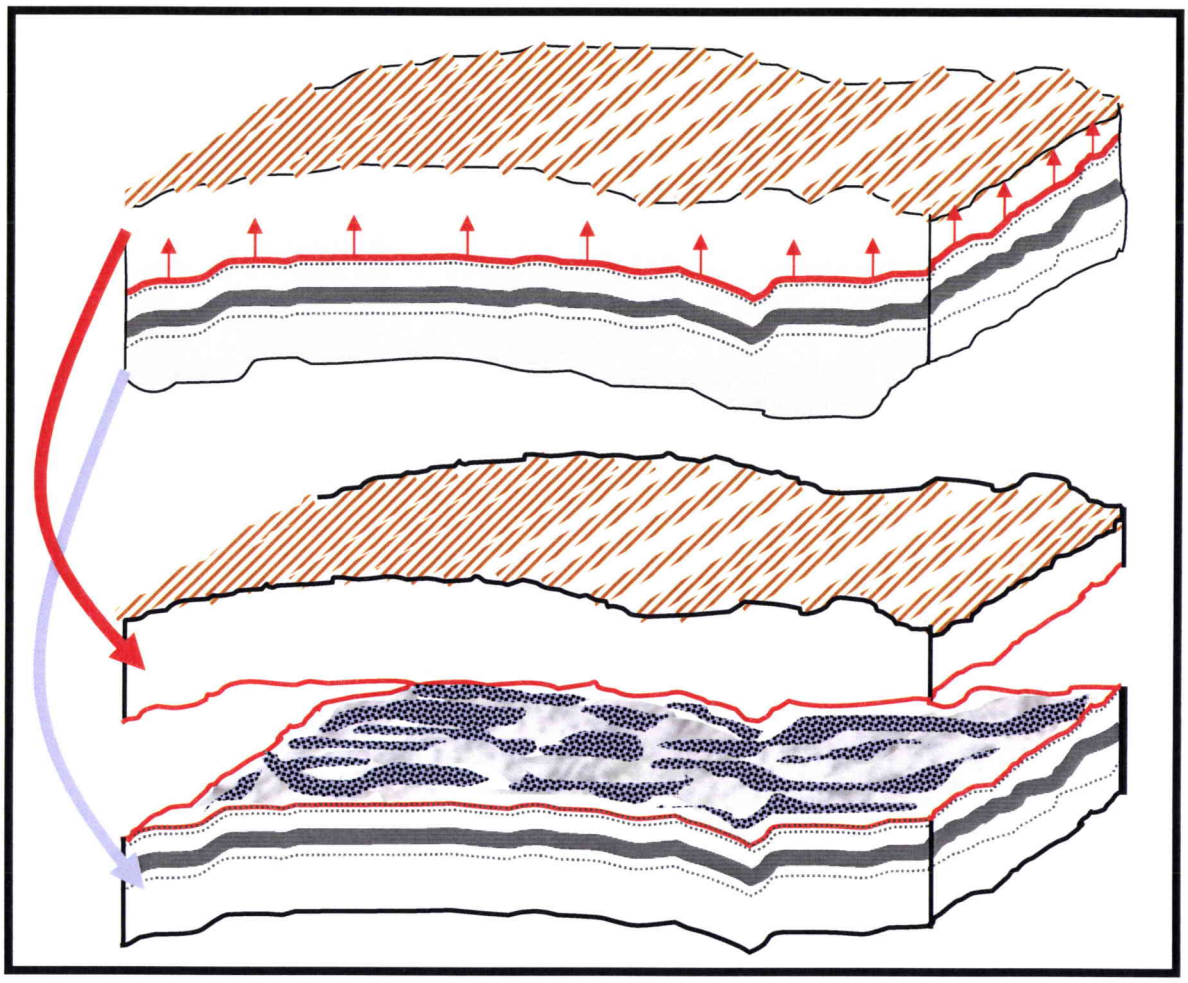


Figure 3.51 : Répartition proche de la réalité des grains de pyrite.

En effet, dans le passé, les inclusions de pyrite ont été présentes dans la masse calcique en amas répartis aléatoirement dans des strates superposées. Suite aux déformations horizontales subies lors du métamorphisme, les groupements ont été étirés et sont maintenant répartis, suivant des bandes d'épaisseur et de densité variable. C'est pour cette raison, qu'une étude statistique de la répartition des inclusions pyriques doit être effectuée sur les échantillons pour mieux comprendre la rupture.

Reste maintenant à voir l'effet des bandes minérales sur la réponse en compression des échantillons pris dans la direction 90° (bande minérale perpendiculaire à la direction de compression).

3.4.3 Effet de l'élancement sur le Blanco de Macael avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression (90°):

Afin de confirmer la tendance de l'élancement optimal exposée dans le paragraphe précédent et aussi de vérifier l'existence d'un effet d'échelle. Nous avons entrepris d'effectuer des essais sur des échantillons parallélépipédiques avec un élancement de 2 et 1,5 à deux échelles, et des échantillons cylindriques avec un élancement de 0,25. Ces essais ont été réalisés en condition frettée sur la machine de 250KN (le capteur Entran de 50KN a été utilisé sur les échantillons dont l'élancement est de 1,5). Les résultats sont exposés dans le tableau ci-dessous.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression (sans lubrification)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V1'	parallélépipédique	100	50	73	2	OUI
V2'	parallélépipédique	100	50	71	2	OUI
V3'	parallélépipédique	100	50	71	2	OUI
V1"	parallélépipédique	14	10	72	1,5	OUI
V2"	parallélépipédique	15	10	70	1,5	OUI
V3"	parallélépipédique	17	12	70	1,5	OUI
V1"'	cylindrique	15	65	>75	0,23	NON
V2"'	cylindrique	15	65	>75	0,23	NON

Tableau 3.16 : Résultats des essais sur les échantillons de Blanco des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression en conditions frettées.

Dans le cas des bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression, les valeurs de CCU des spécimens avec un élancement de 2 sont supérieures **(+20MPa)** comparé aux échantillons avec des bandes minérales à 45° et parallèles à la direction de compression. Ces essais confirment aussi la tendance de l'élancement optimum, et montrent aussi qu'il n'y a pas un effet d'échelle. En effet, dans le cas où les bandes de pyrite, sont perpendiculaires à la direction de compression, c'est visiblement la rupture de la calcite qui cause la fracture de l'échantillon. Les figures 3.52 et 3.53 montrent que les inclusions de pyrite n'affaiblissent pas le matériau.

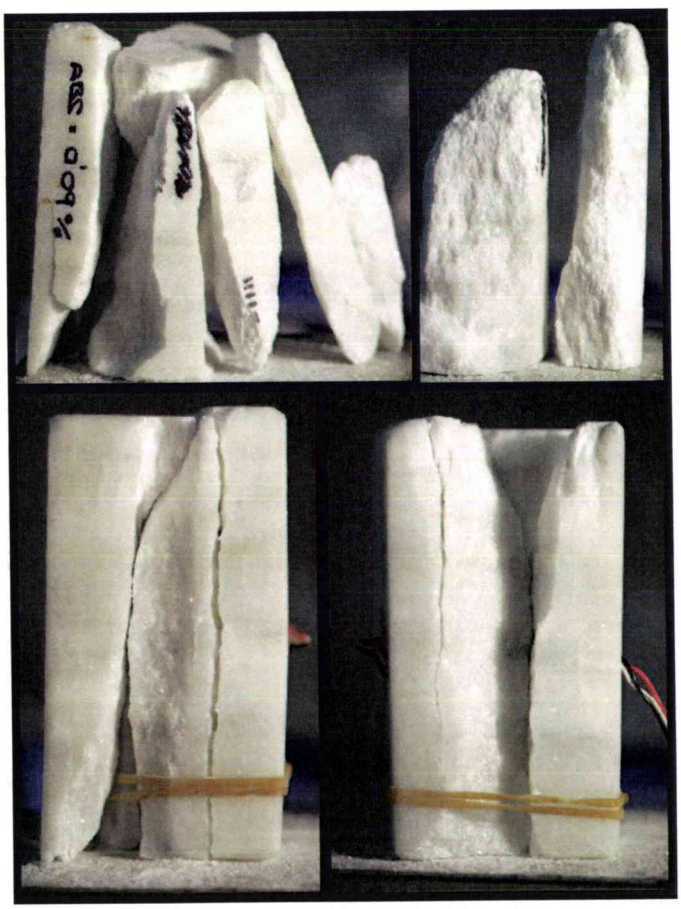


Figure 3.52 : Rupture en mode mixte de l'échantillon V1 'en haut et V3 'en bas.

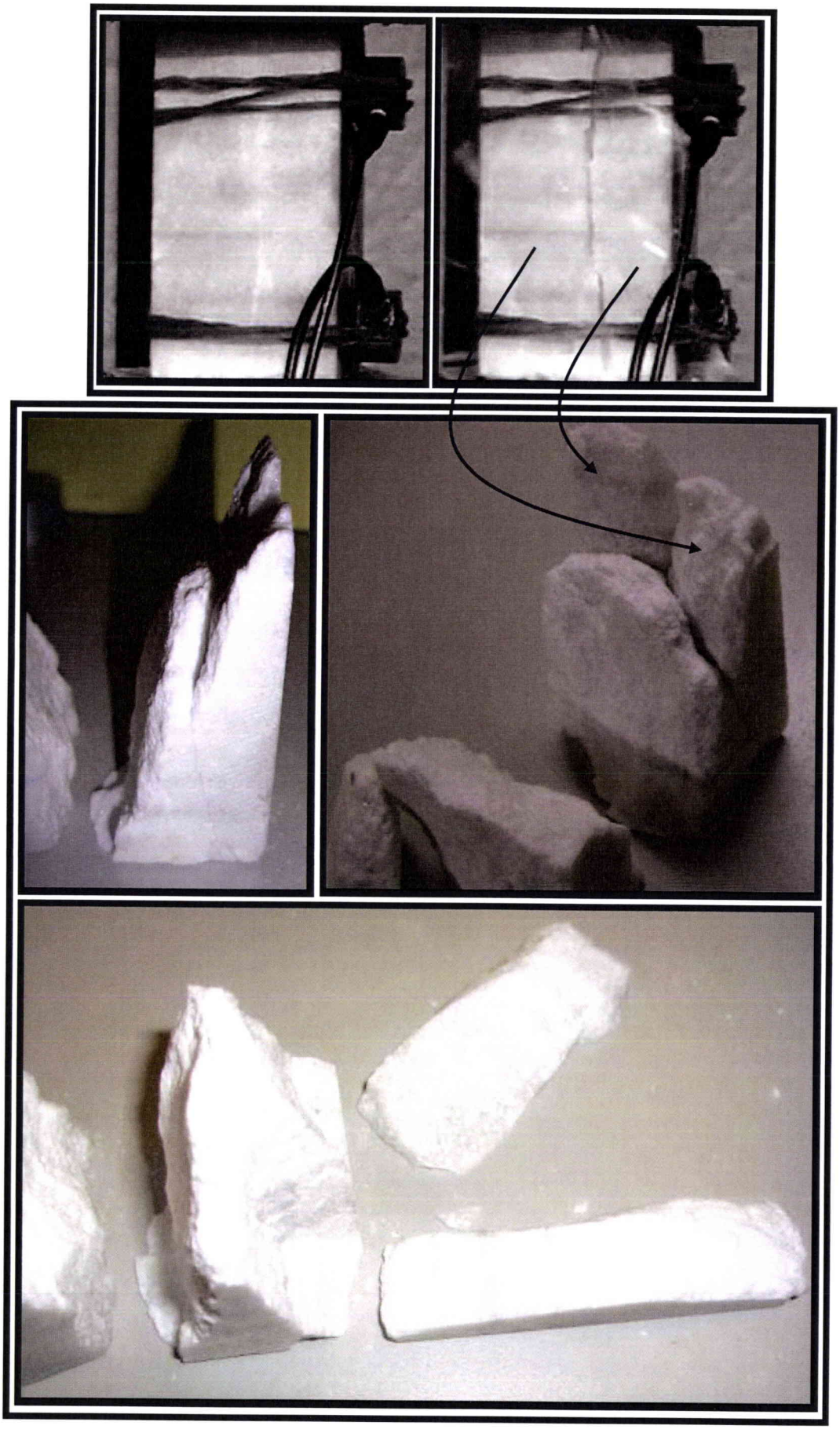


Figure 3.53 : Rupture en mode mixte de l'échantillon V2'.

Si on analyse le mode de rupture des échantillons Vn' et Vn'', on constate que la rupture est aussi une rupture en mode mixte entre un clivage axial et une rupture en cône accompagnée de beaucoup de poussière blanche, comparé aux échantillons avec des bandes minérales à 45° et 0°. Les échantillons avec un élancement de 0,25 ne présentent aucun signe de rupture.
On peut conclure que la rupture caractéristique en condition frettée, de la matrice calcique, est une rupture mixte, et dans le cas où les bandes de pyrites sont proches de la direction de compression, la rupture en clivage axial est affaiblie par une propagation des fissures suivant ces plans de faiblesses. Ceci explique donc les faibles valeurs de CCU vues précédemment.

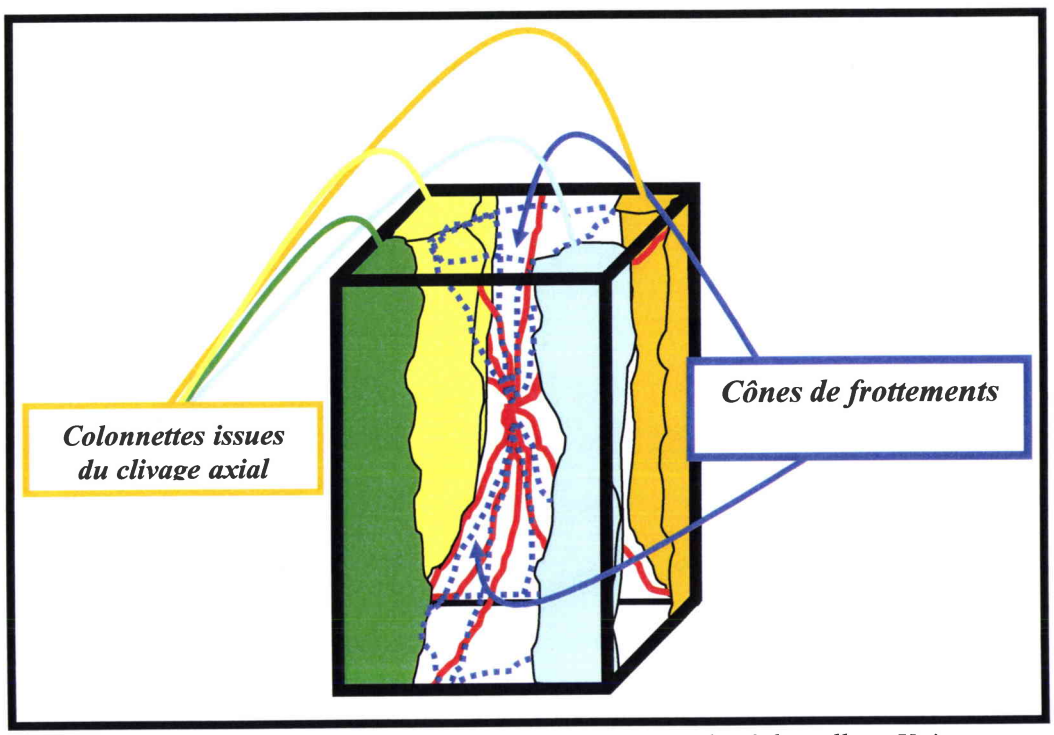


Figure 3.54 : Croquis représentatif de la rupture des échantillons Vn'.

Aussi si on compare les échantillons de 10mm pris perpendiculairement (élancement ≈1,5) et parallèlement à la direction horizontale (élancement ≈1), on constate que pour un élancement moins important la CCU du Blanco extrait parallèlement à la direction de compression, est similaire à celle du marbre extrait perpendiculairement (≈70MPa), en effet, la concentration de pyrite à cette échelle est très faible et comme on peut le voir sur les faciès (Figure 3.55), elles n'influent pas sur le mode de rupture.

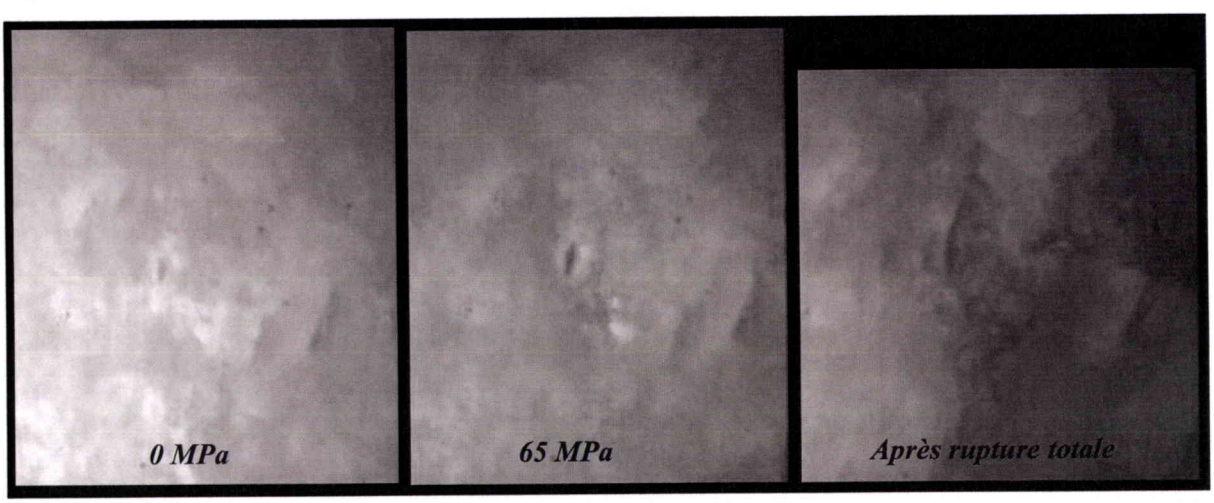


Figure 3.55: Rupture en mode mixte de l'échantillon V1''.

Une autre remarque est à noter : comparé au Travertino Crema le mode de rupture exclusivement en cône n'a pas été perçu pour le Blanco, aussi l'effet de la diminution de l'élancement sur la valeur de la CCU n'est pas aussi prononcé.

Une hypothèse peut alors être émise, la différence de porosité et de microstructure seraient en cause. Du fait que le Travertino présente une forte porosité, l'état de contrainte triaxial va rigidifier le matériau prioritairement par la fermeture des fissures et des pores (densification du matériau), la diminution de l'élancement accentue l'effet de confinement et par conséquent l'augmentation de la CCU (avec la diminution de l'élancement) est remarquable. Contrairement, le Blanco de Macael présente une très faible porosité, la rigidification par la fermeture des pores n'est pas aussi importante, seules l'inhibition de la déformation radiale et ensuite l'opposition à la rupture en clivage peuvent faire augmenter la valeur de CCU, mais dans ce cas la diminution de l'élancement n'a pas beaucoup d'effet. Les essais avec lubrification nous permettront de vérifier cette hypothèse.

Conclusion :

Si on regarde le graphique 2.56 et le Tableau 3.17 récapitulatif de tous les essais de compression sur les trois directions, on constate pour un même diamètre d'échantillon, que seul le Blanco, présentant des bandes minérales perpendiculaires (couleur orange) à la direction de compression, dégage l'effet de l'élancement sur la valeur de la CCU. Dans les autres directions, cette tendance est masquée par les ruptures précoces suivant les plans de faiblesses. Cette tendance est par conséquent, faiblement perçue dans le cas des échantillons à 45° (en bleu) où la valeur de CCU est moins affectée par la rupture suivant les bandes minérales, et est presque inexistante pour les échantillons avec les veines parallèles.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite à 45° de la direction de compression (sans lubrification)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
V-A1	cylindrique	313	220	47	1,4	OUI
V-C1	cylindrique	313	220	46	1,4	OUI
V-A2	cylindrique	Tolérance de planéité non respectée		-	-	-
V-C2	cylindrique	160	220	51	0,7	PARTIELLE
V-A3	cylindrique	80	220	>51	0,4	NON
V-C3	cylindrique	80	220	>51	0,4	NON
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-C1'	parallélépipédique	100	50	51	2,0	OUI
V-C2'	parallélépipédique	100	50	47	2,0	OUI
V-C3'	parallélépipédique	100	50	50	2,0	OUI
Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite parallèles à la direction de compression (sans lubrification)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-B1	cylindrique	313	220	>51	1,4	NON
V-B2	cylindrique	159	220	50	0,7	OUI
V-B3	cylindrique	80	220	51	0,4	PARTIELLE
V-B1'	cylindrique	100	50	49	2,0	OUI
V-B2'	cylindrique	100	50	52	2,0	OUI
V-B3'	cylindrique	100	50	48	2,0	OUI
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-B1p	parallélépipédique	10	11	71	0,9	OUI
V-B2p	parallélépipédique	11	11	70	1,0	OUI
V-B3p	parallélépipédique	10	13	68	0,8	OUI

Tableau 3.17 : Tableau récapitulatif des essais sur le Blanco de Macael.

En effet, sous compression uniaxiale sans système antifrettage, on crée une zone de frottement qui se traduit par une compression triaxiale dans deux cônes. Les zones non confinées subissent une extension radiale et par suite une fissuration axiale. Dans le cas des échantillons avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression, cette fissuration est facilement activée dans les plans de pyrite. Aussi, les travaux de [Vardoulakis 1998] démontrent qu'à la périphérie des cônes de frottement, des contraintes de cisaillement sont aussi induites par l'effet de frettage. Dans le cas des échantillons avec des bandes de pyrite à 45°, la présence des discontinuités dans cette direction, aurait activé la fissuration oblique induite par les contraintes de cisaillement. En effet, les fissures n'ont été perçues que dans ce cas.

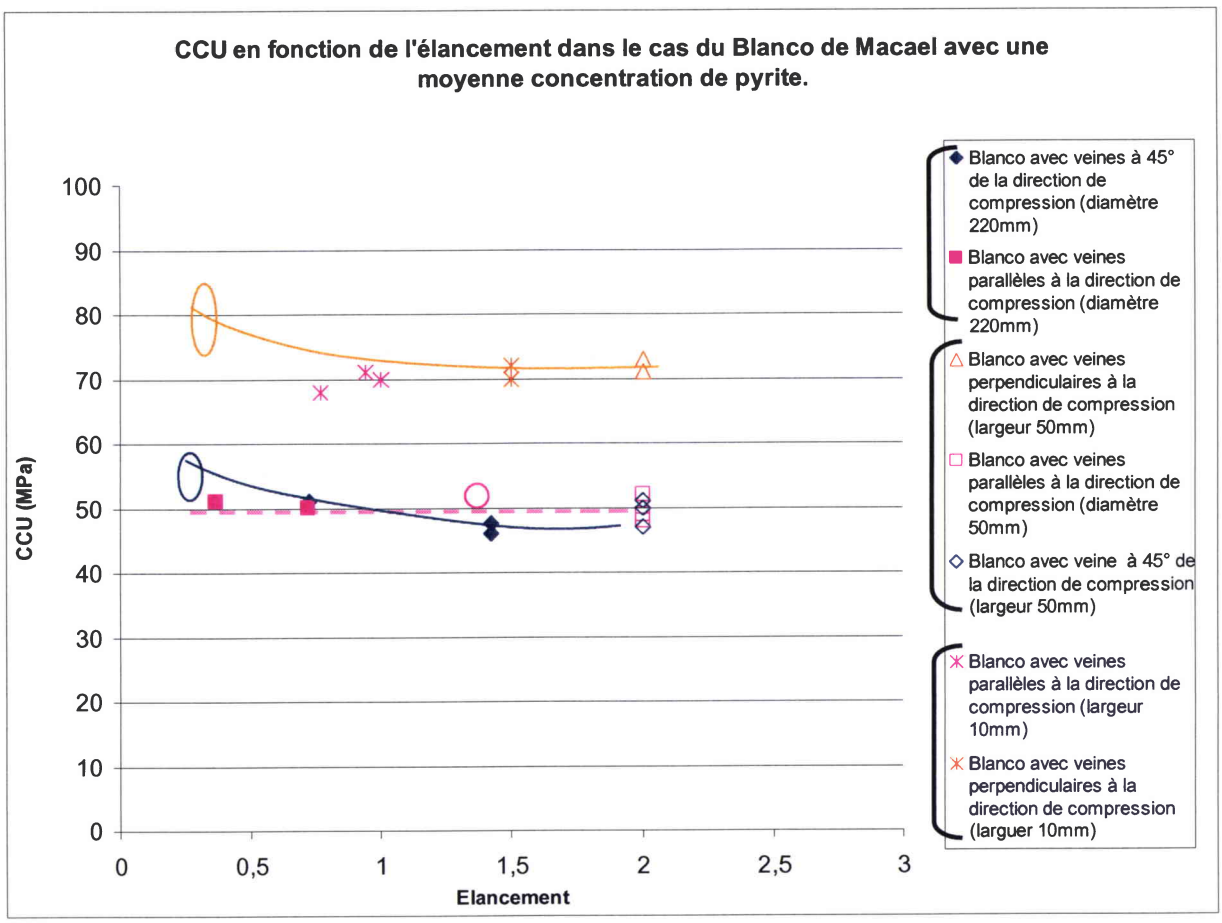


Figure 3.56 : Graphique récapitulatif des essais de compression sur le Blanco de Macael.

Au vu des courbes de tendances CCU/élancement, nous pouvons considérer un élancement de 2 adéquat. Nous insistons aussi sur le fait que l'élancement en conditions d'essais frettées, n'a pas une influence considérable sur la CCU comparée au Crema, les essais avec lubrification nous permettront de le vérifier.

Concernant « l'effet d'échelle », l'analyse des faciès ne fait pas apparaître de défauts majeurs dans les échantillons de grandes tailles (∅220mm). Nous pouvons dire que la taille de l'échantillon n'a aucune influence, mais c'est la densité et la répartition des inclusions pyriques qui affaiblissent le matériau. Dans ces conditions, nous pouvons conclure que pour une matrice purement calcique ou faiblement chargée d'inclusions, la taille estimée du VER est correcte, la répétabilté des essais de petite taille, le prouve. Enfin, l'influence de l'orientation privilégiée des grains de calcite reste inconnue pour l'instant.

3.4.4 Effet de la lubrification et de la protection imperméabilisante sur le Blanco de Macael :

Afin de mettre en évidence l'effet de la lubrification et de la protection imperméabilisante et définir les conditions d'essais permettant la mesure des propriétés intrinsèques du matériau et la CCU, nous avons procédé de la même manière que pour le Travertino Crema. Pour le même élancement de 2, nous avons effectué des essais de compression avec une lubrification à l'acide stéarique avec et sans une protection imperméabilisante en polyéthylène. Les résultats sont présentés dans ce qui suit.
Aussi, pour que la comparaison soit possible avec les essais sur les échantillons avec un élancement de 2 en condition frettée, les échantillons testés avec la lubrification proviennent du même bloc et ont été choisis de manière à ce qu'ils présentent visiblement la même concentration de pyrite.

3.4.4.1 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression :

Pour cette campagne d'essais, nous avons choisi des échantillons cylindriques de 50mm de diamètre et avec un élancement de 2 comme pour les essais sans lubrification.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite parallèles à la direction de compression (avec lubrification et sans protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V-B1'as	cylindrique	100	50	39	2,0	OUI
V-B2'as	cylindrique	100	50	45	2,0	OUI
V-B3'as	cylindrique	100	50	42	2,0	OUI

Tableau 3.18 : Résultats des essais lubrifiés sans protection du Blanco à 0°

La moyenne des CCU du Blanco de Macael où les bandes sont parallèles à la direction de compression avec la lubrification et sans protection imperméabilisante, est inférieure de seulement 7MPa comparée à la moyenne des CCU en conditions frettées. Nous rappelons que dans le cas du Travertino Crema la différence était de 10MPa, mais dans ce cas l'intrusion du lubrifiant dans les pores du Travertino Crema a causé la rupture précoce par un écaillage. Dans le cas des échantillons de Blanco testés, la porosité est de 0,2% et le coefficient d'absorption d'eau est de 0,11 en moyenne, l'intrusion du lubrifiant ne peut pas influer sur la rupture. Si on analyse le mode de rupture de l'échantillon V-B1'as (Figure 3.57), on constate que la rupture est exclusivement en clivage axial.

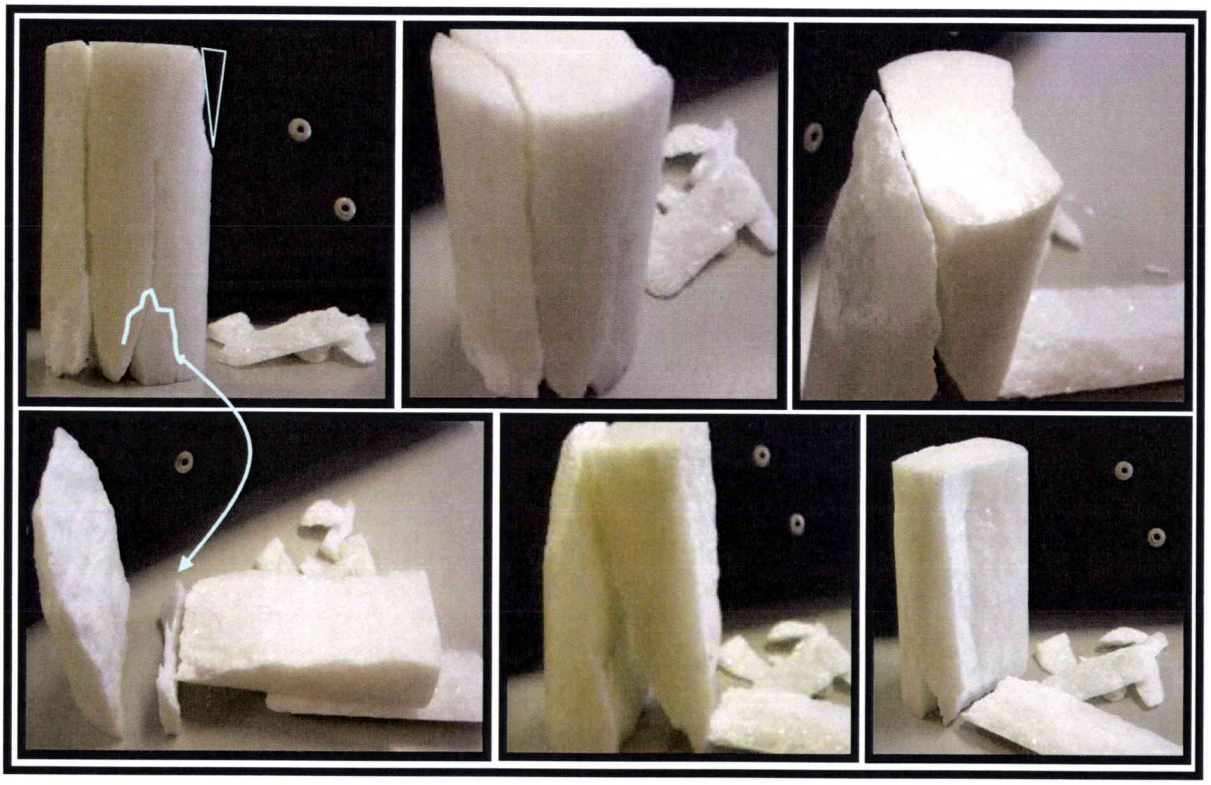


Figure 3.57 : Rupture de l'échantillon V-B1'as en clivage axial

L'intrusion du lubrifiant causant un écaillage n'a pas eu lieu, la rupture est très ressemblante à l'échantillon VB3' mais dans ce cas, la séparation suivant les plans de pyrites a lieu et de parties qui paraissent être des cônes de frottement (Figure 3.57 flèche bleue) sont dus à la bifurcation de la fissure du plan des inclusions suite à la décohésion de la partie triangulaire. Ce mode de rupture exclusivement en clivage a été perçu sur les trois échantillons. Visiblement l'intrusion du lubrifiant n'a pas eu lieu, reste à voir l'effet de la protection.

3.4.4.2 Effet de la lubrification avec protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales parallèles à la direction de compression :

Pour des échantillons choisis suivant les mêmes critères que précédemment nous avons effectué les essais sur la machine de compression de 250KN, les résultats sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite parallèles à la direction de compression (avec lubrification et protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en MPa)	Elancement	Rupture
V-B1'aa	cylindrique	100	50	35	2,0	OUI
V-B2'aa	cylindrique	100	50	44	2,0	OUI
V-B3'aa	cylindrique	100	50	40	2,0	OUI

Tableau 3.19 : Résultats des essais en condition lubrifiée avec protection du Blanco à 0°.

Les valeurs de CCU mesurées montrent qu'il n'y a pas un changement notable entre les essais avec et sans protection. Ceci confirme le fait que le lubrifiant ne s'infiltre pas dans le matériau, en effet le mélange acide stéarique et vaseline est beaucoup plus visqueux que l'eau et pour un essai de compression qui dure environ une heure le marbre blanc n'absorbe pas le lubrifiant. De plus quand on analyse le mode de rupture (Figure 3.58) on constate la même rupture exclusivement en clivage axial suivant les bandes de pyrite.

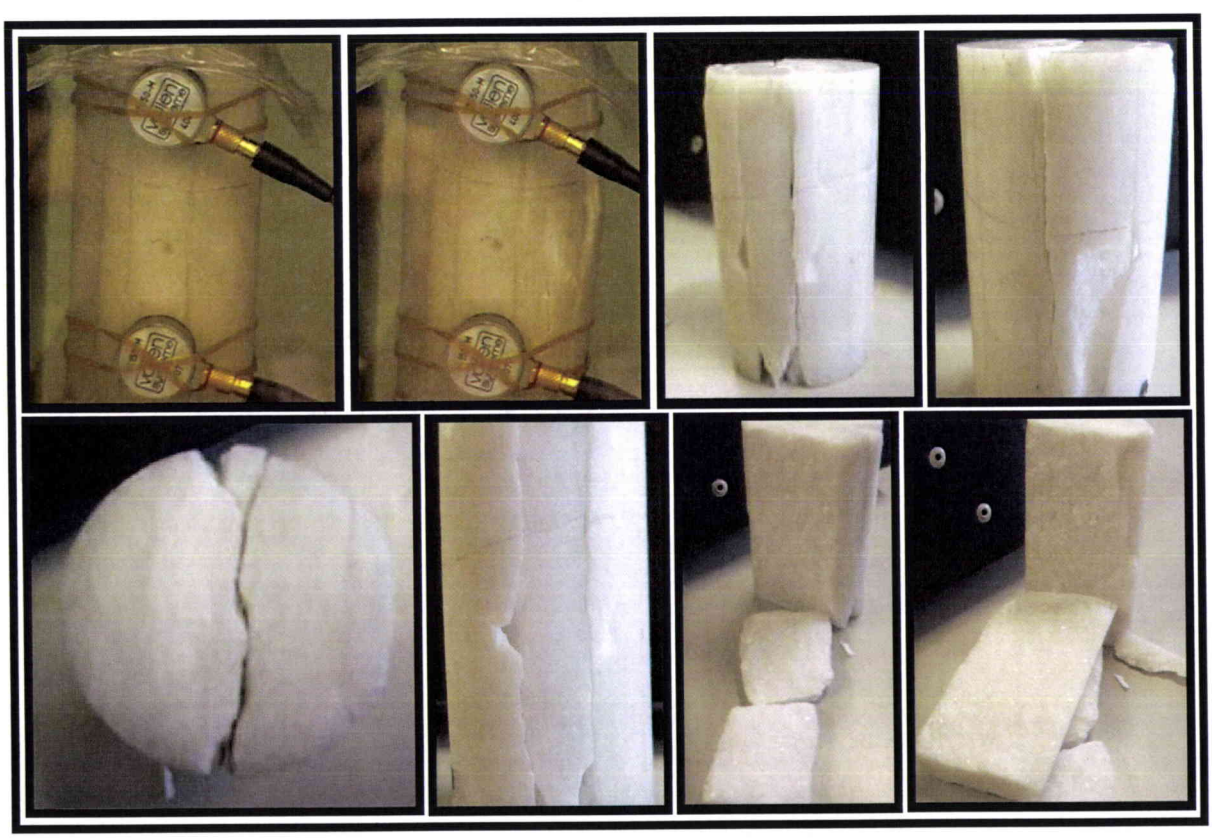


Figure 3.58 : Rupture en clivage axial de l'échantillon V-B3'aa.

En résumé, la protection imperméabilisante paraît nécessaire dans le cas du Travertino Crema où l'intrusion du lubrifiant dans les pores affaiblit le matériau ; mais sans effet dans le cas du Blanco où la porosité et le coefficient d'absorption sont négligeables. Aussi, la superposition des CCU dans les deux cas le confirme (Figure 3.59).

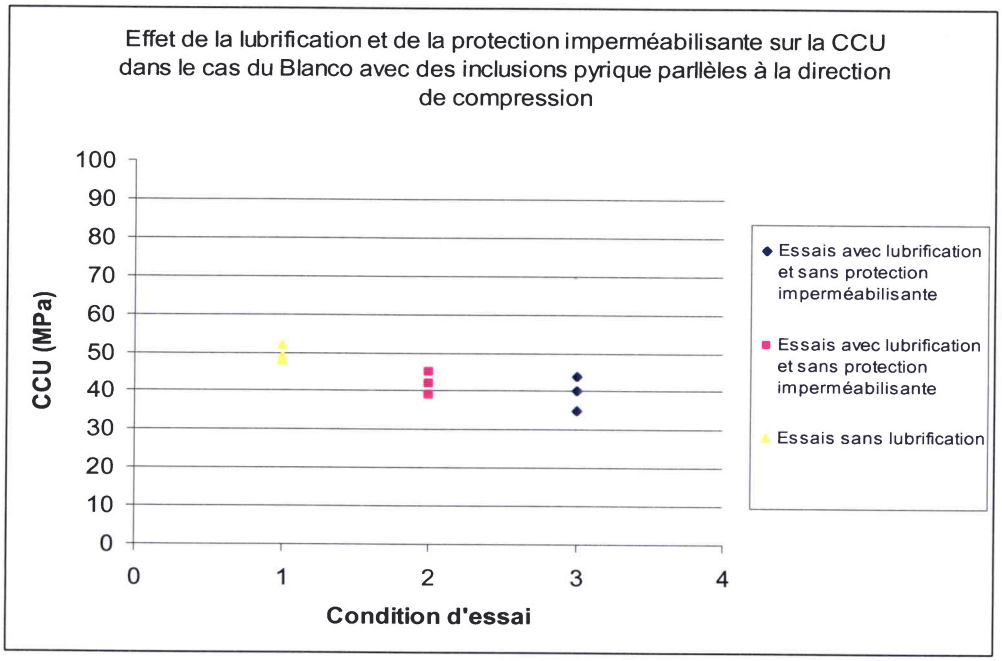


Figure 3.59 : CCU dans les trois conditions d'essais.

Si on compare maintenant les modes de ruptures, entre les essais frettés et lubrifiés, on constate que lors des essais lubrifiés, le cône de frottement disparaît laissant seulement apparaître la rupture en clivage axial. (Figure 3.60)

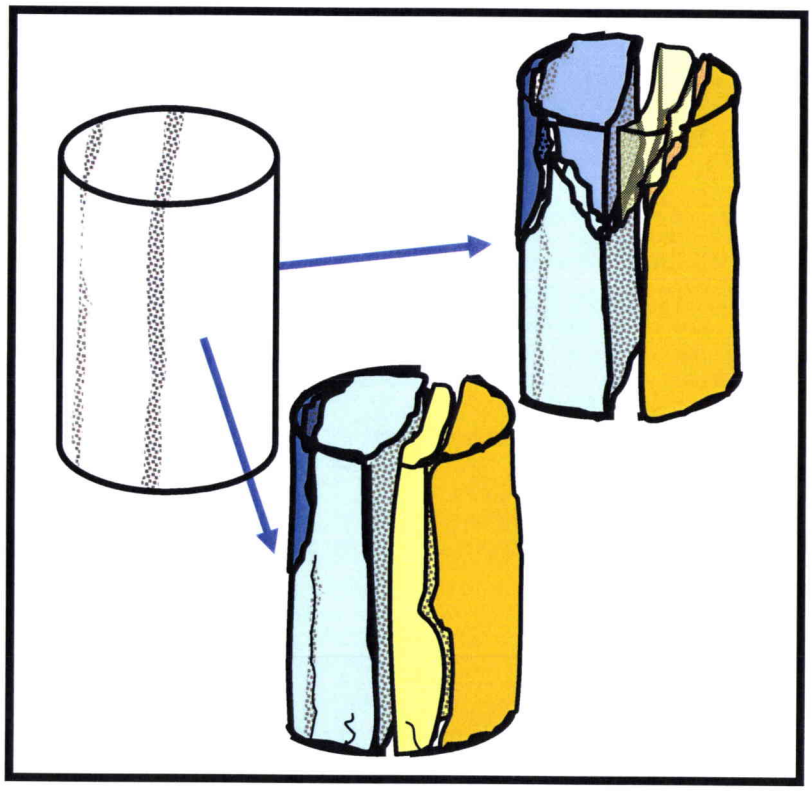


Figure 3.60 : Comparaison entre la rupture en mode mixte dans le cas des essais frettés et la rupture en clivage axial dans le cas des essais avec lubrification.

Comme on a pu le remarquer lors de cette campagne d'essai, la rupture est dans la direction des inclusions minérales. Comme le Blanco présente une faible porosité, la différence de 7MPa entre les essais frettés et lubrifiés, est due à la rigidification du matériau lors des essais frettés par l'inhibition de la déformation radiale. En effet, dans le cas des essais lubrifiés l'expansion radiale est favorisée et la rupture suivant les bandes minérales survient à une contrainte de compression inférieure. Les essais sur le Blanco dans la direction opposée nous permettront de mieux percevoir l'influence de la lubrification sur la valeur de la CCU.

3.4.4.3 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression :

De la même manière que précédemment et afin que la comparaison soit possible avec les essais sans système antifrettage, nous avons effectué les essais sur des échantillons parallélépipédiques extraits du même bloc et choisis de sorte qu'ils présentent visiblement la même concentration d'inclusions.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression (avec lubrification et sans protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V1'as	parallélépipédique	100	50	76	2	OUI
V2'as	parallélépipédique	100	50	68	2	OUI
V3'as	parallélépipédique	100	50	73	2	OUI

Tableau 3.20 : Résultats en condition lubrifiée sans protection imperméabilisante sur le Blanco à 90°.

Au vu des résultats dans le Tableau 3.20, on constate qu'avec ou sans lubrification les valeurs de CCU sont très proches (parfois supérieures) de plus, quand on analyse le mode de rupture, on constate qu'il n'y a plus de cônes de frottement et que la rupture est exclusivement en clivage axial.



Figure 3.61 : Rupture en clivage axial de l'échantillon V3'as.

3.4.4.4 Effet de la lubrification sans protection imperméabilisante sur le Blanco avec des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression :

Sur la même classe d'échantillons parallélépipédiques, on a effectué des essais avec lubrification des plateaux à l'acide stéarique et une protection imperméabilisante en polyéthylène. Les résultats sont présentés dans le tableau ci dessous.

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression (avec lubrification et protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en	Elancement	Rupture
V1'aa	parallélépipédique	100	50	70	2	OUI
V2'aa	parallélépipédique	100	50	75	2	OUI
V3'aa	parallélépipédique	100	50	69	2	OUI

Tableau 3.21 : Résultats des essais en condition lubrifiée avec protection imperméabilisante sur le Blanco à 90°.

Comme pour le Blanco avec les veines parallèles à la direction de compression la protection n'a apparemment aucun effet sur la CCU ou le mode de rupture est exclusivement en clivage axial. L'échantillon rompt en plusieurs colonnes comme c'est décrit dans la Figure 3.62 et 2.63.



Figure 3.62 : Rupture en clivage axial de l'échantillon V3'aa.

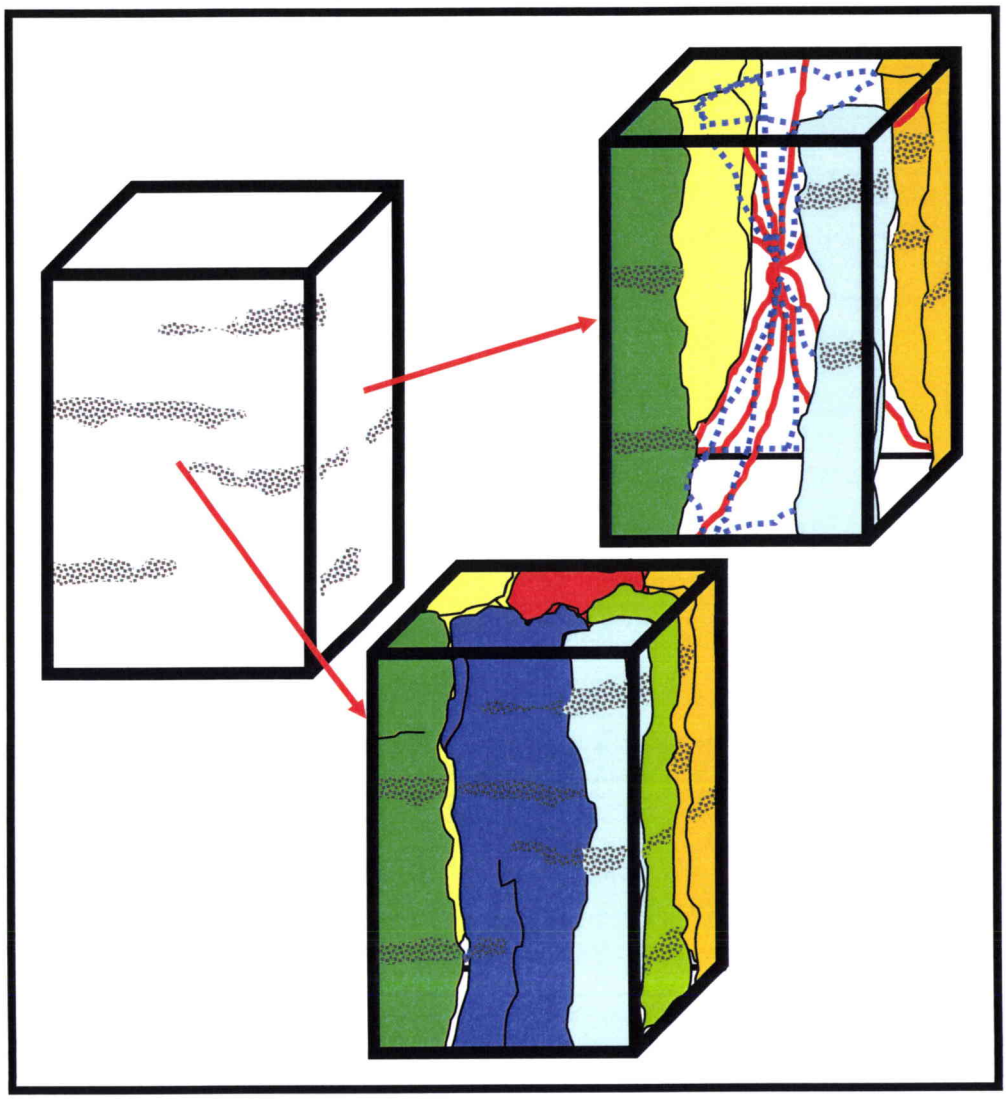


Figure 3.63 : Croquis comparatif entre le mode de rupture mixte (cône et clivage axial) en conditions frettées et la rupture en clivage axial (colonnettes) en conditions lubrifiées.

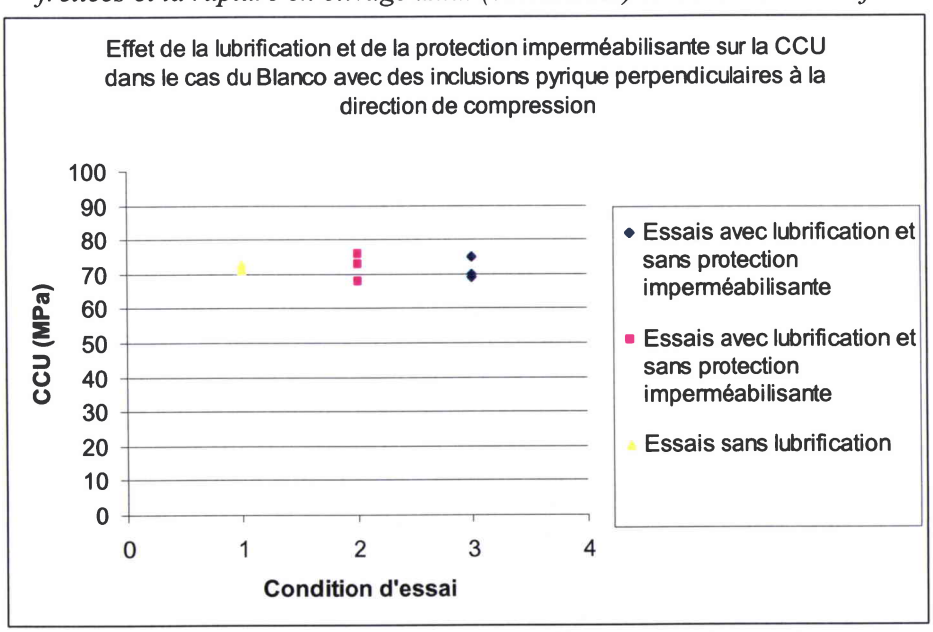


Figure 3.64 : CCU mesurée pour les différentes conditions d'essais.

3.5 Discussion et résumé des résultats de la campagne d'essais

Quelle que soit l'orientation des grains de pyrite dans la masse calcique, le mode de rupture caractéristique du Blanco de Macael lors des essais en conditions frettés, est un mode mixte ; entre un clivage axial et une rupture en cône. Lors de ces essais, on a remarqué que quand les inclusions se présentent dans le sens du clivage axial les effets de l'élancement et du frottement sur la valeur de CCU sont masqués par des décohésions suivant les plans de pyrites. Ce phénomène de décohésion devient un peu moins marqué dans le cas où les veines sont à 45°, et dans ce cas la courbe CCU en fonction de l'élancement (Figure 3.56) tend à converger vers un élancement optimal compris entre 1,4 et 2. Dans, le cas du Blanco avec des veines perpendiculaires à la direction de compression, on peut affirmer que l'élancement peut être considéré optimum entre 1,4 et 2. Pour l'instant, des essais avec des élancements supérieurs à 2 n'ont pas été réalisés.

Concernant l'estimation de la taille minimale du VER à $10mm^3$, dans le cas des essais avec des bandes de pyrites parallèles à la direction de compression, une différence de 20 MPa entre les essais avec des échantillons parallélépipédiques de 10mm de large et cylindriques de 220mm de diamètre, est notée. Mais l'analyse des modes de rupture, révèle une dépendance à la concentration de pyrite. Dans le cas des échantillons de 10mm, on aperçoit une très faible densité de pyrite contrairement aux échantillons de plus grande taille. Aussi, les essais sur les échantillons dans le sens perpendiculaire ne montrent pas de différence. Ceci nous pousse à conclure que la taille du VER estimée est correcte et qu'il n'y a pas un effet d'échelle.

Dans le cas des essais avec lubrification, la protection imperméabilisante n'a aucun effet sur le comportement du matériau, la porosité et le coefficient d'absorption très faible comparé au Travetino Crema, ne permet pas l'intrusion du lubrifiant et par suite sa fragilisation.

Les essais sur le Blanco ont révélé plusieurs aspects de la microstructure et leurs influences sur le comportement sous compression, le premier concerne la concentration de pyrite et son effet quand elle s'étend dans la direction parallèle à la compression. En effet, la répartition de la pyrite dans la veine n'est pas homogène, l'observation des différents faciès a montré différentes concentrations et différentes répartitions dans des échantillons provenant d'un même bloc. De ce fait, les CCU ne sont répétables que si on choisit une série d'échantillons présentant des veines identiques, parallèles à la direction de compression (voir VB'n), or pour la caractérisation de colonnes de soutien destinées à la construction on ne peut pas effectuer ce tri, il faut quantifier et lier la concentration et la répartition de ces inclusions à la réponse en compression dans cette direction.

Après l'analyse de la microstructure nous avons constaté que :
*Les inclusions de pyrite sont de différentes tailles et peuvent être présente entre les grains et dans les grains.
*Les grains de calcite étaient majoritairement élancés dans la direction horzontale par rapport au filon et par suite dans la direction des bandes.
*Les grains de calcite de petites tailles se présentent en groupement et la majorité des fissures intergranulaires sont présentes autour des grains de grande taille.

Ces différents essais ont montré que les échantillons avec des bandes de pyrites parallèles à la direction de compression se désolidarisent parfaitement et sans poussières suivant les bandes d'inclusions, autrement dit la fissuration est essentiellement intergranulaire. Dans cette direction la propagation des fissures a été facilitée par la présence des inclusions. Mais nous ne savons pas quel rôle a joué dans cette propagation les grains de calcite ; ni le mécanisme à l'origine de l'apparition de la fissure. **Aussi, l'influence de la morphologie des grains de calcite et la répartition des inclusions de pyrite sur l'évolution de l'endommagement dans la direction opposée sont inconnues.** Enfin, les valeurs de CCU ne nous renseignent pas quant à la rigidité de la matrice calcite dans les deux directions. Une analyse plus approfondie des micro-mécanismes d'endommagement, mais aussi de la répartition et de la géométrie des grains de calcite et de pyrite associée aux mesures des déformations (transversales et longitudinale), nous permettra de mieux comprendre l'évolution de l'endommagement et anticiper par la suite le comportement sous compression du Blanco de Macael.

3.6 Préparation au dispositif de mesure

Lors des deux campagnes d'essais précédentes, nous avons remarqué que les mesures de déformation axiales fournies par les deux machines de compression, présentent beaucoup d'erreurs induites par l'empilement des différentes pièces, comme la rotule, les plateaux…c'est pour cette raison que les courbes contraintes déformation n'ont pas été présentées dans ce chapitre.
Aussi, nous avons effectué des essais avec des jauges de déformation, comme nous avons pu le remarquer sur les figures 3.62 ou 3.61. Dans le cas du Travertino Crema, la forte porosité du matériau ne nous permettait pas d'effectuer un collage adéquat.

Dans le cas du Blanco la fissuration et la mise en tonneau du matériau provoquent un décollement précoce des jauges. Si on rajoute à ce problème le fait que la déformation de la calcite, (radiale et axiale) est microscopiquement hétérogène, les jauges fournissent parfois des résultats incohérents. En effet, les jauges utilisées et conseillées par les normes ont pour dimension : 4mm * 2mm, ce qui correspond parfois dans le cas du Blanco à la mesure de déformation de trois ou quatre grains, si en plus une fissuration décolle partiellement la jauge, les mesures deviennent aléatoires (à moins d'utiliser un grand nombre de jauges pour chaque essai). Vu le grand nombre d'essais futurs, cette solution n'est pas envisageable. Nous nous sommes retournés vers la mesure de la déformation axiale avec des capteurs LVDT (Solartron, ref : 971130-1/DP/5/S). Placée directement entre les deux plateaux de compression, la mesure du déplacement divisée par la hauteur de l'échantillon est ainsi représentative de la déformation globale de l'échantillon.
Aussi pour une précision plus accrue et pour éviter les erreurs de mesures que pourrait induire le mouvement de la rotule, nous avons placé trois capteurs LVDT à 120° pour la mesure de la déformation axiale (Figure 3.65). La déformation axiale est calculée à partir de la moyenne des mesures de déplacement des trois LVDT. Comme nous pouvons le remarquer sur le graphique 2.65, *deux capteurs LVDT ont été aussi placés pour la mesure de la déformation radiale.*

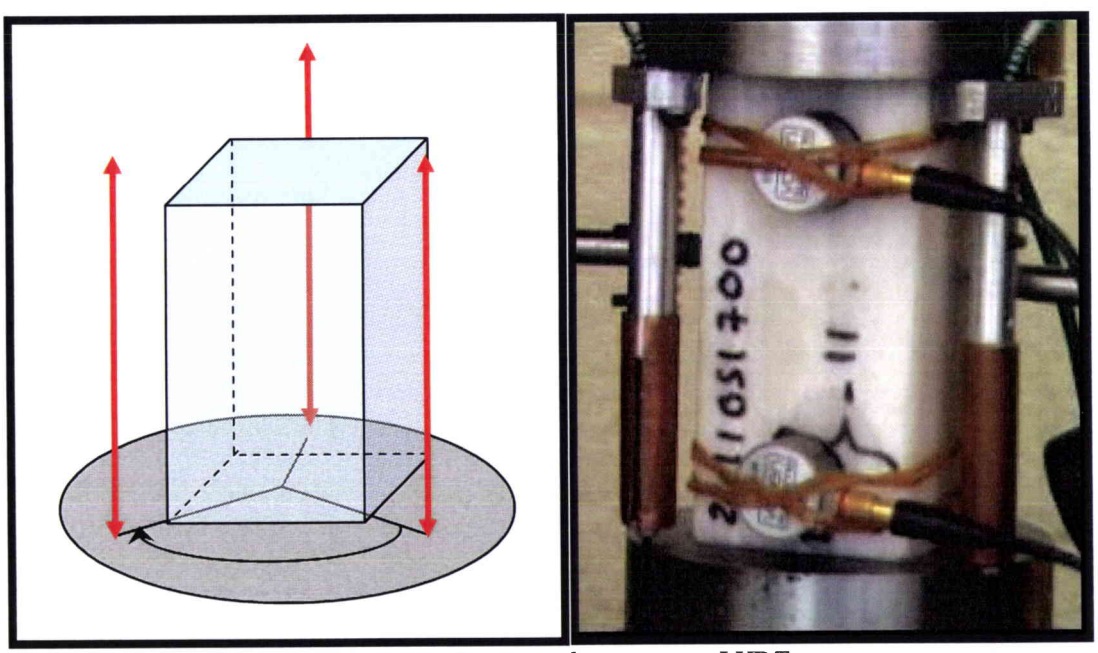


Figure 3.65 : Postions des capteurs LVDT

Aussi, le but de notre travail étant de définir la résistance en compression d'un marbre pour son utilisation dans le bâtiment, la contrainte admissible dans ce contexte correspond au début de la phase d'endommagement. Pour détecter la phase d'initiation de l'endommagement, en accord avec les industriels, nous avons opté pour la mesure acoustique. Comme nous pouvons le remarquer sur la Figure 3.65 ci dessus et la Figure 3.58 vue précédemment, deux capteurs acoustiques ont été placés sur les faces de quelques échantillons.

Ces premiers essais nous ont permis d'étalonner, de calibrer et d'optimiser l'utilisation de ce dispositif expérimentale pour les essais de compression futurs, mais aussi de vérifier la synchronisation entre les mesures de déformations et les mesures acoustiques. Nous expliquerons plus en détail la méthode de mesure dans le chapitre 5.

3.7 Comparaison entre le Travertino Crema et le Blanco de Macael :

Nous rappelons que l'objectif de ces essais est de définir les conditions d'essais optimales permettant de mesurer la CCU propre aux matériaux. Ainsi, une comparaison entre les CCU du Travertino Crema et du Blanco de Macael et le choix d'une classe de marbre, pourront être effectués.
Comme pour le Blanco de Macael avec des bandes de pyrite parallèles à la direction de compression les valeurs de CCU sont directement liées à la répartition et la concentration hétérogène dans le filon des inclusions minérales, on ne peut comparer que les deux marbres pris dans la direction 90°. (direction la plus résistante aussi préconisée par les normes)
Dans le cas du Travertino Crema nous avons mesuré la déformation axiale pour les éprouvettes A, B et C avec une porosité perpendiculaire à la direction de compression et en condition lubrifiée avec protection imperméabilisante (voir Tableau 3.22). Les courbes contrainte/déformation sont présentés dans la Figure 3.66.

Echantillons de Travertino Crema extraits dans la direction 90° (avec lubrification et protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Porosité apparente (%)	Hauteur (en mm)	Diamètre (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
A	3,2%	100	50	38	2	OUI
B	4,0%	100	50	37	2	OUI
C	4,0%	100	50	35	2	OUI

Tableau 3.22 :Résultats des essais en condition lubrifiée et avec protection imperméabilisante

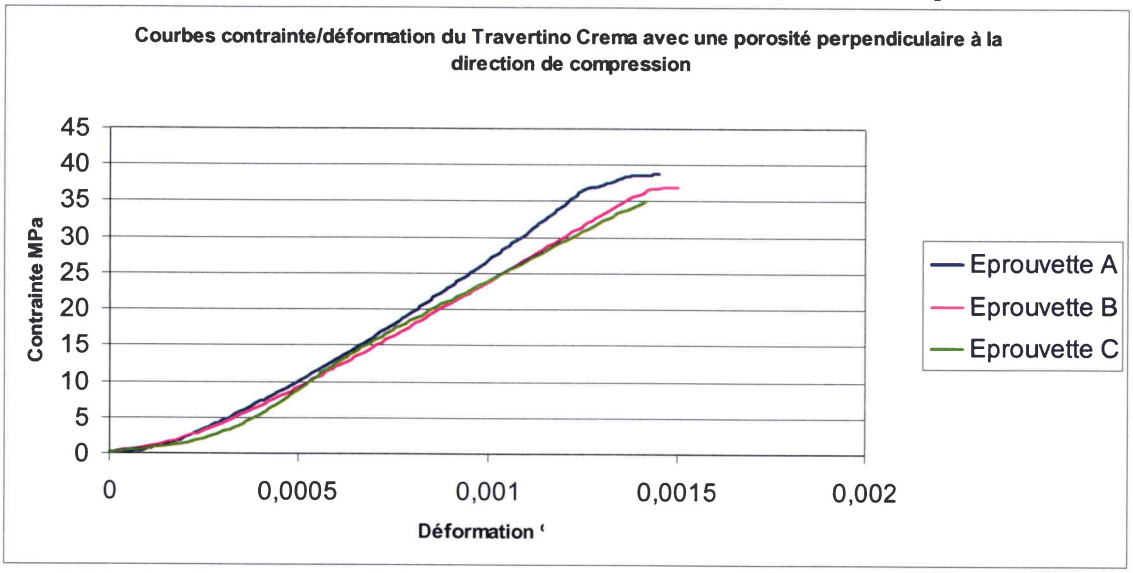


Figure 3.66 : Courbes contrainte/déformation du Travertino Crema avec une porosité perpendiculaire à la direction de compression.

Dans le cas du Travertino Crema, on distingue la première phase concave (0-7MPa, 0-0,00045) de fermeture des fissures et par suite la rigidification du matériau et un comportement élastique jusqu'à 30MPa où les fissures macroscopiques commencent à apparaître.
Grâce à ces courbes, nous avons pu mesurer le module de Young du matériau dans cette direction, pour ce faire nous avons utilisé la méthode de régression linéaire [Eberhardt 1999], pour les tronçons entre 8 et 20MPa soit à la fin de la phase de fermeture des fissures et avant le début de la fissuration microscopique. Aussi, nous avons calculé la déformation maximale admissible par le Travertino. Les résultats sont présentés ci dessous.

	E (GPa)	Déformation axiale max
Eprouvette A	31,475	0,00145
Eprouvette B	28,991	0,00150
Eprouvette C	29,999	0,00142
Moyenne	**30,155**	**0,00146**

Tableau 3.23 : Module de Young et déformation max du Travertino Crema(90°)

Dans le cas du Blanco de Macael, les mesures de déformation avec les capteurs LVDT ont été réalisées sur trois échantillons. (Voir Tableau 3.24).

Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression (avec lubrification et sans protection imperméabilisante)						
V2'as	parallélépipédique	100	50	68	2	OUI
Essais sur le Blanco avec moyenne concentration de bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression (avec lubrification et protection imperméabilisante)						
Eprouvette	Géométrie	Hauteur (en mm)	Largeur (en mm)	Contrainte max (en Mpa)	Elancement	Rupture
V1'aa	parallélépipédique	100	50	70	2	OUI
V2'aa	parallélépipédique	100	50	75	2	OUI

Tableau 3.24 :Comparatifs des essais avec protection et sans protection imperméabilisante.

Quand on regarde les courbes contrainte/déformation du Blanco de Macael extrait dans la direction 0°, on remarque que la phase linéaire élastique débute directement à 0MPa jusqu'à 60MPa où les fissures macroscopiques commencent à apparaître sur la surface de l'échantillon.
De la même manière que pour le Travertino Crema, nous avons calculé la déformation axiale moyenne, et le module de Young moyen pour les tronçons linéaires des courbes contrainte/déformation entre 10 et 40MPa. **Le choix des intervalles a été possible grâce aux essais acoustiques qui seront présentées dans le chapitre 4.**

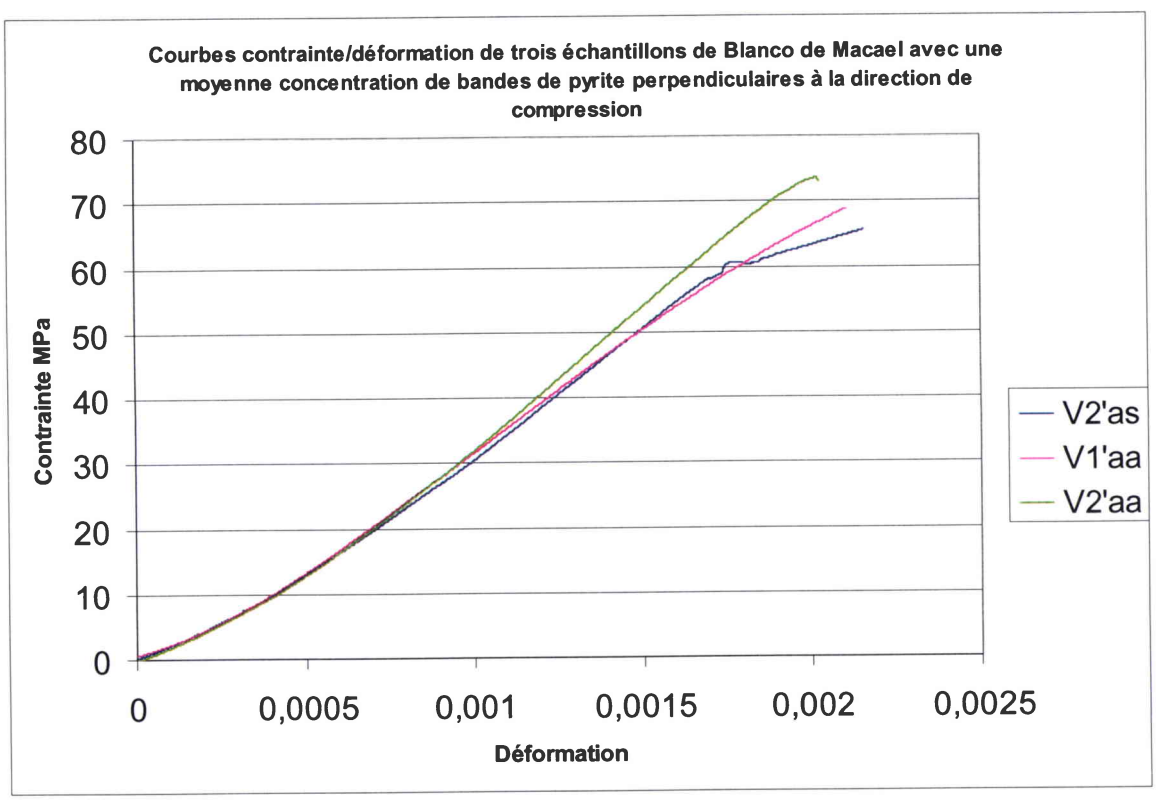


Figure 3.67 : Courbes contrainte/déformation du Blanco de Macael avec des bandes de pyrite perpendiculaires à la direction de compression.

	E (Gpa)	Déformation axiale max
V2'as	36,679	0,002243
V1'aa	35,851	0,002240
V2'aa	39,998	0,002219
Moyenne	**37,5093333**	**0,002234**

Tableau 3.25: Module de Young et déformation max du Blanco de Macael (90°)

Les premières analyses de la microstructure et de la porosité ont montré un faible volume de vide dans le Blanco ; l'absence de concavité au début de la courbe contrainte déformation confirme ces hypothèses. Aussi pour confirmer ces hypothèses mais aussi valider notre dispositif de mesure, nous avons réalisé des essais avec des capteurs LVDT en condition lubrifiée (avec et sans protection) sur deux échantillons cylindriques de 50mm de diamètre et un élancement de 2 sur une autre machine (Figure 3.69) de compression de 50KN guidée en déplacement à l'Ecole Nationale Supérieur des Arts et Métiers à Metz (ENSAM). Le graphique 2.68 présente une comparaison entre les courbes mesurées sur la machine de compression à l'ENSAM (1, 2) et la courbe moyenne des essais effectués sur la machine de 250KN.

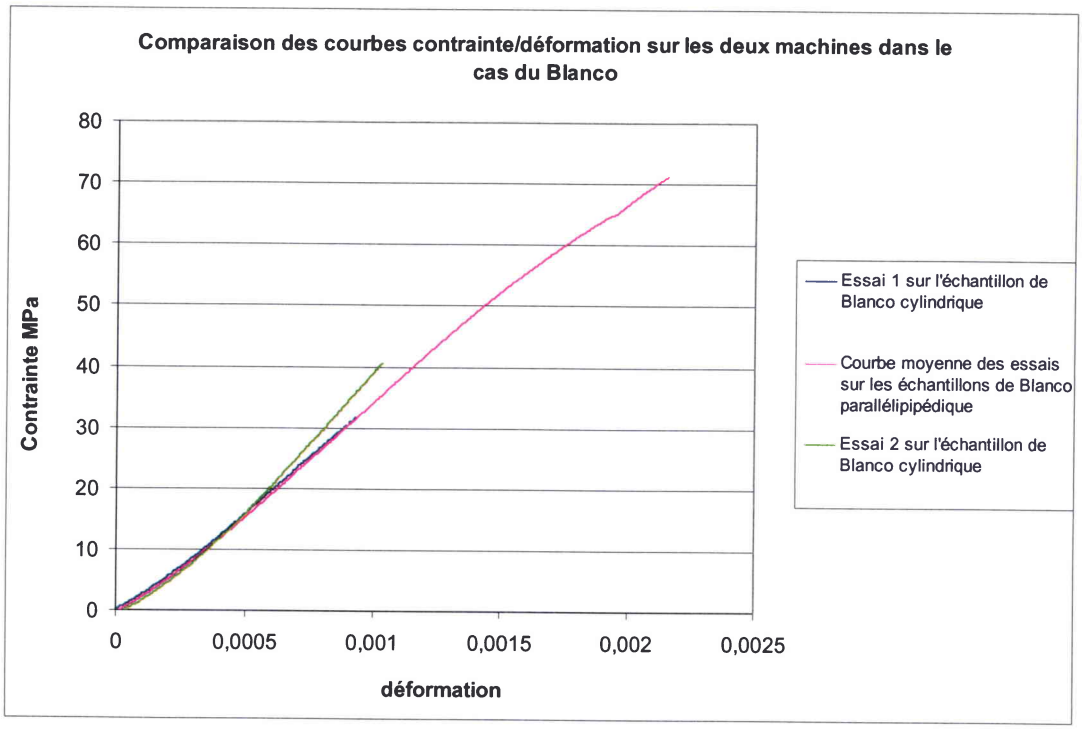


Figure 3.68: Courbes comparatives entre les échantillons cylindriques et parallélépipédiques.

Suite aux essais de compression sur une machine différente et des échantillons cylindriques, les courbes contrainte/déformation présentent approximativement la même allure.

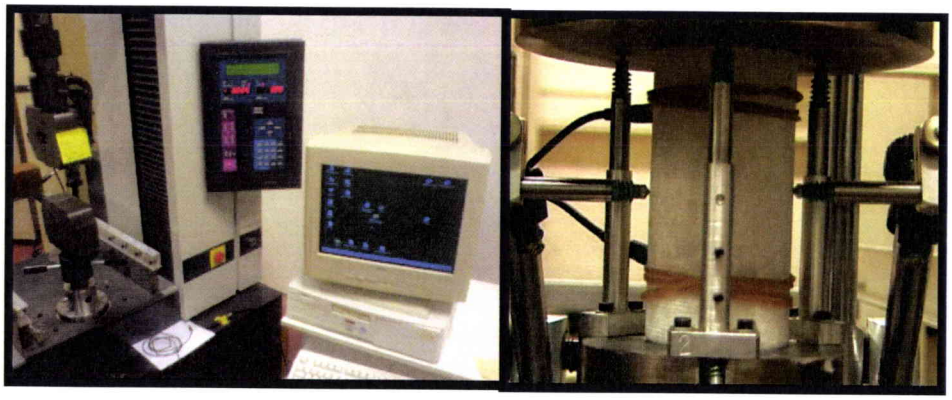


Figure 3.69 : Dispositif expérimental utilisé sur la machine de 50KN de l'ENSAM.

Si on compare maintenant les deux marbres (Blanco et Crema), on note que le Travertino Crema dans cette direction d'extraction, présente une valeur moyenne de CCU de 39MPa en conditions lubrifiées et environ 46MPa en conditions frettées, alors que pour le Blanco de Macael, la CCU est de 70MPa dans les deux cas. Aussi, la déformation maximale admissible pour le Blanco est supérieure de 35% au Travertino Crema. (voir graphique 3.70).

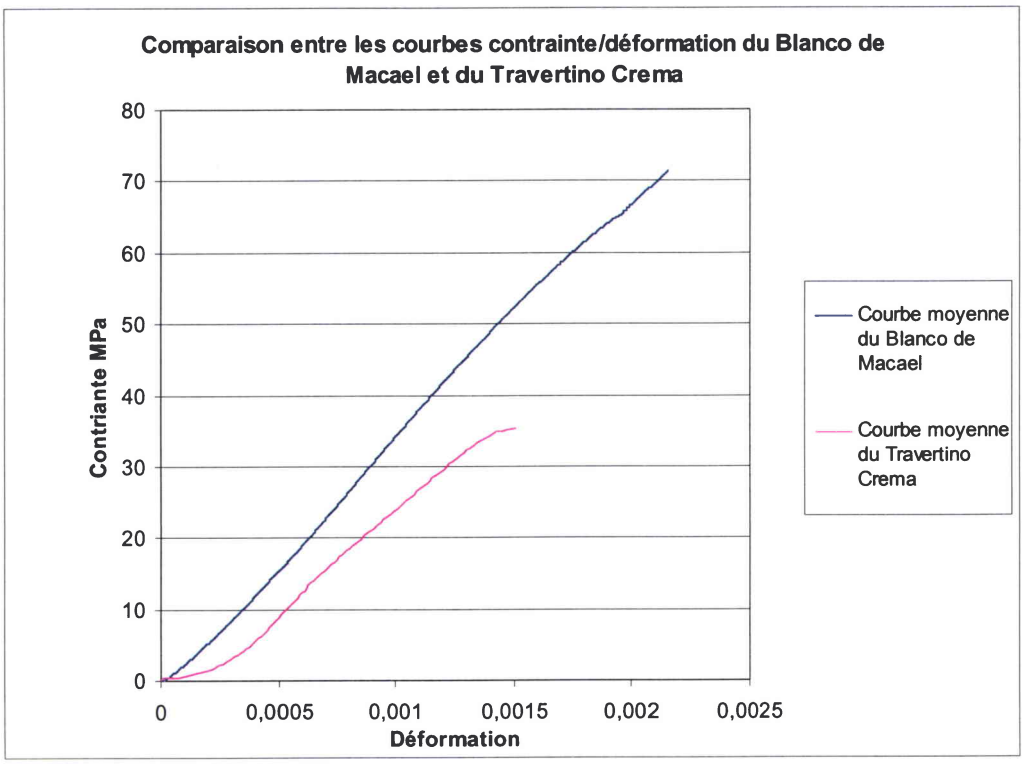


Figure 3.70 : Courbes comparatives entre le Blanco de Macael et le Travertino Crema, extraits dans la direction 90°.

A la vue de ces résultats nous avons pris la décision avec le CTAP de concentrer notre étude sur le niveau de Blanco de Macael avec une moyenne concentration de pyrite.

3.8 Conclusion du chapitre 3

Grâce à la campagne sur le Travertino nous avons pu définir les modes de ruptures caractéristiques, l'élancement optimum et les conditions de lubrification permettant de réaliser des essais où la réponse en compression du matériau est intrinsèque. Aussi en faisant varier l'élancement dans le cas des essais frettés nous avons pu définir différentes configurations de colonnes de soutien suivant leurs résistances respectives et l'orientation de la porosité.
La mesure de la déformation axiale dans le cas des échantillons présentant une porosité homogène perpendiculaire à la direction de compression nous a permis de définir le module de Young du matériau et la déformation maximale admissible.
Le comportement du Travertino Crema est typique des roches poreuses, à savoir sous compression uniaxiale le matériau subit une rigidification suite à la fermeture des fissures perpendiculaires à la direction de compression suivie d'une phase élastique linéaire jusqu'à l'initiation de l'endommagement. Une fois les fissures ouvertes, ces dernières se propagent suivant la direction de compression, et elles coalescent pour former la rupture macroscopique finale. Cette rupture est toujours brusque caractéristique des matériaux fragiles.

Dans le cas du Blanco de Macael, les différents essais effectués nous ont permis de confirmer la taille du VER (probablement supérieure au VER réel) et de définir un élancement optimum. Ces essais nous ont aussi permis de calculer la déformation axiale maximale, le module de Young et la CCU dans le cas des bandes minérales perpendiculaires à la direction de compression.
Aussi, les modes de ruptures et l'observation des faciès ont révélé une forte influence de l'orientation de la concentration et de la répartition des grains de pyrite (qui se sont révélées hétérogènes dans le même niveau) sur le comportement mécanique
Cette campagne d'essais a aussi soulevé une interrogation quant à l'influence des grains calciques sur le comportement mécanique. Enfin une comparaison et un choix en fonction des résistances respectives à une charge en compression uniaxiale entre ces deux marbres ont été réalisés.

4. Etude de la microstructure

Table des matières

4. Etude de la microstructure 176
Introduction.....177
4.1. Analyse de l'architecture interne du niveau de Blanco de Macael veiné : 178
4.1.1 Traitement d'image et analyse statistique de la morphologie des grains de Blanco veiné :... 182
4.1.2 Résultats de l'analyse des lamelles extraites dans la direction 90° : 195
4.1.2.1 Analyse de la répartition et de la morphologie des grains de calcite dans la direction 90°: 196
4.1.2.2 Analyse de la répartition et de la morphologie des inclusions de pyrite dans la direction de la veine: 200
4.1.3 Analyse statistique de la microstructure dans la direction 0°: 205
4.2Analyse Cristallographique 213
4.3 Conclusions du chapitre 4 225

Introduction

Nous présentons dans ce chapitre, une étude détaillée de l'architecture interne (analyse statistique, analyse de défauts, texture cristallographique) représentative du marbre extrait du **niveau** (pas d'une zone) **de Blanco de Macael veiné**. L'objectif de cette étude est de définir les caractéristiques de la microstructure des marbres du niveau de Blanco veiné. Grâce à une estimation statistique des différents paramètres liés à la morphologie du grain calcique et les inclusions pyrique, un modèle peut être définis. Ce modèle sera dans le futur adopté dans la simulation numérique.

4.1. Analyse de l'architecture interne du niveau de Blanco de Macael veiné :

Comme nous pouvons le remarquer dans la figure 4.1, dans la même veine de la carrière étudiée, nous distinguons plusieurs niveaux d'hétérogénéités de marbre (en haut un niveau gris très hétérogène, en bas un niveau localement pur et au milieu un niveau veiné présentant globalement la même concentration de bandes grises pyrique). Aussi, quelques inclusions minérales minoritaires, autres que la pyrite, apparaissent localement dans quelques zones de la veine.



Figure 4.1 : Photo d'une zone du filon de marbre étudiée.

Dans le chapitre 2 traitant de l'analyse de la microstructure, nous avons étudié deux blocs de deux niveaux de la veine de Blanco : un dans le niveau de Blanco pur, (rare dans le complexe) et un deuxième dans le niveau veiné, (beaucoup plus abondant). Les deux blocs analysés étant presque à la même altitude, la même distribution de morphologie de grains a été constatée pour ces deux marbres.

Dans le chapitre 3, l'étude des conditions d'essais et les premiers essais de caractérisation ont été effectués, en accord avec le CTAP, sur des échantillons provenant du même bloc de Blanco de Macael que celui étudié lors de l'analyse de la microstructure (chapitre 2).

Nous rappelons les conclusions déduites des études (**1** et **2**) précédentes concernant ce marbre :

1) Dans le chapitre 2, nous avons établi, à partir de l'analyse « surfacique » de la morphologie des grains de deux échantillons la distribution statistique de la morphologie des grains calciques. Aussi, les observations au microscope nous ont permis de définir que dans ce bloc du niveau :

*30% des grains observés dans les deux directions d'extraction présentent des macles.
*les inclusions de pyrite sont réparties en bandes et représentent 4% de la surface totale des bandes pyriques observées.
*la fraction de vide représente 0,5% des surfaces observés
*les fissures intergranulaires approchent la taille des grains de grandes taille et les fissures intragranulaires sont de l'ordre de quelques dizaines de micromètres.

Ces conclusions ont été annoncées avec une certaine réserve, parce que le nombre d'échantillons et la surface totale observée, paraissent insuffisants pour caractériser tout le niveau de Blanco. Par contre, ces analyses sont satisfaisantes pour caractériser le périmètre représenté par chaque bloc, extrait respectivement, du niveau pur et veiné.

2) Les essais de compression présentés au chapitre 3, sur des échantillons de Blanco veiné, nous ont permis de mettre en évidence l'impact de la distribution des inclusions de pyrite sur la rupture. Aussi, l'observation des différents faciès a révélé que ces hétérogénéités minérales peuvent être réparties sur des bandes de différentes épaisseurs et largeurs. A ce sujet, nous avons indiqué qu'une étude statistique sur la répartition des inclusions de pyrite doit être effectuée.

Dans le but de comprendre et de vérifier les différentes conclusions concernant l'architecture interne du Blanco de Macael veiné, nous avons procédé à une analyse représentative de ce niveau.

Pour ce faire, nous avons extrait de neuf blocs, à différents endroits, balayant quelques centaines de mètres en largeur et une dizaine de mètres en hauteur du même niveau, quatre échantillons. De chacun de ces blocs nous avons extrait 2 échantillons parallélépipédiques 5*10cm et 2 cylindriques 5*10cm (voir figure 4.2 et tableau 4.1).

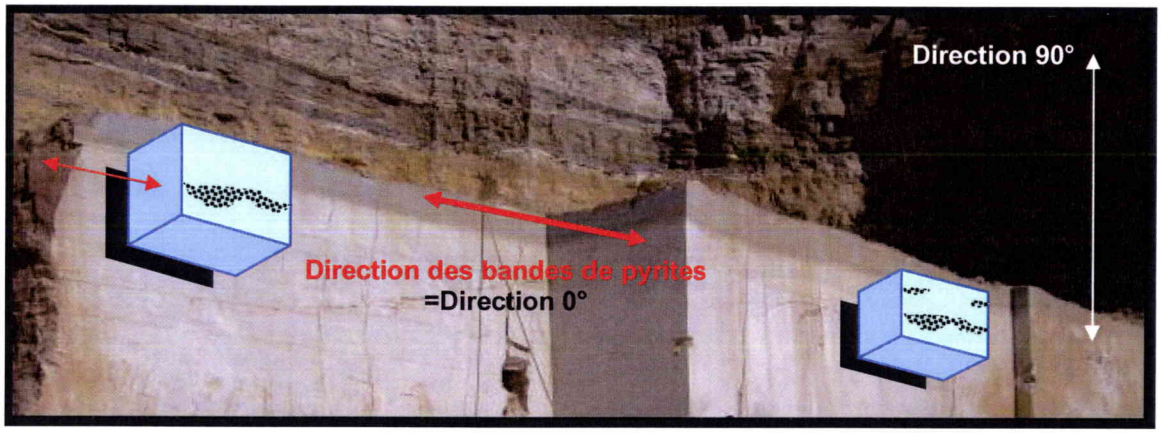


Figure 4.2 : Représentation de deux blocs du niveau de Blanco veiné.

	Echantillons parallélépipédiques		Echantillons cylindriques		
N° Blocs	90°	0°	90°	0°	45°
1	2	0	0	1	1
2	1	1	1	0	1
3	2	0	0	1	1
4	2	0	0	1	1
5	2	0	0	1	1
6	1	1	1	0	1
7	1	1	1	0	1
8	2	0	0	1	1
9	1	1	1	0	1

Tableau 4.1 : Tableau récapitulatif de la géométrie et de la direction d'extraction des échantillons de Blanco de Macael veiné.

Au total, nous avons extrait quatorze échantillons parallélépipédiques pris dans la direction 0°, et quatre échantillons parallélépipédiques dans la direction opposée.

Pour les échantillons **cylindriques**, **cinq** échantillons représentent la direction 0° parallèle à la direction des bandes minérales, **quatre** la direction 90°, et **neuf** spécimens cylindriques ont été extraits à 45°.

Nous avons, par la suite, pris de chacun des neuf blocs, un échantillon parallélépipédique, pris à 90°. Ces échantillons ont été découpés en dix « lamelles » (cinq lamelles dans chaque direction, voir figure 4.3). Les lamelles obtenues sont destinées à l'analyse de l'architecture interne. Le reste des échantillons, parallélépipédiques et cylindriques, sont destinés aux essais de compression.

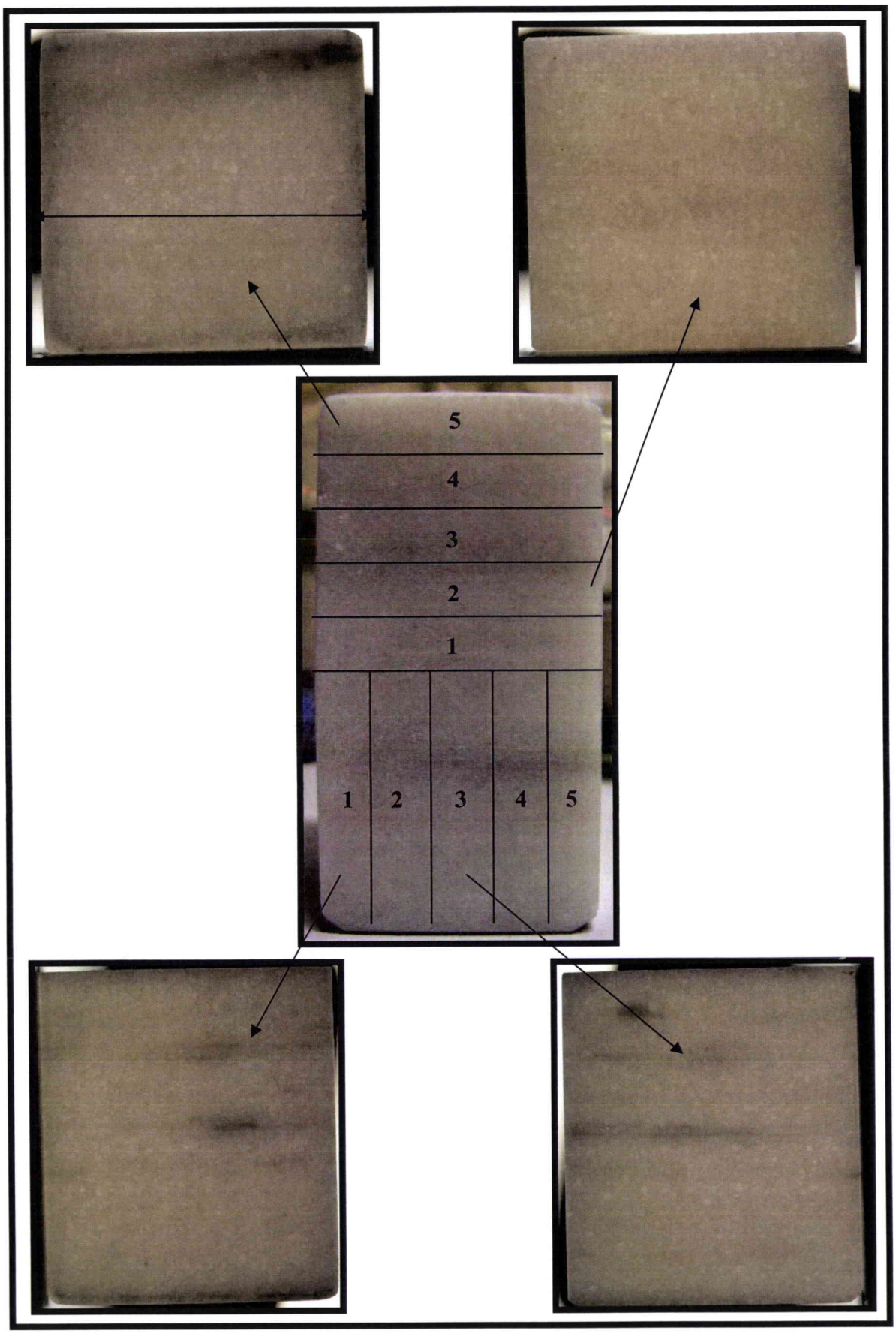


Figure 4.3 : Schéma de la position des lamelles observées.

Nous avons aussi découpé quelques lamelles, des différents morceaux des échantillons rompus (figure 4.3) ou seulement fissurés (figure 4.4), après essai, pour affiner notre analyse statistique de la morphologie des grains, mais aussi pour étudier la fissuration.

Ajoutée aux analyses effectuées au chapitre 2 sur un bloc de ce niveau « veiné », l'analyse statistique de la morphologie des grains et des grains de pyrite, devient ainsi représentative de tout le niveau de Blanco de Macael veiné.

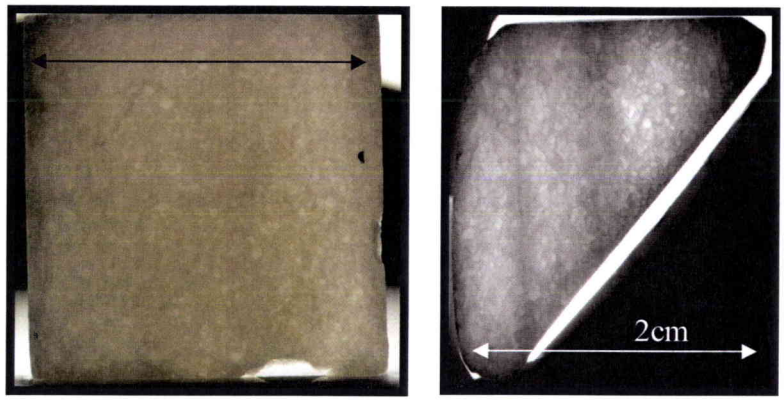


Figure 4.3 : Photos de lamelles extraites de divers échantillons rompus.

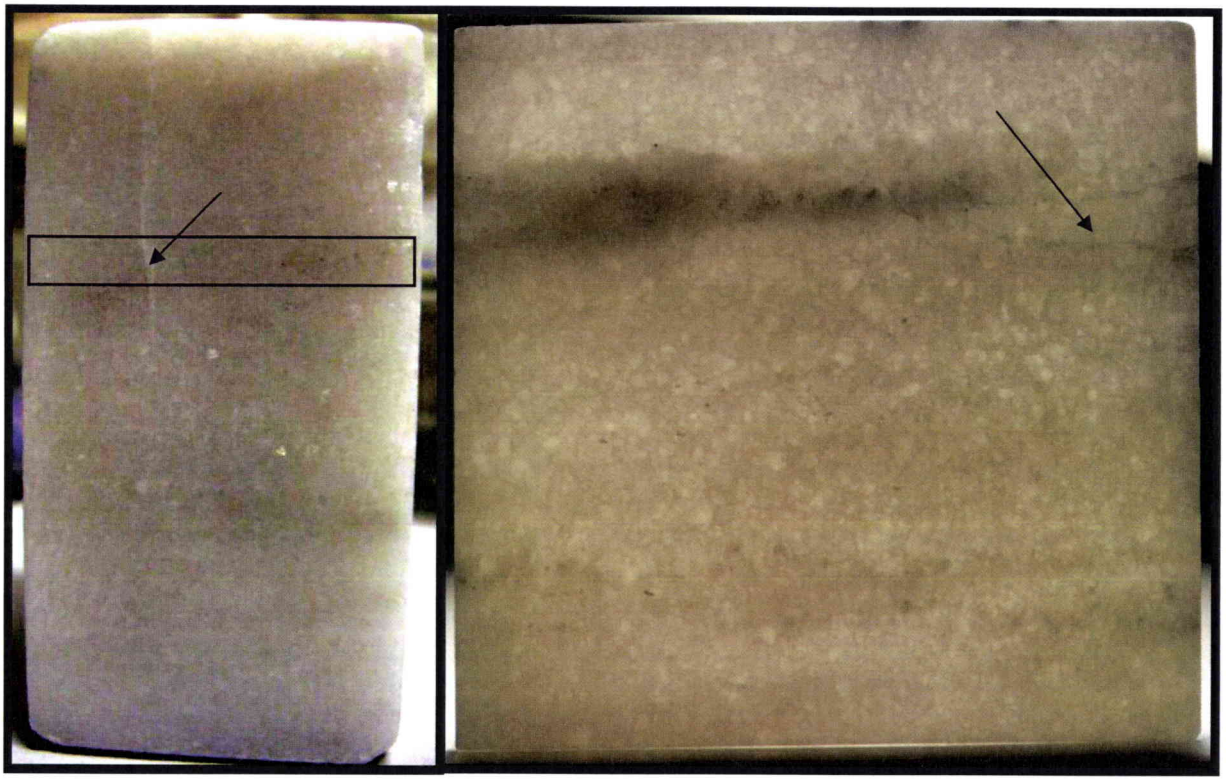


Figure 4.4 : photos de l'échantillon fissuré après essai à gauche, à droite photo d'une lamelle extraite au niveau de la fissure désignée par la flèche.

Pour l'analyse de ce niveau de Blanco de Macael, nous avons observé, au total, les deux faces d'une centaine de lamelles (5cm²) prises à différents endroits de la veine.

Par contre, la détection des joints de grains, n'est jamais possible sur toute la surface de la lamelle, en effet quelques zones sont inexploitables. Comme nous allons l'expliquer dans ce qui suit, la procédure d'analyse d'image présente beaucoup de difficultés.

4.1.1 Traitement d'image et analyse statistique de la morphologie des grains de Blanco veiné :

De la même façon que pour l'analyse du Blanco de Macael exposée dans le chapitre 2, les différents échantillons ont été exposés à une lumière blanche, puis photographiée. Nous expliquons dans ce qui suit la procédure d'analyse d'image, nous permettant d'identifier les grains et le réseau de joints de grains. La figure 4.5a présente une image « brute » acquise par l'appareil photo.

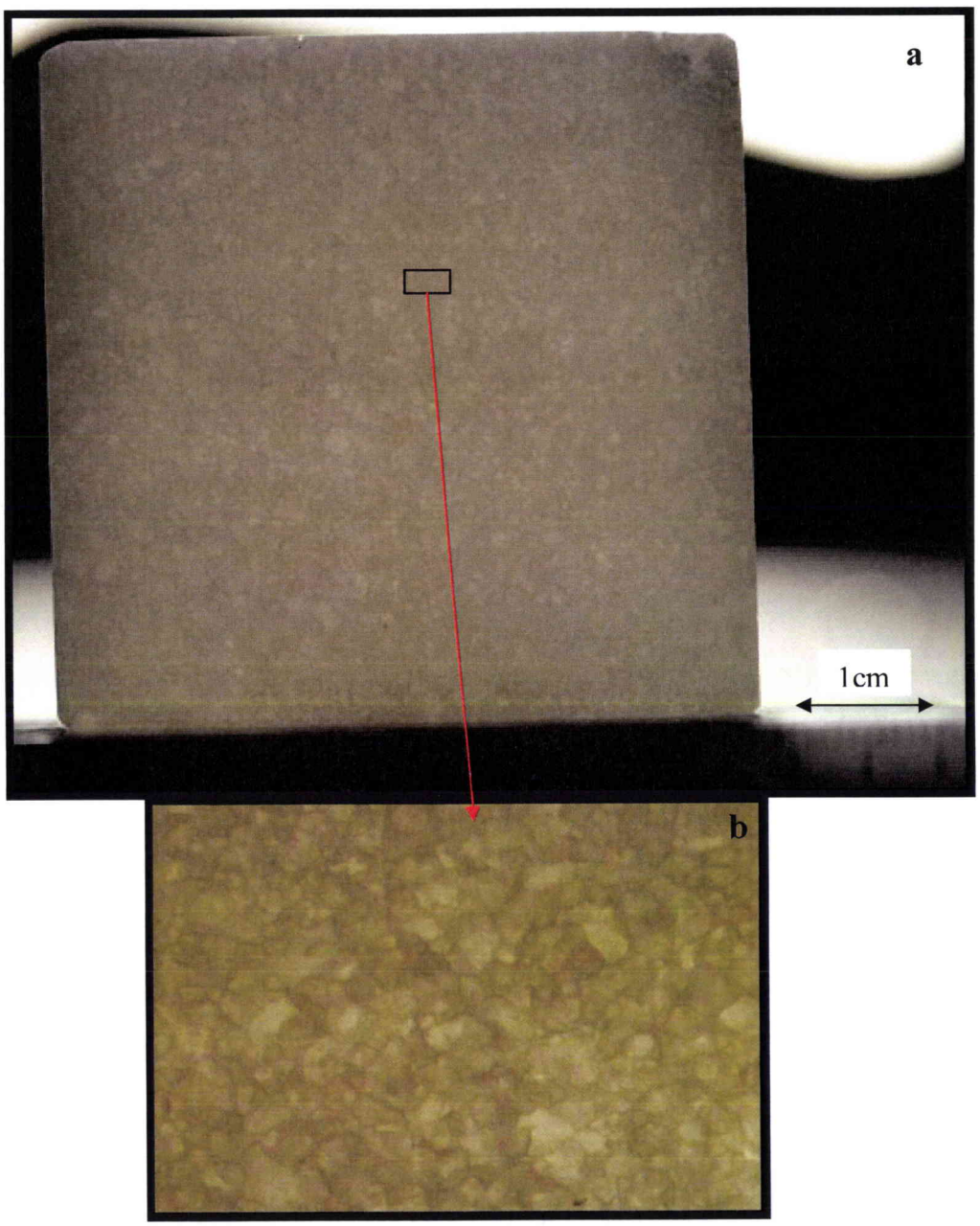


Figure 4.5 : Photos d'une lamelle de Blanco de Macael veiné prise avec un objectif ef-s 60mm macro (Canon), et un Reflex Canon 450D.

La figure 4.5b permet de se rendre compte de la qualité de l'image acquise. Comme nous pouvons le voir, les grains sont déjà nettement visibles, sans aucun traitement. Les photos sont toutes prises au même angle, avec le même réglage de la lumière. Cette procédure est répétée de la même manière sur toutes les lamelles. Comme les échantillons de ce niveau présentent des bandes de pyrite, de concentration variable, (voir figures 4.2, 4.3, 4.4, et 4.5) quelques zones apparaissent opaques, et par suite, inexploitables, (voir zones entourées figure 4.6). Pour mettre en évidence le réseau de joints

de grains, la première procédure de traitement consiste en l'optimisation de l'histogramme des couleurs, (contraste, la luminosité, le gamma) (figure 4.6a) suivie d'un passage en niveaux de gris (figure 4.6b). L'image obtenue est encore traitée une deuxième fois au niveau du contraste, de la luminosité et le gamma (figure 4.6c).

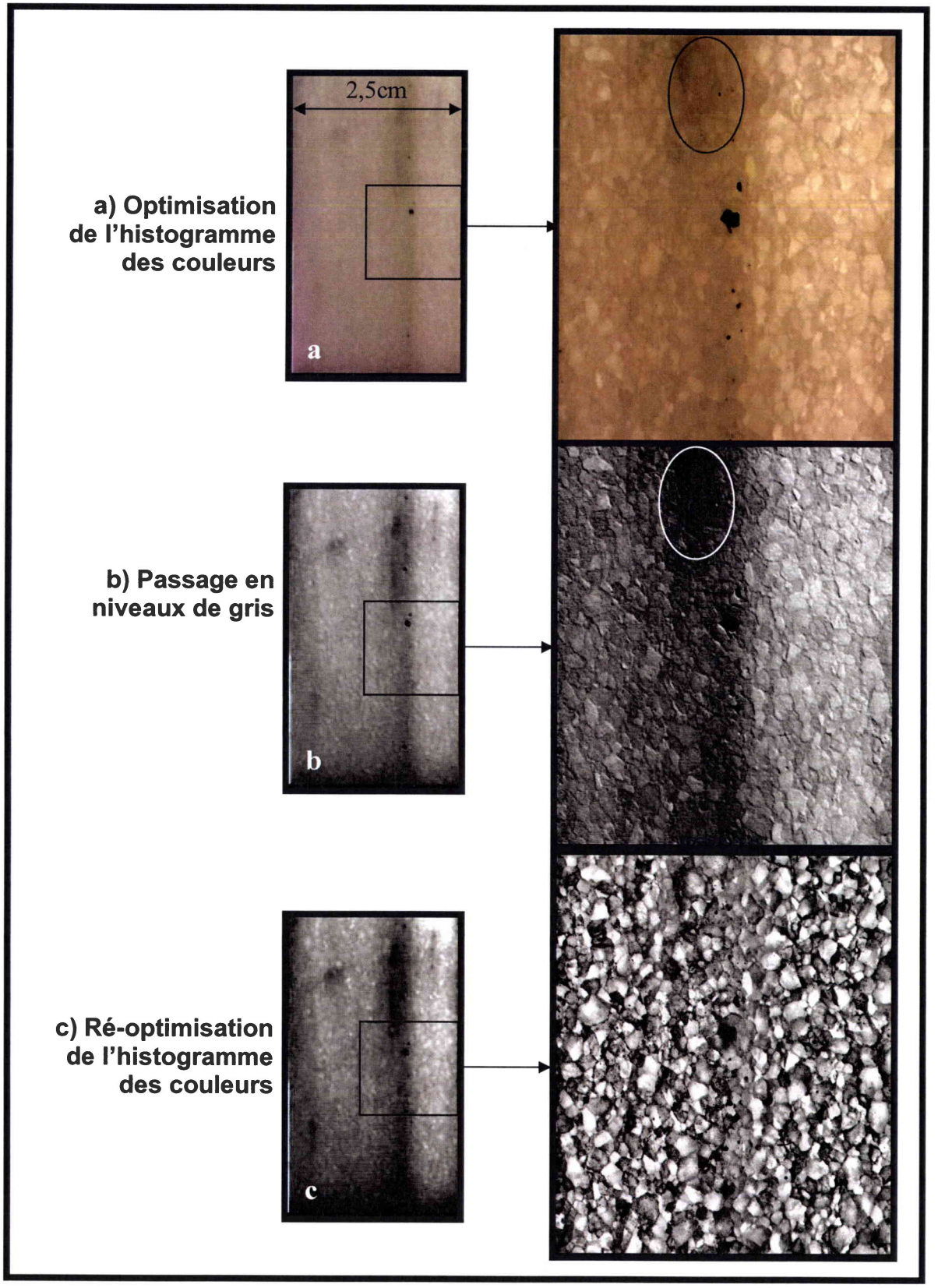


Figure 4.6 : Les étapes de la deuxième procédure de traitement d'image.

L'objectif de ce premier traitement est de faire apparaître le réseau de joints de grains, en accentuant le contraste entre les grains. Ainsi, nous obtenons des grains dans différents tons de gris. La difficulté réside maintenant dans la distinction du réseau du joint de grain par la détection des contours.

Malgré des joints nettement repérables à l'œil (figure 4.6c), à ce stade du traitement, l'application d'un filtre de détection de contours (Prewitt, Sobel, Canny ...) donne des résultats inexploitables. Ceci est dû principalement aux différences de niveaux de gris à l'intérieur même des grains (figure 4.6c).

Dans ces conditions, nous passons à un deuxième traitement qui consiste en une égalisation des teintes, comme décrit dans la figure 4.7. Ainsi, chaque grain présente une unique teinte de gris.

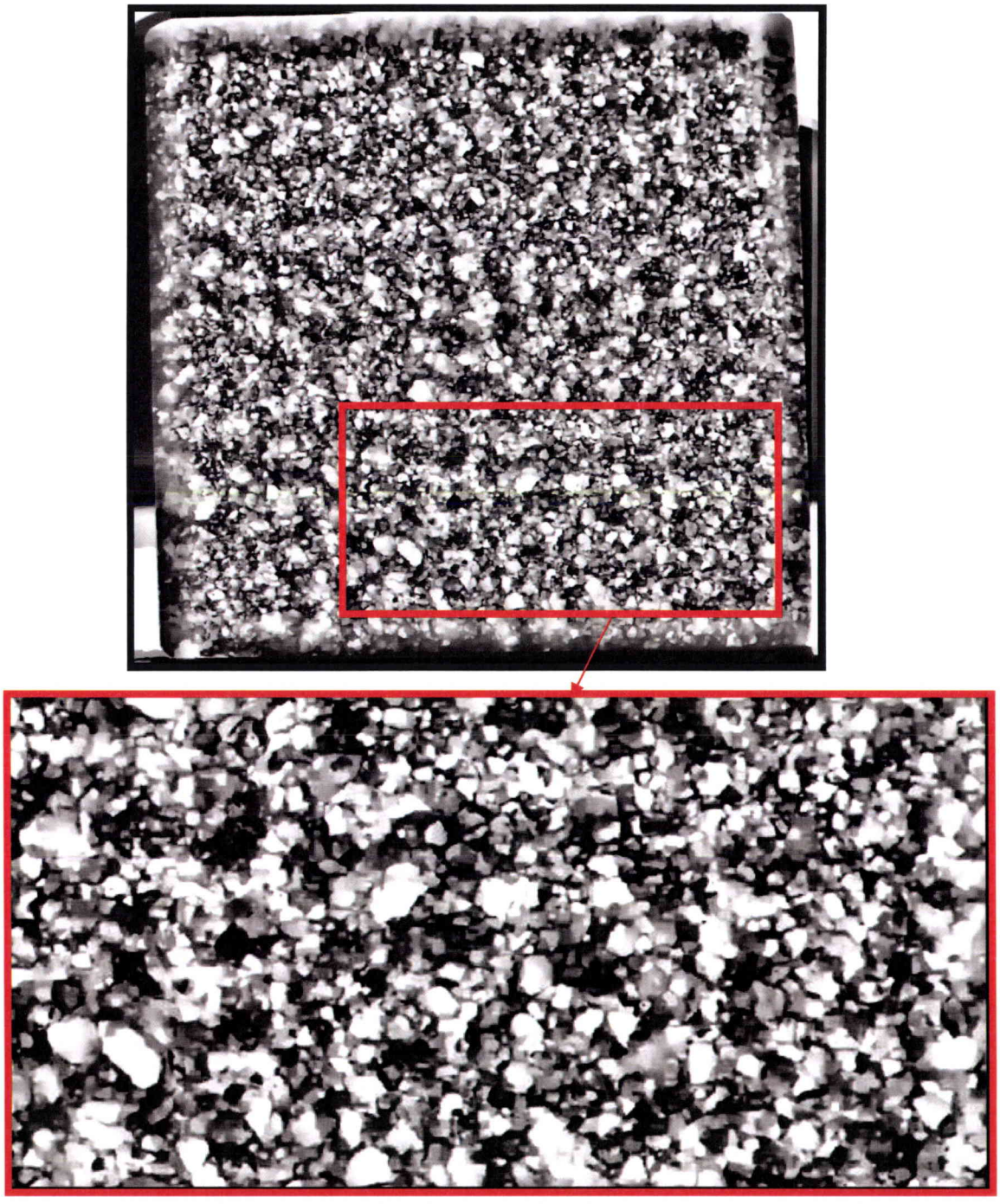


Figure 4.7 : Traitement de couleur par égalisation des niveaux de gris.

Le problème est que, même avec ce traitement, la détection de contours n'est pas suffisante, comme nous pouvons le constater sur la figure 4.8, où nous voyons le résultat de la meilleure détection de contours (figure 4.8A) proposée par Photoshop®. En effet, nous avons essayé d'autres logiciels et différents filtres, le résultat final nécessite toujours un traitement supplémentaire du contraste, pour distinguer clairement le réseau de joints de grain (figure 4.8B).

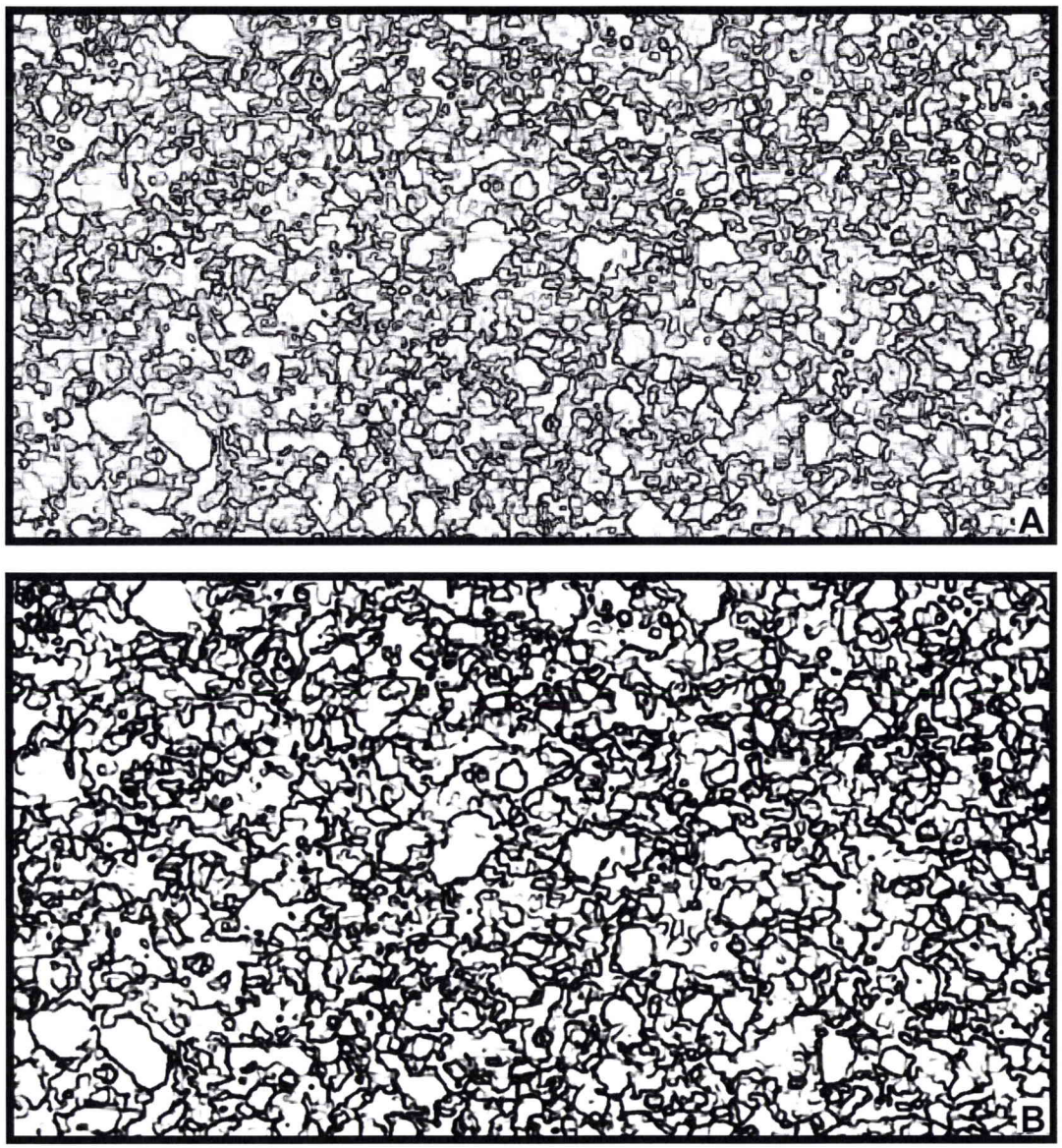


Figure 4.8 : A) Résultat de la détection de contours de l'image de la figure 4.7, par Photoshop®. B) Résultat du traitement de l'image A.

Malgré que les contours de plusieurs grains soient facilement détectables et visibles à l'œil (voir figure 4.6, 4.7, 4.9), après différents essais de divers traitements (voir exemple de traitement différent figure 4.9), et de nombreux filtres de détection de contours, il s'avère qu'un traitement manuel complémentaire est inévitable (figure 4.8).

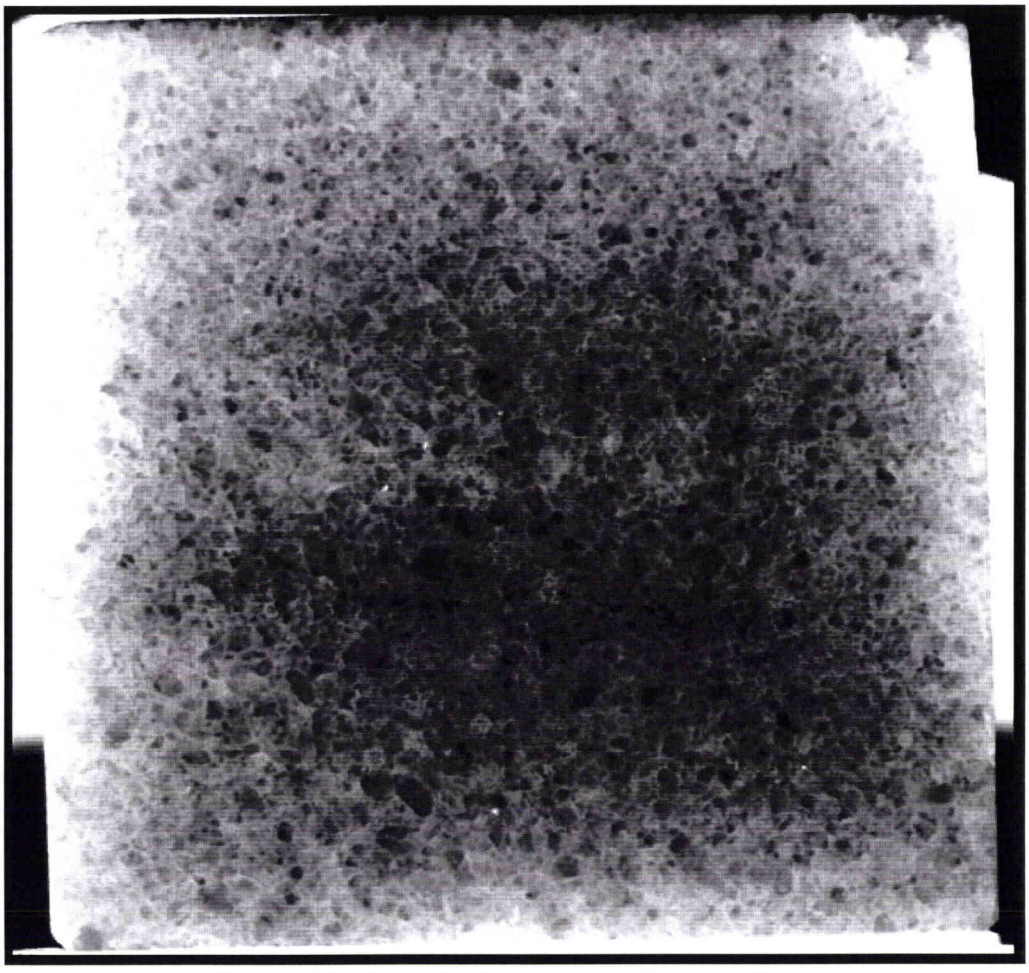


Figure 4.9 : Exemple de traitement d'image effectué.

En conclusion, pour obtenir le réseau de joint de grains, nous effectuons, pour chaque face d'une lamelle, les traitements vus dans les figures 4.6 et 4.7. Par la suite, nous exécutons la détection de contours (Figure 4.8), et nous traitons manuellement cette image, représentant les contours, pour obtenir le calque des joints de grains (Figure 4.10).

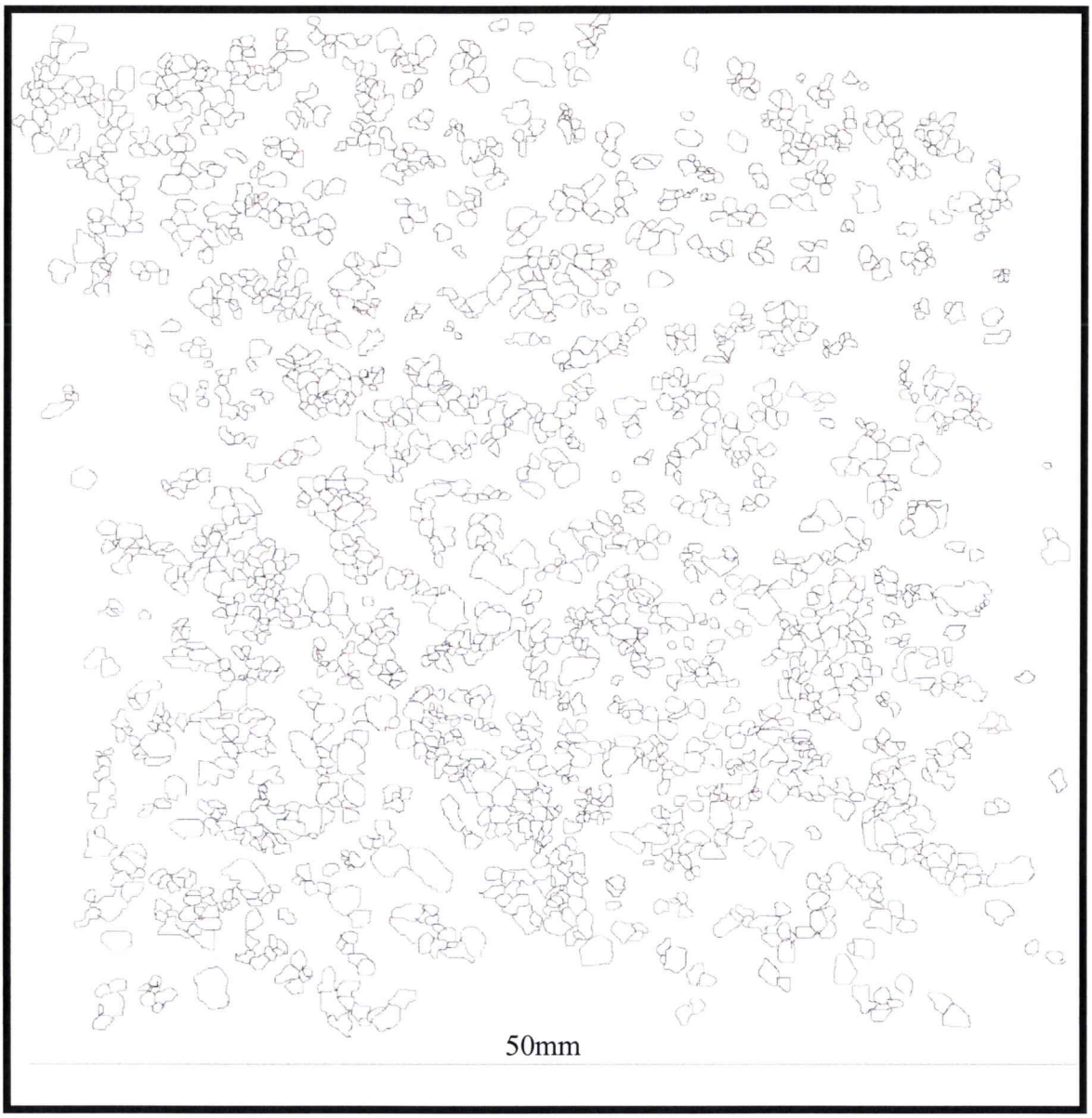


Figure 4.10 : Calque du réseau de joint de grain obtenu après traitement manuel de la détection de contours automatique.

Une fois le calque du réseau de joints de grains obtenue (figure 4.10), nous la superposons sur l'image, ayant subie le premier traitement, afin de vérifier les résultats obtenus (figure 4.11). Il est clair que par cette méthode le réseau de joints de grains ne peut être détecté sur la totalité de la surface observée, néanmoins le nombre de grains identifiés sur chaque face est statistiquement satisfaisant.



Figure 4.11 : Vérification des résultats par superposition du calque et de l'image traitée.

Pour la définition des différentes caractéristiques des grains, nous procédons de la manière suivante : une fois l'image des joints de grains obtenue, l'image est par la suite traitée sur le logiciel Aphelion ADCIS ®. La macro créée en collaboration avec M.Germain (Maître de Conférence au LETAM), identifie tout d'abord les grains puis sépare les grains connexes en utilisant une segmentation par la ligne de partage des eaux [Serra 1998].
Les grains identifiés sont par la suite labellisés, afin d'identifier les pixels les constituant. Ainsi, nous pouvons calculer toutes les caractéristiques géométriques de chaque grain : coordonnées de leur de centre de gravité, taille et paramètres de l'ellipse caractéristique, son grand axe, petit axe, orientation…. Les détails des calculs de ces différents paramètres sont disponibles dans la documentation d'Aphelion®.

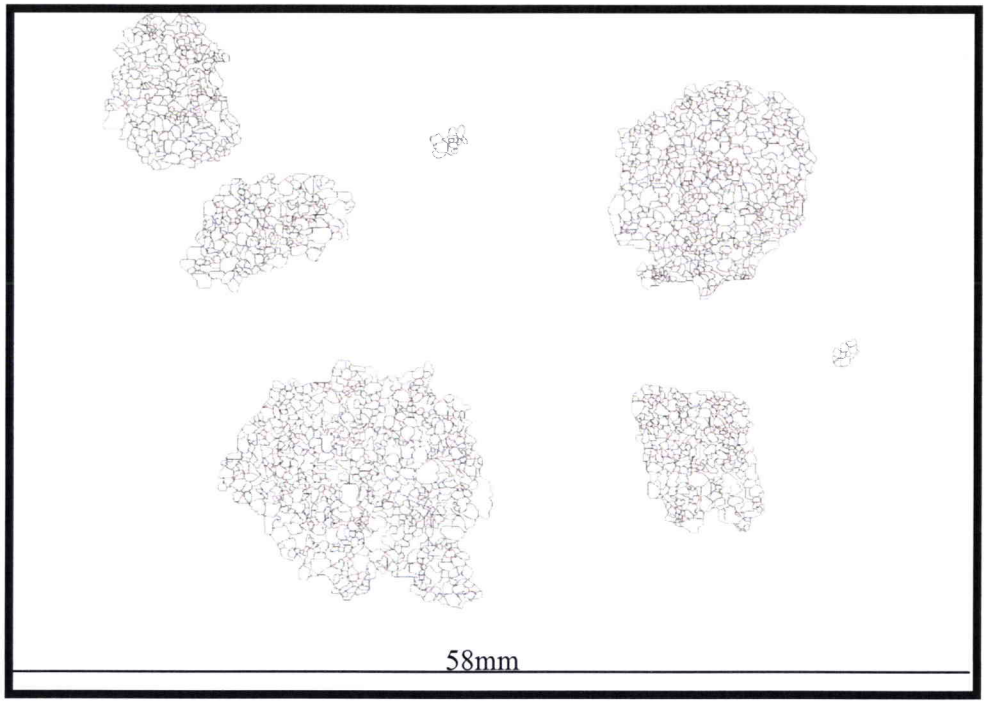


Figure 4.12 : Exemple de calque de Blanco de Macael veiné destiné à l'analyse par Aphelion.

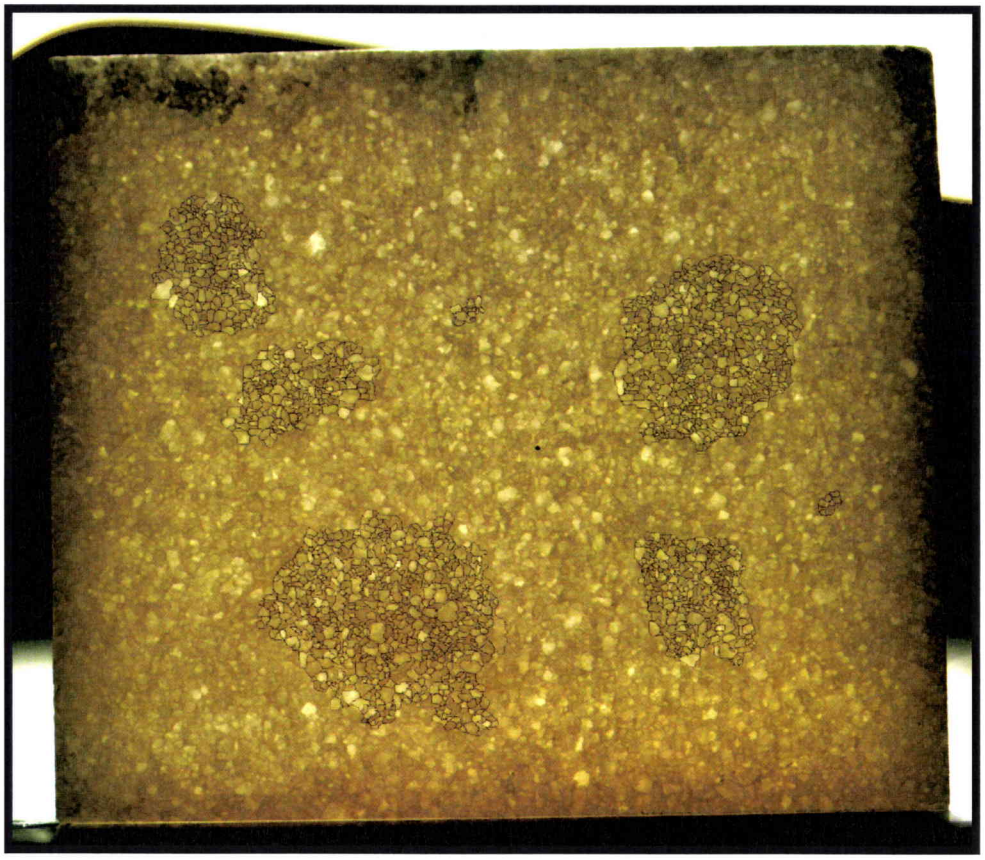


Figure 4.13 : Superposition du calque (figure 4.12) sur l'image brute.

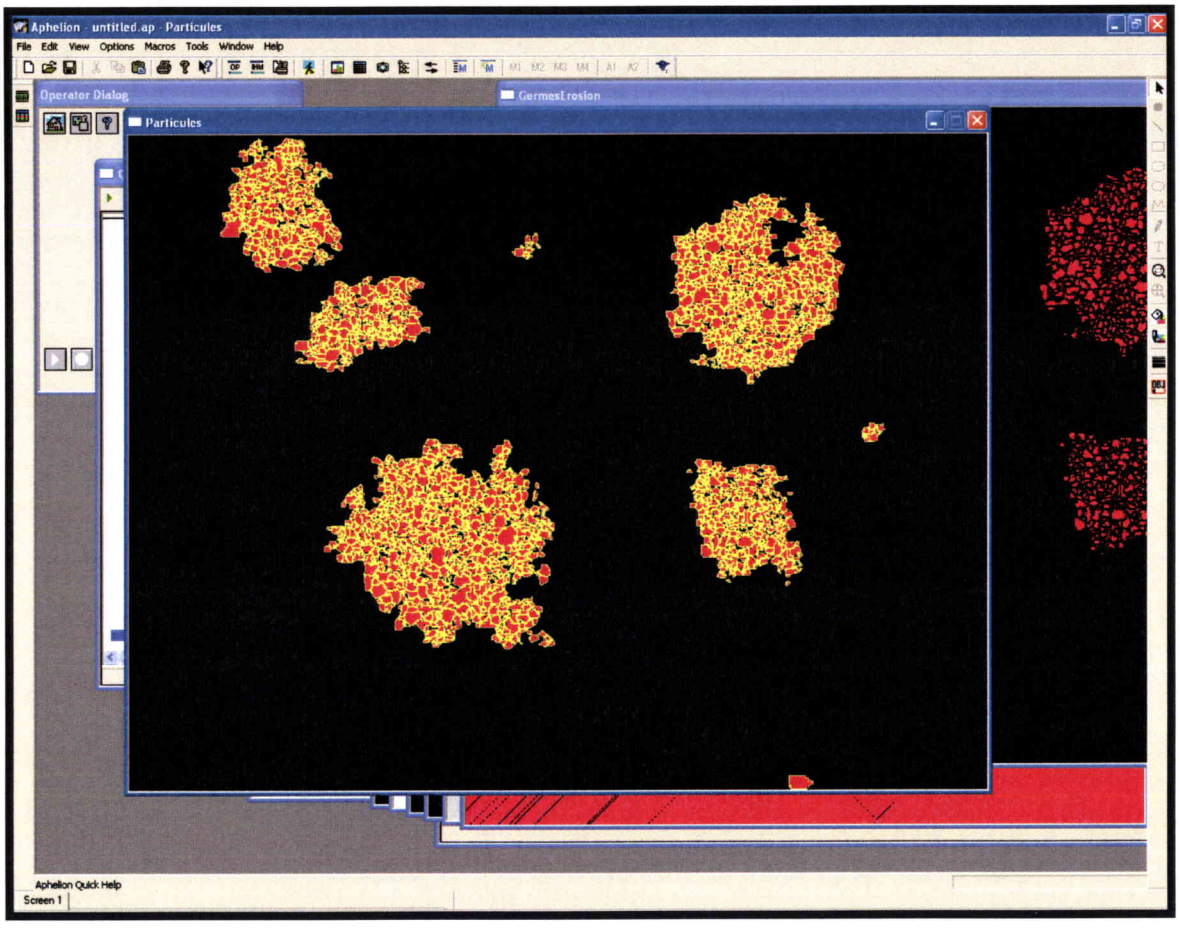


Figure 4.14 : Images des grains après identification (entourés en jaune)par le logiciel Aphelion ®.

En ce qui concerne maintenant l'analyse statistique de la répartition et de la morphologie des inclusions de pyrite, la procédure de traitement d'image est simple et présente peu de difficultés. En effet, comme nous pouvons le constater sur une des lamelles présentant des inclusions de pyrites (figure 4.15) ou sur un faciès de rupture (4.16) ces dernières sont opaques.

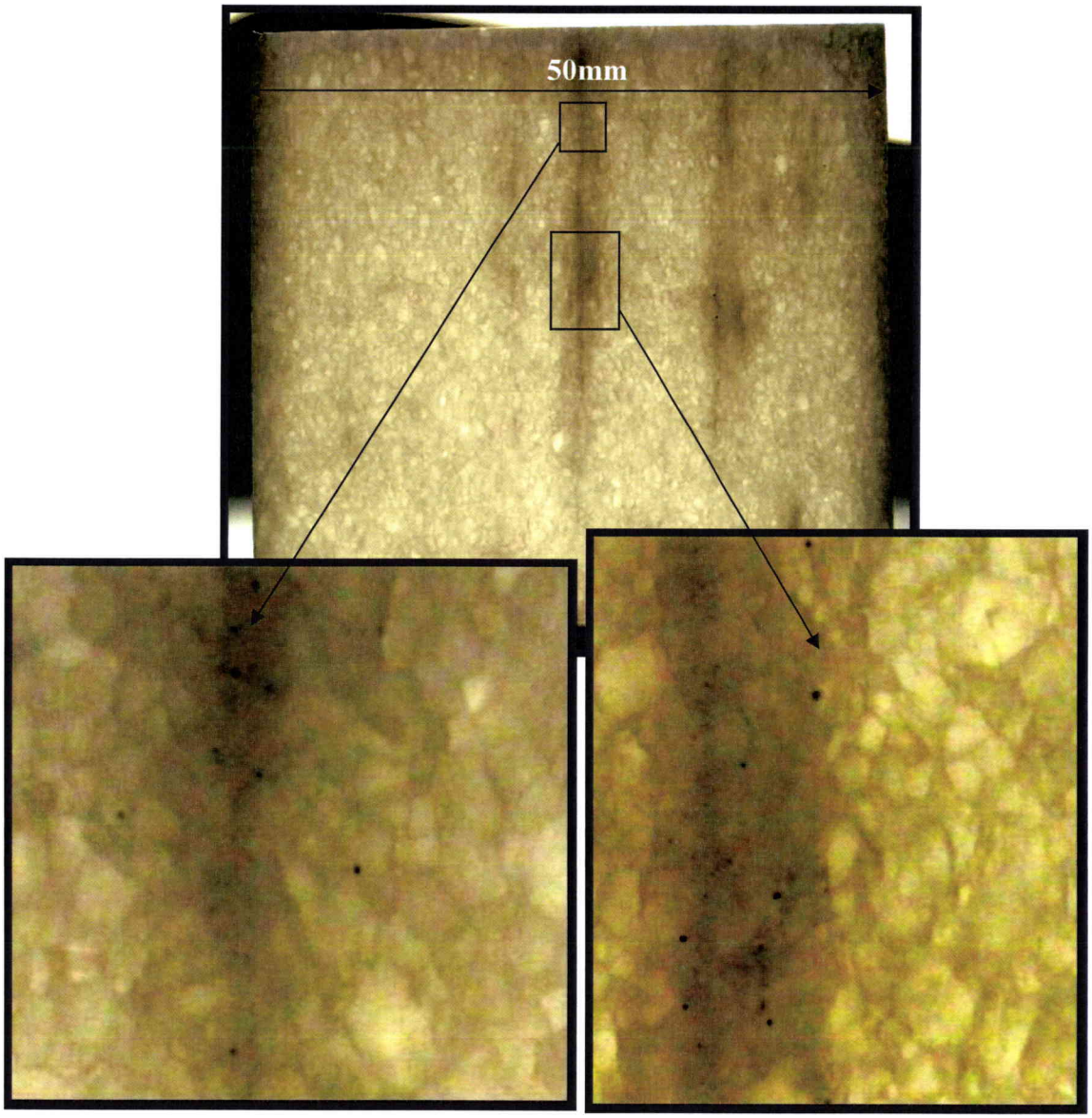


Figure 4.15 : Photos non traitées des inclusions de pyrites.

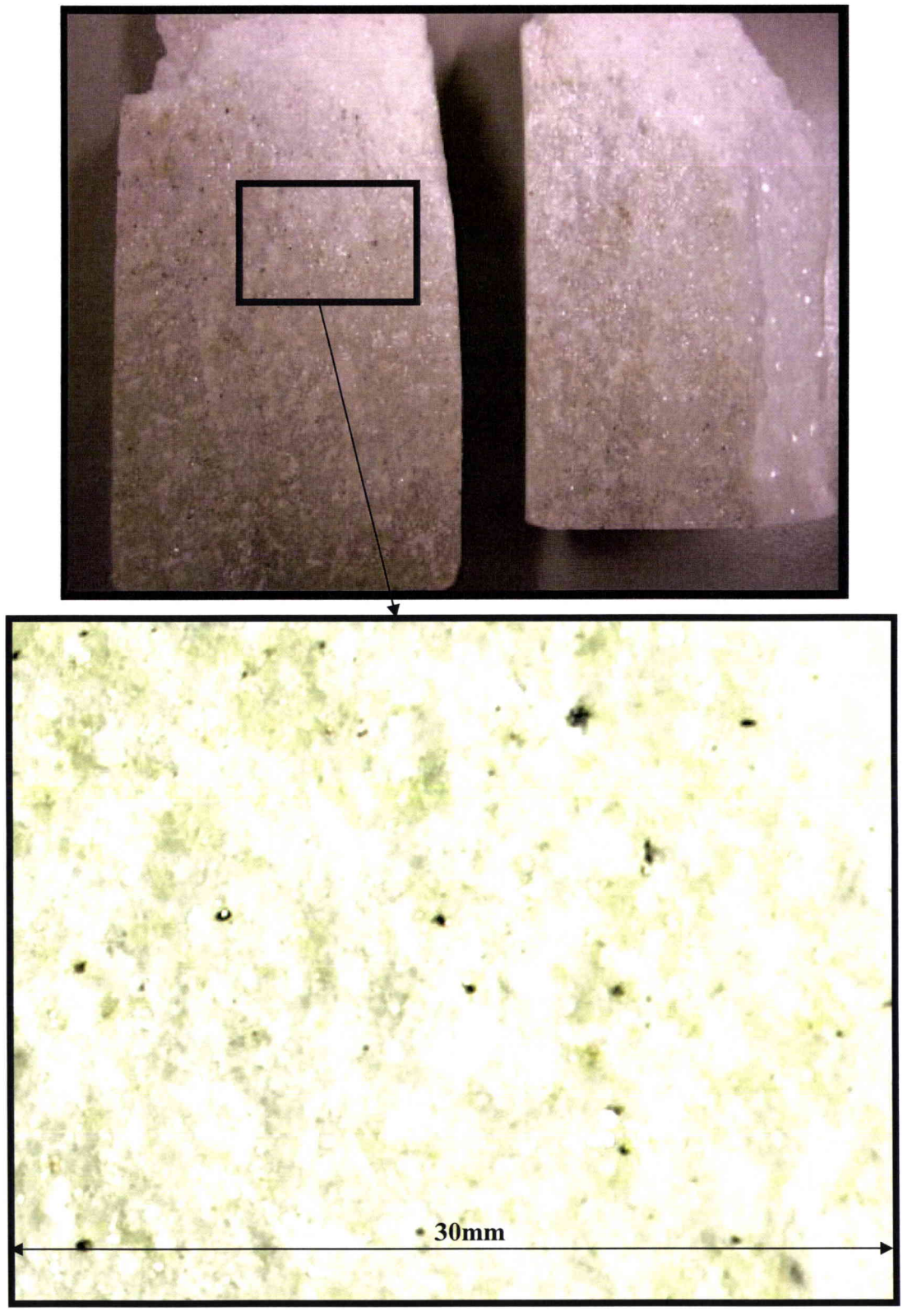


Figure 4.16 : Photos d'un faciès de rupture montrant la répartition des inclusions de pyrite.

Ainsi, il suffit d'effectuer un seuillage pour faire apparaître seulement les inclusions de pyrites en noir sur un fond blanc. Dans ces conditions, la détection de contours est facilement réalisable (voir figure 4.17).

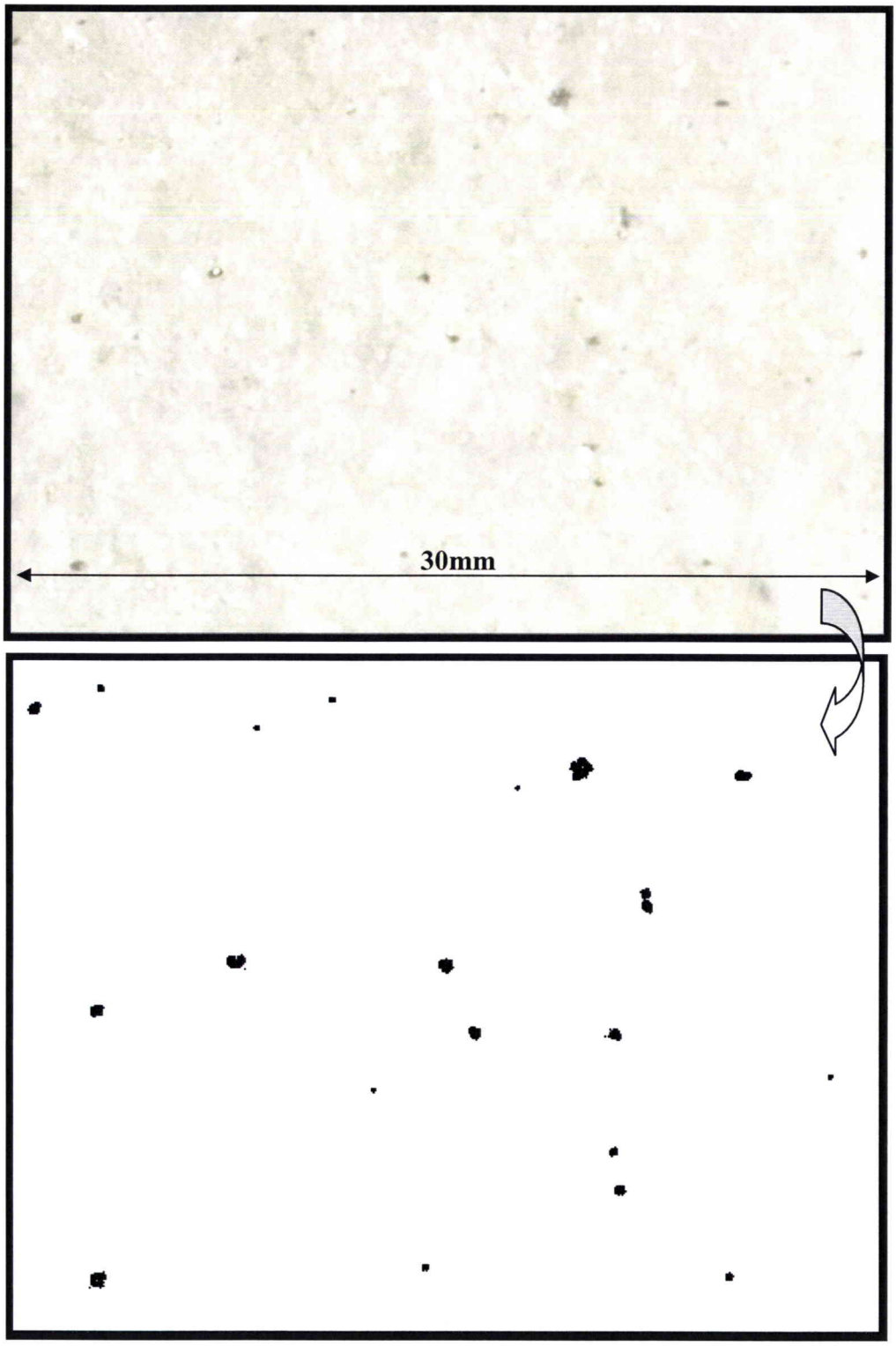


Figure 4.17 : Image traitée du faciès vu dans la figure 4.16 faisant apparaître les inclusions. Deux étapes de l'optimisation du seuillage sont décrites.

L'image ainsi obtenue (figure 4.18b) est directement analysée sur le logiciel Aphelion par la même procédure que précédemment (figure 4.18c).

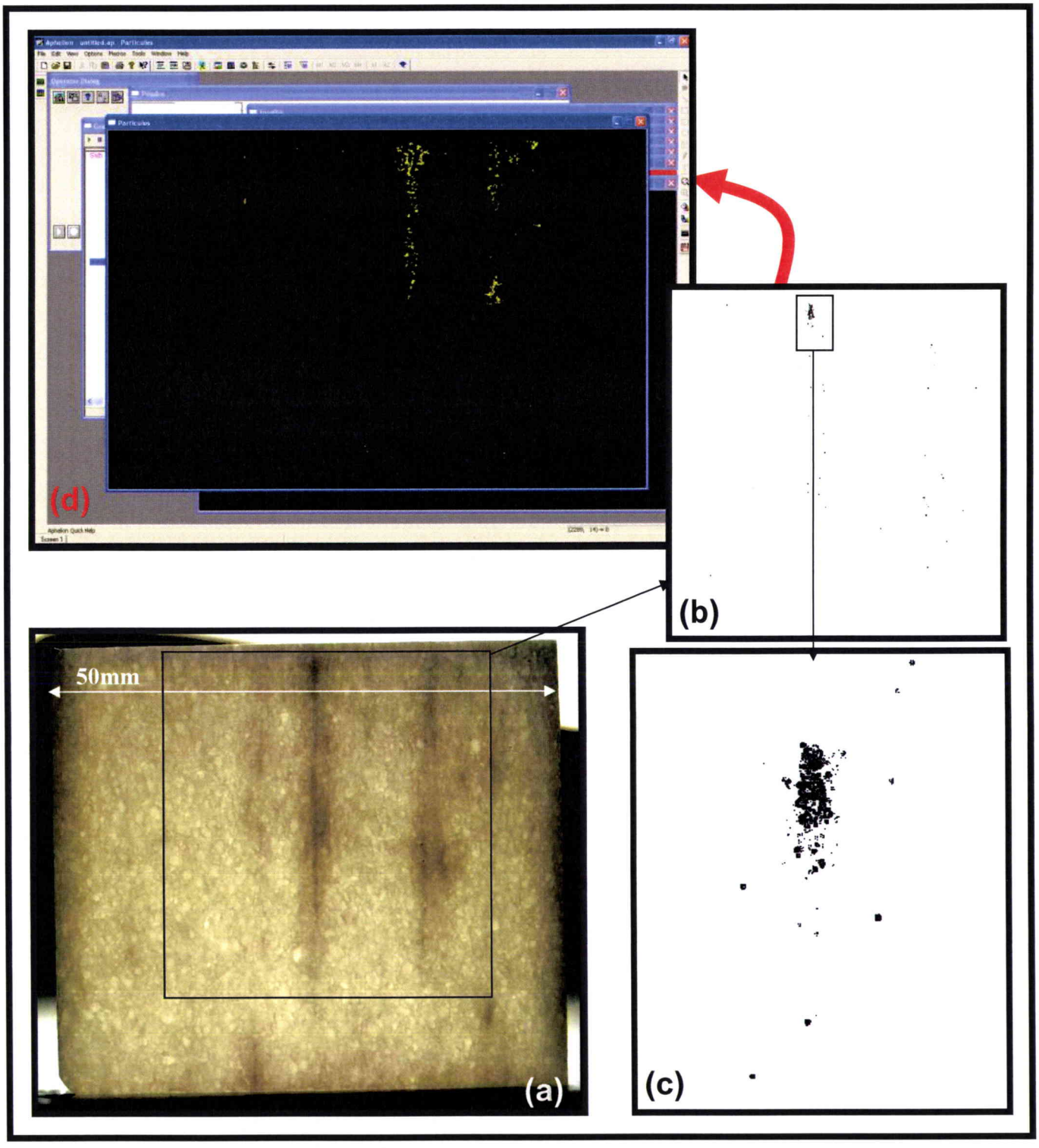


Figure 4.18 : Récapitulatif de la procédure d'analyse des inclusions pyriques. De (a) vers (b), l'image est traitée par un seuillage, une fois la détection de contours exécutée comme on peut le voir dans le zoom figure (c), l'image est directement transférée sur le logiciel Aphelion. La figure (d) représente une des étapes du traitement (particules).

L'analyse de toutes les lamelles, permettra une estimation statistique de la morphologie des grains de calcite et des inclusions pyriques, mais aussi de leurs répartitions, représentative du niveau de Blanco de Macael veinée. Avant de présenter les résultats de cette analyse, nous rappelons que la première analyse effectuée sur un bloc de ce niveau a révélé les caractéristiques d'un degré de déformation protomylonitique avancé.

4.1.2 Résultats de l'analyse des lamelles extraites dans la direction 90° :

Dans ce plan perpendiculaire à la direction des bandes de pyrites (figure 4.19), en incluant les résultats vus au chapitre 2, nous avons pu observer 168053 grains de calcite sur une surface totale de grains de 38026mm², et 763762 inclusions pyriques pour une surface totale de 12504248mm², comme indiqué respectivement dans les tableaux 4.1 et 4.2. Nous faisons remarquer que la surface totale des grains représente la somme des surfaces des zones détectées et analysées. Par contre, la surface totale considérée dans le cas des inclusions pyriques, représente la somme des surfaces des différentes lamelles. La détection des inclusions de pyrites a pu être exécutée sur l'ensemble de la surface des lamelles.

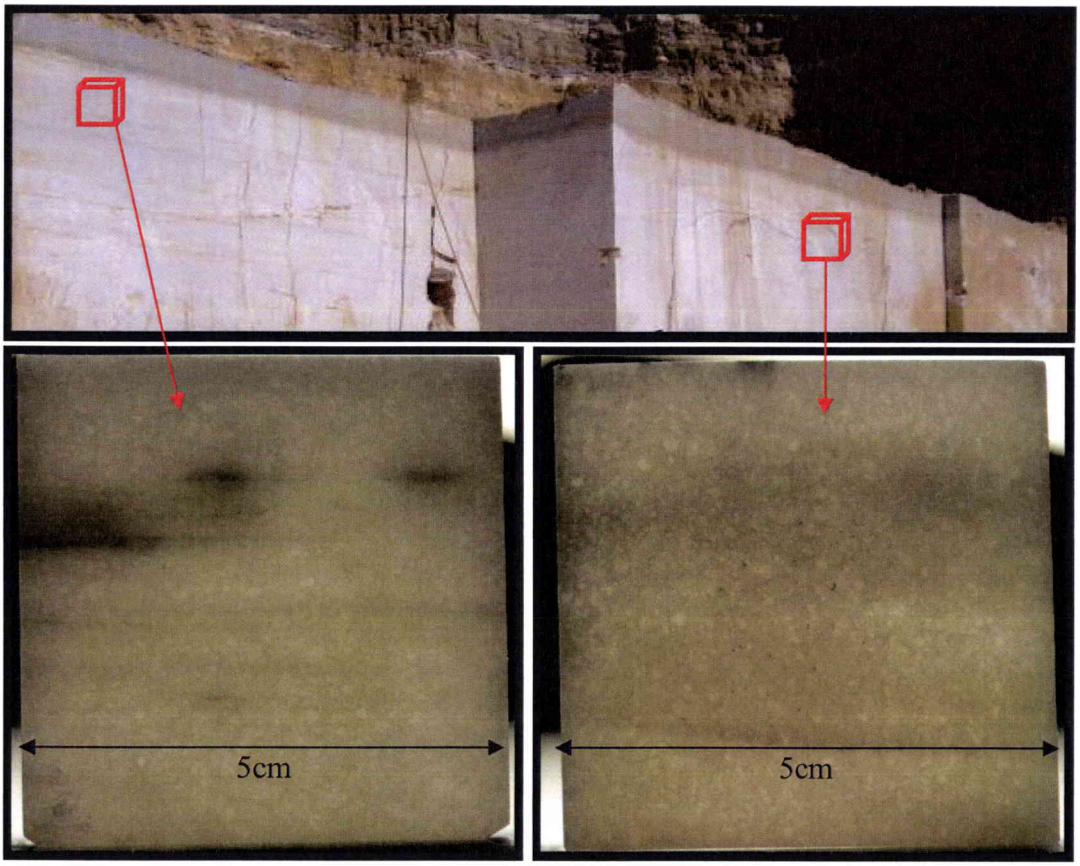


Figure 4.19 : Schéma descriptif de la direction des lamelles étudiées.

Surface totale mm²	38026
Surface moyenne mm²	0,23
Surface maximale mm²	2,64
Surface minimale mm²	0,01
Nombre total de grain	168053
Taille moyenne mm²	0,59
Taille maximale mm²	2,92
Taille minimale mm²	0,07

Tableau 4.1 : Récapitulatifs des résultats de l'analyse dans la direction 90° des grains de calcite.

4.1.2.1 Analyse de la répartition et de la morphologie des grains de calcite dans la direction 90°:

Pour l'analyse des tailles des grains, comme pour le chapitre 2, nous avons choisi la surface comme indicateur de la taille, la forme allongée des grains ne permet pas d'identifier une longueur représentative. Le graphique 4.20 présente la distribution des surfaces des grains par rapport au nombre total et à la surface totale observée pour chaque incrément de 0,05mm² de surface. En effet, pour la définition de la distribution des grains, deux pourcentages sont nécessaires. Par exemple, la première colonne en bleu montre que 6,3% des grains présentent une taille < 0,05mm² et la colonne en violet indique que ces grains (dont la surface est inférieure à 0,05mm²) représentent 0,9% de la surface totale observée.

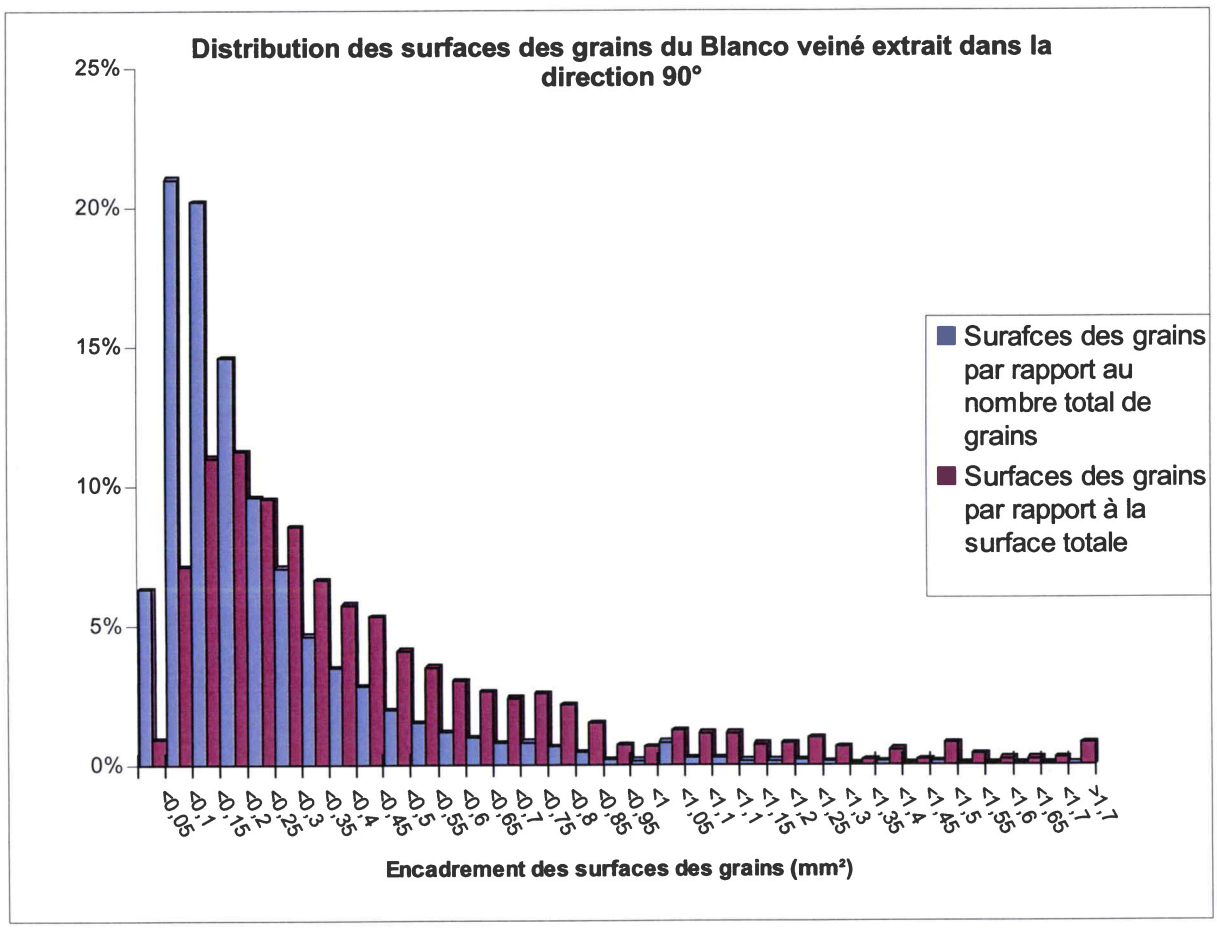


Figure 4.20 : Distribution des tailles de grains du niveau de Blanco veiné.

Par rapport au même graphique vu dans le chapitre 2, la figure 4.20 indique une nette dominance des grains de petite taille (<0,2mm²), confirmant ainsi, que cette distribution est étendue sur tout le niveau. Si on raisonne maintenant sur les trois tailles déjà vues dans le chapitre 2, le graphique 4.21 montre une distribution presque identique à celle du bloc du niveau veiné. Nous confirmons ainsi par les analyses dans cette direction, le degré de déformation du niveau, mais aussi que cette distribution des grains de calcite est homogène dans le niveau.

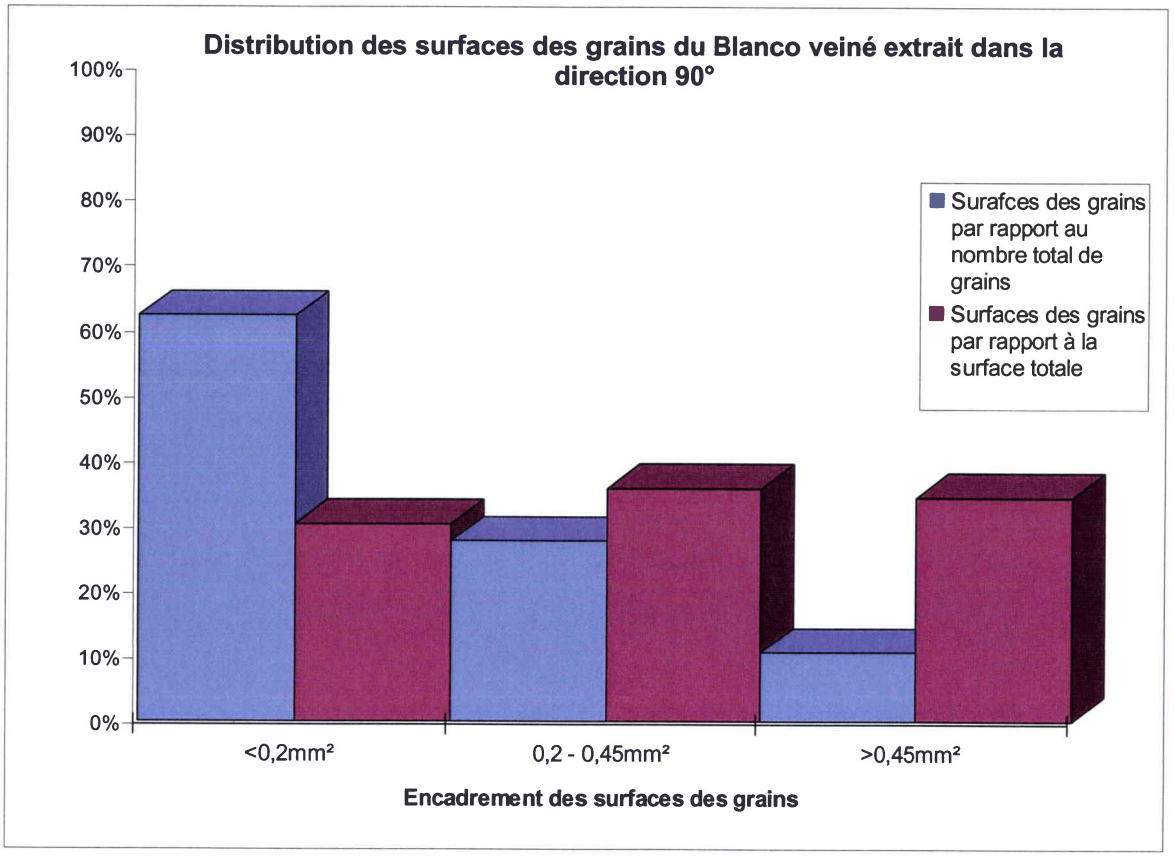


Figure 4.21 : Distribution des trois tailles de grains du niveau de Blanco veiné dans la direction 90°.

Concernant l'allongement (ou l'élancement ou le facteur de forme) des grains de calcite dans cette direction, nous avons constaté dans le chapitre 2 que les grains tendent vers une morphologie équiaxe. Précédemment (dans le chapitre 2), le graphique : allongement en fonction des trois tailles de grains, a montré une prédominance d'un élancement compris entre 1,1 et 1,5. Nous retrouvons dans le graphique 4.22, approximativement la même répartition.

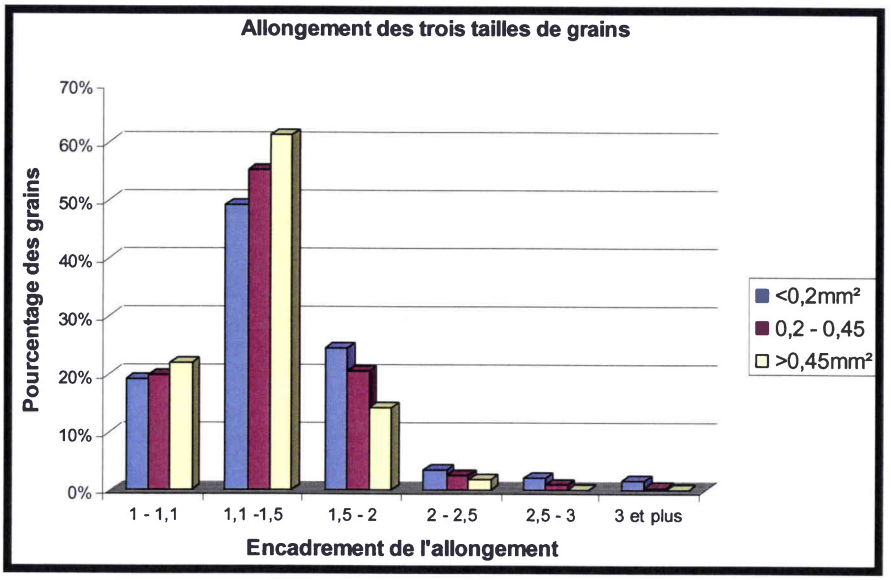


Figure 4.22 : Distribution des allongements des trois tailles de grains de calcite.

Les allongements supérieurs à 1,5 concernent plus les grains de petite taille et inversement pour les allongements inférieurs à 1,5. Ce graphique et le graphique 4.20 montrent ainsi que les grains, de grandes tailles, tendent à « rétrécir » vers une taille moyenne entre 0,1 et 0,2mm² mais aussi à avoir une morphologie équiaxe. Par contre, les grains de petite taille montrent un allongement encore prononcé.
L'étude statistique sur tout le niveau et sur un grand nombre de grain nous permet, (voir sur les graphiques 4.23, 4.24 et 4.25), une analyse plus fine du facteur de forme.

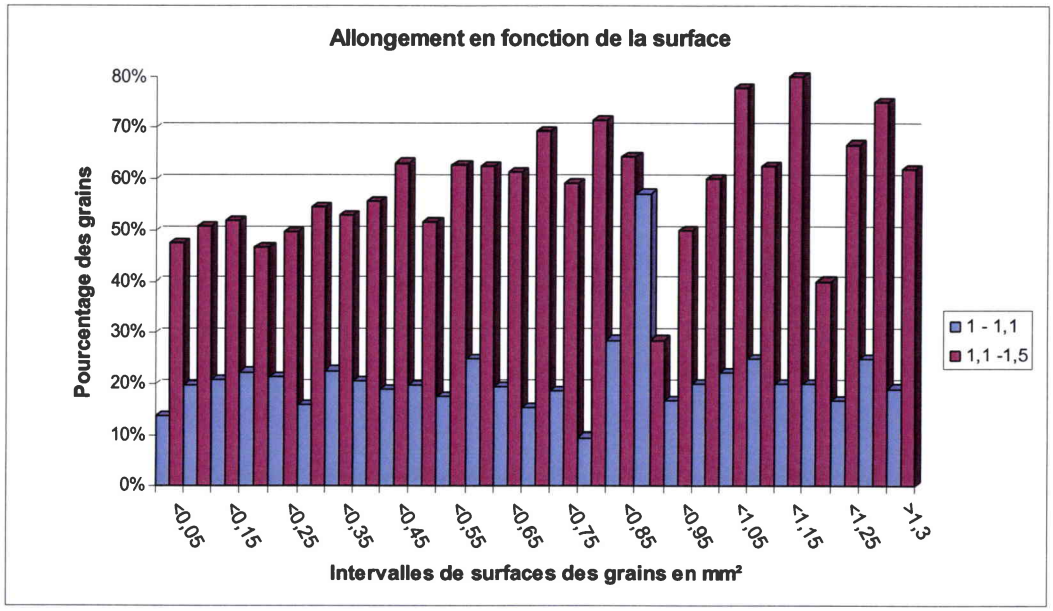


Figure 4.23 : Pourcentage des grains de calcite du Blanco veiné présentant un allongement entre 1, 1,1 et 1,5.

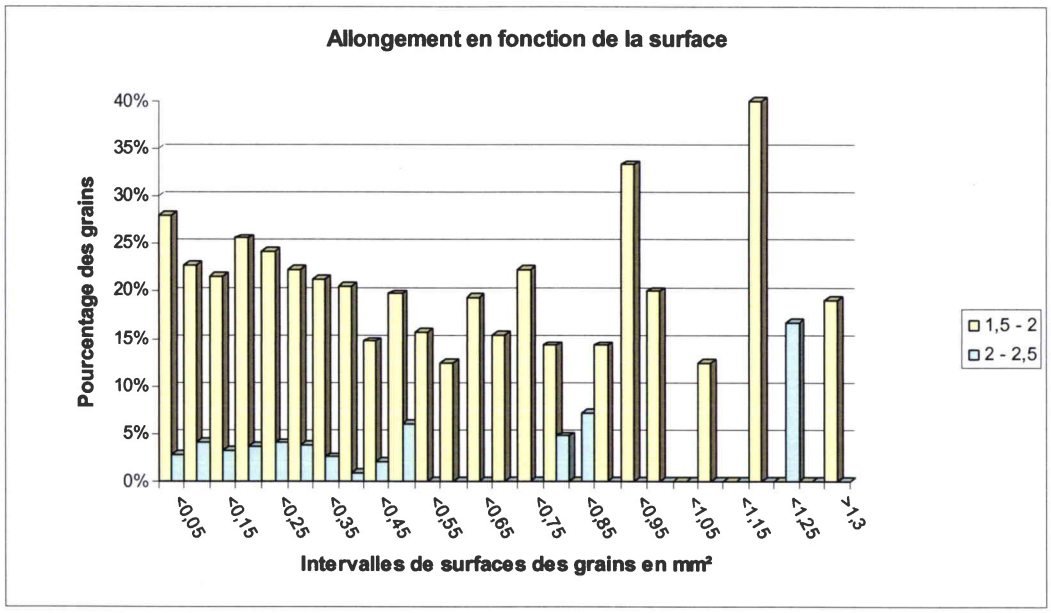


Figure 4.24 : Pourcentage des grains de calcite du Blanco veiné présentant un allongement entre 1,5 , 2 et 1,5.

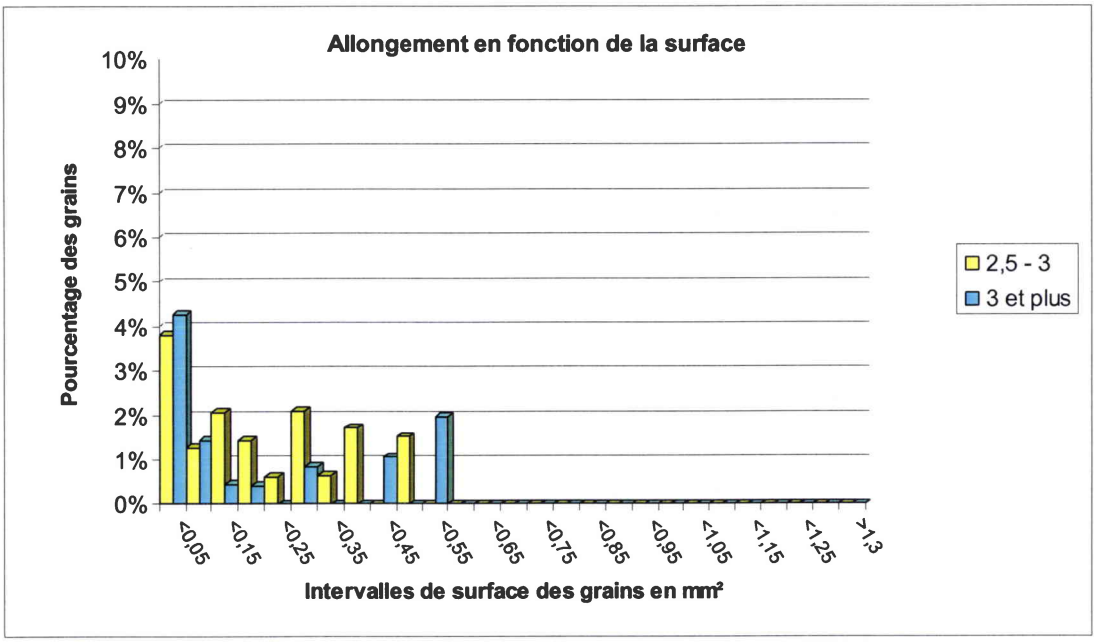


Figure 4.25 : Pourcentage des grains de calcite du Blanco veiné présentant un allongement entre 2,5 , 3 et supérieur à 3.

En conclusion, il apparaît clairement que l'allongement prédominant, pour les différentes surfaces de grains, est compris entre 1 et 1,5. Si nous nous intéressons maintenant à la direction du plus grand axe de l'ellipse moyenne approchant la forme du grain, nous constatons sur le graphique 4.26, que pour les trois tailles de grains, les grains non-équiaxes (allongement >1,1) sont majoritairement orientés dans la direction des bandes de pyrites.

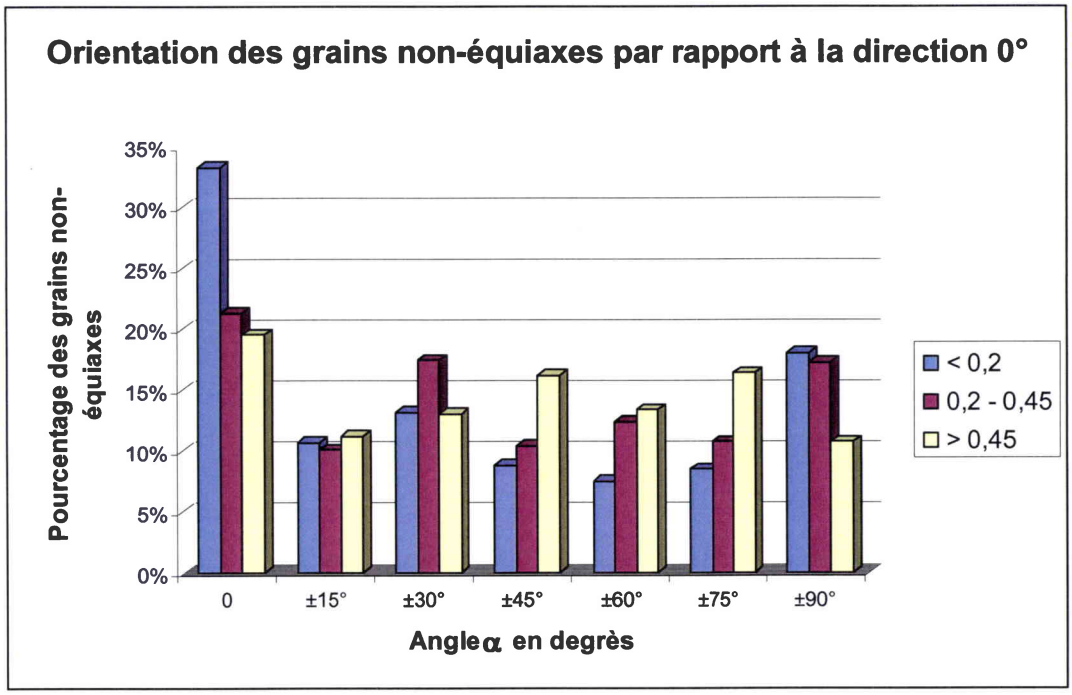


Figure 4.26 : Orientation des grains dans les trois tailles par rapport à la direction 0°.

Si nous regardons en détail, les résultats statistiques de l'orientation α (figure 4.27), nous remarquons que plus de 50% des grains non-équiaxes, dont la taille est inférieure à 0,65mm², présentent une orientation comprise entre –15° et +15°. Et les grains dont la taille est supérieure à 0,65mm² montrent une orientation aléatoire.

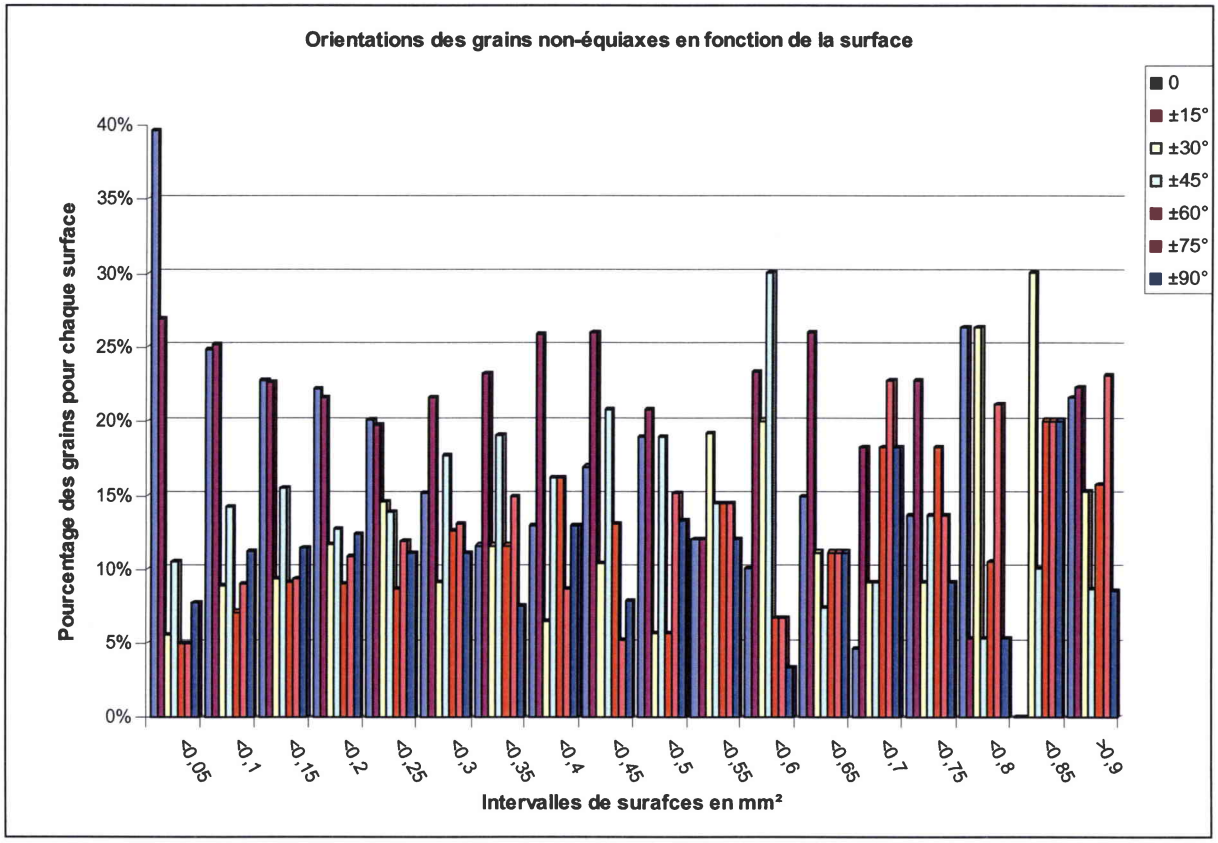


Figure 4.27 : Pourcentage des grains, dans chaque intervalle de surfaces, en fonction de l'orientation.

4.1.2.2 Analyse de la répartition et de la morphologie des inclusions de pyrite dans la direction de la veine:

Contrairement au chapitre 2, l'analyse de la morphologie des inclusions de pyrites a été réalisée pour tout le niveau. Cette étude nous permet de dire que les inclusions de pyrites représentent 0,7% du total de la surface observée sur les différentes lamelles dans cette direction; soit 0,007×12504248mm² (voir tableau 4.1).

Surface totale mm²	12504248
Surface moyenne mm²	0,119
Surface maximale mm²	0,894664943
Surface minimale mm²	0,004923162
Nombre total de grain	763762

Tableau 4.2 : Récapitulatif des résultats de l'analyse dans la direction perpendiculaire à la direction de la veine des inclusions de pyrite.

Cette analyse nous permet de remarquer que les inclusions de pyrites sont principalement de petites tailles et les inclusions de grandes tailles, facilement remarquables sur les clichés 4.15, 4.16 et 4.17, sont moins abondantes. La figure 4.28 présente le détail des pourcentages des inclusions en fonction des différents intervalles de surfaces. Nous remarquons dans la figure 4.28 que les inclusions de pyrite présentent majoritairement une taille inférieure à 0,03mm². La taille prédominante est entre 0,01 et 0,015mm² puisque plus de 20% des inclusions observées appartiennent à cet intervalle. Aussi, les inclusions relativement de grandes tailles représentent moins de 15% du nombre total des inclusions observées (figure 4.28).

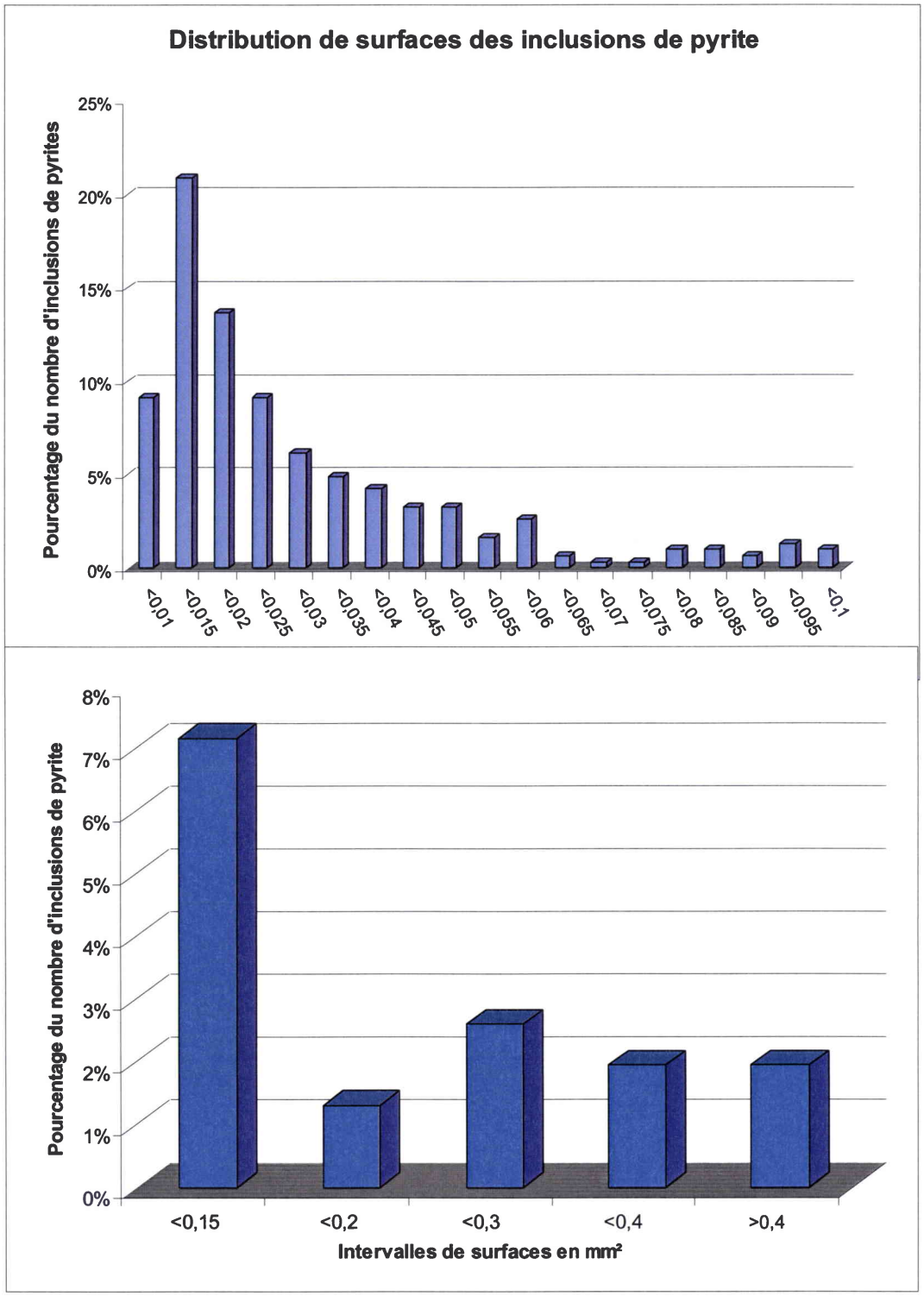


Figure 4.28 : Analyse statistique de la répartition des inclusions de pyrites du Blanco.

Si nous regardons maintenant la surface occupée par les inclusions dans la matrice calcique, (voir figure 4.29) nous constatons que les inclusions de grandes tailles occupent plus de **0,44%** de la surface totale soit plus de la moitié du pourcentage total (**0,73%**) des inclusions de pyrite.

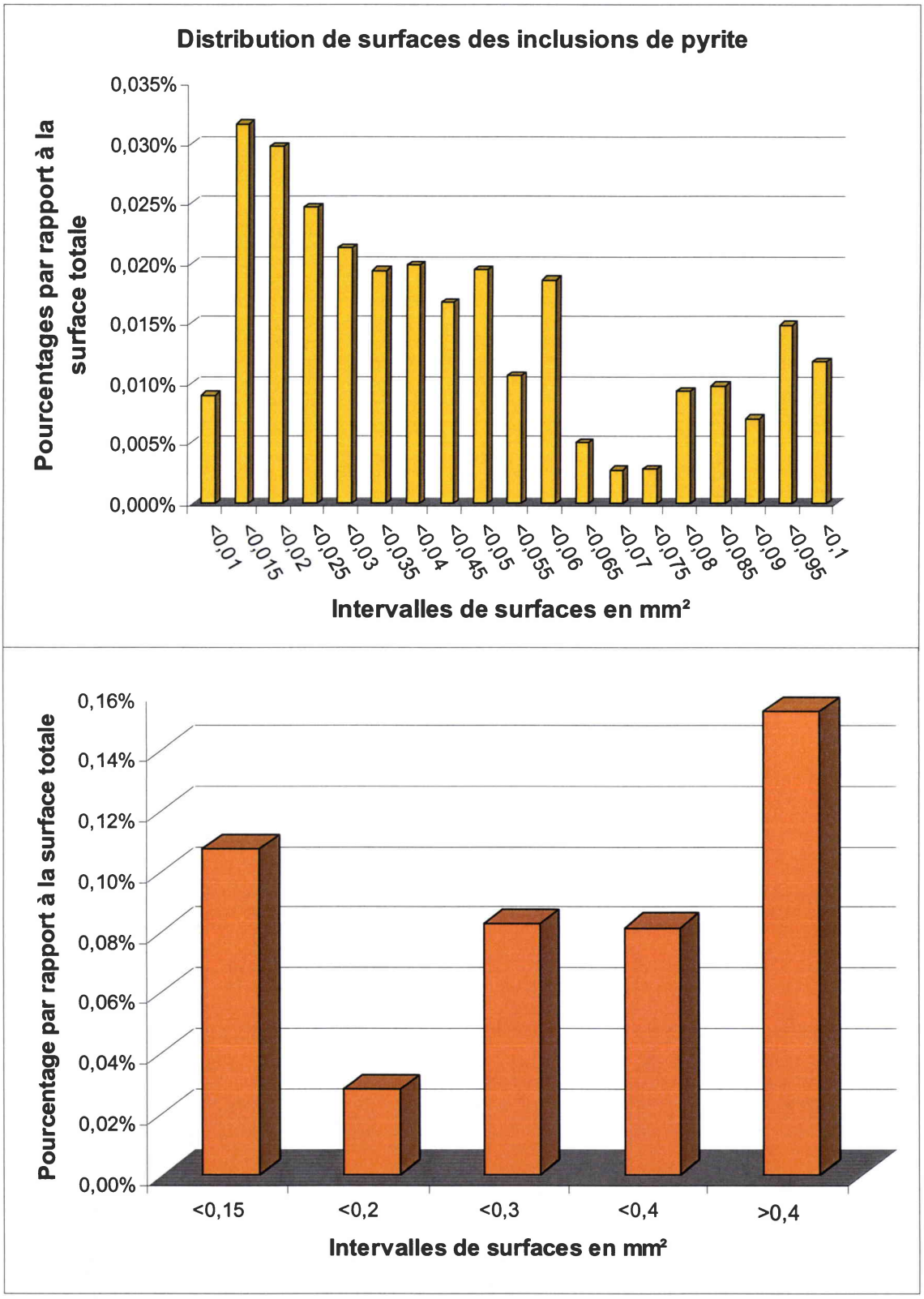


Figure 4.29 : Analyse statistique de la répartition surfacique des inclusions de pyrites du Blanco veiné.

Dans cette direction, les inclusions de pyrite présentent majoritairement une petite taille (<0,1mm²) mais les inclusions de grande taille (>0,1mm²) occupent plus de la moitié de la surface totale.
L'analyse de l'allongement des inclusions a révélé une morphologie principalement équiaxe et l'orientation des inclusions non-équiaxes marque une tendance dans la direction 0°. Visiblement, la morphologie des inclusions de pyrite n'est pas aussi affectée par les déformations (voir annexe) que les grains de carbonates de calcium. Par contre, leurs répartitions spatiales en bandes horizontales de moins de 6mm d'épaisseur (dans cette direction) reflètent les déformations antérieures planes. Après analyse de différentes lamelles, la longueur et l'épaisseur des bandes dans cette direction et aussi leurs densités paraissent aléatoires. Comme nous pouvons le remarquer sur la figure 4.30, la longueur des bandes et leurs épaisseurs sont très variables, aussi nous pouvons voir des lamelles présentant plusieurs bandes d'inclusions plus ou moins denses et d'autre sans inclusions.

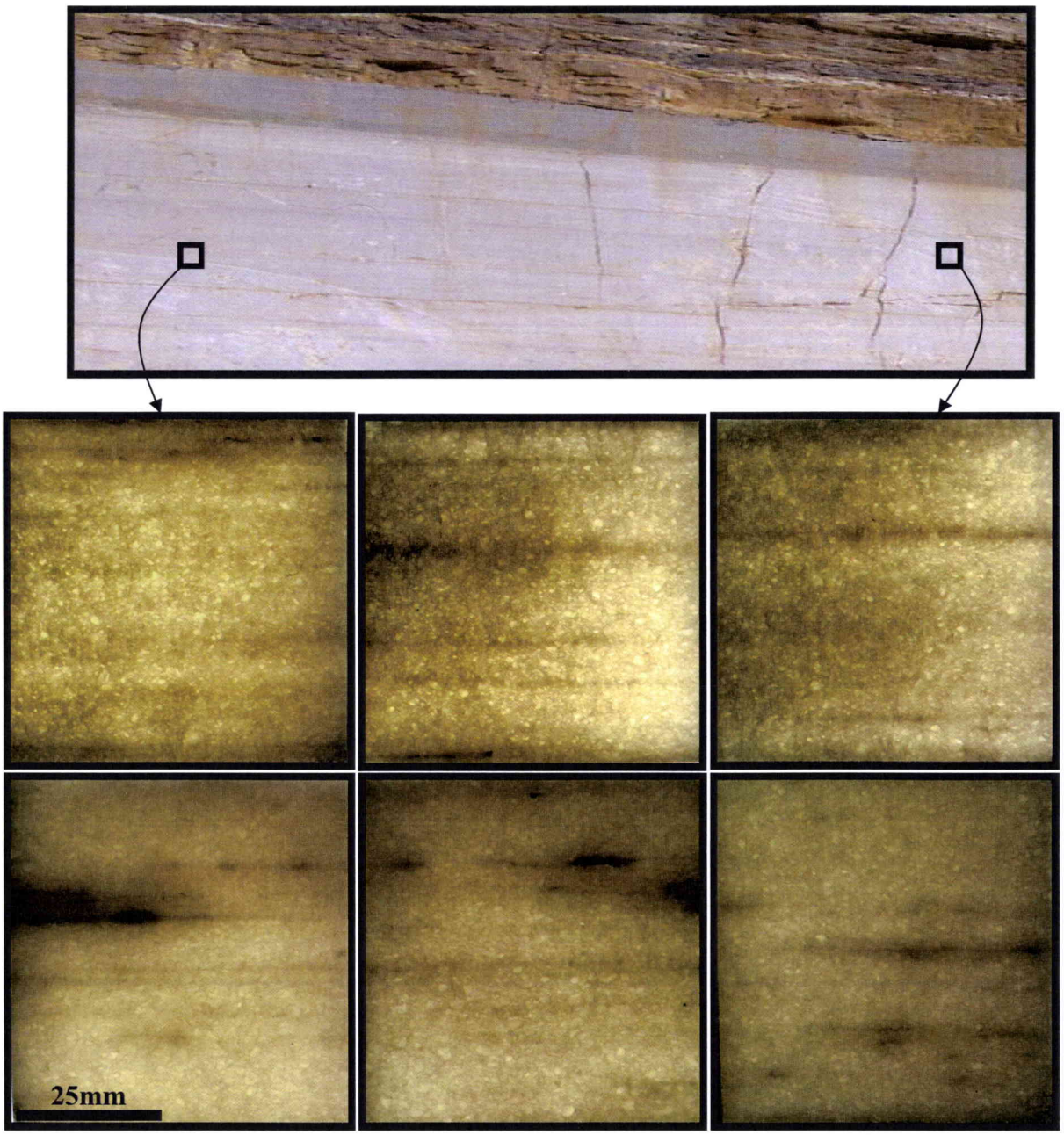


Figure 4.30 : Répartition des bandes minérales de pyrite dans la direction 90°.

En conclusion, lors des essais de compression effectuée sur le Blanco veiné nous avons remarqué l'influence de la concentration de bande de pyrite dans la matrice calcique sur le comportement sous compression. Les analyses statistiques effectuées ont pour objectif de mieux comprendre cette répartition. Malgré l'observation d'un très grand nombre de lamelles, il s'avère que la distribution des bandes horizontales d'inclusions de pyrite est aléatoire, aussi la densité surfacique des inclusions dans une même bande l'est également.

Concernant la morphologie et la distribution des grains de calcite, les essais de compression effectués dans le chapitre précédent, n'ont pas directement montré l'influence de la répartition des tailles de grains. Mais il est clair que ce paramètre influence le comportement sous compression. Suite à l'analyse statistique des grains de calcite, nous pouvons conclure que dans le niveau de Blanco veiné, nous sommes en présence de trois tailles de grains avec la même proportion, à savoir 33% de la surface totale.

À ce niveau de l'analyse, nous pouvons établir une ébauche ou un modèle représentatif de la composition et de l'architecture de la surface d'un échantillon dans cette direction du niveau de Blanco veiné (voir figure 4.31).

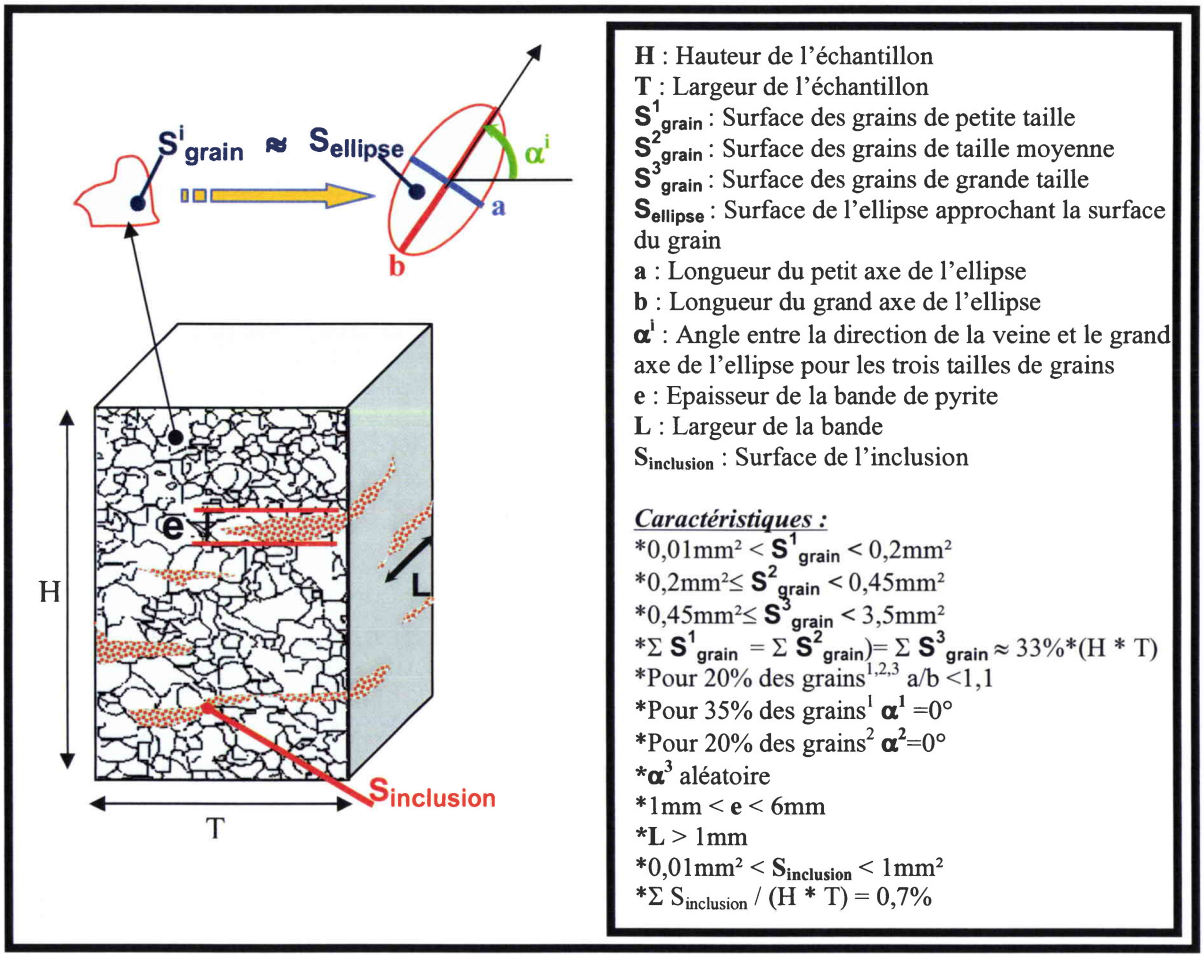


Figure 4.31 : Définition des caractéristiques du modèle représentatif du filon de Blanco veiné.

Les tendances que nous avons dégagées de cette analyse, permettent d'affiner le modèle représentatif. Comme cela a été exposé précédemment dans le graphique 4.28 et 4.29, la distribution des tailles des inclusions a été déterminée. Nous savons aussi que la morphologie des inclusions est majoritairement (plus de 95%) équiaxes (allongement < 1,1). Aussi, les pourcentages plus fins de la distribution des grains de calcite ont été défins et permettent d'avoir une vision plus précise de la microstructure du marbre extrait de ce niveau. Pour l'instant, le modèle représentatif du niveau de Blanco veiné est en deux dimensions il nous faut maintenant voir la distribution des inclusions minérales dans la direction coplanaire au filon pour constituer un modèle tridimensionnel.

4.1.3 Analyse statistique de la microstructure dans la direction 0°:

Si nous regardons la répartition des inclusions de pyrite dans la direction opposée, nous remarquons dans les différents exemples de la figure 4.32 que dans cette direction les inclusions peuvent être réparties en bandes de dimensions variables, allant de 2mm jusqu'à recouvrir toute la surface de la lamelle (>50mm) (voir figure 4.33). Nous notons aussi que dans cette direction les bandes d'inclusions minérales sont orientées entre ±15° par rapport à la direction 0° alors que dans la direction 90° elles sont horizontales.

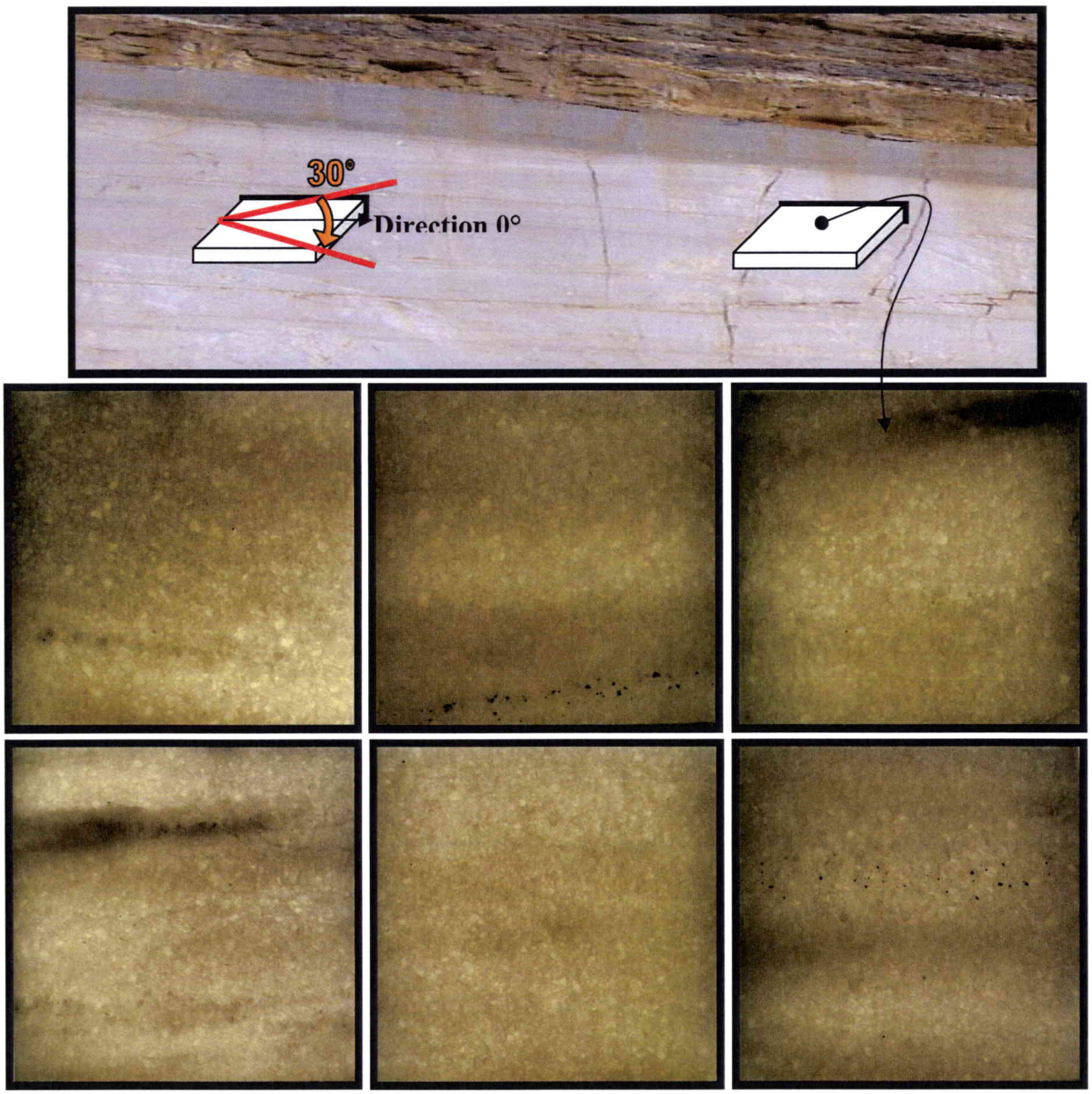


Figure 4.32 : Répartition des bandes minérales de pyrite dans la direction 0°.

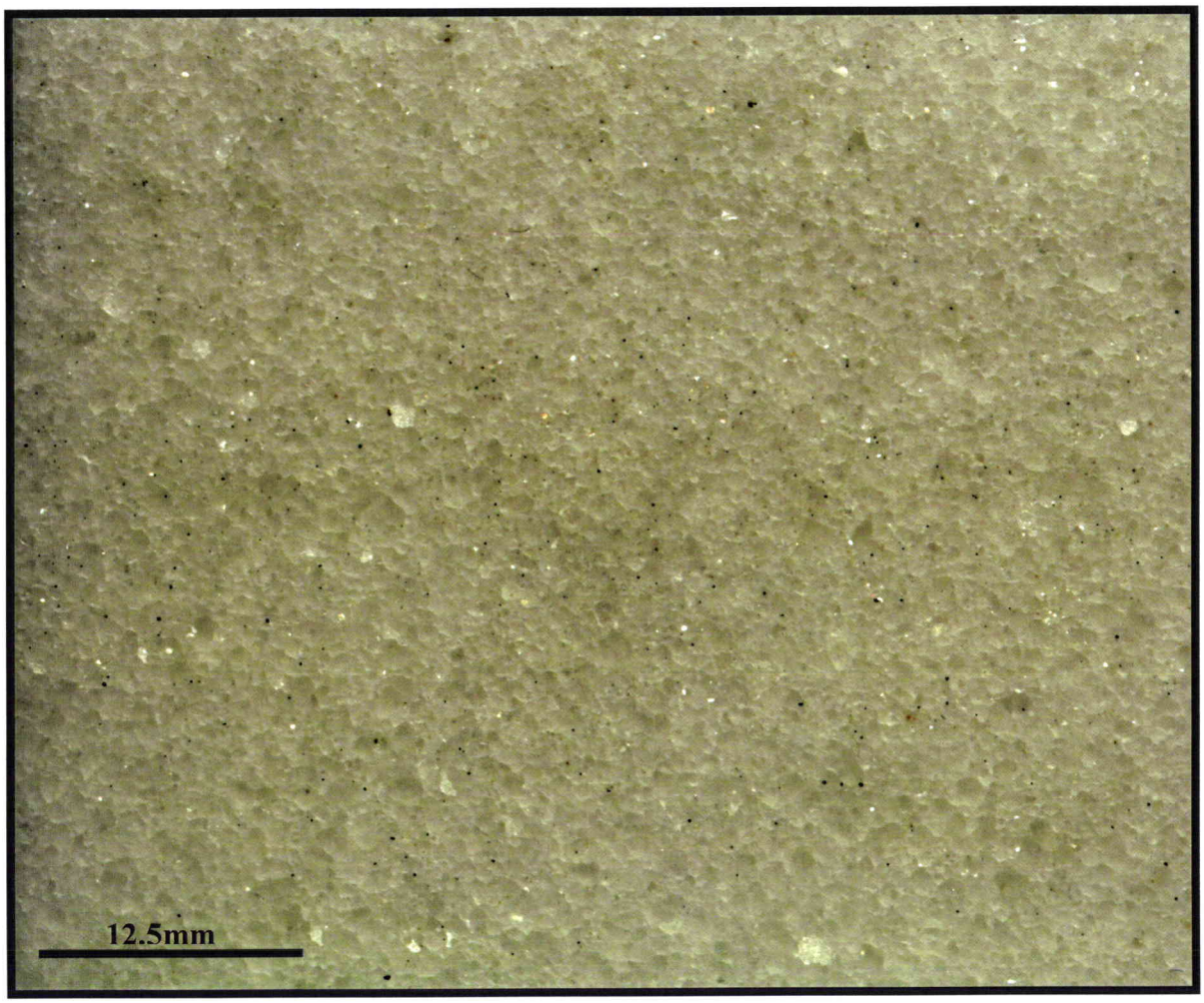


Figure 4.33: Répartition des bandes minérales de pyrite dans la direction 0°.

Comme c'est indiqué sur les graphiques ci-dessus, aucune tendance de la répartition surfacique des inclusions de pyrite dans les bandes ne peut être dégagée; cette dernière est complètement aléatoire.
Dans cette direction, nous avons effectué une analyse statistique de la taille des inclusions. Nous avons pu recenser 835271 inclusions sur une surface totale de 1211143mm². La surface occupée par les inclusions de pyrites, dans cette direction représente 1,26% de la surface totale. Les détails de cette analyse sont présentés dans le tableau 4.3 et les graphiques 4.34 et 4.35.

Surface totale mm²	1211143
Surface moyenne mm²	0,145
Surface maximale mm²	1,74
Surface minimale mm²	0,0039
Nombre total de grain	835271

Tableau 4.3 : Récapitulatif des résultats de l'analyse dans la direction 0° des inclusions de pyrite.

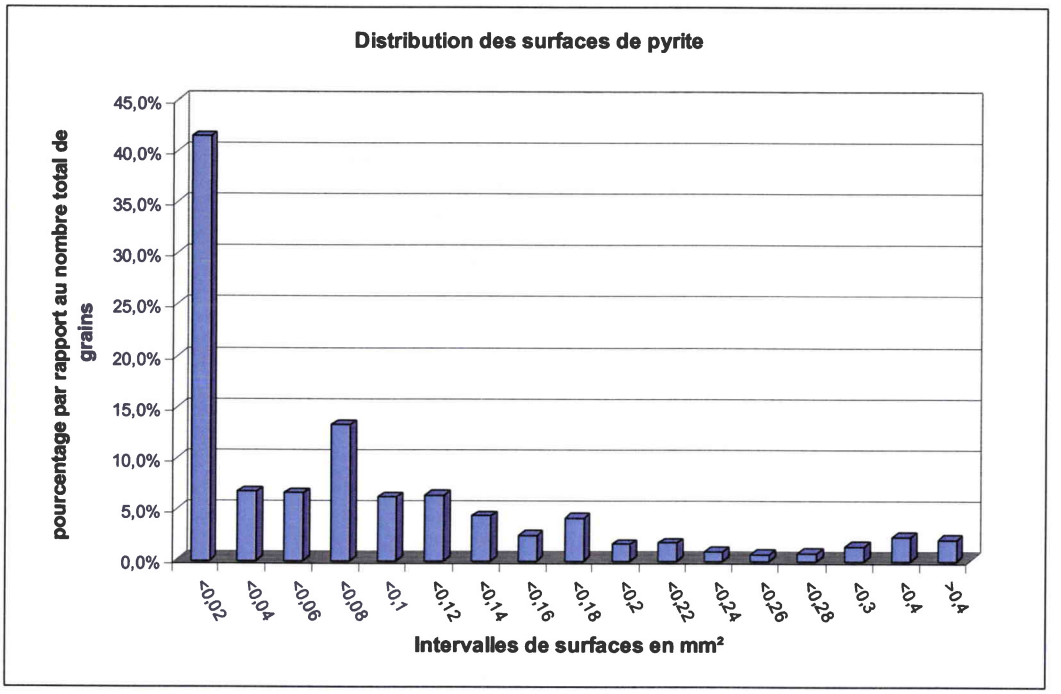


Figure 4.34 : Analyse statistique de la répartition des inclusions de pyrites du Blanco dans la direction 0°.

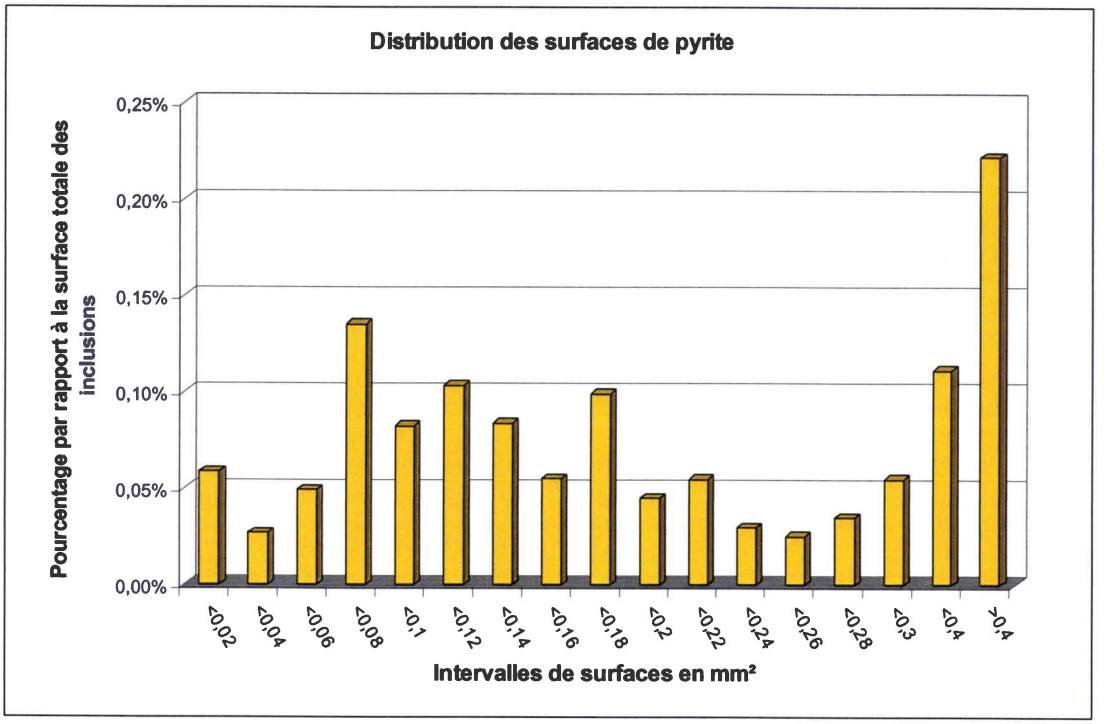


Figure 4.35 : Analyse statistique de la répartition surfacique des inclusions de pyrites du Blanco dans la direction 0°.

Comparée à la distribution des tailles dans la direction 90°, dans la direction opposée la répartition des inclusions est similaire. La différence notée dans cette direction concerne la répartition par rapport à la surface totale, en effet dans cette direction nous constatons que la pyrite occupe 1,2% de la surface totale soit presque le double de celle vue dans la direction de la veine (0,7%).
L'analyse de la morphologie des inclusions dans cette direction révèle une géométrie essentiellement équiaxe (plus de 80%). Nous pouvons donc assimiler dans notre modèle les inclusions pyriques à des sphères.

L'analyse statistique des grains de calcite effectuée dans cette direction confirme les tendances annoncées dans le chapitre précédent. Dans cette direction nous avons localisé 120492 grains sur une surface totale de 35060mm² (Tableau 4.3). Nous exposons dans les graphiques 4.36, 4.37 et 4.38 respectivement les surfaces, les allongements et les orientations α en fonction de l'index des grains. Chaque point (représenté par une croix) des graphiques correspond à un grain. Par exemple dans le graphique 4.36 nous pouvons lire que le grain N° 66336 présente la plus grande surface strictement inférieure à 0,2mm² et par suite nous dénombrons 66336 grains dont la surface est inférieure à 0,2mm² et (99015-66336) grains dont la taille est comprise entre 0,2 et 0,45mm².

Surface totale mm²	35060,0198
Surface moyenne mm²	0,2910
Surface maximale mm²	3,0125
Surface minimale mm²	0,0022
Nombre total de grain	120492
Taille moyenne mm²	0,6650
Taille maximale mm²	0,0644
Taille minimale mm²	3,2389

Tableau 4.3 : Récapitulatifs des résultats de l'analyse dans la direction 0° des grains de calcite.

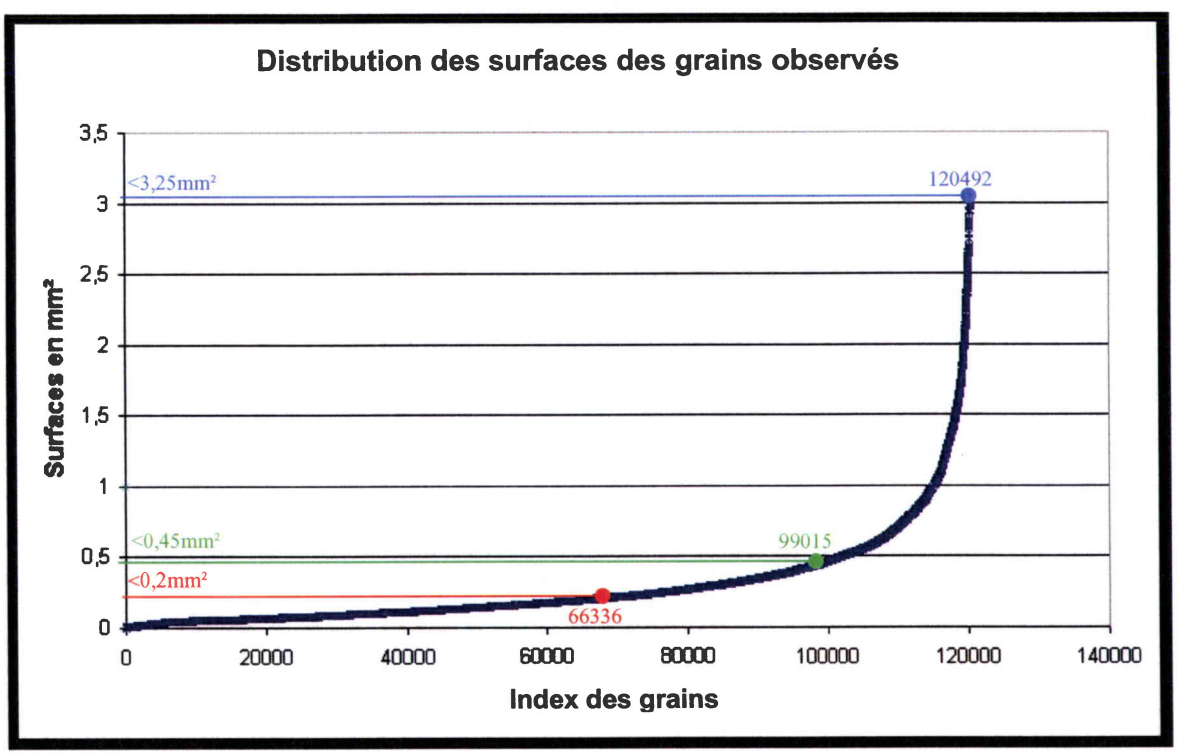


Figure 4.36 : Surfaces des grains de calcite du Blanco veiné, pris dans la direction 0°, en fonction de l'index des grains.

De même pour le graphique 4.37 si on considère la courbe turquoise relative aux grains de tailles moyennes (0,2 – 0,45mm²) le grain indexé 7227 est le grain présentant le plus grand allongement inférieur à 1,1 et par suite 7227 grains dont la surface est comprise entre 0,2 et 0,45mm² présentent une morphologie équiaxe.

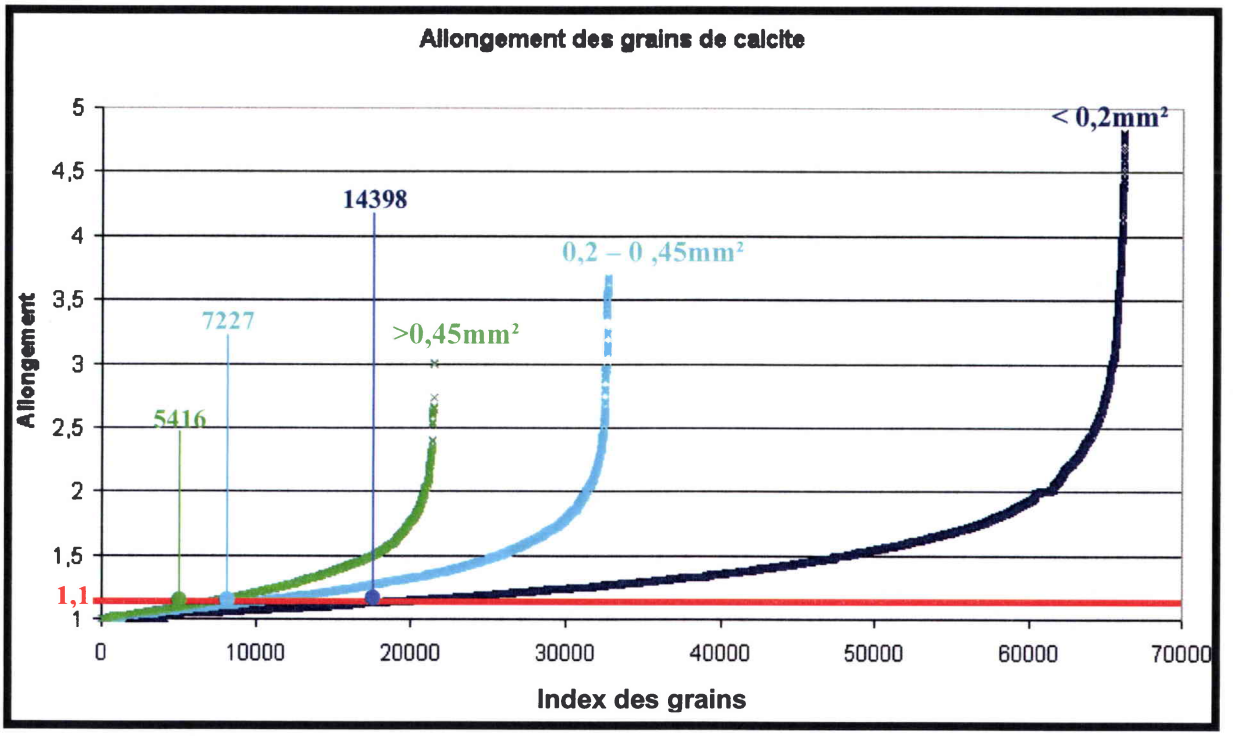


Figure 4.37 : Allongement des trois classes de surfaces des grains de calcite du Blanco veiné, en fonction de l'index des grains.

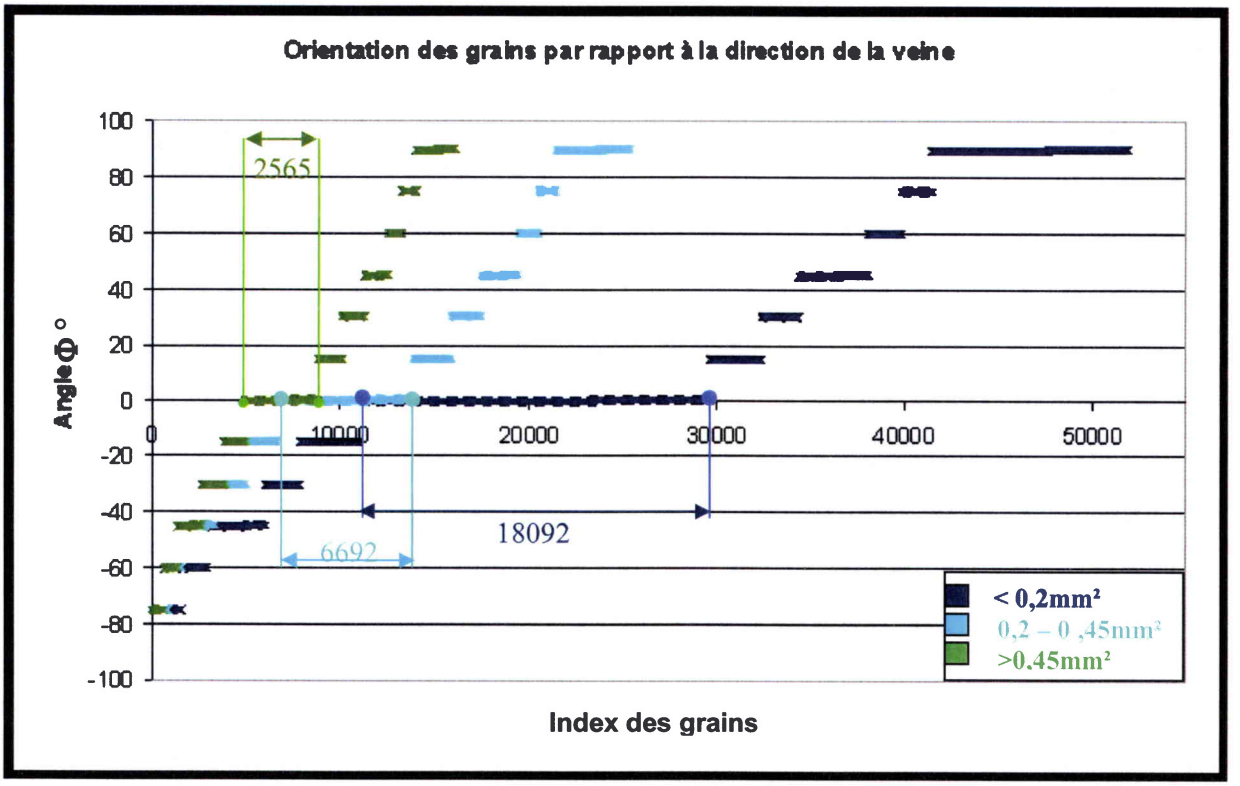


Figure 4.38 : Orientation des trois classes de surfaces des grains de calcite du Blanco veiné, en fonction de l'index des grains.

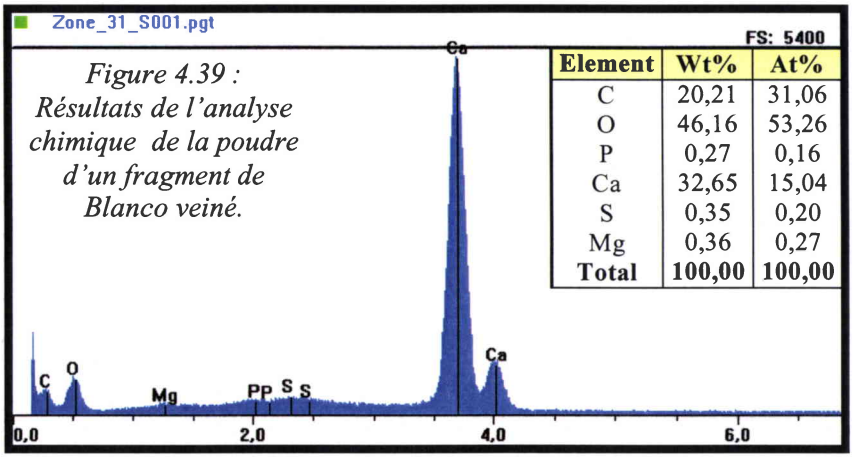
Enfin, grâce à ces graphiques nous pouvons retrouver tous les résultats statistiques. Par exemple, pour connaître le pourcentage des grains non-équiaxes dont la taille est inférieure à 0,2mm² : nous pouvons voir dans le graphique 4.36 qu'il y a 63366 grains dont la surface est inférieure à 0,2mm², le graphique 4.38 indique qu'il y a 14398 grains équiaxes pour cette taille de grains et le graphique 4.38 indique que 18092 des grains non-équiaxes de petite taille sont parallèles à la direction de la veine.

Si nous comparons maintenant les statistiques, vues dans le chapitre 2 se rapportant à la taille des grains, nous constatons peu de différences. Pour les trois tailles de grains (<0,2, 0,2-0,45 et >0,45mm²) nous recensons respectivement 55% , 27%, et 18% du total des grains pour chaque taille. Les surfaces occupées par chaque taille sont très proches des analyses vues dans le chapitre 2 (respectivement 30%, 37% et 33%). Comparé aux résultats effectués sur un bloc du niveau la différence notable concerne le pourcentage de grains non-équiaxes orientés parallèlement à la direction 0°. En effet, nous comptons que 35% des grains non-équiaxes de petite taille sont orientés parallèlement à la direction 0° (α=0°), aussi l'orientation des grains de moyenne et de grande taille paraît essentiellement à α=0°.

Grâce aux analyses statistiques et aux différentes observations effectuées dans les deux directions, nous pouvons maintenant envisager différents modèles tridimensionnels représentatifs de la microstructure.
Les résultats statistiques nous renseignent sur les distributions des tailles et la morphologie des grains de calcite et de pyrite, par contre, les distributions spatiales sont aléatoires et par suite elles ne sont pas « quantifiable ». Cependant, nous pourrons nous baser sur les différentes constatations dégagées de l'observation des lamelles pour proposer des cas de figures approchant la réalité. À ce sujet, nous rappelons les principales constatations :

- Les inclusions sont réparties en bandes dont l'épaisseur est entre 1 et 6mm dans la direction 90° et supérieures à 1mm dans la direction 0°.
- Les bandes de pyrites ne s'enchevêtrent pas et sont toujours espacées.
- Dans la direction 0°, les bandes de pyrites sont horizontales, s'orientent à α=±15° de la direction 0°.
- Aussi, nous avons remarqué que les inclusions de pyrite de petite taille sont souvent dans le grain de calcite alors que les plus grandes se trouvent aux intergrains (l'encadrement des tailles est indéfini).
- Les grains de calcite de moyenne et de grande taille sont répartis d'une manière aléatoire dans les lamelles observées, dans les deux directions et les grains de petite taille sont rassemblés en groupe entre les plus grands grains. Les groupements apparaissent sous une forme allongée suivant la direction de la déformation.

Afin de compléter les différentes caractéristiques, nous présentons dans ce qui suit l'analyse des hétérogénéités, autres que la pyrite, perçues dans la microstructure. Les différentes études géologiques et les travaux de Rodriguez-Rodriguez Gordillo (2005) relatent la présence d'autres minéraux secondaires dans la matrice calcique comme le mica et le quartz. Afin de reconnaître ces minéraux et d'estimer leurs concentrations, nous avons procédé à des observations sous microscope et des analyses chimiques complémentaires. Plusieurs fragments provenant des différentes zones du niveau de Blanco veiné ont été broyés, et les poudres analysées.



Element	Wt%	At%
C	20,21	31,06
O	46,16	53,26
P	0,27	0,16
Ca	32,65	15,04
S	0,35	0,20
Mg	0,36	0,27
Total	**100,00**	**100,00**

Figure 4.39 : Résultats de l'analyse chimique de la poudre d'un fragment de Blanco veiné.

Le rapport des spectres des différents échantillons confirme la prédominance de la calcite $CaCO_3$ à 98,6% et de la pyrite FeS_2 à 1% (voir spectre §chapitre 1) aussi le fer est présent sous forme d'oxyde et le soufre sous forme de cristaux (de couleur jaune) dans matrice calcique (figure 4.40 B). Malgré le fait que la concentration des minéraux secondaires est très faible < 0,5 % nous avons aussi décelé dans les poudres analysées, la présence de magnésium (Mg) signe de présence de dolomite $CaMgCO_3$, et de phosphore signe de présence d'apatite pegmatitique (l'apatite métamorphique $[Ca_5(PO_4)_3]$ est un minéral rare de couleur verte (voir figure 4.40 A)). Toutes ces inclusions ont pu être décelées dans la microstructure comme nous pouvons le voir dans la figure 4.40.

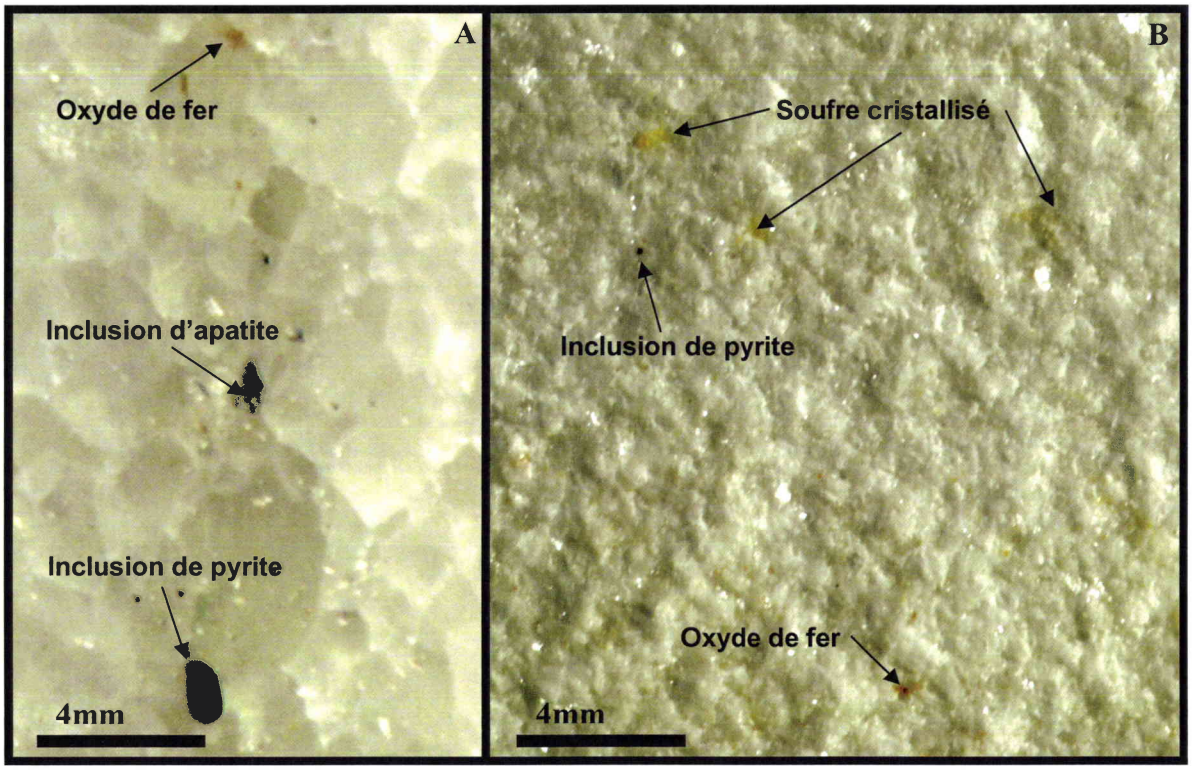


Figure 4.40 : Photos d'inclusions minérales vues dans le Blanco. A) Photo prise avec un objectif macro d'une lamelle de Blanco polie. B) Photo prise avec un objectif macro d'un faciès de rupture.

Aussi nous avons remarqué dans quelques lamelles la présence de quartz (figure 4.41).

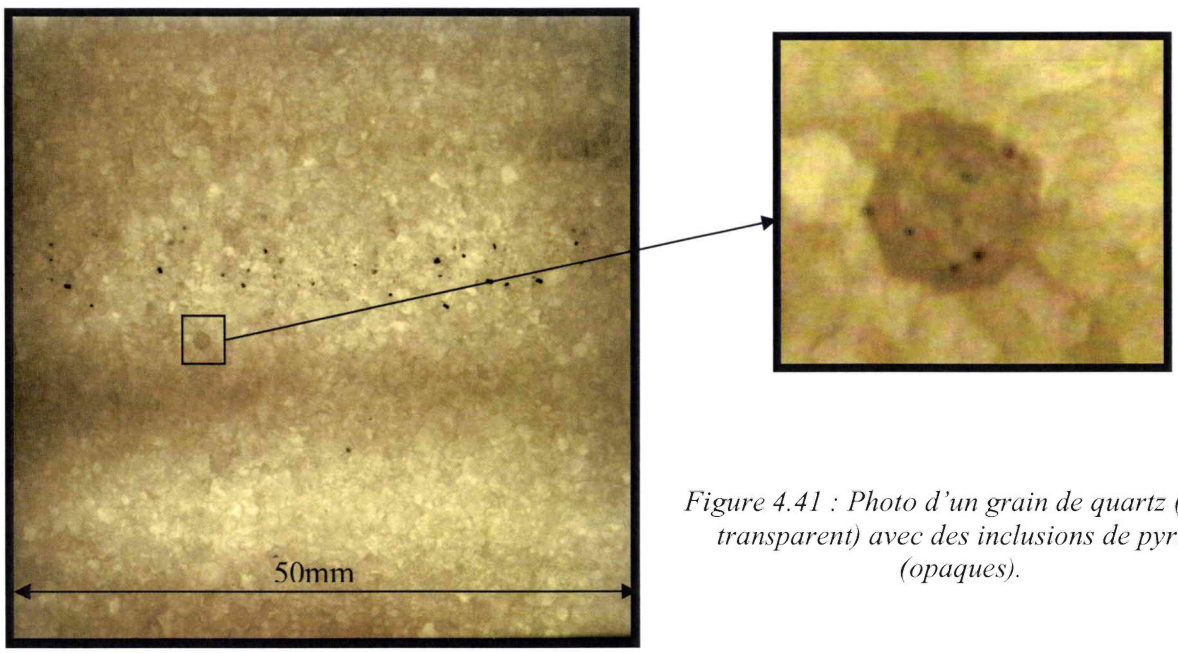


Figure 4.41 : Photo d'un grain de quartz (semi transparent) avec des inclusions de pyrite (opaques).

En résumé, les deux minéraux principaux de ce marbre sont la calcite à plus de 98,6% et la pyrite 1%, les minéraux secondaires sont très rares et présentent une concentration négligeable.
En ce qui concerne les défauts vides et les fissures, nous avons procédé de la manière suivante.
Pour différentes lamelles nous avons pris plusieurs clichés sur une surface de 10 mm² (figure 4.42). Les photos ont été par la suite collées (stitching). Comme chaque image, ainsi obtenue, contient environ 60grains, nous avons pu affiner le pourcentage des grains maclés et nous avons par contre constaté que les grains maclés sont présents à hauteur de 20%.

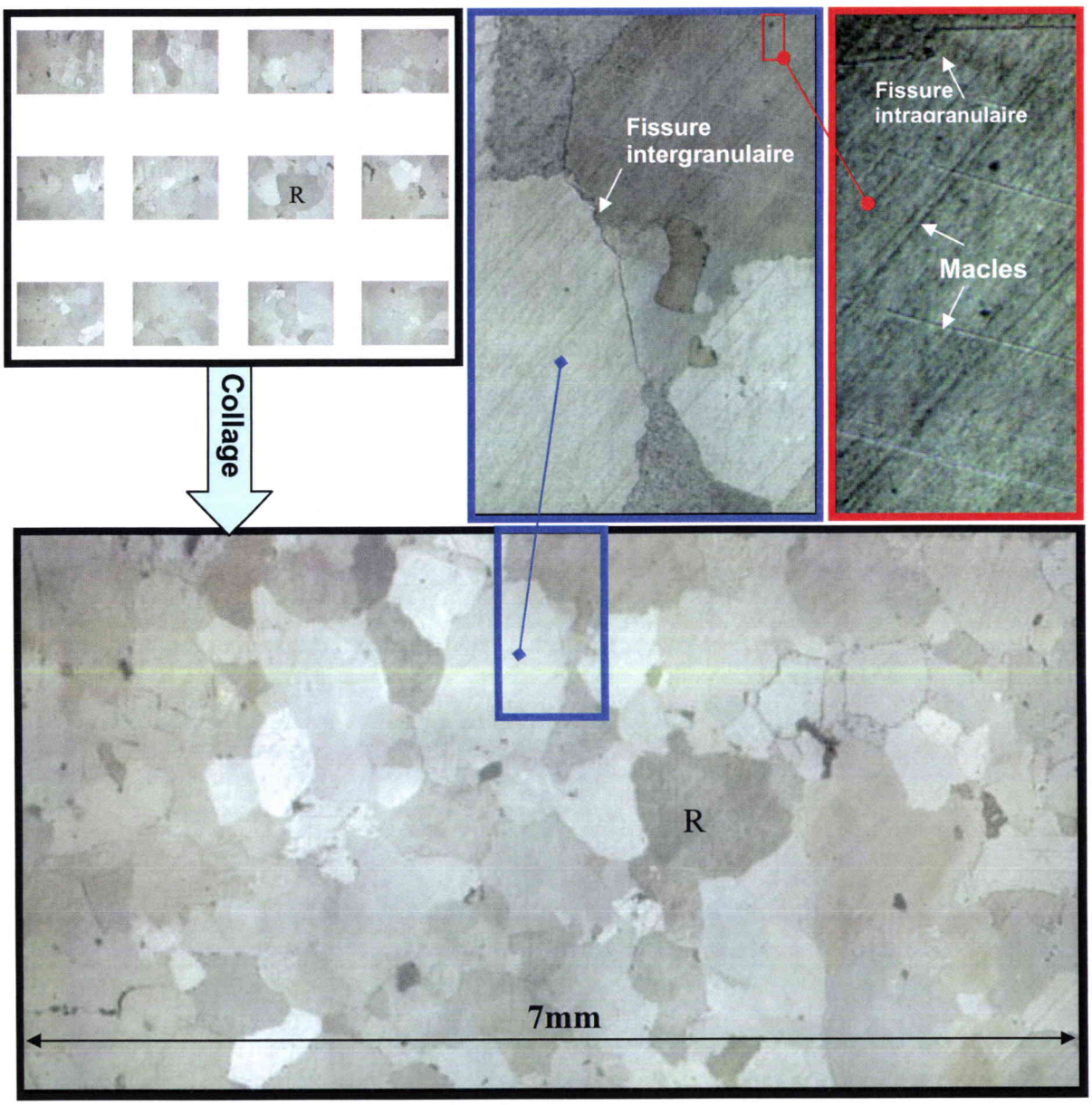


Figure 4.42 : Méthode de recensement des défauts de la microstructure.

Aussi, nous avons recensé moins de 1% de surface vide, par rapport au total des surfaces observées. Nous avons remarqué de la même manière que dans le chapitre 2, que les fissures intergranulaires apparaissent autour des grains de grande taille, et les fissures intergranulaires sont de petite taille (10µm) (figure 4.42) et essentiellement dues au clivage parfait de la calcite. Lors de l'étude bibliographique, nous avons fait remarquer que le maclage était un des mécanismes de relaxation de la contrainte et que le clivage était un des mécanismes d'initiation de l'endommagement. Dans la perspective d'une meilleure compréhension du comportement sous compression et la définition d'un modèle représentatif du niveau de Blanco veiné le plus fidèle à la réalité, nous avons procédé à une analyse cristallographique du Blanco de Macael.

4.2Analyse Cristallographique

Le carbonate de calcium cristallisé se présente dans la nature sous une forme complexe qui est décrite figure 4.33.

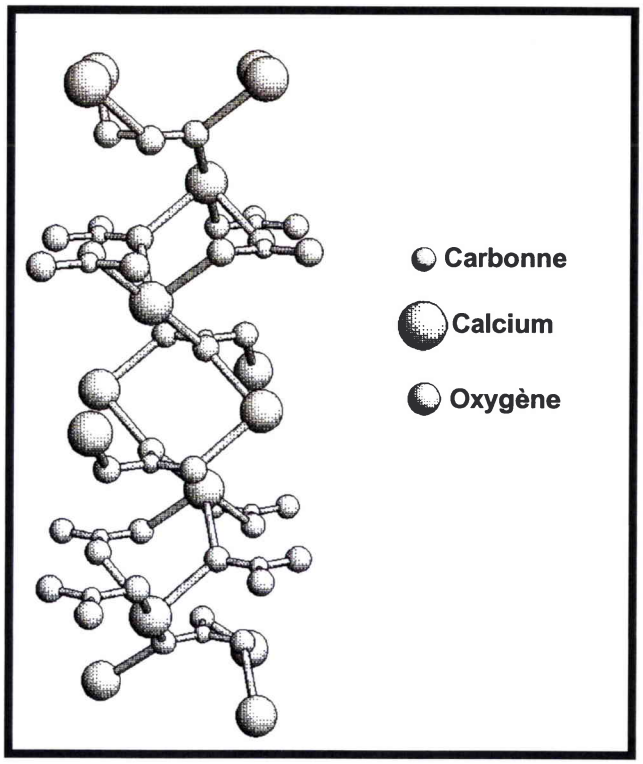


Figure 4.33 : Représentation du carbonate de calcium sous sa forme cristallisé (calcite).

Nous représentons généralement la calcite dans sa maille rhomboédrique, afin de distinguer les plans de clivage et de maclage. (voir figure 4.34)

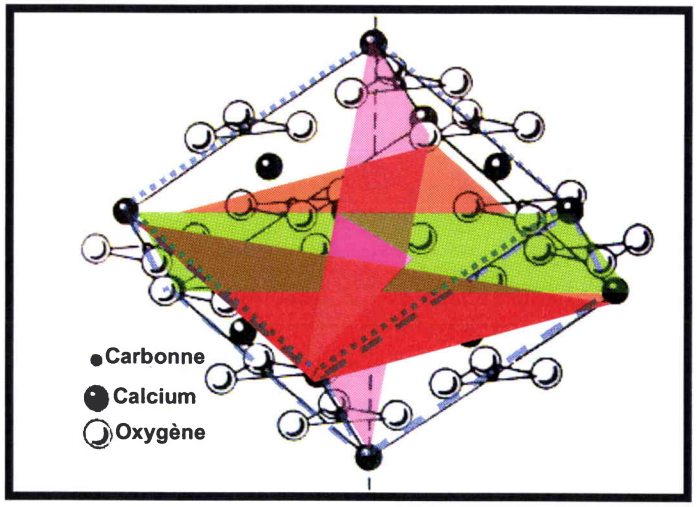


Figure 4.34 : Schéma représentatif de la maille rhomboédrique de la calcite. En rouge, rose et vert, plans de macles « e » et en bleu les plans de macles et de clivage « r »

Pour des raisons de commodité, on préfère représenter le cristal dans une maille hexagonale (maille en noir Figure 4.35). En effet, toute maille rhomboédrique simple (maille en bleu figure 4.35) possède une maille multiple hexagonale.
La recherche des paramètres de maille, de la structure hexagonale, nous renseigne complètement sur la maille élémentaire.

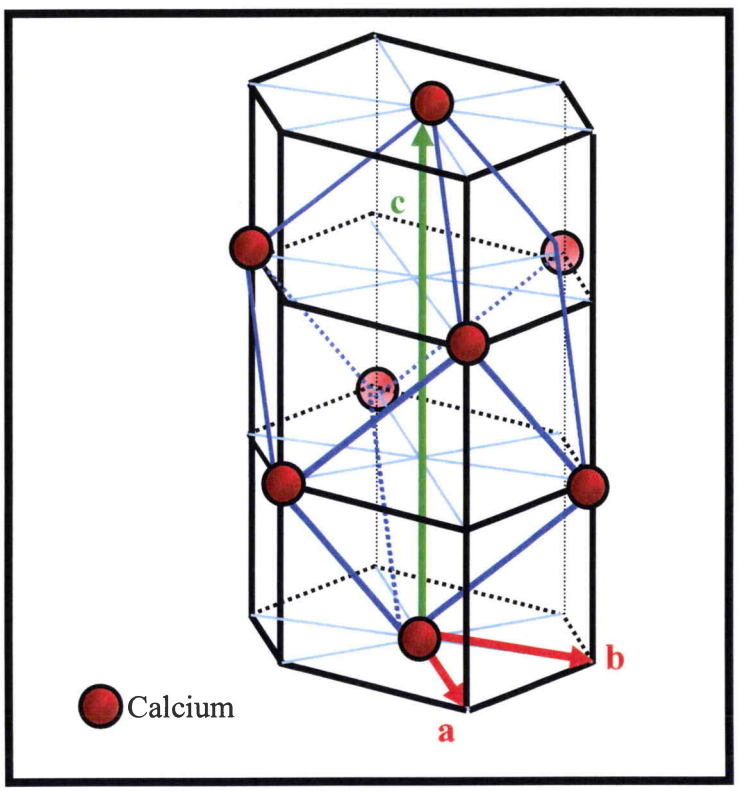


Figure 4.35 : Schéma descriptif de la maille rhomboédrique simple (en bleu) dans la maille hexagonale (en noir), et des vecteurs $\vec{a}$, $\vec{b}$ et $\vec{c}$ utilisés en cristallographie (a=b).
Remarque :seuls les 8 atomes de calcium des sommets de la maille rhomboédrique, ont été représenté par souci de clarté.

Comme nous l'avons expliqué dans le premier et le deuxième chapitre (voir aussi annexe), différents types de marbres blancs sont extraits de la région de Macael. En conséquence, nous notons, selon la composition minérale et le degré de déformation de ces marbres dans les carrières, différentes dimensions (a =b et c) de la maille élémentaire calcique.

Le CTAP a effectué une étude de la taille de la maille élémentaire des « Blanco de Macael » pour 60 carrières de la région. Grâce à cette analyse, nous savons que le volume de la maille élémentaire dans la région, varient entre **363,1**Å^3 [a = 4,9715(9)Å, c = 16,9638(61)Å] et **366,6**Å^3 [a = 4,9839(5) Å, c = 17,0442(33) Å].

Pour la carrière concernée dans cette étude, le CTAP a identifié les paramètres de maille élémentaire suivants : a_1 = 4,9803(6) Å, c_1 = 17,0247(38) Å, et V_1 = 365,8 Å^3. La comparaison entre les données fournies dans les fiches ***A.S.T.M*** et les diffractogrammes obtenus pour différents échantillons, (pris dans les deux directions de la veine) confirment ces valeurs. (figure 4.36 et 4.37)

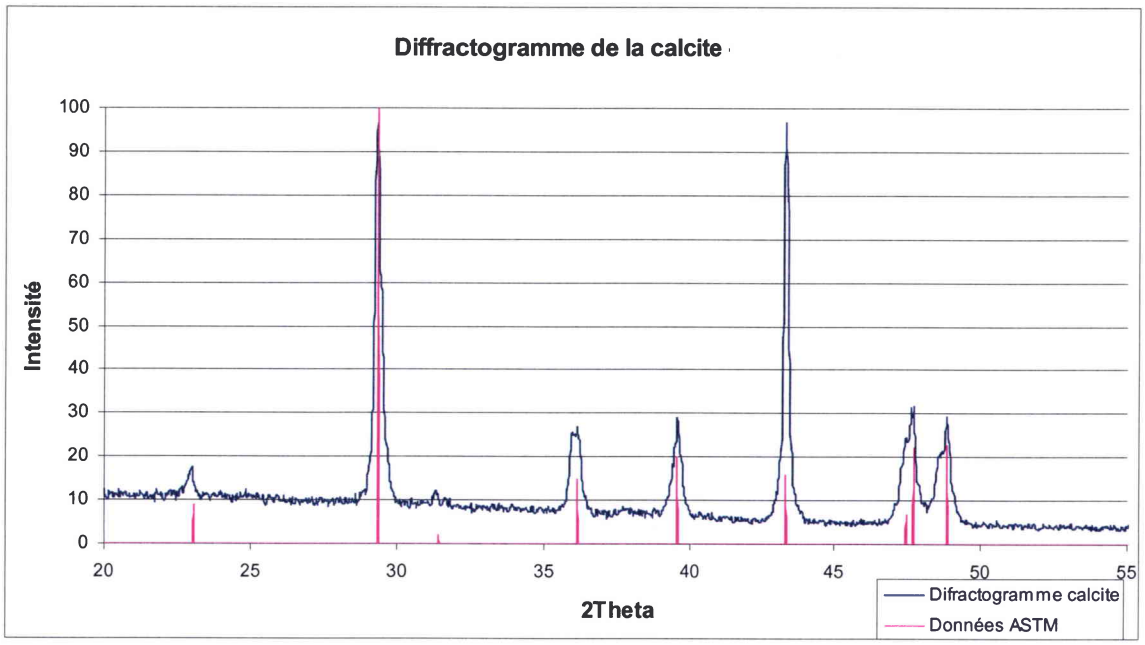


Figure 4.36 : Diffractogramme d'une zone, d'un échantillon de Blanco veiné pris dans la direction 90°.

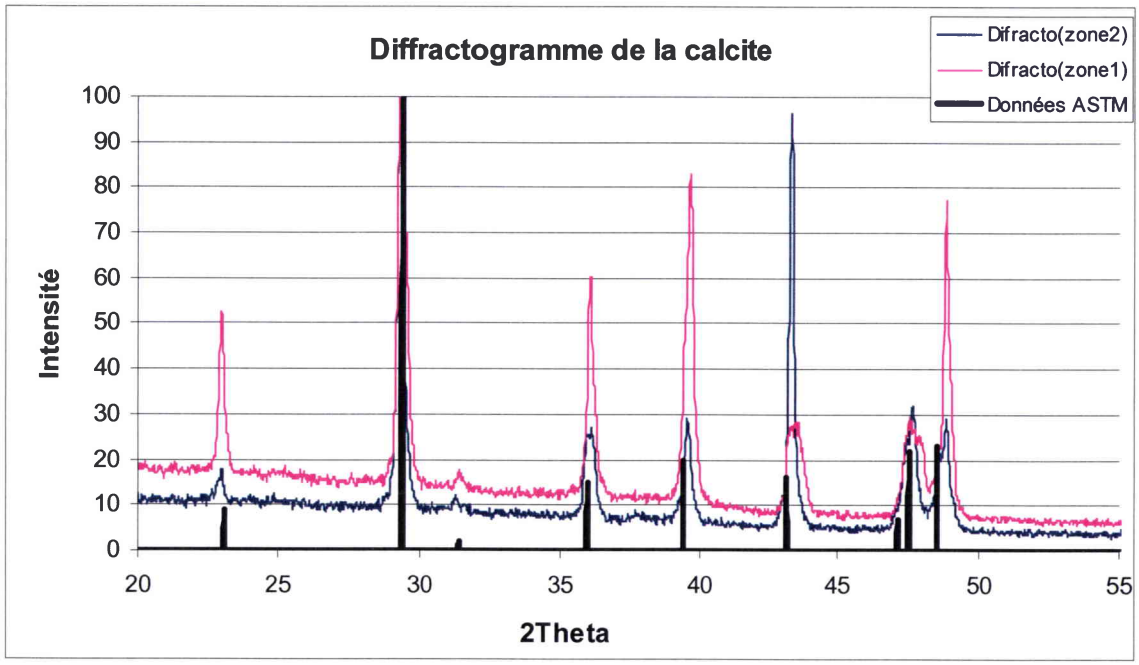


Figure 4.37 : Diffractogramme de la calcite de deux zones proches d'un échantillon de Blanco veiné pris dans la direction 90°.

****A.S.T.M** **A**merican **S**ociety of **T**esting **M**aterials : édite des fiches donnant les paramètres de maille, les coordonnées des différents pics des diffractogrammes (intensité, 2 Theta, hkl) caractéristiques de chaque substance cristallisée inventoriée. Par simple comparaison avec les données calculées à partir d'un diagramme de **poudre** expérimental, on pourra déterminer la nature de la substance.*

Cependant, nous remarquons dans les diffractogrammes, figures 4.37 et 4.36, que **les intensités** mesurées sont différentes des intensités **A.S.T.M.** Ceci prouve l'existence d'un effet de **texture**. En effet, l'analyse statistique de la morphologie des grains a révélé l'influence des déformations sur la morphologie des grains. A ce propos, les diffractogrammes, exposés ci-dessus, confirment la grande taille des grains (de l'ordre de 0,5mm). En effet, la relation de Scherrer [Eberhart 1976] indique que la largeur à mi-hauteur d'une raie de diffraction est inversement proportionnelle à la taille de grain. Les raies de diffractions mesurées montrent des largeurs à mi-hauteur (de l'ordre de 0,1*2Theta) caractéristiques d'une microstructure à gros grains.

Pour définir la texture cristallographique, nous avons effectué des mesures de diffraction sur un échantillon de 2cm de long, prit dans la direction 90° [direction la plus susceptible de montrer une orientation cristallographique préférentielle (voir annexe)], et nous avons réalisé des mesures de diffraction sur **7** zones de 1mm², distantes de 3mm (voir figure 4.38).

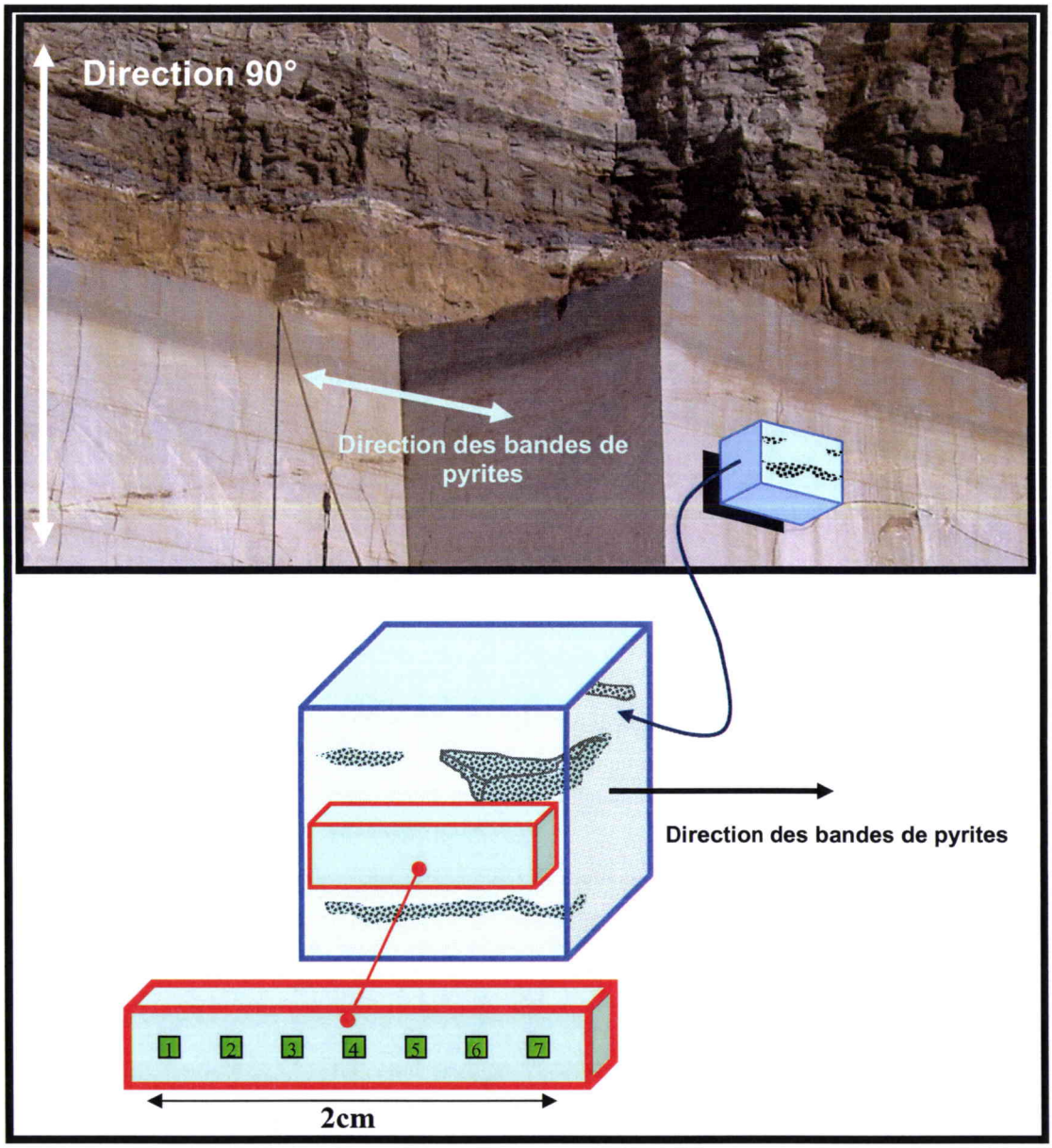


Figure 4.38 : Lieux des mesures de diffraction effectuées.

Les 7 diffractogrammes **intégrés** de l'échantillon (figure 4.38), sont obtenus en sommant les diffractogrammes pour des angles ψ entre 0° et 30° et ϕ entre 0° et 360° (voir figure 4.39).

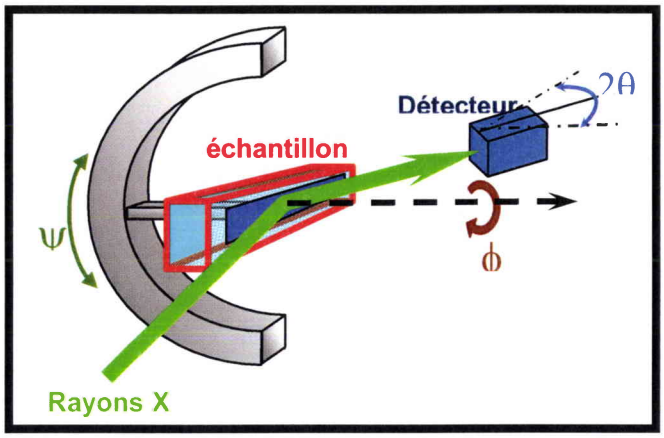


Figure 4.39 : Schéma explicatif des différents angles de rotation dans le goniomètre.

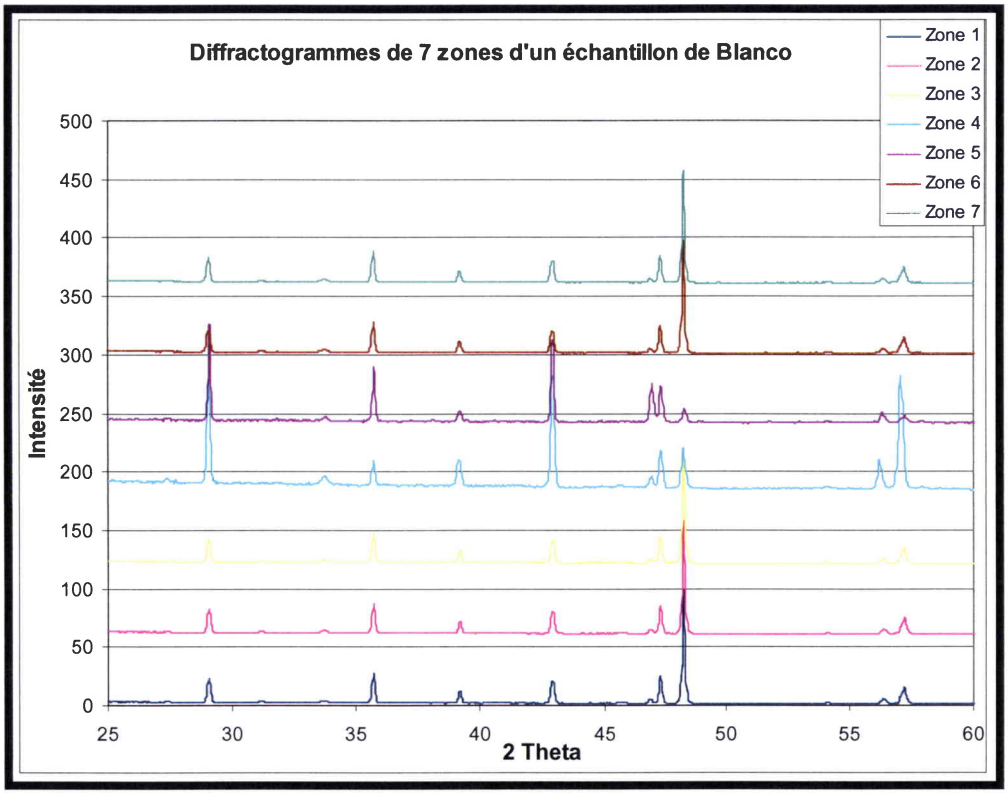


Figure 4.40 : Diffractogrammes des 7 zones d'un échantillon de Blanco pris dans la direction 0°.

On constate, sur la figure 4.40, que les intensités intégrées pour les différents pics du diffractogramme {1,2,3,6,7} sont identiques. On en conclut que, sur des domaines bien plus grands que la taille du grain (∅≈0,5mm), les textures cristallographiques sont semblables.
En effet, comme chaque pic correspond à la diffraction d'un plan cristallographique (hkl), si l'intensité d'un pic de diffractogramme **'non intégré'** est similaire d'une zone « a » à une zone « b » lointaine, ceci veut dire que, la configuration cristallographique du plan (hkl) considéré, est identique entre les deux zones « a et b ». Or, les diffractogrammes de la figure 4.40 sont des diffractogrammes intégrés, (somme des diffractogrammes pour ψ entre 0° et 30°, et ϕ entre 0° et 360°). Les mesures de diffraction confirment donc l'existence d'une texture.
Dans le but de déterminer le type de texture cristallographique de ce marbre, plusieurs figures de pôles ont été mesurées pour différentes zones de l'échantillon (Theta fixe, et variation de ϕ et ψ).

Le graphique 4.41 relate la superposition des différentes figures de pôles, effectuées sur un échantillon extrait dans la même direction que précédemment (figure 4.38).

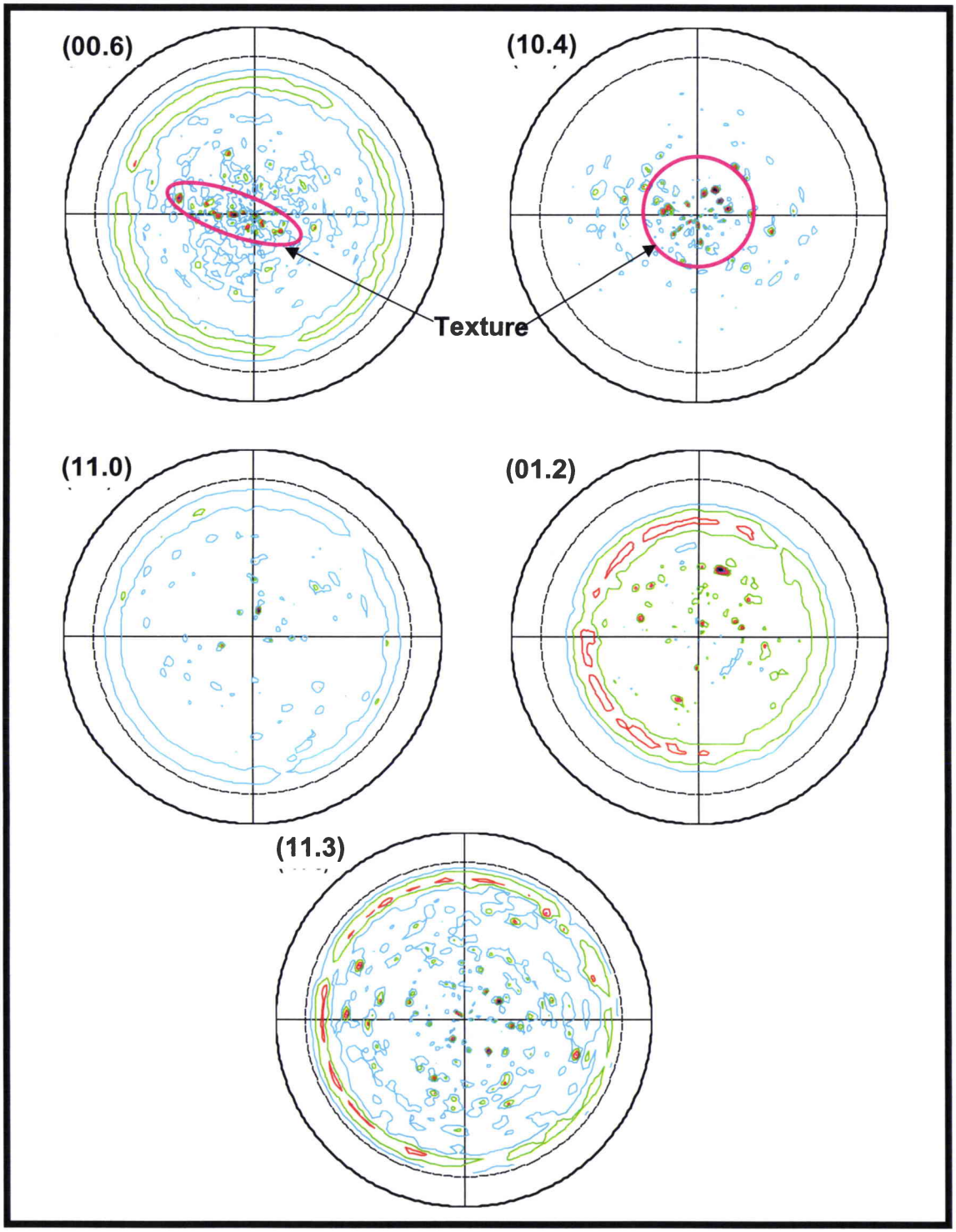


Figure 4.41 : Superposition des figures de pôles effectuées sur l'échantillon pris dans la direction des bandes de pyrite.

On note sur la figure de pôle du plan <00.6>, que les pôles de ce plan basal, se concentrent en une ellipse inclinée ; et les plans <10.4> sont inscrits dans un cercle. Ces tendances indiquent une texture de fibre « probable »
Afin de comprendre l'orientation cristallographique des cristallites, nous expliquons, dans ce qui suit, la correspondance entre les plans dans la figure de pôle et la surface de l'échantillon.

Dans le cas où le plan <00.6> d'un grain est parfaitement parallèle à la surface de l'échantillon, la figure de pôle correspondante est décrite dans la figure 4.42. Si maintenant, le plan <00.6> tourne autour de la normale à la surface de l'échantillon d'un angle ϕ, dans ce cas, la figure de pôle tournerait dans le même sens (figure 4.42).

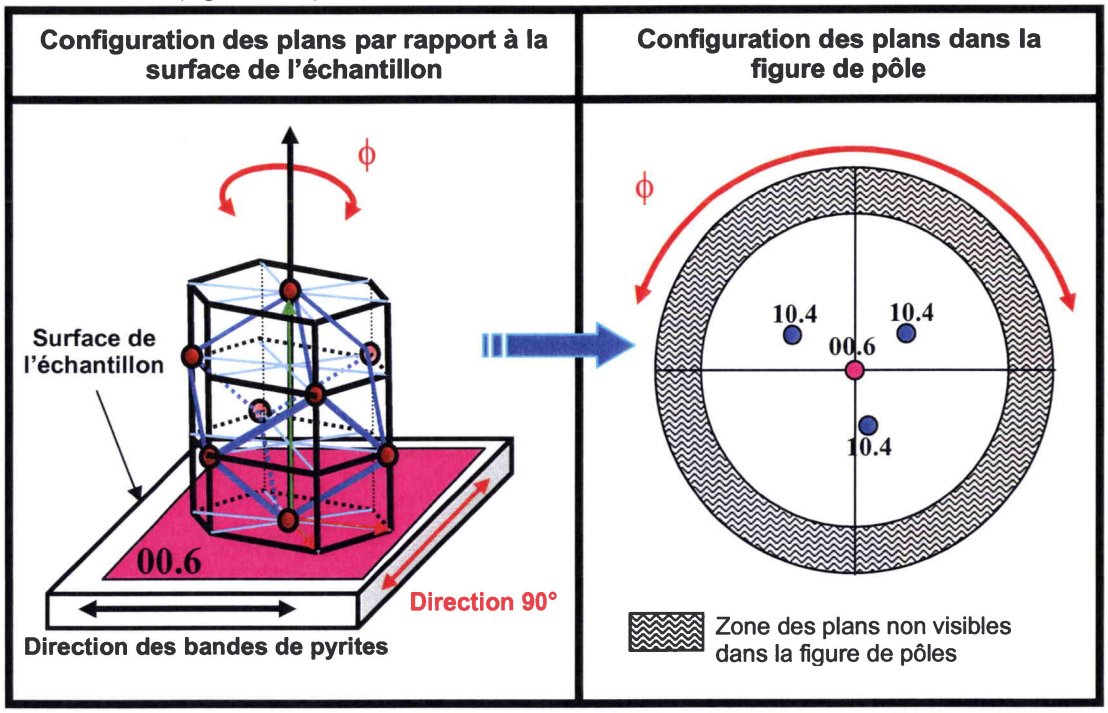


Figure 4.42 : Correspondance entre la position du plan basal par rapport à l'échantillon et par rapport à la projection stéréographique.

Maintenant, si le plan basal <00.6> est à 30° de la surface de l'échantillon (figure 4.43) nous remarquons, que le pôle se déplace au sommet de l'ellipse figure 4.41.

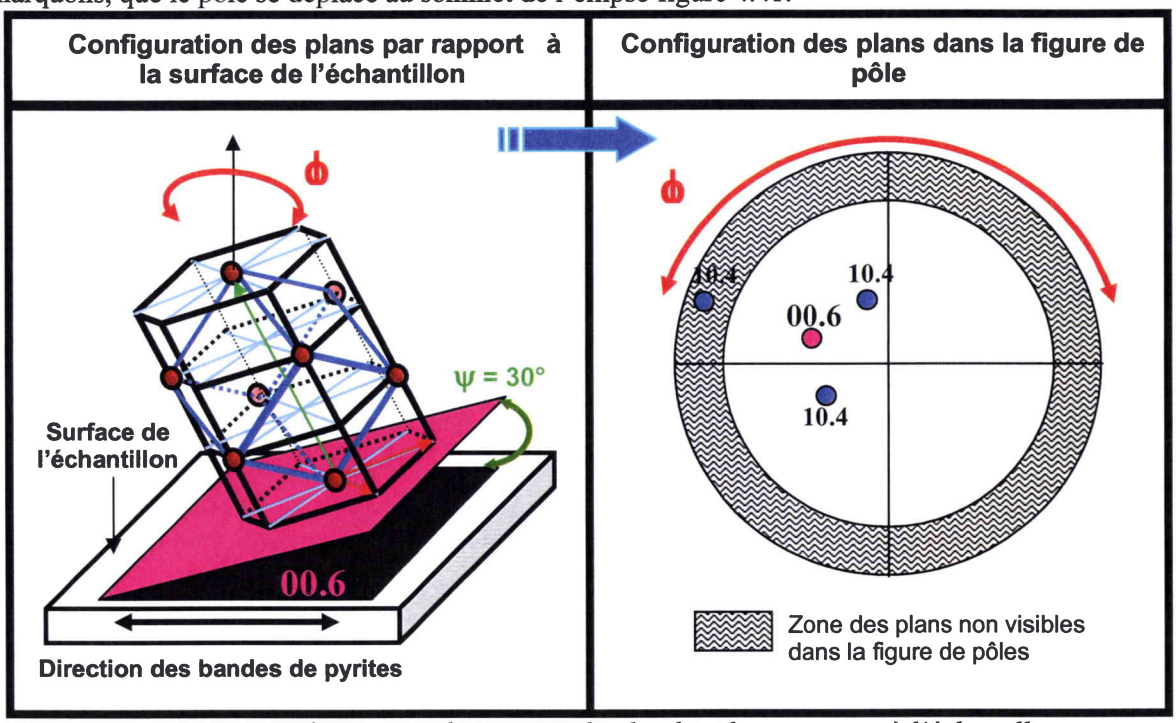


Figure 4.43 : Correspondance entre la position du plan basal par rapport à l'échantillon et par rapport à la projection stéréographique.

La figure de pôle (figure 4.41), des plans <00.6>, indique donc une variation de l'orientation du vecteur « c » entre –5° et 30°. De ce fait, les plans <10.4> sont inscrits dans un cercle. Par conséquent, les cristallites du marbre ne présentent pas une orientation privilégiée.
Ce que nous pouvons montrer par ces résultats, est que pour un certain nombre de cristallite, le plan <00.6> est orienté suivant une direction **proche** de la direction parallèle à la surface de l'échantillon, et peut tourner de ψ entre –5° et 30° et de ϕ =360° (figure 4.44).
Par conséquent, dans cette direction un certain nombre de grains, de Blanco veiné, ont été marqués par les déformations antérieures et commencent à définir une texture de fibre.

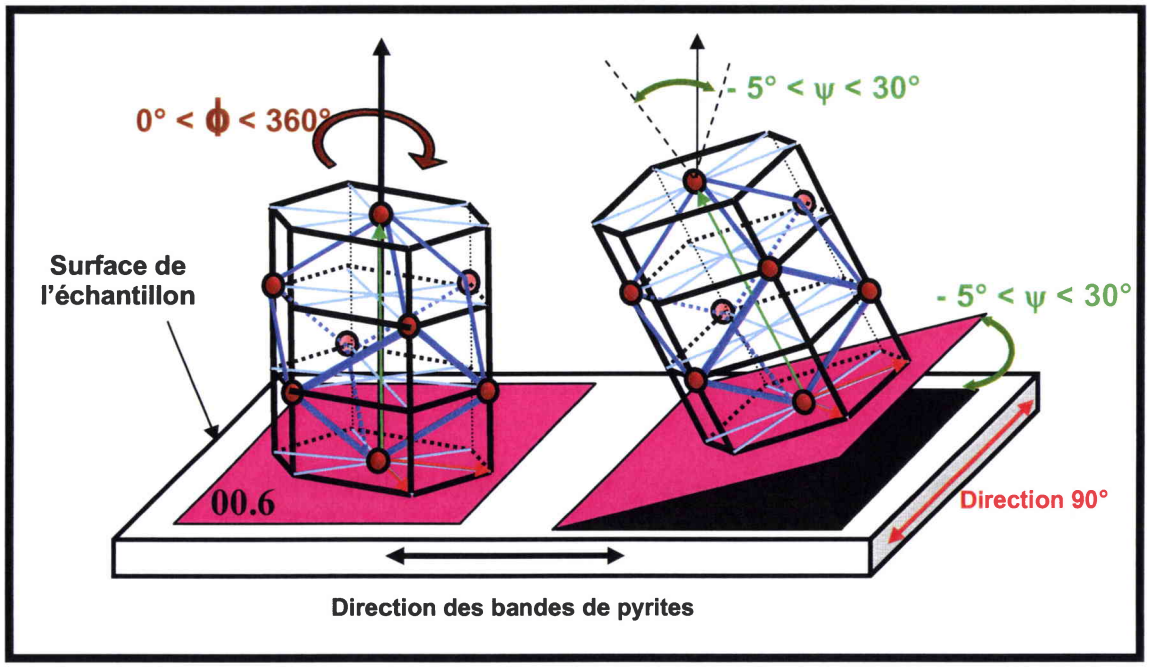


Figure 4.44 : Schéma explicatif de la texture de fibre ; exemple du plan 00.6.

Enfin, si nous regardons, les figures de pôles réalisées (Figure 4.45).

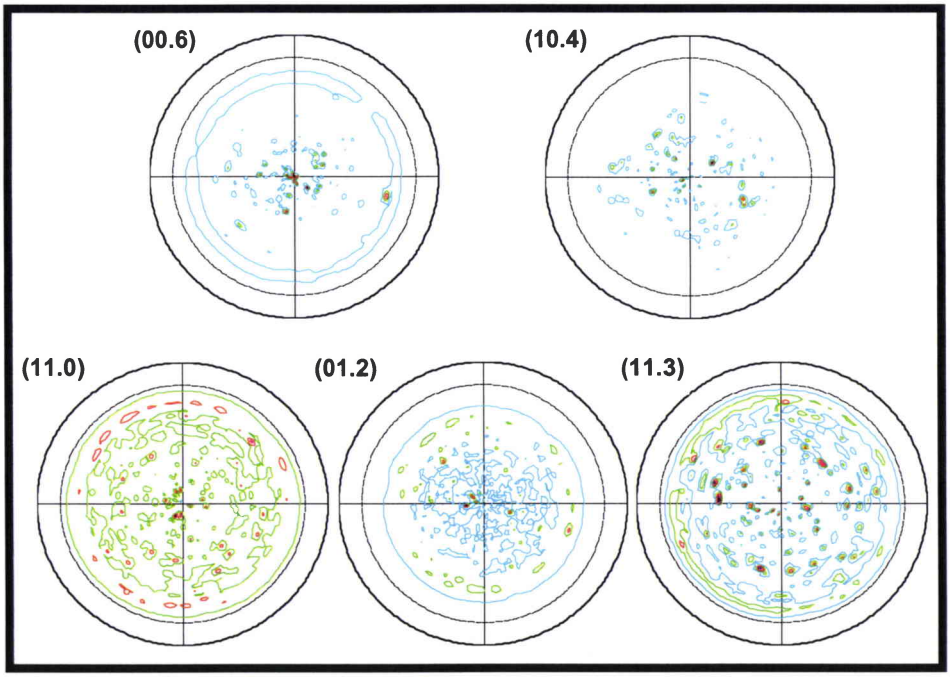


Figure 4.45 : Figure de pôles normalisés d'un échantillon extrait dans la direction 90°.

On remarque d'après la figure 4.45 que la texture des différents grains est très aléatoire dans cette direction. Pour l'instant, une approche statistique des orientations cristallographiques et une estimation du nombre de grains constituant la texture de fibre, n'a pas pu être effectuée. En effet, la grande taille des grains pose des difficultés lors des mesures par diffraction. La taille du faisceau des Rayons X approche la dimension de deux ou trois grains, par conséquent, pour atteindre un nombre de grains suffisant à une estimation statistique, une quantité considérable de mesures doit être effectuée.

Par la suite, c'est les grains dont le degré de déformation est le plus avancé, qui sont susceptibles de présenter cette texture. Ce sont donc, les grains présentant un élancement important et une orientation, à plus ou moins 15°, dans la direction des bandes de pyrites qui seront le plus susceptibles de montrer cette texture de fibre. D'après l'analyse de la morphologie des grains, nous savons que ceux-ci représentent environ 30% de la totalité des grains. Par conséquent, nous pouvons considérer cette caractéristique dans le modèle tridimensionnel et pourra ainsi être vérifiée par les essais expérimentaux et par la simulation. Pour ce faire, il nous faut définir les angles d'Euler.

Pour un échantillon dont les bandes de pyrite sont perpendiculaires à la direction de compression, nous savons que l'axe C est orthogonal à la direction de compression, et qu'il peut tourner par rapport à un axe *u* parallèle à la direction de compression d'environ 35° (figure 4.46).

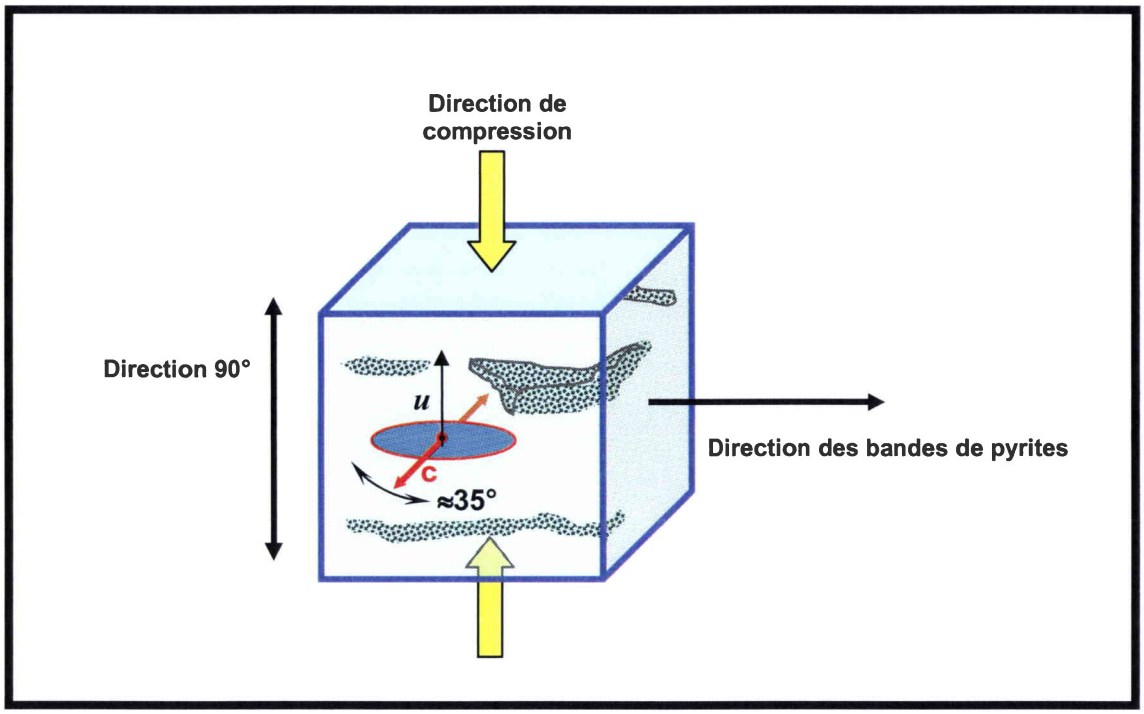


Figure 4.46 : Orientation de l'axe C de la maille de carbonate de calcium par rapport à l'échantillon.

Si** on considère le repère orthonormé du cristallite ***(Ox'y'z') tel que « *z'* » est parallèle à l'axe de la maille hexagonale C (figure 4.44)

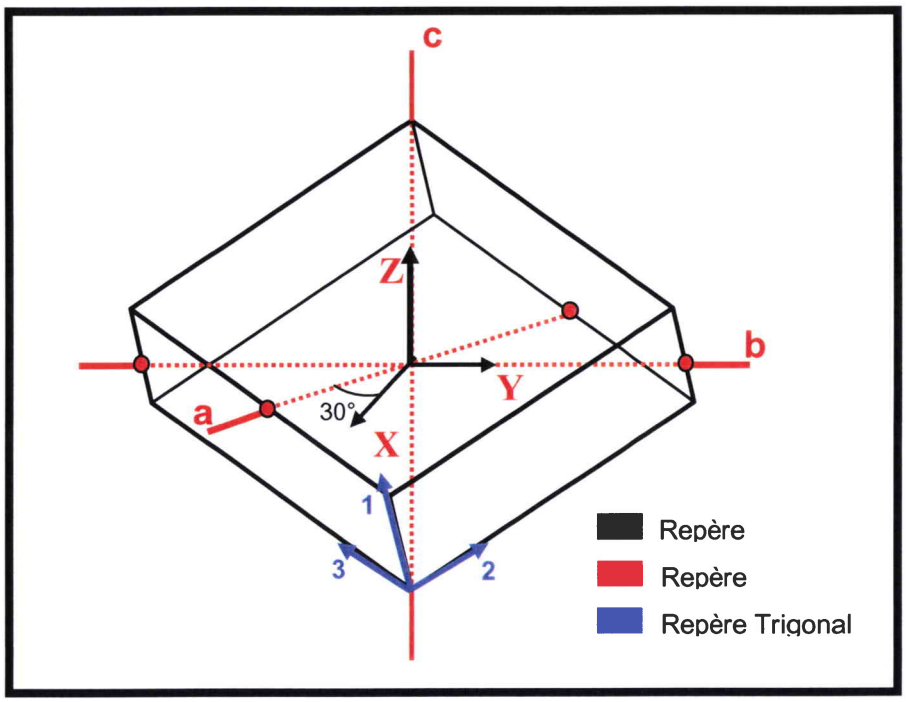


Figure 4.47 : Position du repère cartésien par rapport au repère trigonal et hexagonal.Nous faison remarquer que les axes X',Y',a et B sont coplanaires.

***Si** on définit maintenant les angles d'Euler (φ_1 , Φ et φ_2) tel que c'est décrit dans la figure 4.45 à savoir :

φ_1: définit la précession par rotation autour de Z : X-->*u* et Y-->*v*

Φ : définit la nutation par rotation autour de *u* : *v*-->*w* et Z-->Z'

φ_2: définit la rotation propre autour de Z' : *u*-->X' et *w*-->Y'

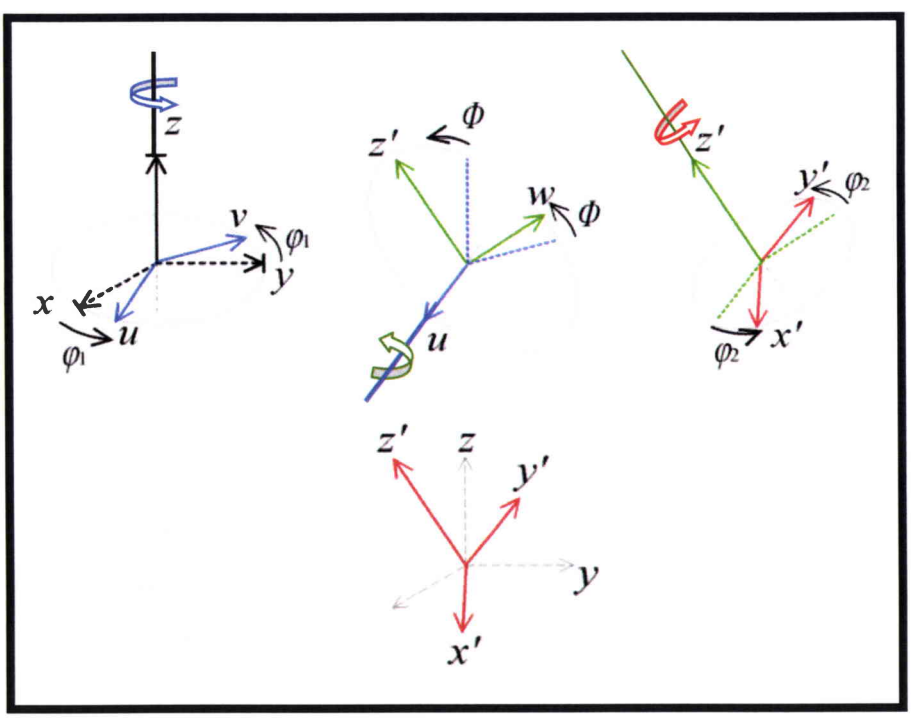


Figure 4.48 : Définition des angles d'Euler.

***Alors** nous pouvons définir les deux orientations extrêmes 1 et 2 (expliquées précédemment figure 4.39 et 4.40) dans un repère échantillon (*XYZ*) (voir figure 4.46).
1) Pour le cas où l'axe « C » est à –5° de la direction de compression et à la direction des bandes de pyrites (figure 4.39), nous savons que ce dernier peut tourner autour de lui même de 360°, de ce fait : φ_1=95°, Φ= ±90° et -180°<φ_2<180°.(Figure 4.46).

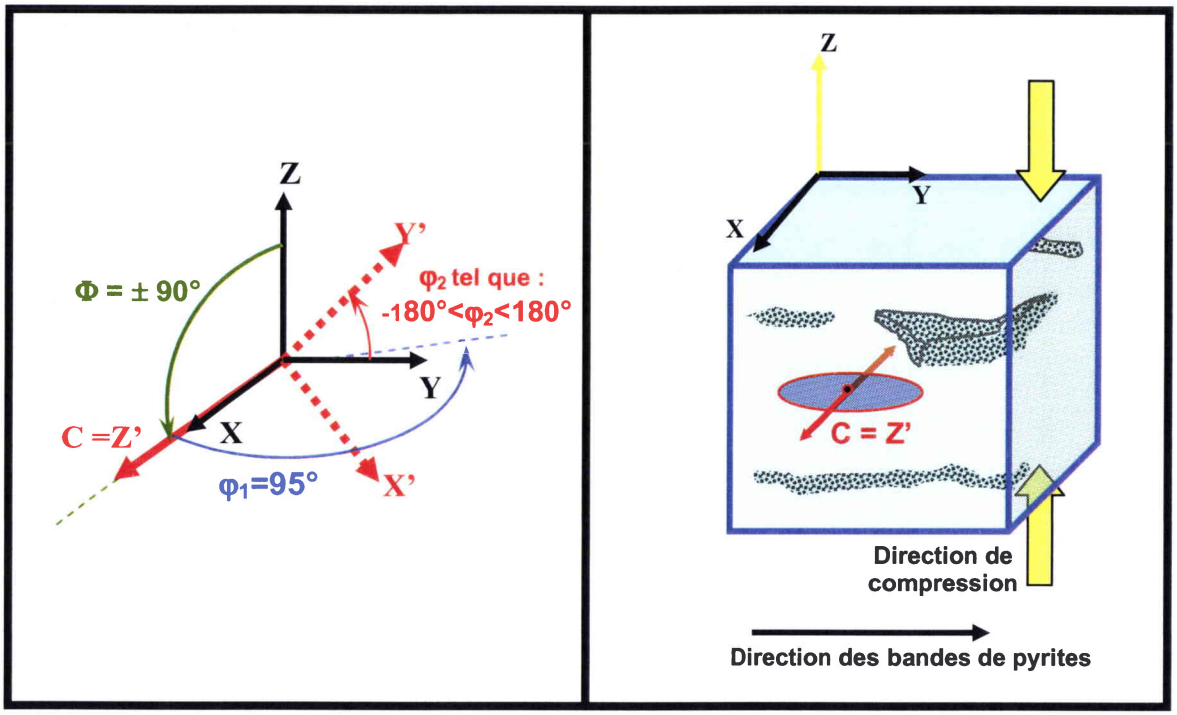


Figure 4.46 : Définition des angles d'Euler dans le cas ou l'axe C est perpendiculaire au plan de l'échantillon.

2) Si maintenant l'axe C est à 15° par rapport l'axe X de l'échantillon figure 4.47, comme l'axe C peut aussi tourner autour de lui même de 360°, alors φ_1=105°, Φ= ±90° et -180°<φ_2<180°.(Figure 4.46).

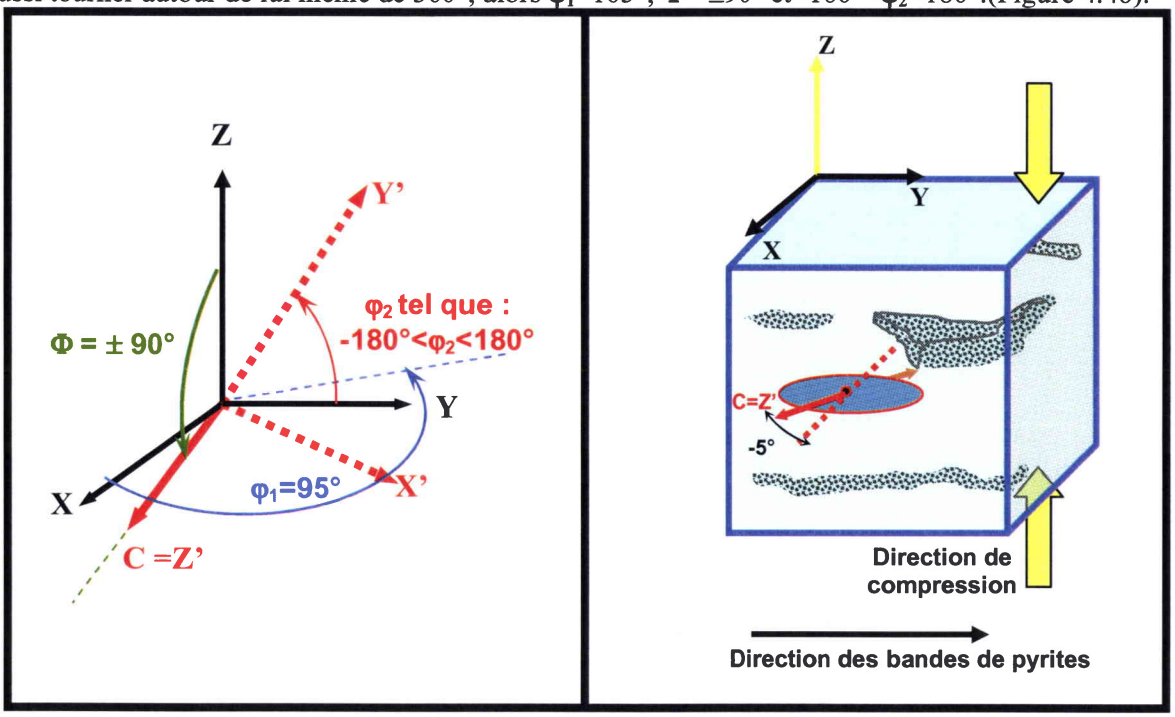


Figure 4.47 : Définition des angles d'Euler dans le cas ou l'axe C est à 30° par rapport à l'axe X de l'échantillon.

En se référant à ces deux orientations extrêmes des cristallites, nous pouvons introduire la texture de fibre dans le modèle. Pour ce faire, il suffit de considérer, pour quelques grains, des variations de φ_1 entre 60° et 95°, φ_2 entre -180° et 180° , et **Φ fixée** à 90° ou –90°.

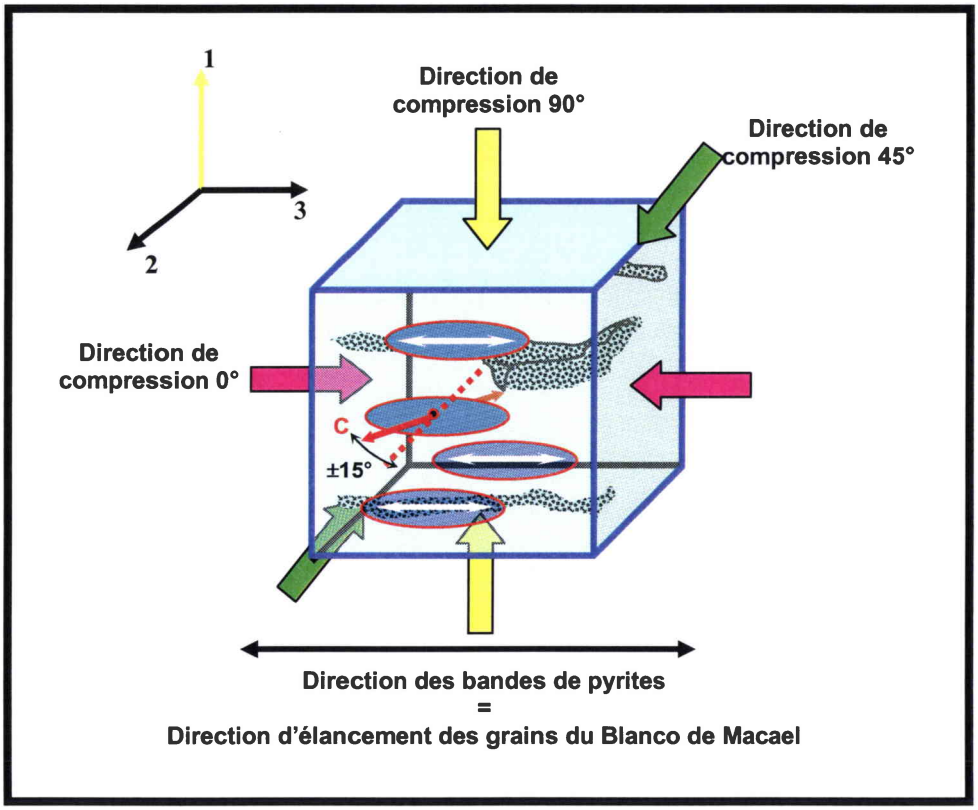
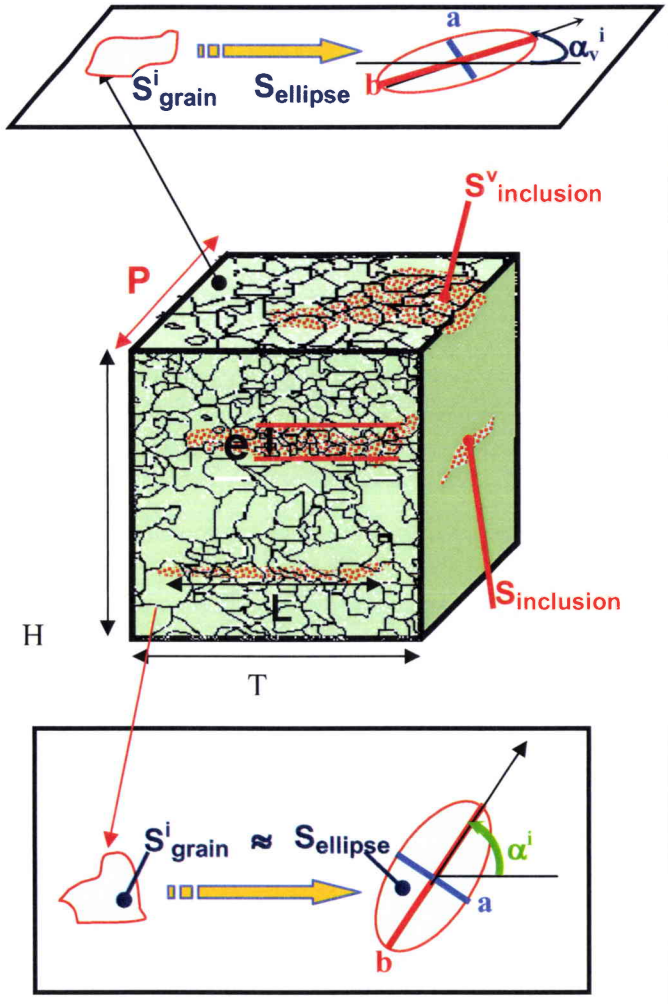


Figure 4.48 : Schéma descriptif des directions des essais de compression uniaxiale par rapport à la direction de l'axe C de la maille du carbonate de calcium cristallisé. ***Les notations des directions de compression 0°, 45°, 90° seront retenues pour le chapitre 5***

4.3 Conclusions du chapitre 4

Le but de ce travail étant de caractériser le comportement sous compression des marbres du niveau de Blanco veiné et de simuler leurs réponses mécaniques, l'étude approfondie de la microstructure effectuée précédemment nous permettra dans un premier temps une meilleure compréhension et une meilleure interprétation des essais expérimentaux, et dans un deuxième temps, la définition d'un modèle, essentiel à la simulation du comportement, le plus fidèle à la microstructure réelle.

I. Concernant la définition du modèle tridimensionnelle (figure 4.49), qui sera intégrée dans la simulation du comportement, les analyses statistiques de la morphologie des grains de calcite et de pyrite dans les deux directions (direction de la veine et direction coplanaire) nous permettent à ce stade de définir une morphologie « moyenne » représentative du niveau de Blanco de Macael veiné. Aussi, l'observation des différentes lamelles permet d'envisager quelques configurations possibles, caractéristiques du niveau étudié, de la répartition spatiale « aléatoire » des grains de calcite et de pyrite.



H : Hauteur de l'échantillon
T : Largeur de l'échantillon
P : Profondeur
S'^1_{grain} : Surface des grains de petite taille dans les deux directions
S'^2_{grain} : Surface des grains de taille moyenne dans les deux directions
S'^3_{grain} : Surface des grains de grande taille dans les deux directions
$S_{ellipse}$: Surface de l'ellipse approchant la surface du grain
a : Longueur du petit axe de l'ellipse
b : Longueur du grand axe de l'ellipse
α i et **α**vi : Angle entre la direction de la veine et le grand axe de l'ellipse
e : Epaisseur de la bande de pyrite
L : Largeur de la bande
P : Pronfondeur de la bande
$S_{inclusion}$: Surface de l'inclusion dans la direction de la veine
$S^v_{inclusion}$: Surface de l'inclusion dans la direction coplanaire à la veine

Caractéristiques :

*$0{,}01mm^2 < S^1_{grain} < 0{,}2mm^2$
*$0{,}2mm^2 \leq S^2_{grain} < 0{,}45mm^2$
*$0{,}45mm^2 \leq S^3_{grain} < 3{,}5mm^2$
*$\Sigma S'^1_{grain} \approx \Sigma S'^2_{grain} \approx \Sigma S'^3_{grain} \approx 33\%*(H * [P ou T])$
*Pour 20% des grains^{1,2,3} a/b <1,1
*Pour 35% des grains^1 $\alpha^1 = \alpha_v^1 = 0°$
*Pour 20% des grains^2 $\alpha^2 = \alpha_v^2 = 0°$
*α^3 et α_v^3 aléatoires
*1mm < **e** < 6mm
***L** & **P**> 1mm
*$0{,}01mm^2 < S_{inclusion} < 1mm^2$
*$\Sigma S_{inclusion} / (H * T) = 0{,}7\%$
*$\Sigma S^v_{inclusion} / (H * P) = 1{,}26\%$

Figure 4.49 : Caractéristique du modèle tridimensionnel représentatif du Blanco de Macael veiné.

L'analyse des différentes hétérogénéités présentes dans le niveau permet d'affiner ce modèle représentatif. Enfin, l'étude cristallographique vient compléter ce modèle.
De ce fait, en faisant varier pour un certain nombre de grains les angles d'Euler pour φ_1 entre 65° et 95°, φ_2 entre -180° et 180° , et **Φ fixée** à 90° ou –90° nous pouvons voir l'effet de la texture de fibre sur la réponse en compression, des grains mylonitiques.
La texture cristallographique de ce marbre, définie précédemment, pourra aussi être intégrée dans le modèle. Cette caractéristique de la microstructure est aussi essentielle à la compréhension de la réponse mécanique sous une charge compressive.

II. Le travail effectué sur la définition des caractéristiques de la microstructure et les analyses de la morphologie des grains de calcite, associé aux résultats expérimentaux sur le Blanco veiné du chapitre 2, nous permettent, déjà, de définir quelques tendances du comportement sous compression du Blanco veiné.

***II.* 1.** Si nous devons définir une taille moyenne de grain, la surface moyenne étant de 0,2mm² alors la taille serait de 0,0005m. Mais si nous nous basons sur l'étude statistique, l'écart moyen affecté aux surfaces dans les deux directions étant de 0,16mm², un encadrement entre 0,04mm² est 0,36mm² est plus adéquat. La taille de grain serait, par conséquent, comprise entre 0,00022m et 0,00076m. En se réfèrent au graphique 4.50 [Robina 1996], liant la taille de grain à la valeur limite en compression uniaxiale, la résistance du Blanco veiné, devrait être comprise entre 48MPa et 75MPa avec une moyenne autour de 50MPa. Cette tendance a été vérifiée lors des premiers essais.

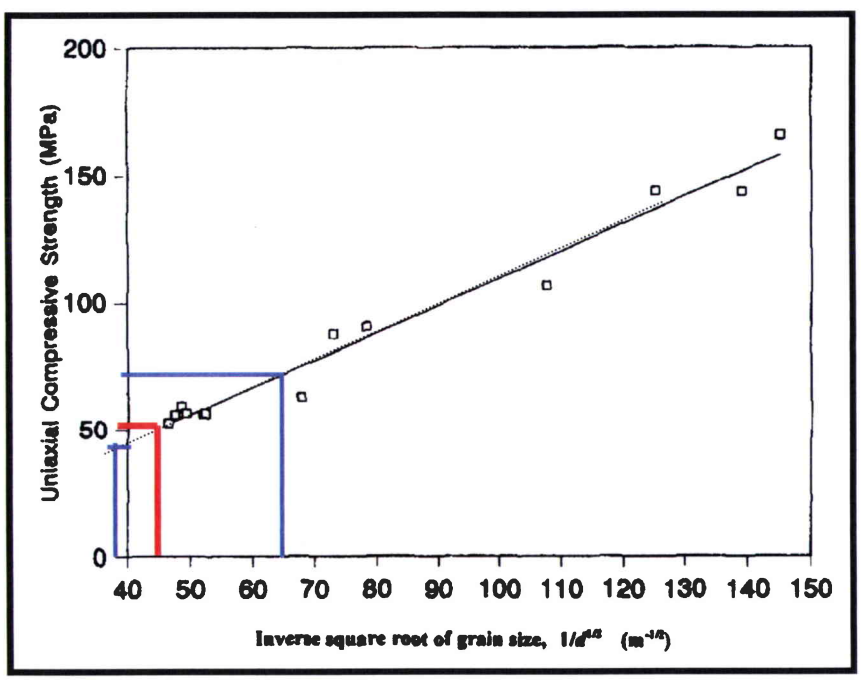


Figure 4.50:Résistance à la compression uniaxiale en MPa des marbres étudiés par [Brace 1961, Olsson 1974, Fredrich 1990] en fonction de l'inverse de la racine carrée des tailles de grain $m^{-1/2}$. [Robina 1996]

Le matériau «Blanco de Macael » veiné doit être caractérisé pour son intégration dans le bâtiment. Par conséquent, le but de ce travail est la prédiction de la fin de la phase élastique et ceux pour différentes caractéristiques de la microstructure. Pour, détecter l'instant de l'initiation de l'endommagement dans le matériau, et prédire par l'étude de l'évolution de l'endommagement les risques de ruptures, nous avons effectué des essais de compressions dans les trois directions sur le Blanco de Macael veiné.
Nous présentons dans le dernier chapitre les résultats expérimentaux des essais de compressions.

5. Etude expérimentale

Table des matières

5.Etude expérimentale.....227
Introduction : 228
5.1 Procédure Expérimentale : 228
5.1.2 Description de l'émission acoustique : 229
5.1.2 Description du dispositif d'acquisition : 231
5.1.3 Définition des classes de pyrite : 233
5.2 Etude du comportement du Blanco de Macael sous compression uniaxiale dans la direction 90° : 235
5.2.1 Résultats des essais de compression dans la direction 90° du Blanco veiné : 235
5.2.2.1 Discussion : 241
5.2.2 Analyse macro-mésoscopique du comportement : 244
5.2.3 Analyse à l'échelle microscopique : 251
5.2.4 Conclusion : 256
5.3. Résultats des essais de compression dans la direction 45° sur les échantillons de Blanco veiné : 262
5.3.1 Analyse à l'échelle macroscopique des faciès de rupture: 263
5.4 Résultats des essais de compression dans la direction 0° sur les échantillons de Blanco veiné : 273
5.4.1 Analyse macroscopique du comportement des échantillons de Classe 1 : 274
5.4.2 Synthèse du comportement macroscopique du Blanco veiné : 279
5 .5 Etude de deux marbres des niveaux inférieurs et supérieurs du niveau de Blanco veiné : .285
5.5.1 Analyse du comportement du Gris de Macael.....285
5.5.2 Analyse du comportement du Blanco SP.....289
5.7 Conclusions du chapitre 5.....295

Introduction :

Les essais de compression vus dans le chapitre 3, nous ont permis de :

-Valider la taille du VER et les conditions optimales d'essais.

-Optimiser la procédure de mesure de la déformation et étalonner le dispositif de mesure de l'activité acoustique.

-Mettre en lumière l'influence des bandes pyriques sur le comportement sous compression et définir une première estimation de la CCU du Blanco veiné dans trois directions de chargement (0°, 45° et 90°).

Pour l'instant, le processus d'endommagement et les différentes phases du comportement sous compression, sont inconnus. Or pour assurer l'utilisation du marbre dans le bâtiment nous devons déterminer expérimentalement :

-Le seuil d'initiation de l'endommagement, soit la fin de la phase élastique.

-Comprendre les mécanismes d'endommagements opérant dans les différentes phases successives, de l'échelle locale à l'échelle globale,

-L'influence de la microstructure.

Ainsi, à partir du modèle tridimensionnel défini nous pourrons simuler dans le futur le comportement réel et définir les critères de début de la phase d'endommagement.

5.1 Procédure Expérimentale :

Pour caractériser le niveau de Blanco veiné nous disposons de 45 échantillons cylindriques et parallélépipédiques extraits dans les trois directions (figure 4.3). Rajoutée aux résultats sur les trois échantillons vus au chapitre 3, la caractérisation du **niveau** de Blanco veiné est possible.

Pour ces essais, tous les échantillons ont été rectifiés et testés avec une vitesse de déplacement du plateau de 0,05mm/min sur la machine de compression (Zwick/Roell) du LFM d'une capacité de 200 KN et disposant d'une rotule et des plateaux en acier rectifiés.

Les premiers tests effectués au chapitre 2 nous ont permis de définir les conditions d'essais optimales ; à savoir des échantillons (50mm x 50mm x 100mm) présentant un élancement de 2, avec une lubrification des plateaux à l'acide stéarique. Pour la mesure de la déformation axiale nous avons utilisé, comme expliqué au chapitre 2, trois capteurs LVDT ; aussi deux capteurs LVDT ont été placés horizontalement sur deux faces opposées de l'échantillon pour la mesure de la déformation radiale.

Pour détecter les différentes phases d'endommagement, la mesure des déformations radiales et axiales est insuffisante. En effet, ces mesures doivent être corrélées à une détection des mécanismes locaux de rupture. Les différents essais expérimentaux de compression uniaxiale sur les roches [Rossi et al 1989, Eberhardt 2000, Lockner et al 1992 ...] ont montré l'efficacité de l'émission acoustique en tant qu'indicateur de l'évolution de la microfissuration dans les échantillons.

Lors des essais exposés au chapitre 2, nous avons effectué le calibrage, l'étalonnage et la synchronisation des données acoustiques avec les mesures de déplacement. Nous expliquons dans ce qui suit le détail de cette procédure.

5.1.2 Description de l'émission acoustique :

Dans notre étude, l'utilisation de l'émission acoustique a pour but de définir la phase d'initiation de l'endommagement, mais aussi quantifier l'endommagement et comprendre son évolution en corrélant les données acoustiques avec les mesures de la force appliquée et de la déformation. Il est par conséquent nécessaire de présenter la méthode ainsi que ses principales caractéristiques.

L'émission acoustique est basée sur la détection des ondes élastiques générées par une déformation locale dans les matériaux soumis à une ou plusieurs contraintes. En effet, la création ou la modification d'un défaut s'accompagnent d'une libération d'énergie qui parcourt le matériau sous forme d'ondes élastiques transitoires. Les enregistrements de ces signaux acoustiques renseignent alors sur l'évolution de l'endommagement [Wevers 1997].

Cette méthode ignore ainsi tout phénomène bénin (comme le maclage ou la déformation élastique) qui s'opère lors des tests mécaniques. Elle ne sélectionne que ceux qui se produisent d'une manière assez brutale pour induire des changements potentiellement dangereux. Le principe de cette méthode, présenté sur la figure 5.1, repose sur l'installation de capteurs piézoélectriques sur la surface du matériau mis sous contrainte. Lorsqu'un endommagement a lieu à l'intérieur du matériau, ce dernier émet une onde élastique qui sera recueillie (ou entendue) lorsqu'elle atteint la surface du matériau par les transducteurs (ou capteurs).

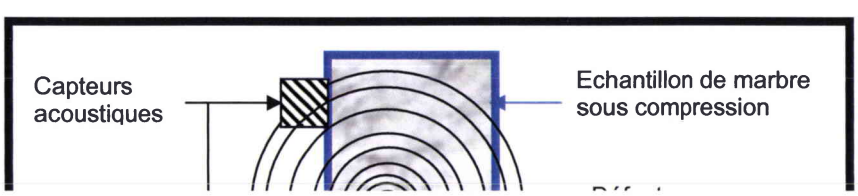


Figure 5.1 : Principe de la méthode de détection des émissions acoustiques.

L'onde est ensuite convertie en signal électrique, avant d'être analysée par un système de traitement de données. Le principe de la méthode, dans lequel le matériau joue le rôle d'émetteur, n'exige ni l'utilisation d'un type particulier de matériau ni d'un environnement spécifique. Cet avantage privilégie l'utilisation de l'émission acoustique lorsqu'il est question de suivre, in situ, l'évolution de l'endommagement des matériaux en service. Cependant, ce même avantage est la source du plus grand problème pratique de cette technique. En effet, il n'y a aucun moyen d'intensifier les ondes élastiques générées par un défaut et d'améliorer ainsi la sensibilité des capteurs.

Dans la pratique l'Emission Acoustique (EA) peut être continue ou discrète. L'émission acoustique discrète est constituée d'évènements d'énergie importante. Les signaux générés dépendent des capteurs utilisés : sinusoïdes amorties appelées « salves », dans le cas de capteurs résonants ou impulsions très courtes dans le cas de capteurs large bande. C'est de ce type d'émission (EA discrète) dont il s'agit lorsqu'on détecte l'initiation de l'endommagement et que l'on suit son évolution jusqu'à la rupture du matériau.

L'Emission Acoustique continue : en général, cela sous-entend une émission discrète dont les signaux sont très rapprochés et ne peuvent être séparés par l'instrumentation. Dans ce cas, de faibles niveaux d'énergies sont mis en jeu ce qui limite l'exploitation de ce type d'émission.

Caractéristique d'un signal d'émission acoustique :

Les signaux électriques obtenus, suite aux micro-déplacements qui apparaissent dans les matériaux, sont appelés **salves**. La connaissance des caractéristiques de ces salves est la base même de cette méthode de contrôle. Sur la figure 5.2, qui représente une salve, nous pouvons distinguer les paramètres suivants :

- Le seuil de détection (Detection Threshold): c'est le paramètre qui gouverne le niveau à partir duquel les signaux d'émission acoustique sont enregistrés. Il doit cependant être choisi de façon à prendre uniquement les signaux issus du matériau en considération. Il est exprimé en décibels (0dB ≡ 1µV).
- La durée (Signal duration): elle correspond au temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement de seuil, en général exprimé en microsecondes.
- Le nombre de coups (Ring down count) : il s'agit du nombre de pics qui dépassent le seuil pendant la durée de la salve.
- L'amplitude (Peak amplitude): il s'agit de l'amplitude maximale du signal, exprimée en décibels.
- Le temps de montée (Rise time [Riset]): c'est le temps qui sépare le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale de la salve généralement exprimé en µs.
-L'énergie (Energy) qui correspond au contenu spectral du signal. Elle est définie par la relation:

$$E = \int_{t\ initial}^{t\ final} (\text{Amplitude})^2\ dt$$

et est exprimée en (eu) (Energy Unit)

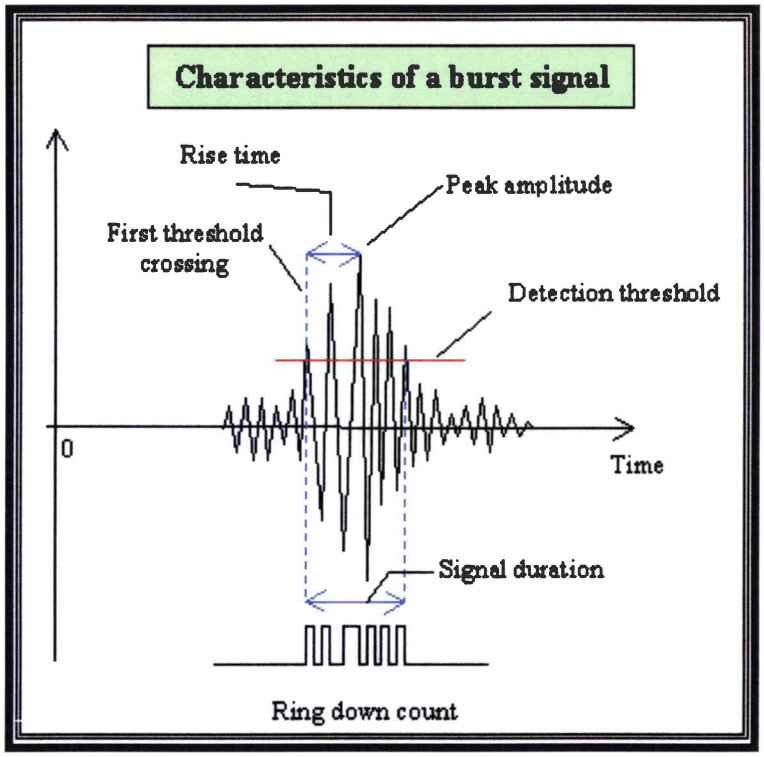


Figure 5.2: Caractéristique d'une salve ou un signal acoustique.

Il faut toutefois noter que les caractéristiques des salves sont intimement liées aux événements générateurs, c'est-à-dire aux mécanismes d'endommagement. Le seul moyen qui permet de remonter à l'événement d'origine est de connaître la fonction de transfert du capteur ainsi que celle du milieu séparant la source du capteur. La difficulté de satisfaire cette dernière condition donne une idée des défis qui restent à relever dans le domaine de l'émission acoustique.

5.1.2 Description du dispositif d'acquisition :

Le matériel utilisé permet un calibrage automatique et une vérification de l'efficacité du gel conducteur (acide stéarique dans notre cas) posé entre le capteur et l'échantillon. Les deux capteurs positionnés à deux endroits de l'échantillon, émettent, à tour de rôle, des impulsions qui sont respectivement captées par les deux transducteurs. Les signaux captés sont ensuite amplifiés, par des préamplificateurs AEP4H, à 34 dB, sur une plage de fréquence de 20kHz – 3MHz, suffisamment large pour des capteurs piézoélectriques (VS 150-M) résonnant à 150 kHz (Figure 5.3). Les donnés sont recueillis par le système d'acquisition AMSY-4 (Pour plus de détails sur le matériel utilisé le lecteur peut se référer à la documentation du constructeur [www.vallen.de])

Connaissant la distance entre ces deux capteurs, le logiciel VisualAE&TR® calcul automatiquement l'efficacité du dispositif et la vitesse de propagation dans l'échantillon. Cette procédure a été exécutée avant chaque essai et la vitesse de propagation mesurée varie selon la direction et la densité de l'échantillon entre 5000 et 5700 m/s.

Par ailleurs, il est important de différencier le bruit provenant du matériau pendant l'endommagement de celui d'origine environnementale. Pour ce faire, nous avons observé la forme temporelle des signaux d'émission acoustique tout en ajustant les paramètres nécessaires pour avoir des signaux bien échantillonnés, séparés dans le temps et ne provenant que du matériau. Après différents essais le seuil d'acquisition a été défini à 40 dB.

Afin de synchroniser les mesures de déplacements et de force avec les données acoustiques, nous avons connecté la sortie du capteur de force au dispositif d'acquisition AMSY-4. Les capteurs LVDT du déplacement axial (Solartron ref. : 971130-1/DP/5/S) et du déplacement radial (Solartron ref. : 971100-1 / DP/2/S), sont quant à eux connectés au PC. Le PC étant lui-même relié au dispositif AMSY-4 par le biais d'un programme créé sur Labview®, nous pouvons synchroniser et centraliser toutes les données (Figure 5.3).

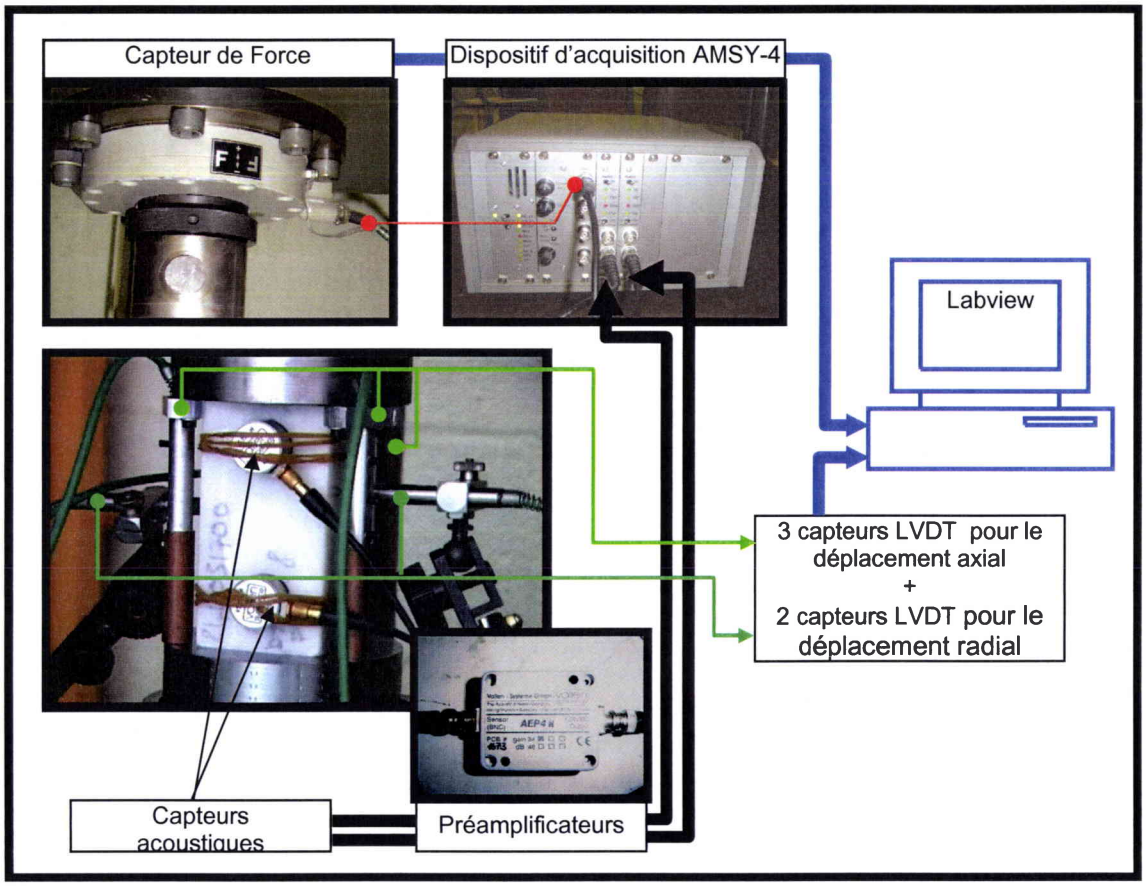


Figure 5.3 : Schéma descriptif du dispositif expérimental.

5.1.3 Définition des classes de pyrite :

Comme décrits dans le chapitre 4, les échantillons montrent la présence d'inclusions de pyrites, réparties sous forme de bandes.
La concentration de pyrite à l'intérieur même des bandes est aléatoire, tandis que la concentration moyenne dans l'échantillon se situe autour de 1% (entre 0,8% et 1,3% selon les échantillons).
Ces bandes pyriques montrent une épaisseur « e » comprise entre 1 et 6mm, avec des largeurs « L » et des profondeurs « P » variables (figure 4.35).

Afin de comprendre l'influence de ces bandes minérales sur le comportement du marbre blanc de Macael, nous avons répertorié les échantillons en **trois classes**.
En effet, lors de l'étude de la microstructure, et après observation de plusieurs faciès de rupture, nous avons remarqué que les échantillons peuvent présenter une prédominance de bandes d'inclusions de pyrites de la manière suivante :

[Classe 1] : L'échantillon présente des bandes de pyrites, avec une profondeur « P » et une largeur « L » de l'ordre de 5cm, soit **des plans** de pyrites traversant tout l'échantillon. Généralement ces échantillons présentent la plus forte concentration de pyrite de l'ordre de **1,2%** (Figure 5.4).

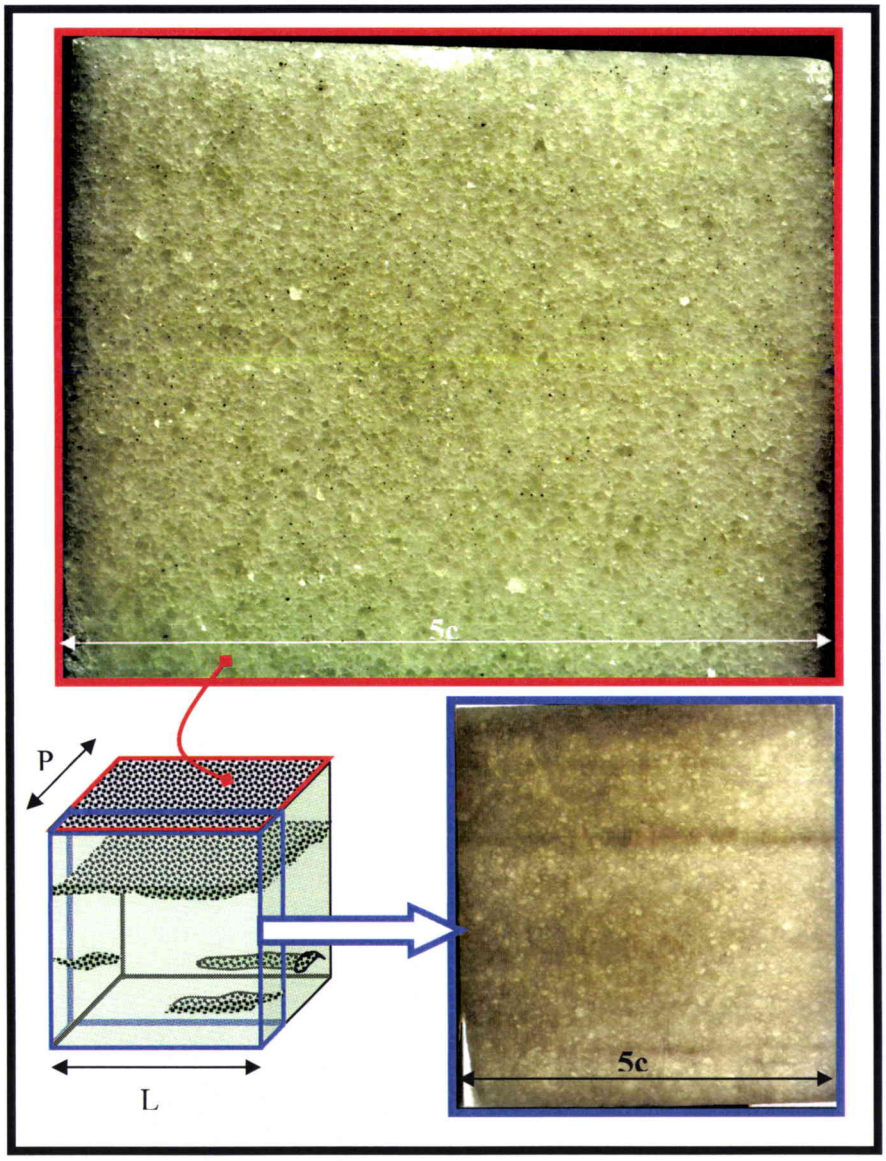


Figure 5.4 : Schéma descriptif des échantillons de classe 1.

[Classe 2] : L'échantillon présente des bandes de pyrites avec une profondeur inférieure à 2cm, et une largeur de l'ordre de 5cm, soit **des bandes** traversant tout l'échantillon. La concentration de pyrite est de l'ordre de **1%**. **Exemple :** Dans l'échantillon 4, (Figure 5.5), La concentration de pyrite est de 0,98%.

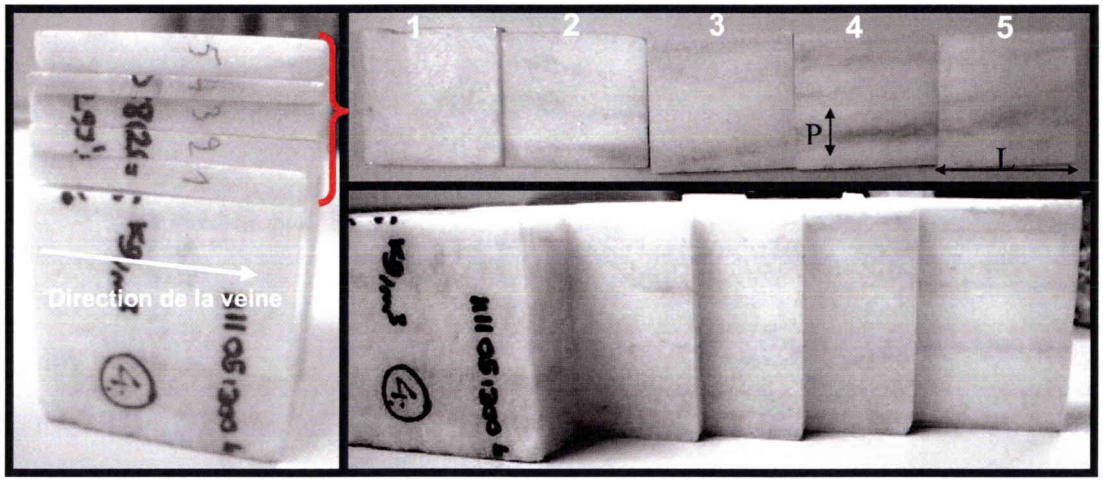


Figure 5.5 : Schéma des lamelles découpées dans un échantillon 4 de Classe 2 avec une stratification horizontale.

[Classe 3] : L'échantillon présente des bandes de pyrites avec une faible profondeur et une largeur inférieure à 2cm (Figure 5.6). La concentration de pyrite dans ce type d'échantillon est de l'ordre de 0,7%

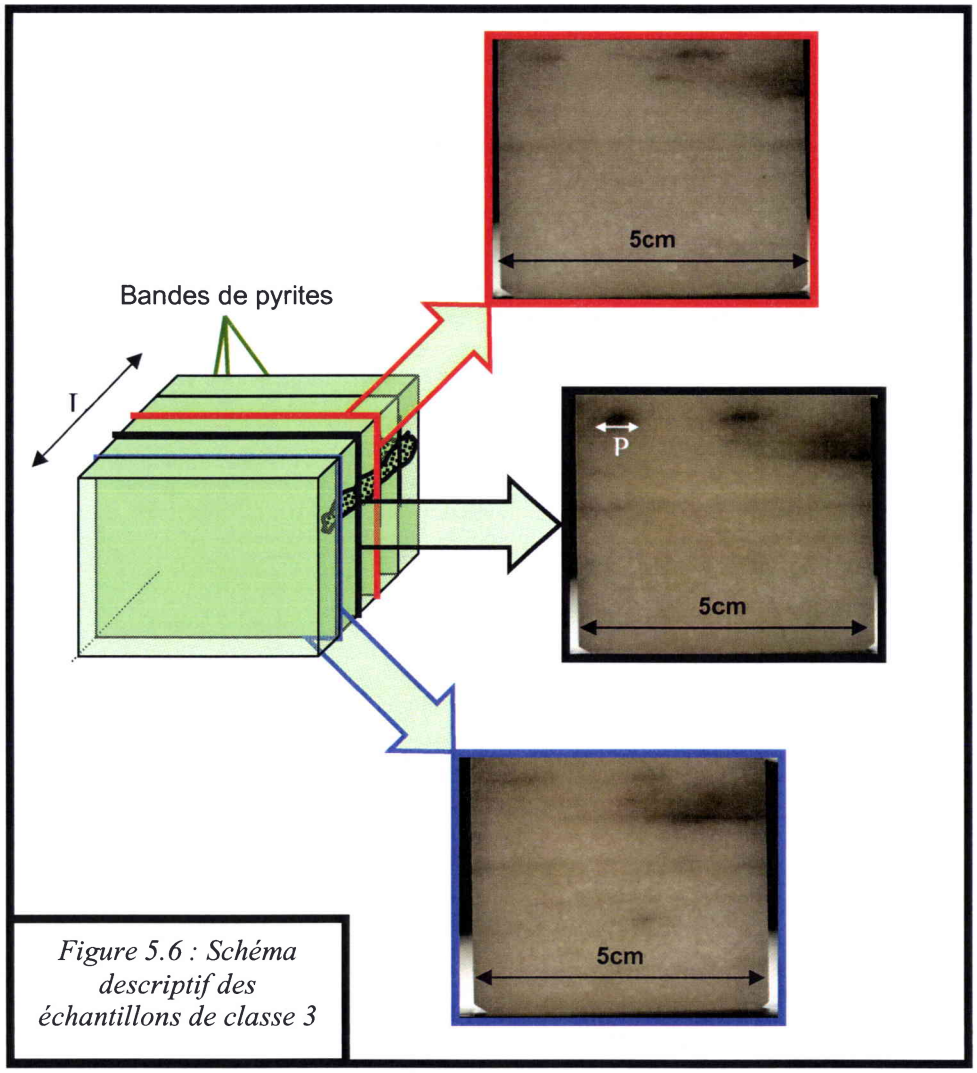


Figure 5.6 : Schéma descriptif des échantillons de classe 3

5.2 Etude du comportement du Blanco de Macael sous compression uniaxiale dans la direction 90° :

5.2.1 Résultats des essais de compression dans la direction 90° du Blanco veiné :

Les mêmes ruptures, majoritairement en clivage axial, (voir chapitre 2), ont été remarquées sur tous les échantillons. A savoir, des fissurations axiales qui deviennent visibles à la surface, généralement entre 30 et 50MPa (figure 5.7 b). Ces dernières se propagent et sont suivies d'une rupture brutale de l'échantillon autour de 70MPa (voir figure 5.7 c et d). Ce mode de rupture est aussi bien constaté sur les échantillons cylindriques que parallélépipédiques dans les trois classes (1, 2, et 3).

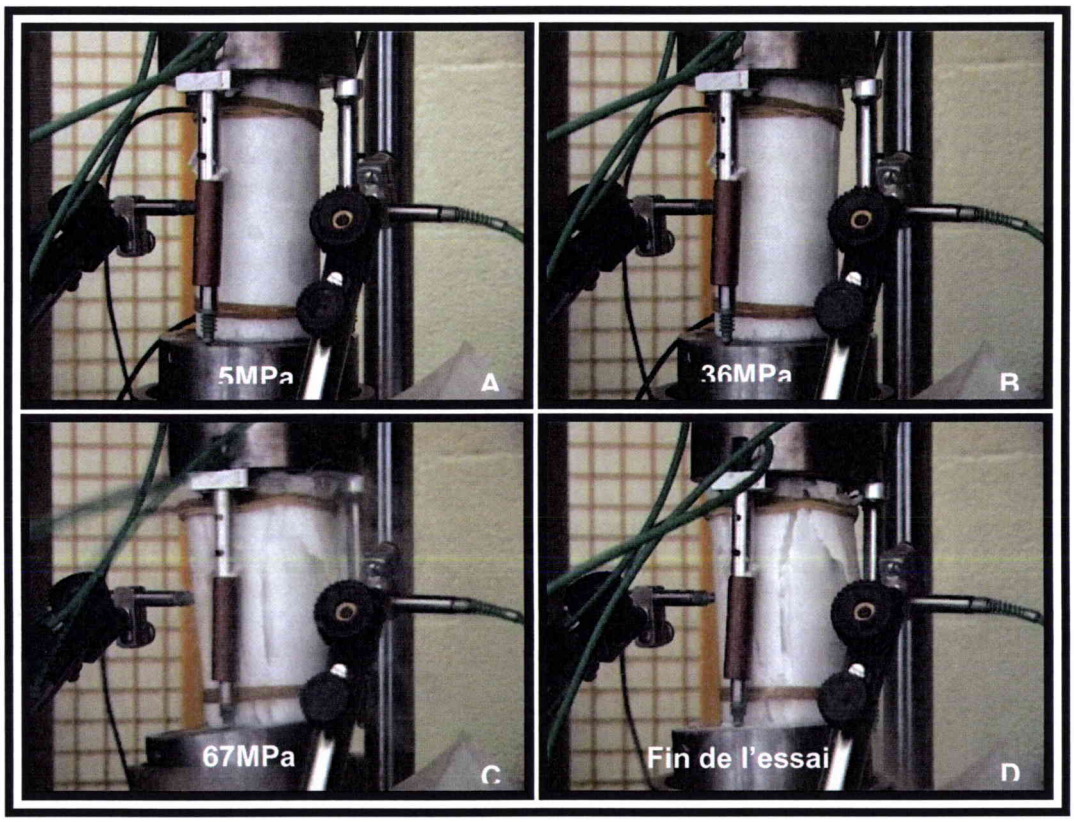


Figure 5.7 : Rupture fragile en clivage axial de l'échantillon N°9.

Pour détecter les différentes phases de l'endommagement, nous avons expliqué précédemment que plusieurs des caractéristiques des salves acoustiques peuvent être analysées. Les données comme le nombre de coups, la durée, l'amplitude et l'énergie permettent une analyse complète et une corrélation avec l'endommagement.

Le temps de montée ne permet pas cette correspondance. En effet, si nous regardons la figure 5.8 ou 5.9 présentant en (d) l'amplitude, en (c) l'énergie et en (d) le temps des différents événements, enregistrés lors de l'essai de compression de l'échantillon N°9, nous pouvons voir qu'une salve ou un événement acoustique (Figure 5.8a) peut présenter un très faible temps de montée et une très grande énergie (Figure 5.9) ou au contraire, pendant la phase élastique, avoir un évènement avec un temps de monté très long alors que l'amplitude et l'énergie de la salve sont faibles (Figure 5.9).

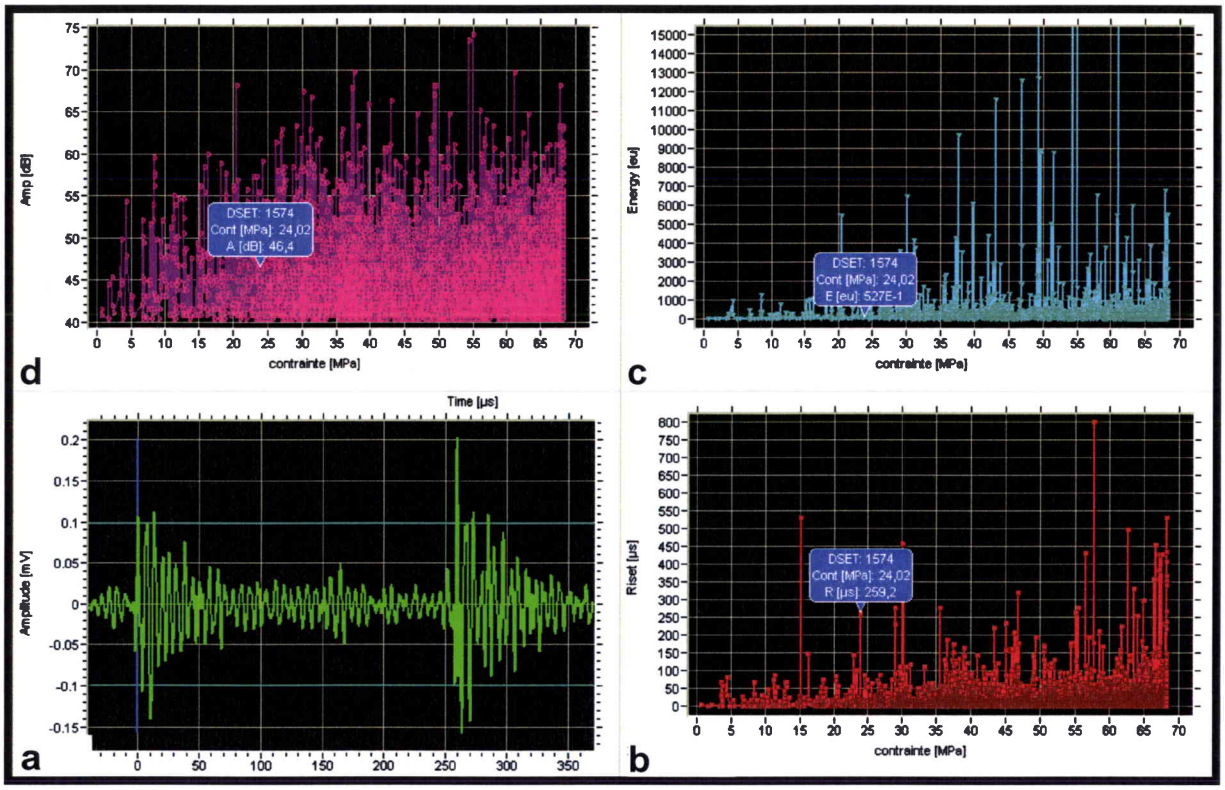


*Figure 5.8 : fig.5.8a : Allure de la 1574éme (DSET 1574) salve, enregistrée à 24,02 MPa, lors de l'essai de compression de l'échantillon N°9 ; avec un temps de montée important = **259 µs** (fig.5.8 b), une énergie = **52,7 eu** (fig.5.8c) et une amplitude =46,4 dB (fig.5.8d).*

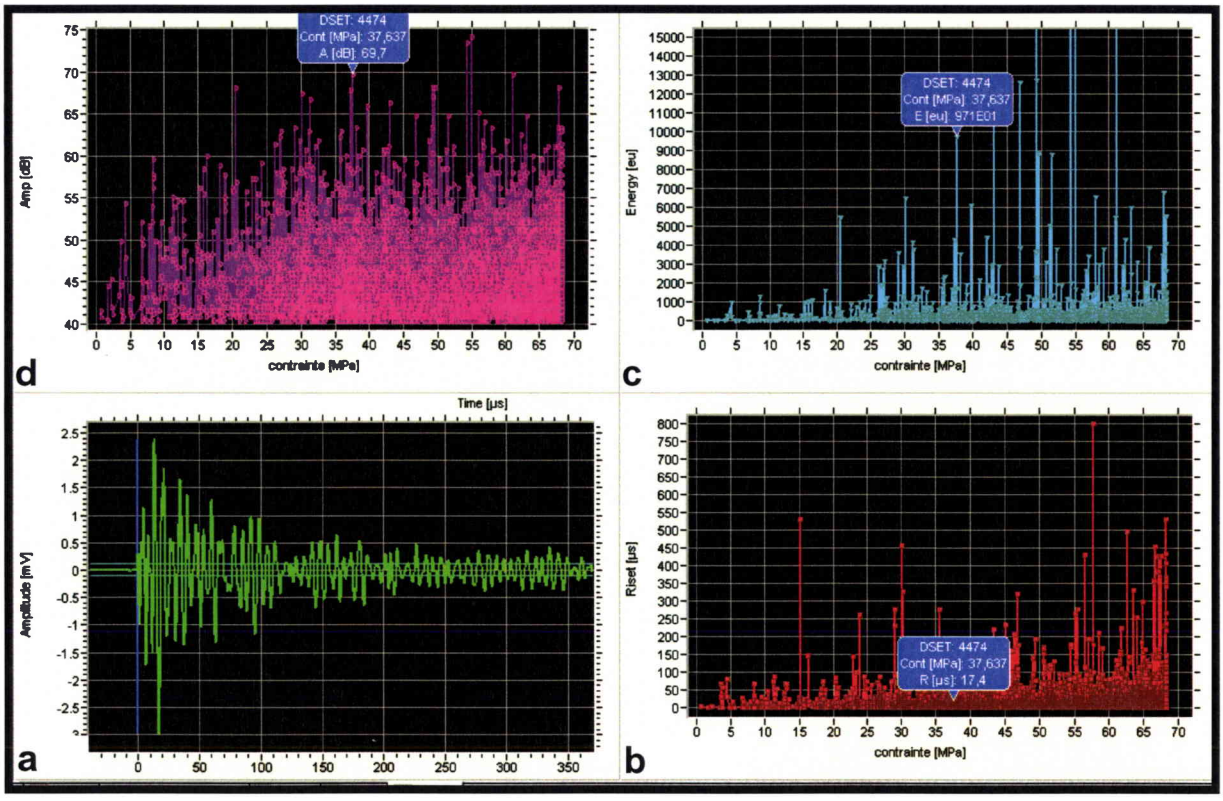


*Figure 5.8 : fig.5.8a : Allure de la 4474éme (DSET 4474) salve, enregistrée à 37,637 MPa, lors de l'essai de compression de l'échantillon N°9, avec un faible temps de montée = **17,4 µs** (fig.5.8 b), une énergie = **9710 eu** (fig.5.8c) et une amplitude = 69,7 dB (fig.5.8d).*

Dans notre cas, nous avons corrélé la courbe contrainte/déformation au cumul de l'énergie acoustique. Nous rappelons que l'énergie représente l'air entre la droite définissant le seuil de détection et la fonction carrée de l'amplitude sur toute la durée de la salve. Ainsi, l'énergie cumulée représente la somme des énergies des différentes salves (ou évènements) détectées pendant un intervalle d'acquisition $\Delta t_{acquisition}$.

Le choix de l'énergie acoustique cumulée, comme indicateur des différentes phases d'endommagement, a été motivé par le fait que ce paramètre regroupe en une seule valeur les différentes caractéristiques (amplitude, durée et nombre de coups) de la salve, mais aussi le nombre d'événements (somme sur $\Delta t_{acquisition}$) .
En effet, le nombre d'événements est aussi un paramètre caractéristique de l'état de l'endommagement de l'échantillon. Comme nous le remarquons sur les graphiques des amplitudes maximales (fig.5.8d et 5.9d), des énergies (fig.5.8c et 5.9c) ou du temps de montée (fig.5.8b et 5.9b) des différentes salves enregistrées en fonction de la contrainte, plus on s'approche de la rupture finale plus le nombre d'événements pour un intervalle de contrainte (ou de temps) augmente considérablement.
Ceci étant, pour distinguer la phase d'initiation et les différentes phases successives de l'endommagement, nous nous sommes basés essentiellement sur les courbes de l'énergie cumulée (pour un intervalle de 0,5 MPa) tout en surveillant les autres paramètres. Ainsi, nous pouvons affiner l'interprétation.

Nous présentons dans le tableau 5.1 ci-dessous le résumé des principaux résultats de ces essais, mais aussi des trois essais (V) vus au chapitre 2. Nous rappelons que la déformation longitudinale est déclarée positive, par convention.

N° échantillon	Géométrie	Classe	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
1	P	1	2678	0,08%	0,16%	36	76	0,0021	32
2	C	2	2676	0,08%	0,18%	34	65	0,00214	23,5
3	P	2	2679	0,09%	0,11%	37	>32	-	20,5
4	P	1	2682	0,05%	0,10%	36,5	>74	>0,00224	30
5	P	2	2681	0,04%	0,13%	38	72	0,0024	31
6	C	2	2675	0,09%	0,18%	33,5	71	0,0022	30,5
7	C	3	2673	0,08%	0,17%	32,5	68	0,0024	19,5
8	P	3	2671	0,10%	0,20%	36	70	0,00224	25
9	C	3	2671	0,14%	0,23%	34	67	0,00225	22,5
10(V2'as)	P	3	2671	0,09%	0,18%	36,6	68	0,00239	27
10(V1'aa)	P	2	2673	0,14%	0,20%	35,8	70	0,00224	26,5
10(V2'aa)	P	1	2691	0,08%	0,17%	40	75	0,00222	31
Moyenne classe 1			2684	0,07%	0,14%	38	75	0,00219	31
Moyenne classe 2			2677	0,09%	0,16%	36	71	0,00228	26,1
Moyenne classe 3			2672	0,10%	0,19%	35	68	0,00221	23,5
Moyenne totale			2677	0,09%	0,17%	36	71	0,00222	24,4

Tableau 5.1 : Résumé des résultats des essais de compression sur les échantillons de Blanco veiné avec des bandes de pyrites perpendiculaires à la direction de compression

Le module de Young a été calculé par rapport aux mesures acquises pendant la phase linéaire (calcul par la méthode de régression linéaire exposée dans [Eberhardt 1999]). La fin de la phase linéaire, correspondant à la contrainte d'initiation, est annoncée par un premier pic d'énergie cumulée. Ce premier pic précède toujours une phase d'intensification de l'activité acoustique (phase de propagation). Après plusieurs essais nous avons remarqué que le pic d'initiation est le premier pic supérieur à 1^E4 (eu).

Afin de se familiariser avec les courbes acoustiques et la corrélation avec les différentes phases de l'endommagement, nous proposons trois graphiques (Figures 5.10, 5.11 et 5.12), respectivement représentatifs des classes 1, 2 et 3.

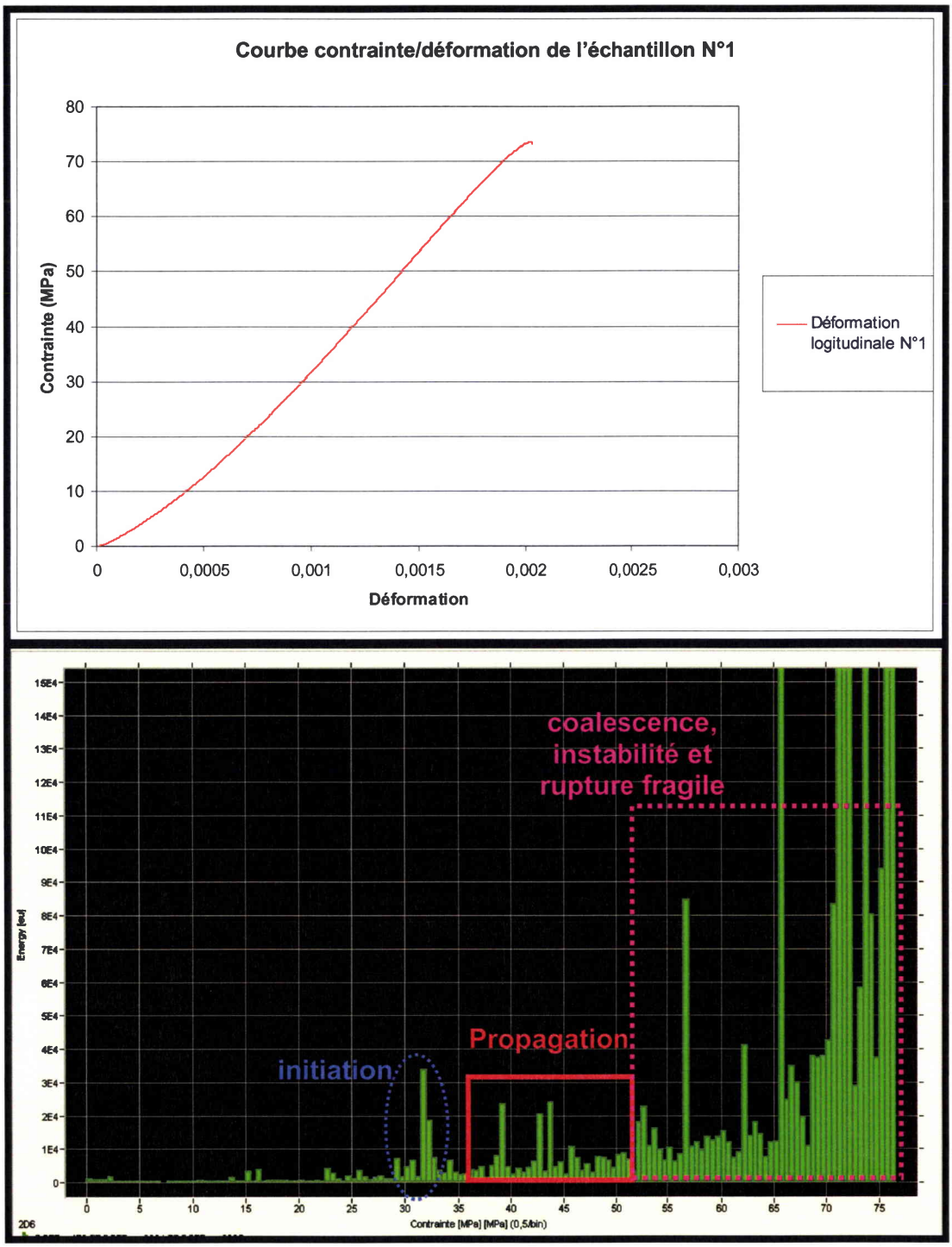


Figure 5.10 : En haut ; Courbe contrainte/déformation ; En bas ; Histogramme des énergies acoustiques cumulées/ contrainte correspondant à l'échantillon 1 de ***classe 1****.*

L'initiation est repérée par le premier pic d'énergie. Ce pic est dû à une augmentation du nombre d'événements et de leur amplitude. Par la suite, la propagation « stable » débute, et est visible par une succession de pics d'énergie. Arrivée autour de 53MPa, pour l'exemple de l'échantillon 1, l'énergie croit considérablement, comparée à la phase de propagation, nous sommes en présence d'une phase de propagation instable et de coalescence des fissures, annonçant la rupture fragile.

Dans le graphique ci-dessous, nous présentons les mesures acoustiques et de déformation de l'échantillon N°2 de classe 2. L'initiation est repérée de la même manière que précédemment. Cependant, on constate dans ce cas précis, que la phase de propagation est courte et qu'une fissure macroscopique est rapidement apparue à la surface de l'échantillon, perturbant ainsi la courbe contrainte/déformation. En effet, une partie de l'énergie élastique emmagasinée a été rapidement relaxée. Cet événement, survenu à 33MPa, a été confirmé sur la mesure acoustique par des pics intenses de l'énergie et une perturbation de la courbe contrainte/déformation.

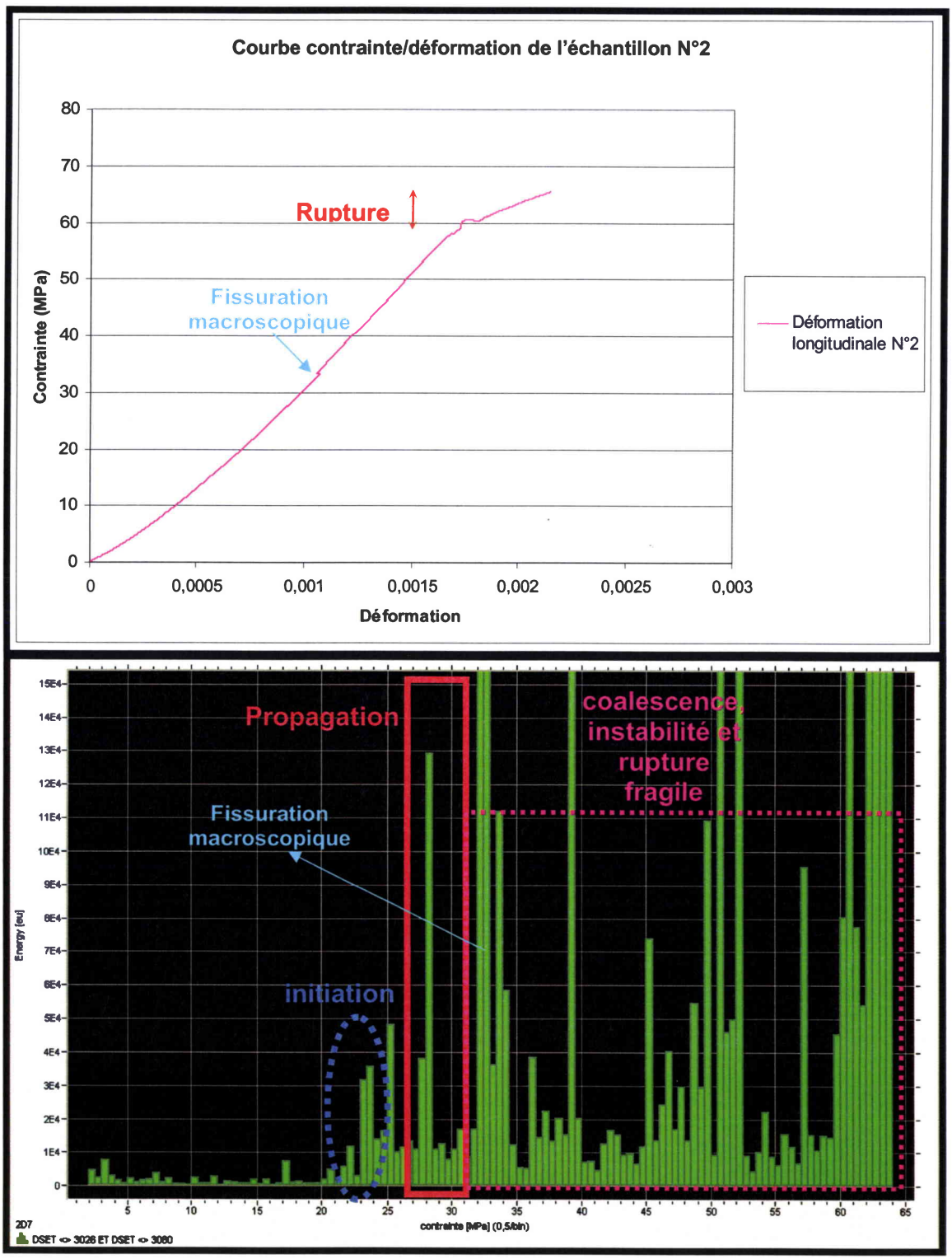


Figure 5.11 : En haut ; Courbe contrainte/déformation ; En bas ; Histogramme des énergies acoustiques cumulées/contrainte, correspondant à l'échantillon 2 de ***classe 2****.*

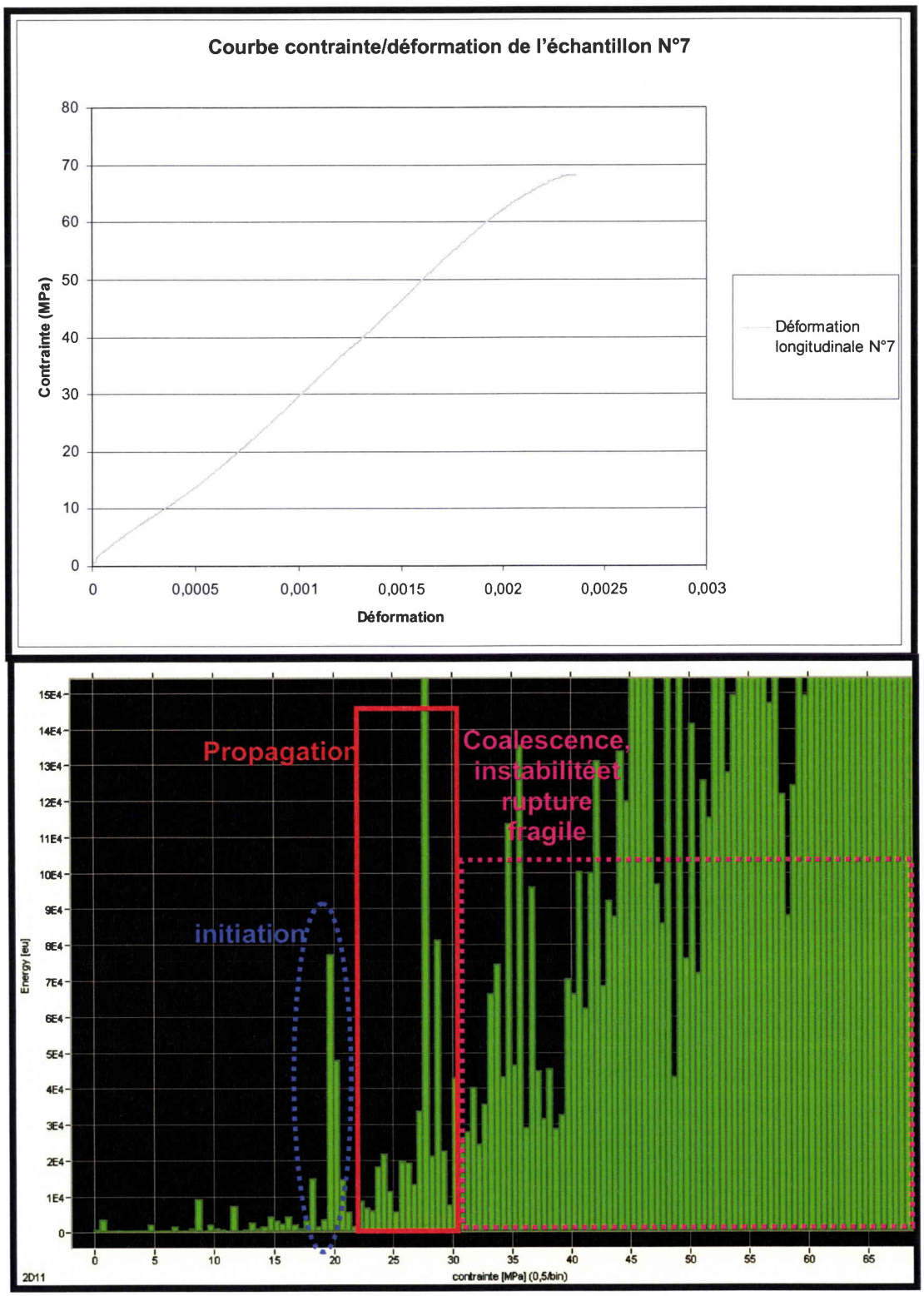


Figure 5.12 : En haut ; Courbe contrainte/déformation; En bas ; Histogramme contrainte/énergie acoustique cumulée correspondant à l'échantillon 2 de ***classe 3.***

Dans le cas des échantillons de Classe 3, une grande augmentation de l'énergie acoustique, pendant la phase de propagation instable et de coalescence, a toujours été observée.

5.2.2.1 Discussion :

A la vue de ces résultats (Tableau 5.1, Figures 5.10, 5.11et 5.12) et des faciès de rupture, nous pouvons **dire :**

Concernant la détection des différentes phases de l'endommagement que :

*Une bonne corrélation entre l'endommagement et l'activité acoustique a toujours était perçue. Les graphes 5.10-5.12, montrent toujours la même évolution. À savoir, une très faible activité acoustique entre 0 et environ 18 à 30MPa (selon les classes). Après le premier pic d'initiation, l'activité acoustique décroît, pour augmenter ensuite d'une manière croissante, annonçant ainsi la propagation « stable » du défaut initié. Dans le cas des échantillons de classe 1, cette phase de croissance de l'activité acoustique est 'faible' et augmente progressivement, respectivement avec les échantillons de classe 2 et 3.

Pour mieux percevoir cette progression de l'activité acoustique ou de l'endommagement, nous pouvons aussi nous référer aux graphiques des amplitudes des évènements détectés. Sur le graphique 5.13, nous remarquons nettement l'augmentation du nombre d'événements avec l'augmentation de la contrainte. Cette correspondance entre l'intensification de l'activité acoustique avec la contrainte appliquée, a été perçue sur tous les échantillons testés.

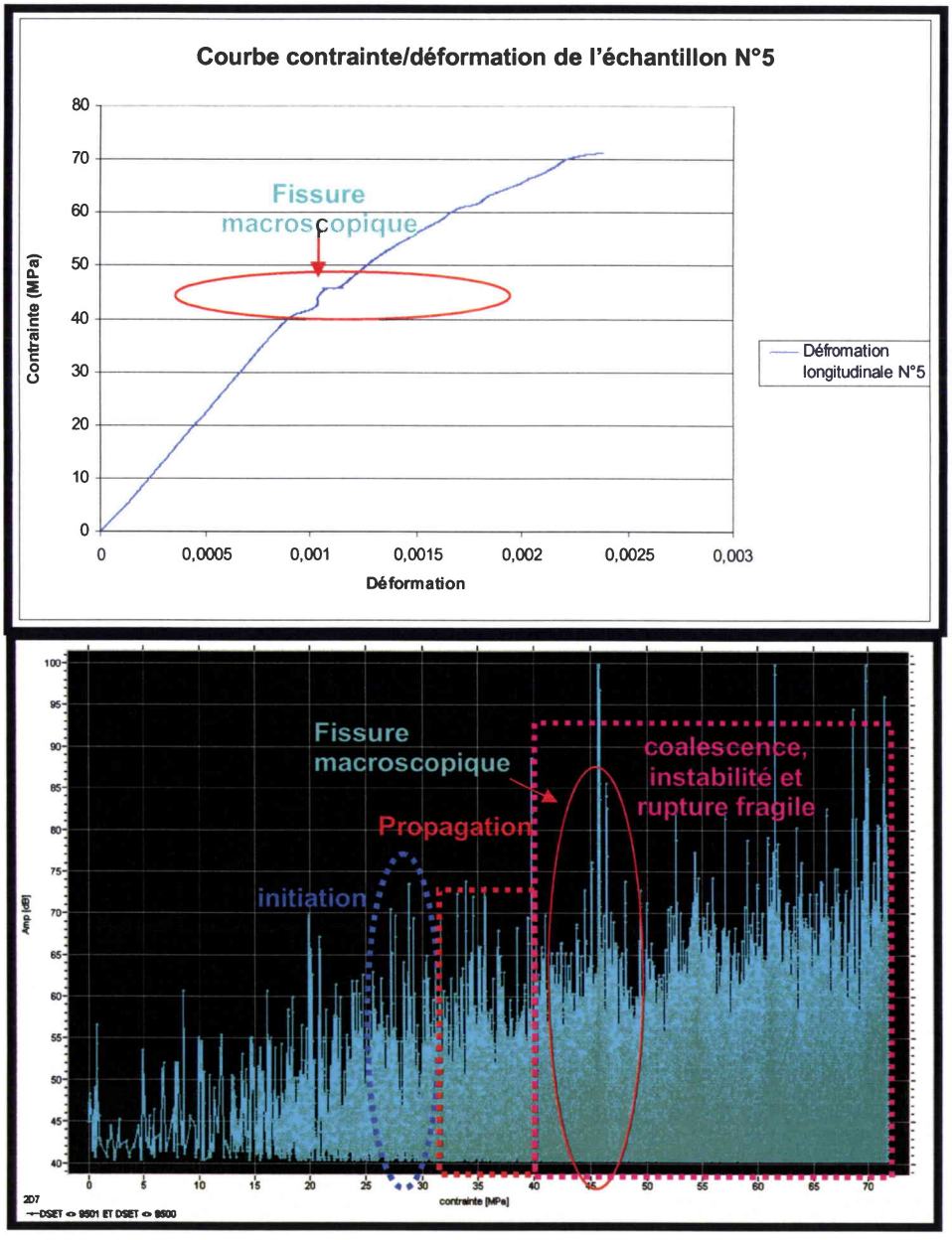


Figure 5.13: En haut à gauche courbe contrainte/Déformation. En bas à gauche : Courbe combinée historique et amplitude des événements. On remarque une augmentation du nombre d'événements et de l'amplitude des salves avec l'augmentation de la contrainte. On note la première grande densité d'évènements entre 45 et 47Mpa correspondant à l'apparition d'une fissure en surface et la déviation de la courbe contrainte/ déformation.

*La mesure acoustique nous a permis de détecter clairement l'initiation de l'endommagement (pic d'énergie cumulée >1^E4 eu). La phase de propagation a été aussi définie dans les trois classes. Ceci étant, contrairement aux travaux vus dans la littérature (voir chapitre 1), la distinction entre la phase de **propagation instable** et de la coalescence des fissures n'est « objectivement » pas perceptible (dans notre cas) par l'activité acoustique.

Concernant la rupture macroscopique :

*Après observation des faciès de rupture, nous apercevons, que la fissuration se propage dans la direction de compression (clivage axial) mais aussi transversalement dans le sens des bandes de pyrite comme nous pouvons le constater dans les cas de l'échantillon N°9 (Figure 5.7), de l'échantillon 7 (Figure 5.14) et l'échantillon N° 8 (Figure 5.15) .

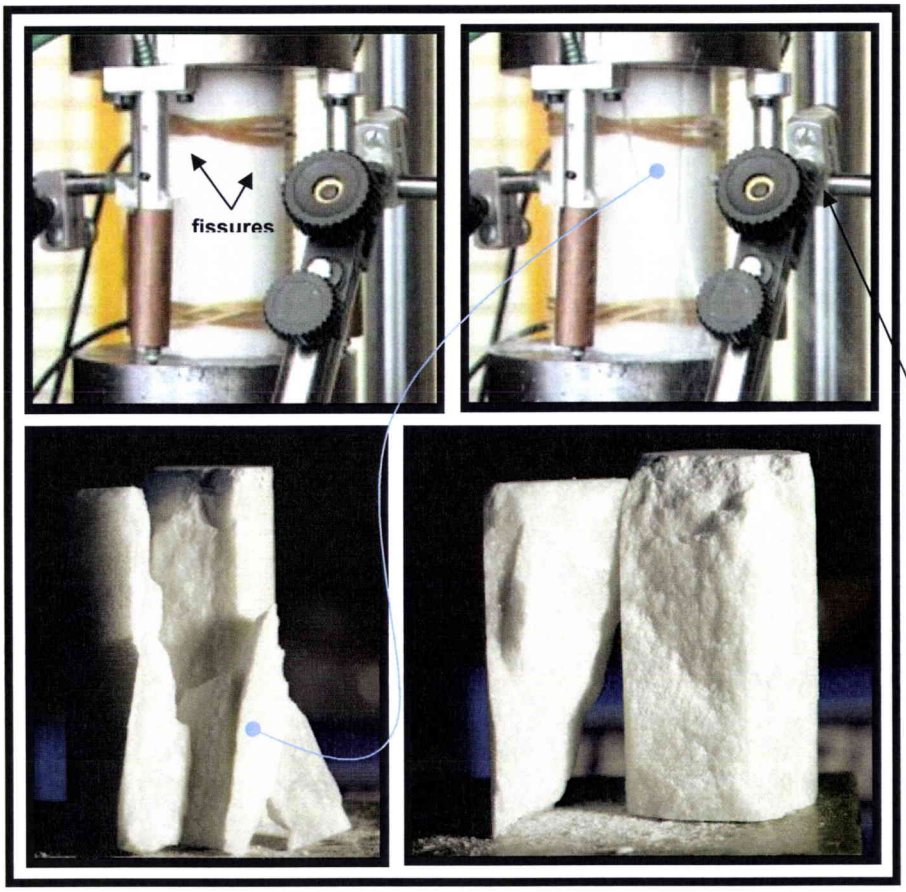


*Figure 5.14 : Propagation de la fissuration dans la direction de compression et parallèlement à la direction des bandes minérales, dans le cas de l'échantillon 2 [classe 3] avec mesure de la déformation transversale à **45°** de la direction des bandes de pyrite.*

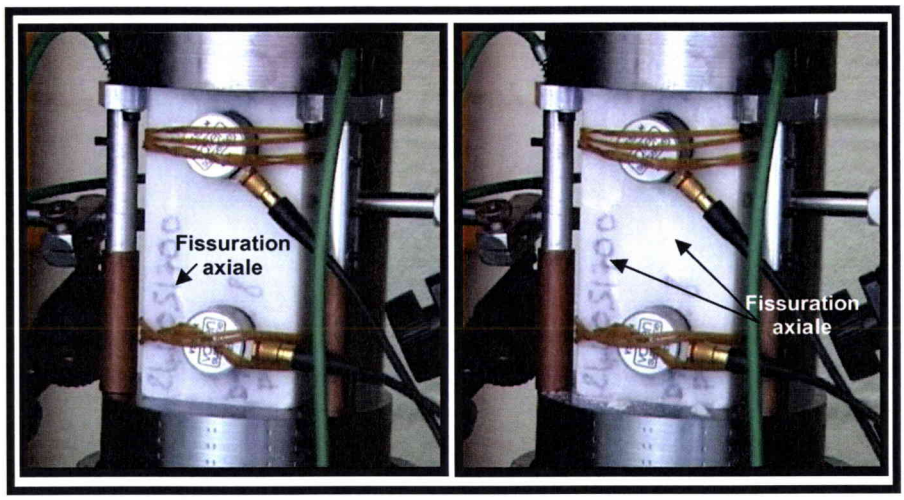


*Figure5.15:Propagation de la fissuration dans la direction de compression et parallèlement aux direction des bandes minérales, dans le cas de l'échantillon 8 de [classe 3] la mesure de déformation transversale est **perpendiculaire** à la direction des bandes de pyrite.*

Enfin, **concernant la différence entre les classes :**

Si nous analysons les données du tableau 5.2, nous remarquons que les échantillons de classe 1 sont plus rigides que les échantillons de classe 2 et par suite de classe 3. Aussi, la contrainte d'initiation de l'endommagement s'opère autour de 30MPa dans les échantillons de classe 1 et décroît avec la concentration de pyrite. Ceci nous laisse penser que dans cette direction les inclusions de pyrite renforcent le matériau et modèrent l'endommagement, en retardant l'initiation et la rupture fragile.

	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
Moyenne classe 1	2684	0,07%	0,14%	38	75	0,00219	31,00
Moyenne classe 2	2677	0,09%	0,16%	36	71	0,00228	26,13
Moyenne classe 3	2672	0,10%	0,19%	35	68	0,002216	23,50
Moyenne totale	2677	0,09%	0,17%	36	71	0,002226	24,41

Tableau 5.2 : Récapitulatif des résultats des essais effectués sur le Blanco veiné extrait dans la direction 90° (bandes de pyrites perpendiculaires à la direction de compression).

Afin de comprendre l'influence des caractéristiques de la microstructure sur le comportement du matériau dans cette direction, nous avons effectué une analyse à différentes échelles.
Pour l'échelle macroscopique et mésoscopique, nous allons détailler, dans ce qui suit, les résultats de la mesure acoustique et des déformations sur trois échantillons de trois classes différentes (voir tableau 5.3) .

N° échantillon	Géométrie	Classe	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
3	P	2	2679	0,09%	0,11%	37	>32	-	20,5
4	P	1	2682	0,05%	0,10%	36,5	>74	>0,00224	30
7	C	3	2673	0,08%	0,17%	32,5	68	0,0024	19,5

Tableau 5.3 : Rappel des résultats des essais analysés à différentes échelles.

Remarque :
Les capteurs LVDT de la mesure du déplacement transversal sont placés au centre des échantillons. Le matériau étant hétérogène, la déformation transversale locale est variable. De ce fait, la mesure effectuée en un point au centre de l'échantillon ne reflète pas la déformation transversale globale. Dans ces conditions, le calcul du coefficient de Poisson est irréalisable.
La fissuration devient visible à la surface de l'échantillon autour de 30MPa (Figure 5.6 b), et parfois à une contrainte inférieure. Maintenant, si une fissuration apparaît proche des capteurs, la mesure du déplacement transversale est perturbée, et les résultats deviennent inexploitables. Enfin, l'endommagement induit, après la phase d'initiation, provoque un mouvement important de la rotule rendant ainsi la mesure de la déformation transversale inutilisable.
C'est pour ces raisons que ces dernières ne seront pas exposées dans ce chapitre.

5.2.2 Analyse macro-mésoscopique du comportement :

Cas de l'échantillon N°3 de Classe 2 :

Lors de l'essai de compression de l'échantillon N°3 de classe 2 nous avons stoppé volontairement l'essai dans le but d'analyser l'endommagement et aussi comprendre le mode d'initiation. Sur la courbe contrainte/déformation (Figure 5.16), aucune déviation ou perturbation, indiquant l'initiation d'un défaut, n'a été perçue. Par contre, la mesure de l'activité acoustique montre une initiation à 20MPa et le début de la propagation de la fissure (Figure 5 .17).

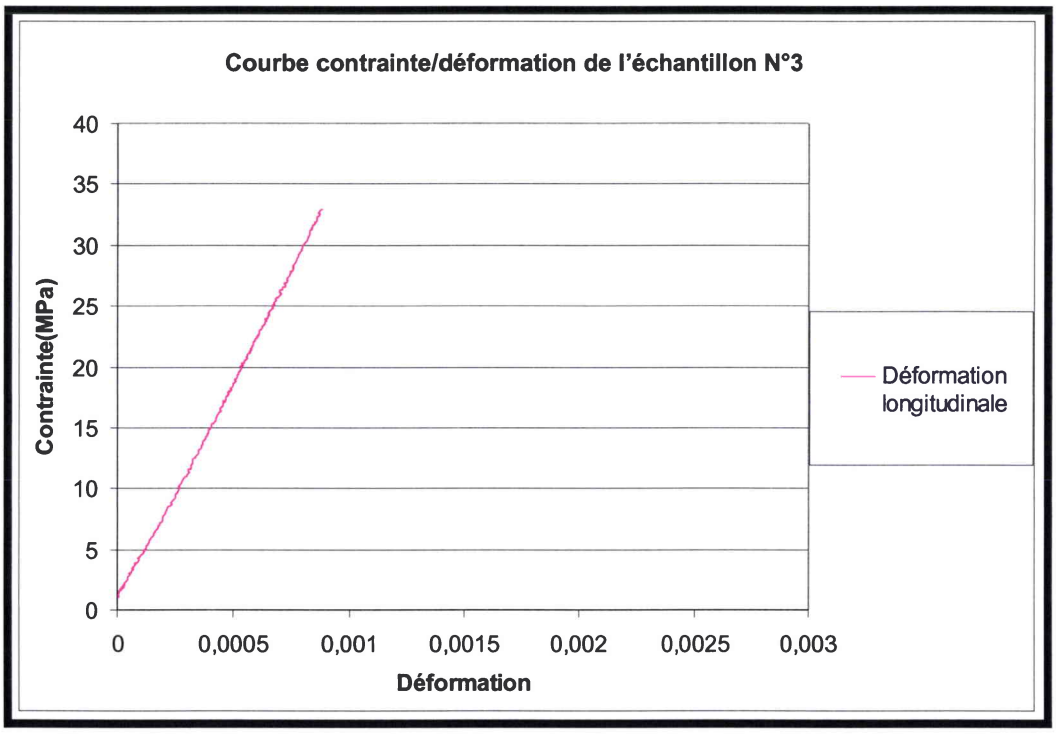


Figure 5.16 : Courbe contrainte/déformation de l'échantillon N°3 de [classe 2].

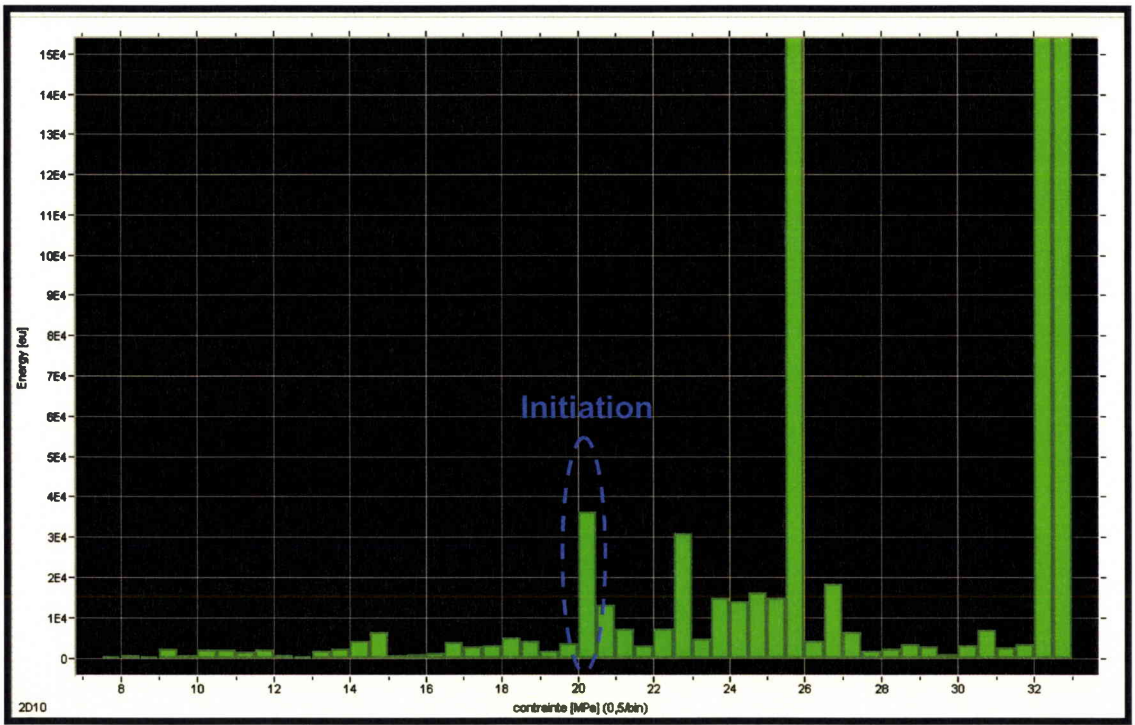


Figure 5.17 : Histogramme Énergie acoustique cumulée/contrainte de l'échantillon N°3 de [classe 2].

À l'arrêt de l'essai, nous avons analysé de prés l'échantillon. Nous avons aperçu une fissure de 2cm de hauteur, indiquée en rouge dans la figure 5.18 ci-dessous. Après découpe de l'échantillon, nous avons remarqué que la fissuration était apparue dans une zone exclusivement calcique et qu'elle a commencé une propagation dans la direction verticale de compression et dans la direction transversale des bandes de pyrites.

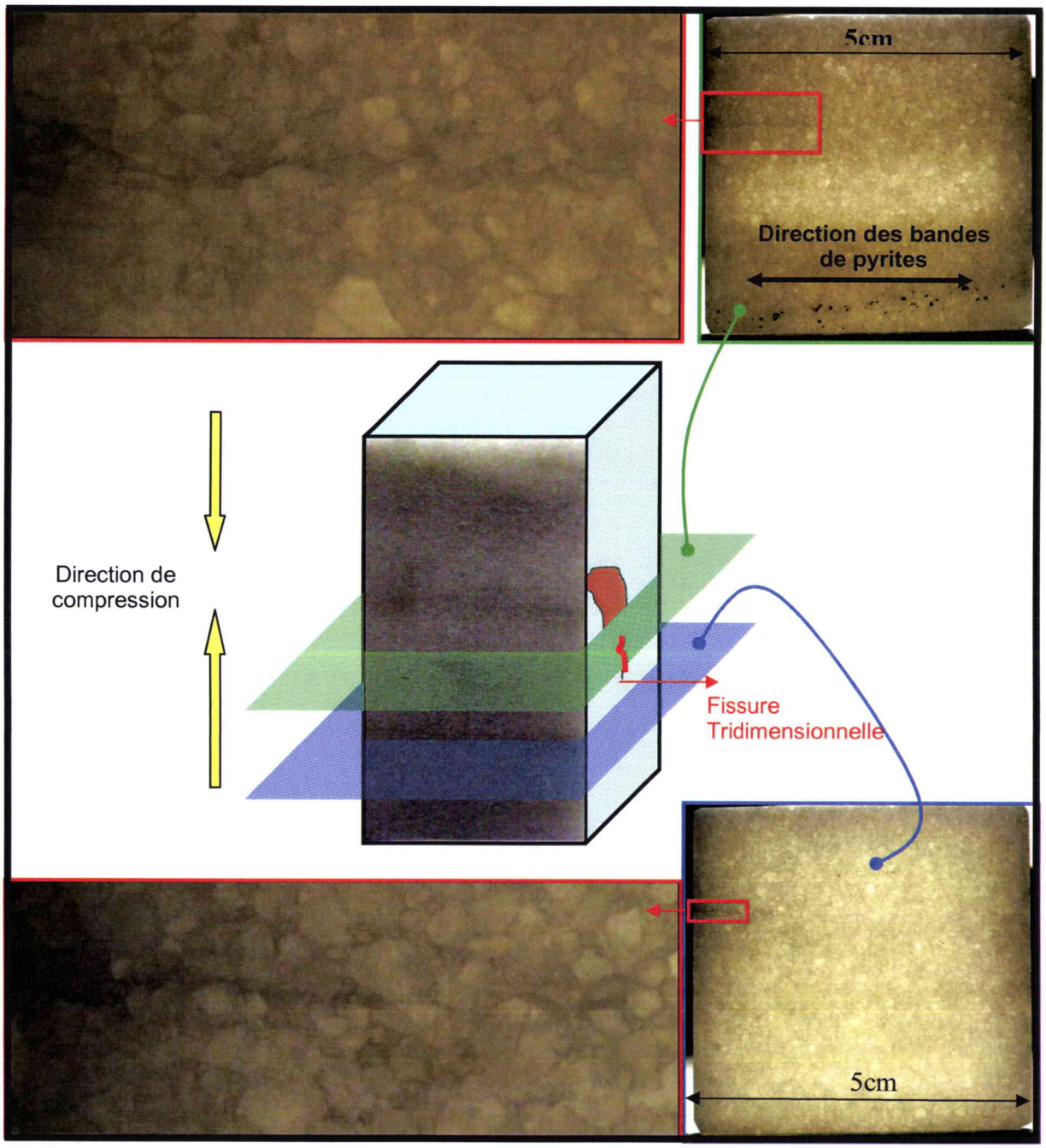


Figure 5.18 : Observation de la fissure initiée et du début de la phase de propagation.

Cas d'un échantillon N°4 de Classe 1 :

L'échantillon N°4 est de classe 1, donc il présente une forte concentration de pyrite comparée à la classe 2. Lors de cet essai, nous avons remarqué l'apparition **d'une fissure** sur la surface de l'échantillon. L'apparition de cette fissure correspond à un pic de l'énergie acoustique (>1E4 eu) comme nous pouvons le remarquer sur les graphiques 5.20 A et B. Ceci étant, la courbe contrainte déformation ne montre aucune déviation, et reste linéaire pendant le chargement (Figure 5.19).

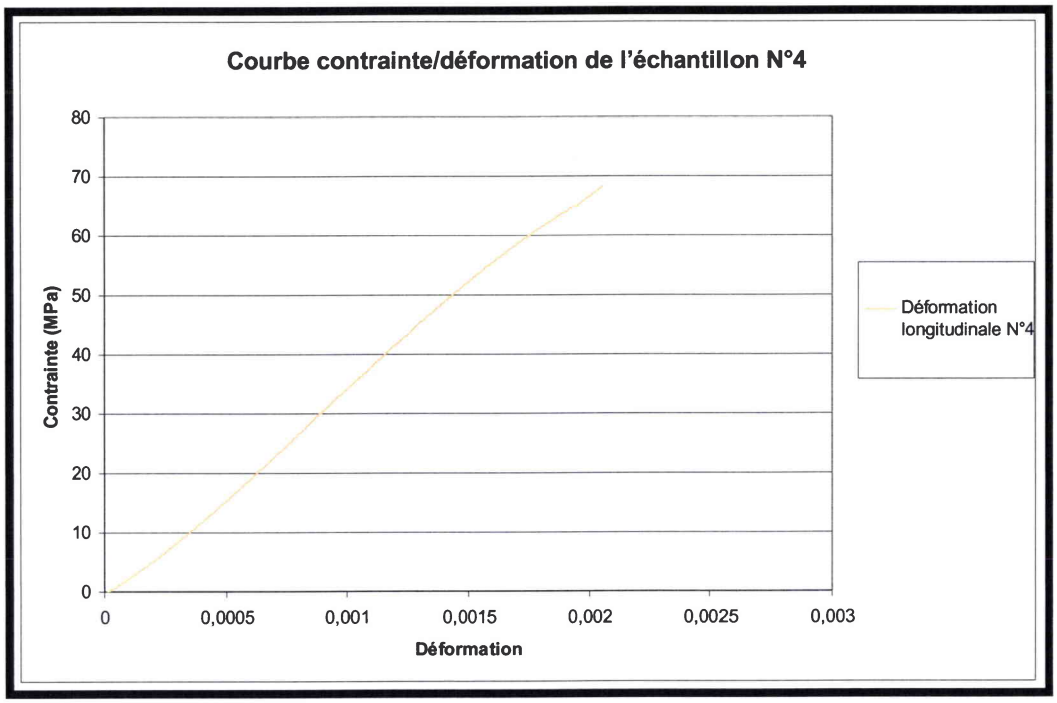


Figure 5.19 : Courbe contrainte/ déformation de l'échantillon N°4.

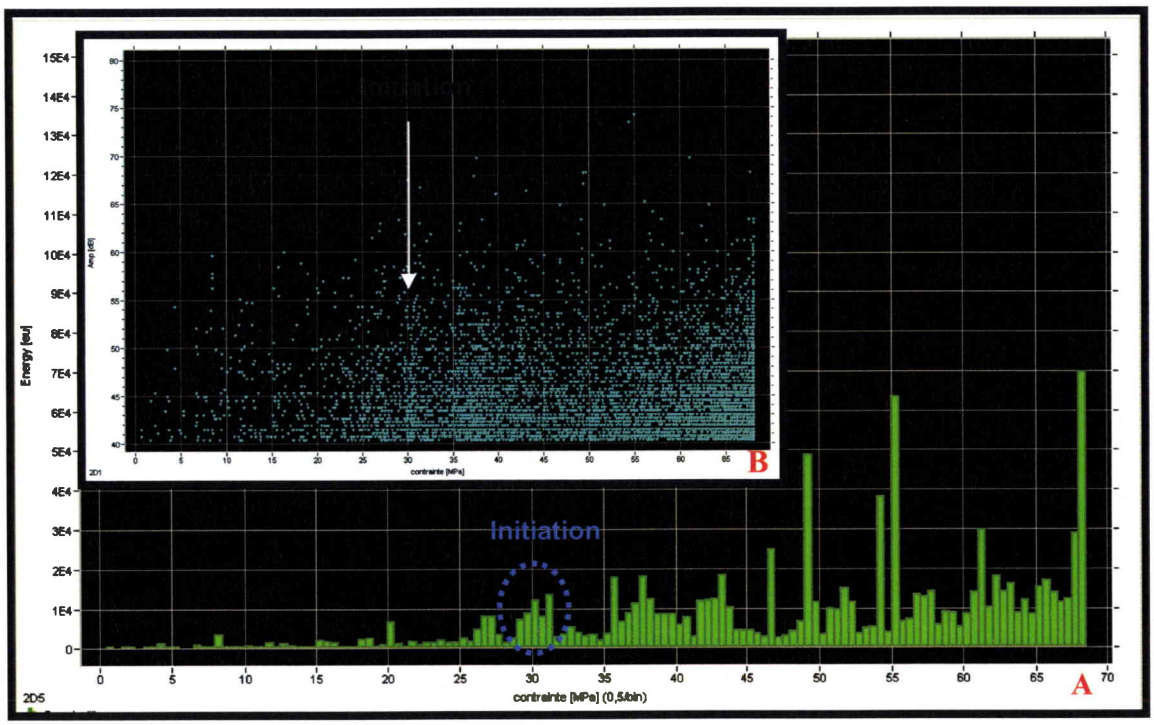


Figure 5.20 : A : Graphique de l'énergie acoustique accumulée sur un intervalle de 0,5MPa en fonction de la contrainte. B : Graphique de l'amplitude des événements en fonction de la contrainte. Ces deux graphiques montrent que la distinction de l'initiation dans le graphique B est aussi justifiée par l'augmentation de la densité des évènements acoustiques, visibles dans le graphique A.

Cette fissure (indiquée en rouge Figure 5.21), s'est par la suite propagée dans la direction du chargement. L'essai a été volontairement interrompu avant la phase de coalescence et d'instabilité, et nous avons découpé l'échantillon en lamelles (Figure 5.21).

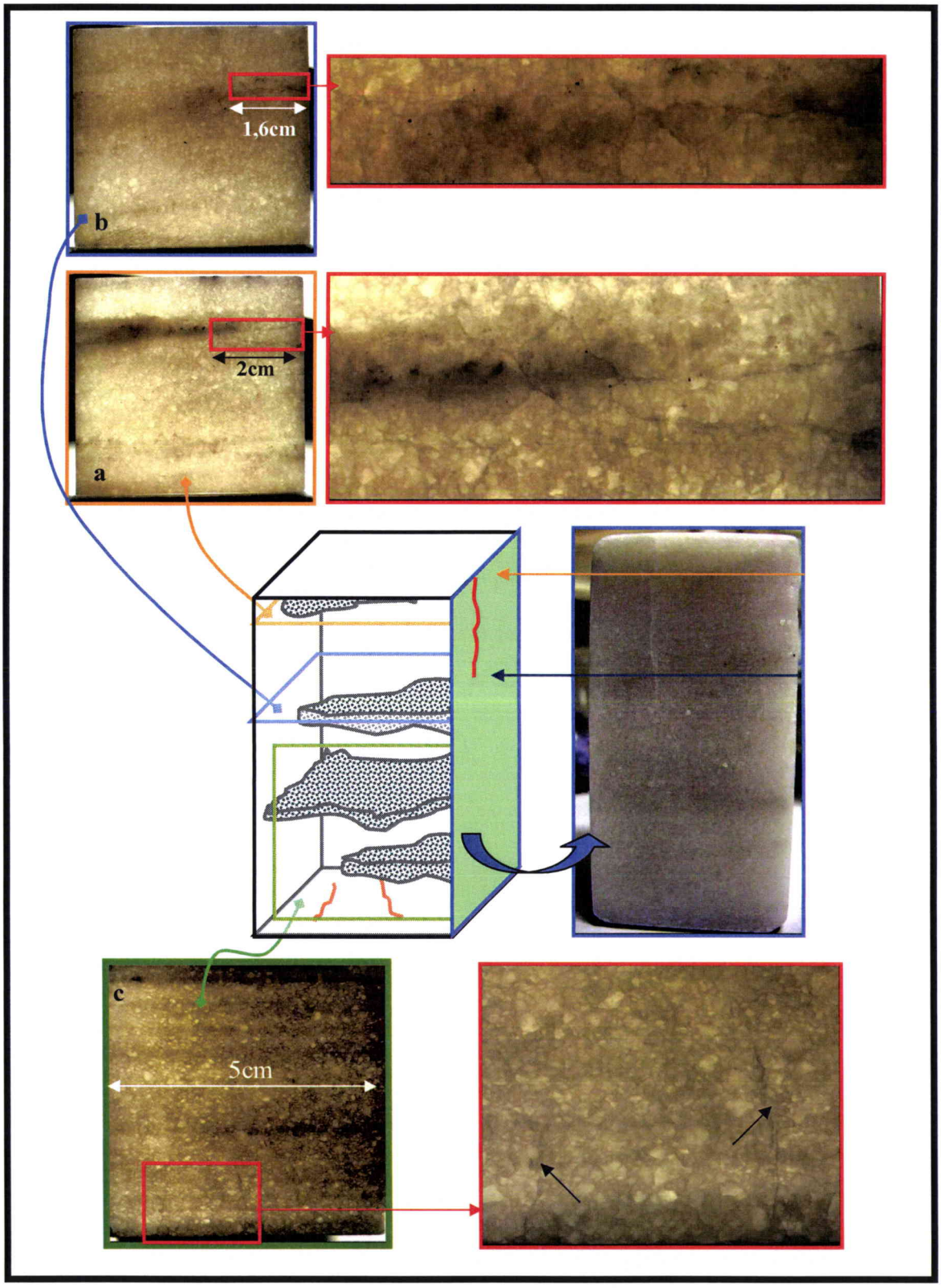


Figure 5.21 : Observation de l'endommagement de l'échantillon N°4.

Après analyse des différentes lamelles nous avons estimé que :
-La concentration de pyrite est à 1,12% du total des surfaces observées.
-Plus 35% des inclusions de pyrite présentent une taille inférieure à 0,015mm².

L'observation des faces de l'échantillon N°4, révèle que la fissure qui est apparue en hauteur, à la surface (à 31MPa) et qui visiblement se propageait verticalement vers le bas, s'est aussi propagée parallèlement aux bandes de pyrites, principalement entre les grains de petite taille, généralement présents autour des bandes (voir lamelles a et b Figure 5.14). Aussi, les fissures se dirigent dans la direction des inclusions de pyrites. Comme nous pouvons le remarquer sur la lamelle « a » et la figure 5.22 ces dernières se propagent, entre les grains de calcite, se ramifient, divergent et coalescent dans la direction des inclusions, lieu d'une intense concentration de contrainte.

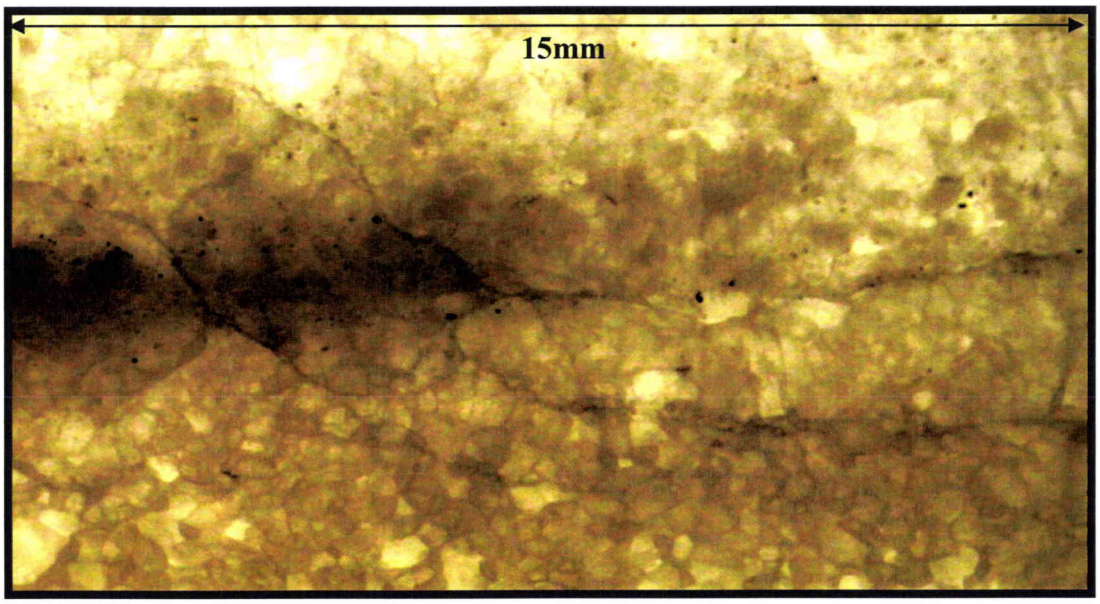


Figure 5.22 : Zoom sur la fissure vue sur la lamelle a.

Quant aux deux fissures (lamelle « c » Figure 5.21) ces dernières ne se sont pas propagées dans le sens perpendiculaire aux bandes de pyrite, comme nous pouvons le constater sur les lamelles voisines de la figure 5.23.

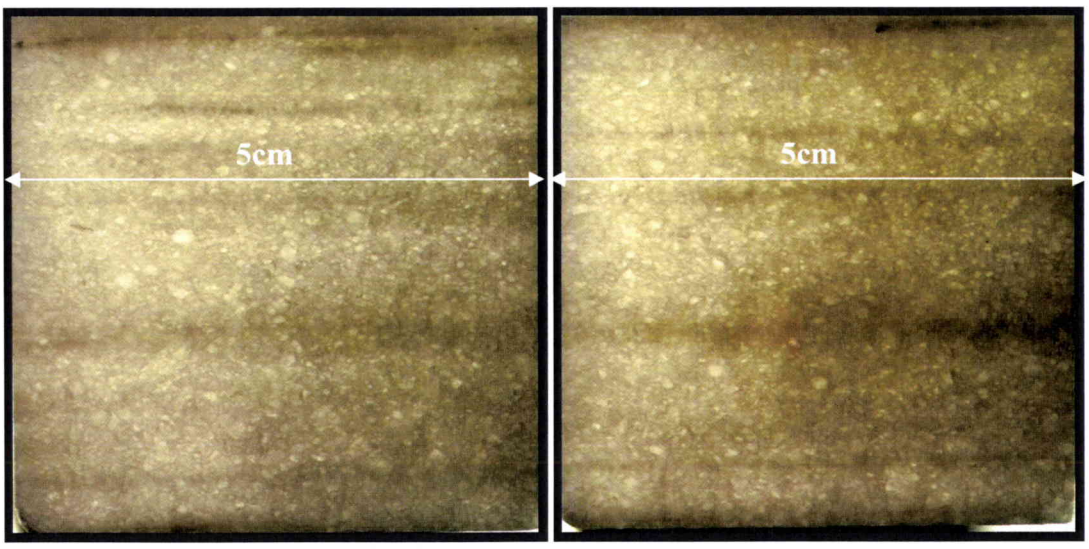


Figure 5.23 : Absence de fissures sur les lamelles encadrant la lamelle c vue dans la figure 5.21.

D'après l'observation à l'échelle macro et mésoscopique des lamelles de ces deux essais, nous pouvons remarquer que l'initiation se produit dans la phase calcique, provoquant un pic d'énergie. La fissure se propage, par la suite, dans la direction de compression, mais aussi dans la direction des inclusions de pyrite. La propagation est perceptible par une croissance de l'activité acoustique.

Cas de l'échantillon N°7 de Classe 3 :

Dans le cas des échantillons de classe 3, comme nous pouvons le remarquer sur le graphique 5.24, l'activité acoustique devient très dense, (comparée à l'échantillon N°4 de classe 1) juste après le premier pic d'initiation autour de 20MPa, la coalescence, repérée dans ce cas par une grande intensification de l'activité acoustique, a débuté autour des 40 et 45MPa et a été visiblement suivie de la rupture fragile finale.

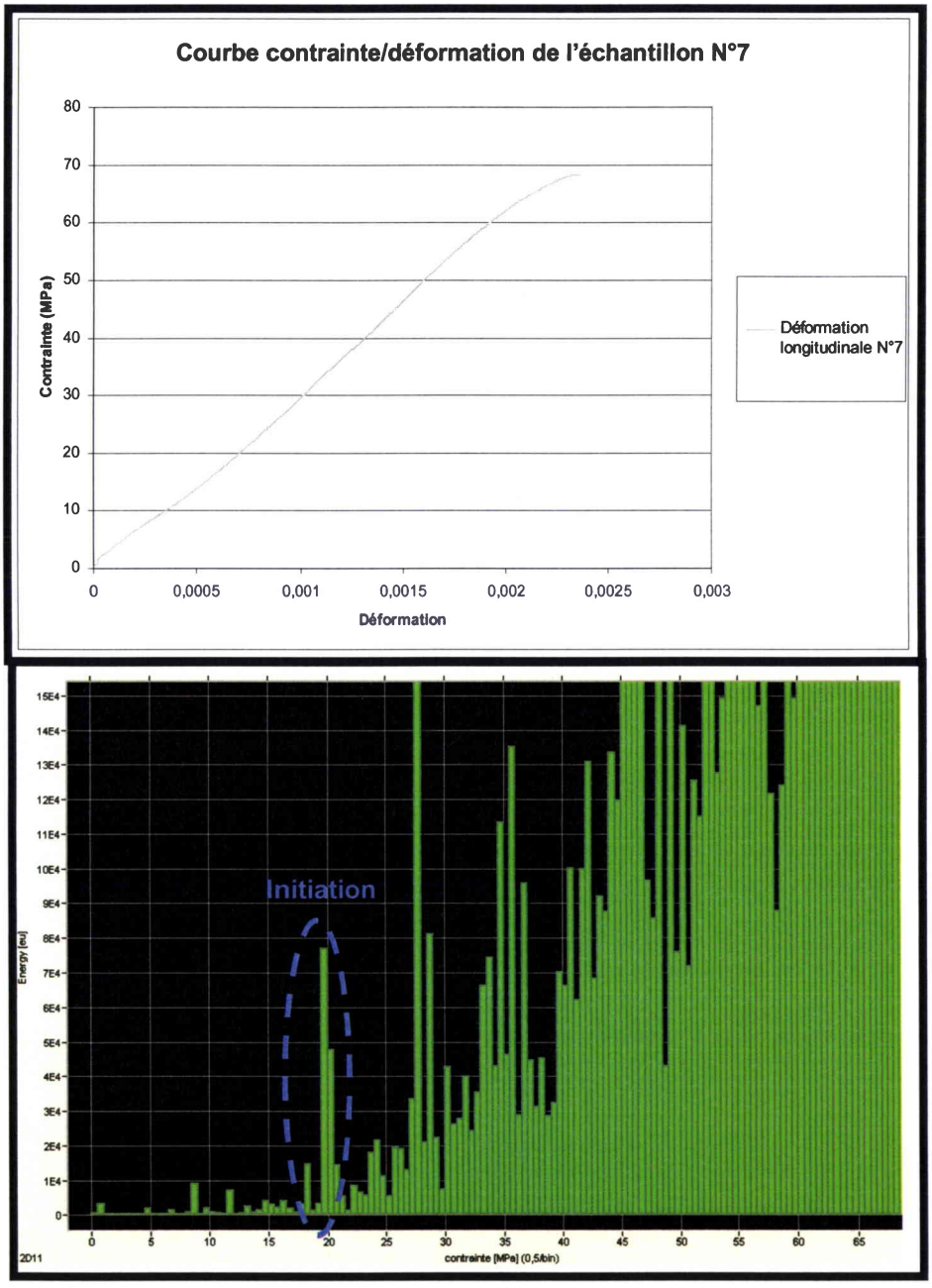


Figure 5.23 : Courbe contrainte/déformation et Énergie acoustique cumulée/ contrainte de l'échantillon N°7 de classe 3

Dans le cas des échantillons de classe 3 nous avons aussi remarqué lors de la rupture des échantillons de cette classe, une forte quantité de poussières blanche, comparée aux échantillons des deux autres classes.
La poussière apparaît toujours sur les faciès de rupture essentiellement quand la fissuration dévie de la direction verticale et ce dans les trois classes.

La figure 5.24 ci-dessous montre le faciès de rupture de l'échantillon N°9 de classe 3. On distingue en A, à l'inclinaison de la fissuration axiale, la présence de poussière blanche, et en B une rupture verticale (sans déviation) sans forte concentration de poussière.
Si nous observons au microscope, la zone A, nous remarquons (Figure 5.25) que les grains ont été séparés suivant les plans de macle, clivés, « broyés », un arrachement de particules calcique a eu lieu et des microfissures de pilage sont apparues entre les plans de macles.

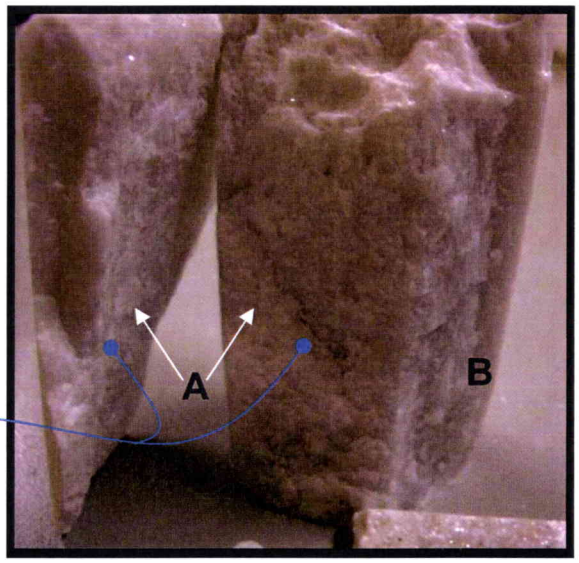


Figure 5.24 : Faciès de rupture de l'échantillon N°9 de classe 3.

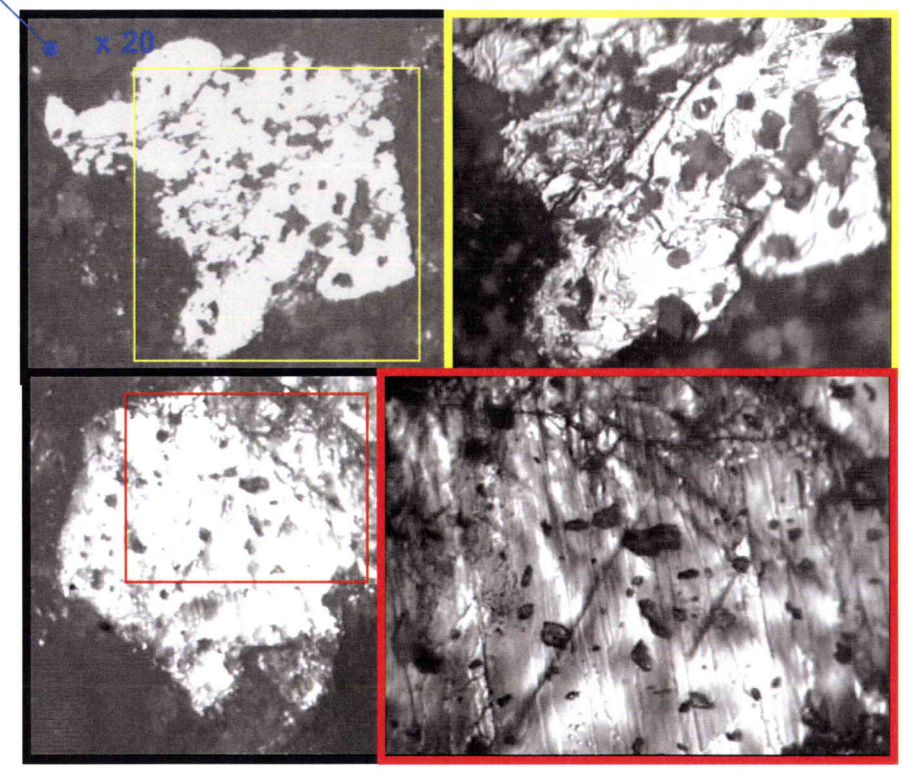


Figure 5.25 : Images au microscope optique de la zone A avec un agrandissement x 20.

Suite aux essais sur le Blanco de Macael avec des bandes de pyrites perpendiculaires à la direction de compression et l'analyse à l'échelle méso et macroscopique des faciès de rupture des échantillons de chaque classe, nous observons que :

Les fissures s'initient dans la phase calcique, (probablement par clivage) et ce, quelle que soit la classe.

**** Les fissures se propagent verticalement et dans la direction des bandes de pyrites (Est Ouest voir annexe).***

**** Ces dernières se propagent en provoquant une intense activité acoustique dans le cas des échantillons de classe 3 (majoritairement calcique) (voir graphiques 5.17, 5.12 et 5.11). Dans le cas des échantillons de classe 1 (forte concentration de pyrite) l'activité acoustique n'est pas aussi prononcée.***

**** L'initiation survient autour de 30MPa dans le cas des échantillons de classe 1 et autour de 20MPa dans le cas des échantillons de Classe 1 et 2.***

****A la suite de ces observations, nous n'avons pas perçu les mécanismes locaux s'opérant pendant la phase élastique et initiant la fissuration. En effet, pendant cette phase nous avons toujours constaté une très faible activité acoustique et aucune perturbation dans les courbes contrainte/déformation. Aussi, les mécanismes locaux régissant l'initiation dans la phase calcique de l'endommagement sont encore ambigus.***

5.2.3 Analyse à l'échelle microscopique :

Pour comprendre le comportement pendant la phase élastique, mais aussi les endommagements locaux induisant l'initiation et les phases successives, nous avons procédé à des essais de compression avec lubrification sous microscope optique. Des échantillons parallélépipédiques pris dans la même direction (L=H=10mm et profondeur 5mm) ont été comprimés avec un maintien de la charge à 3 étapes de l'essai pour l'observation. Pour ce faire, nous avons utilisé le dispositif expérimental décrit à la figure 5.26.

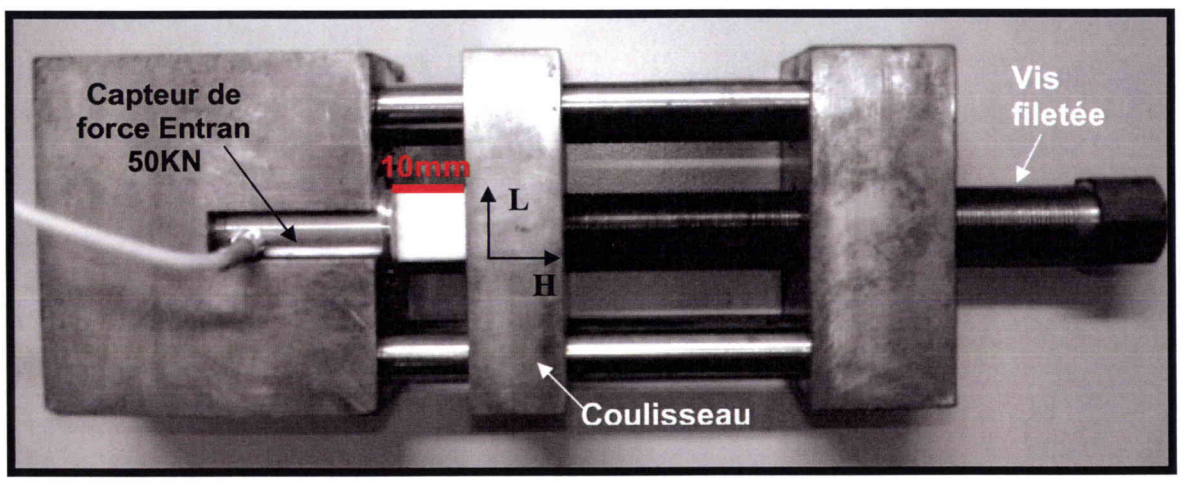


Figure 5.26 : Photo du dispositif expérimental utilisé pour l'observation sous microscope. Système vis filetée (pas très fin de 0,3mm) et coulisseau. Le capteur de force est directement relié à un voltmètre pour la lecture de la valeur de la force.

Les deux faces des échantillons ont été photographiées sous microscope à 0MPa, 20MPa, 40MPa et à la rupture (Figure 5.27). Nous faisons remarquer qu'à cette échelle une différentiation entre les concentrations des inclusions pyriques n'est pas possible.

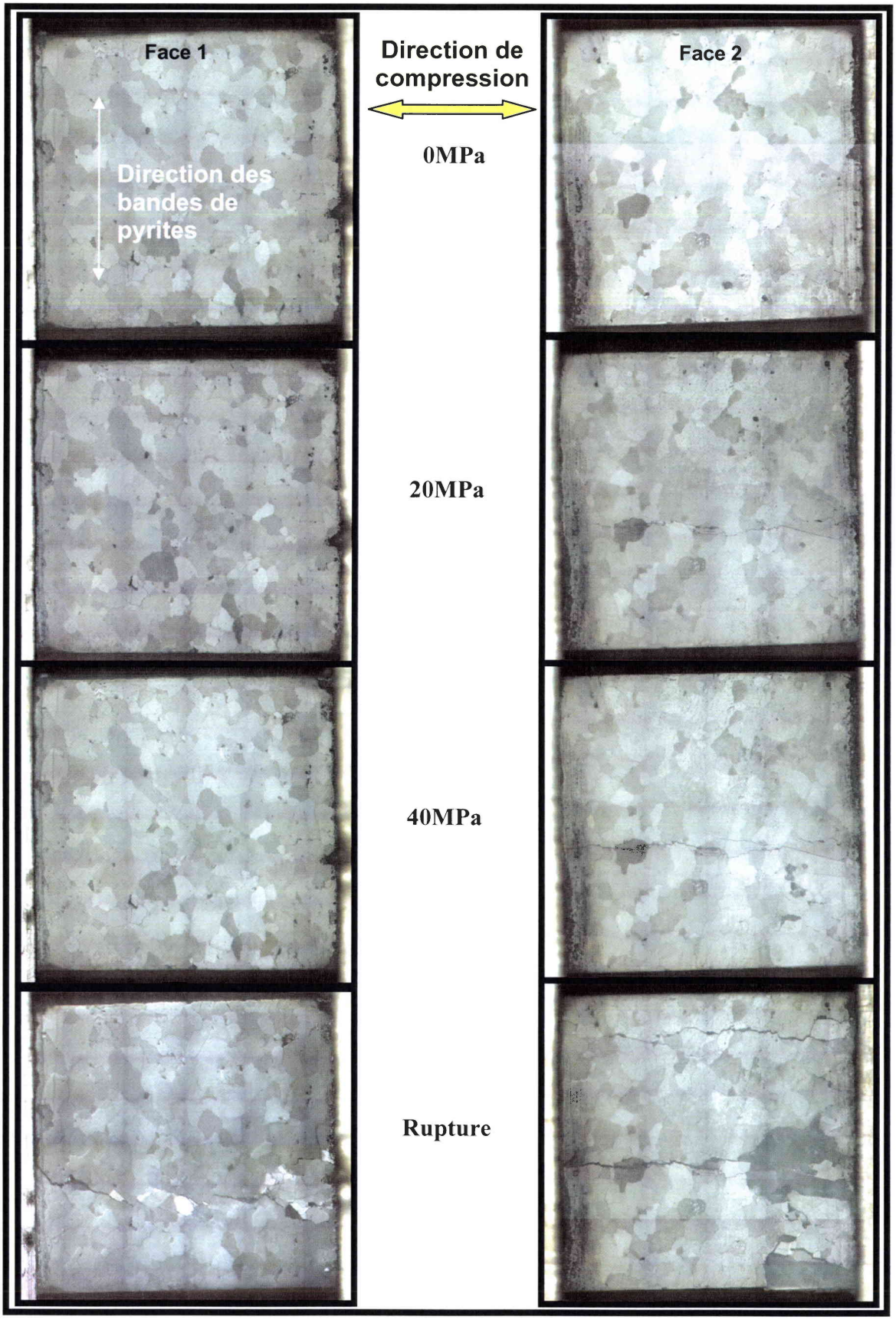


Figure 5.27 : Correspondance entre les deux faces de l'échantillon pendant les quatre phases de l'endommagement. Nous percevons que les grains présentent une morphologie allongée à ± 15° dans la direction des bandes de pyrite.

Nous remarquons que la fissuration apparue à 20MPa ne s'est pas propagée verticalement par rapport au plan de l'échantillon, sauf à la fin de l'essai. Nous détaillons maintenant chaque phase.

Nous notons, pendant la phase élastique, entre 0 et 20MPa, (Figure 5.28), une déformation et un mouvement hétérogènes des grains dans le plan vertical au plan d'observation (direction transversale). En effet, sur la figure 5.28 B prise à 20MPa, on distingue nettement sur la face 1, le relief des grains. Ceci explique les imprécisions des mesures transversales et aussi la faible activité acoustique enregistrée pendant cette phase.

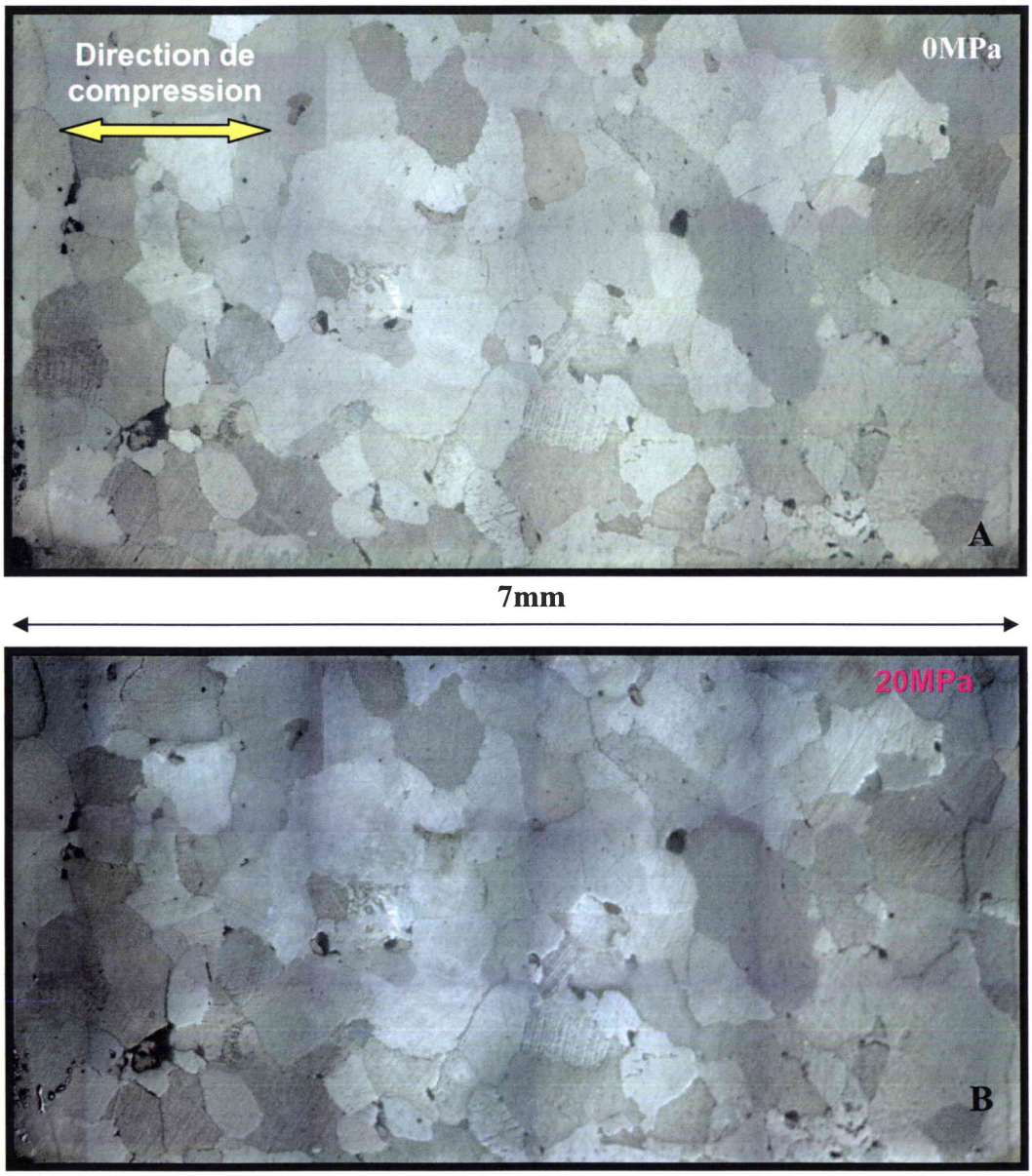


Figure 5.28 : A : Image d'une zone de la face 1 de l'échantillon à 0MPa. Figure B : Image de la même zone de la face1 de l'échantillon à 20MPa. Nous distinguons le relief des grains signe d'un mouvement et d'un déplacement hétérogène dans la direction perpendiculaire au plan d'observation.

Pour comprendre l'initiation, nous nous intéressons à la face 2 de l'échantillon. Lors de cet essai, nous avons remarqué que les grains 1, 2 et 3 ont clivé, et la fissure s'est rapidement propagée dans la direction de compression (Figure 5.29 B). La propagation s'est effectuée dans les grains par clivage et aussi d'une manière intergranulaire.

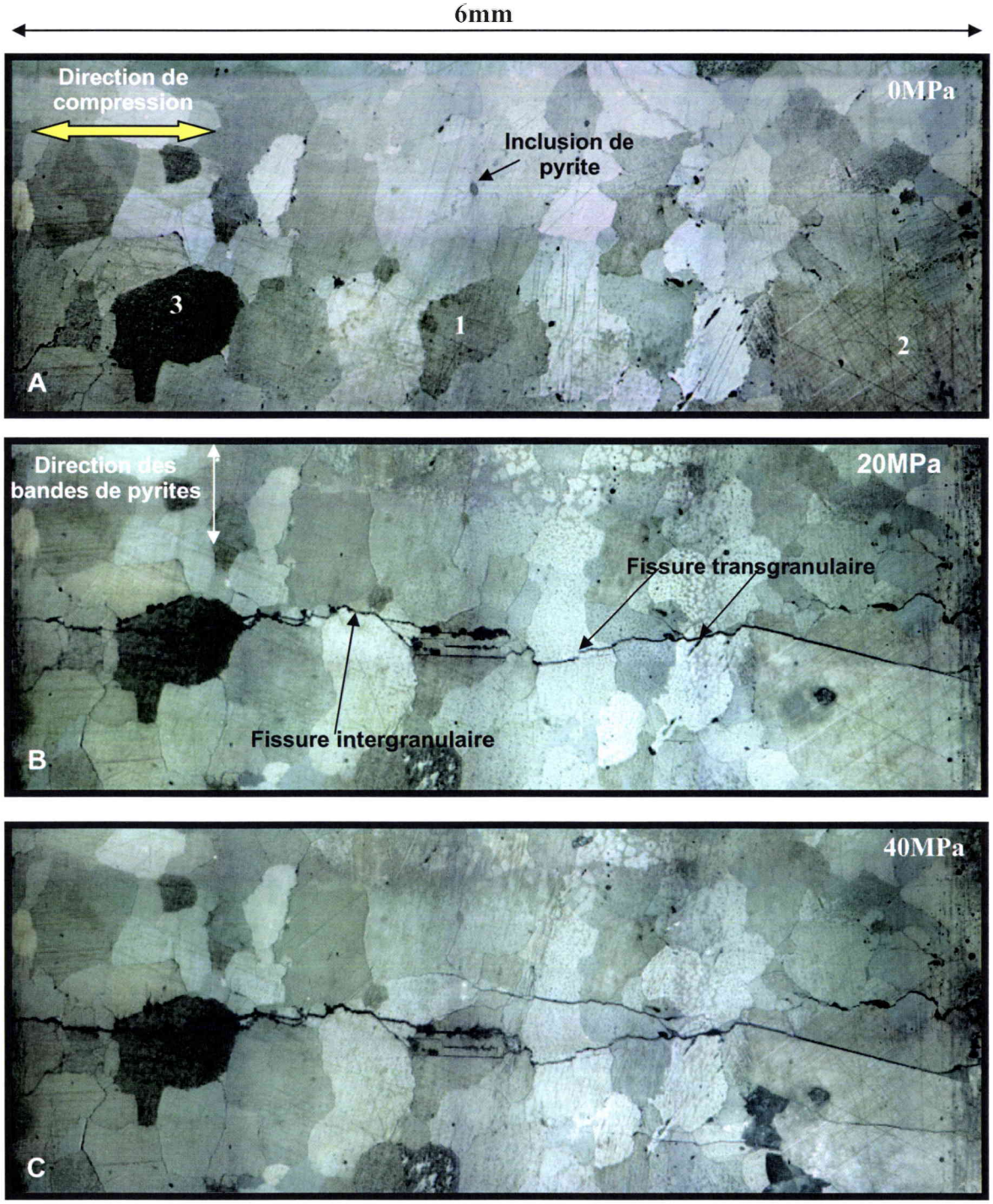


Figure 5.29 : Initiation de l'endommagement par clivage des grains.

Nous remarquons aussi dans la figure 5.29B que l'inclusion de pyrite a induit une fissuration perpendiculaire à la direction de compression.

Si nous agrandissant cette zone, nous remarquons nettement sur le graphique 5.30 que la fissuration induite dans le grain, par la concentration de contrainte au sommet de l'inclusion de pyrite suit la direction des plans de macles du grain hôte.

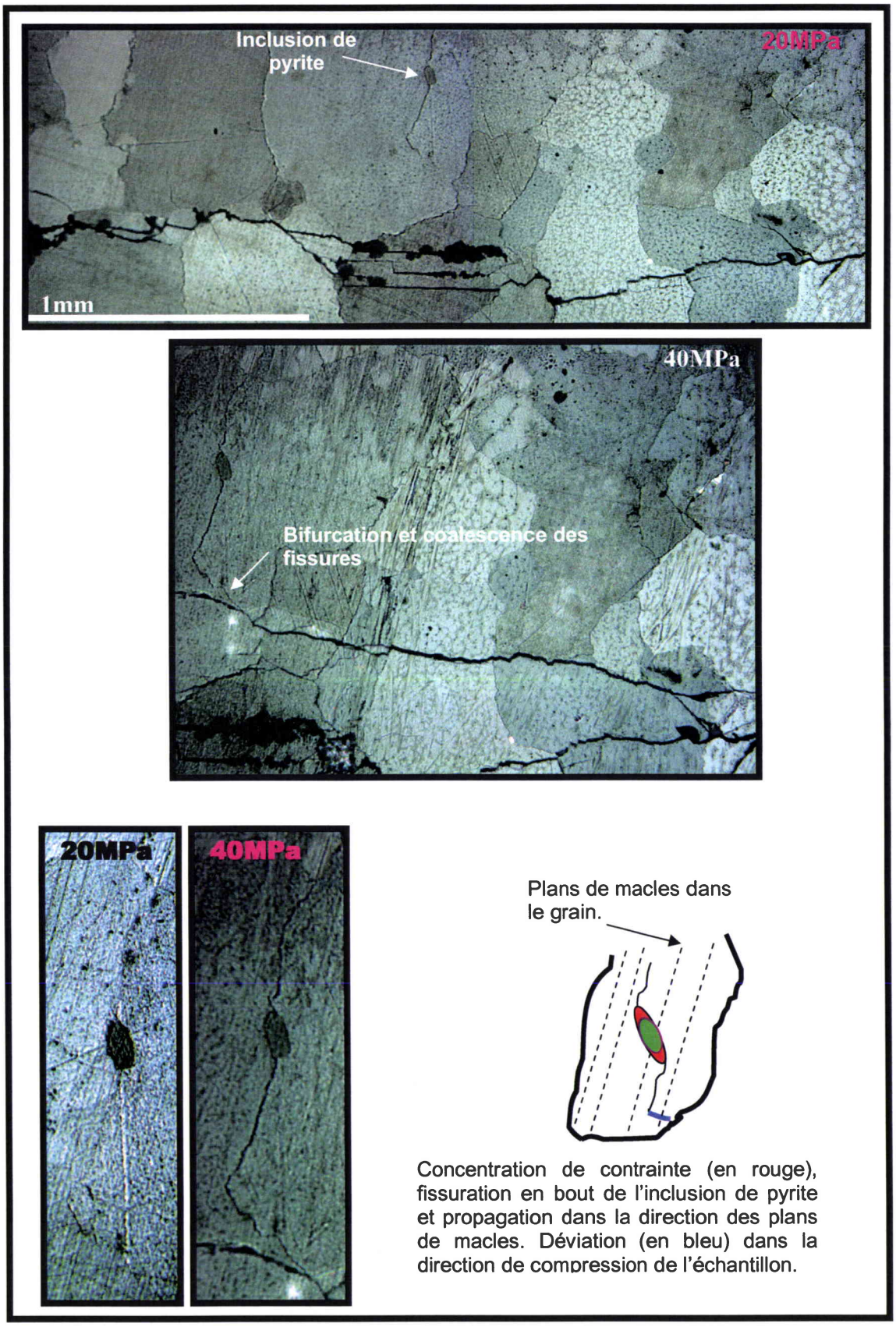


Figure 5.30: Concentration de contrainte et fissuration autour de l'inclusion pyrique.

5.2.4 Conclusion :

Dans le but de dégager l'effet des caractéristiques de la microstructure (statistiquement non aléatoire) sur le comportement global, plusieurs observations à toutes les échelles ont été réalisées.

Ainsi, nous constatons que pour les échantillons de Blanco veiné extraits dans cette direction, la **phase élastique** se résume en un déplacement et une déformation des cristallites. Les inclusions pyriques plus rigides (C_{11} ≈360GPa, C_{12}≈47GPa, C_{44}≈105GPa [Simmons et Birch 1963]) que le grain hôte (Tableau 5.4), jouent le rôle de renfort. En effet, nous avons remarqué pendant les essais une augmentation du module de Young, et de la contrainte d'initiation avec les classes.

	C_{11}	C_{33}	C_{44}	C_{12}	C_{13}	C_{14}
Danderkar (1968a)	148.0	85.7	32.8	55.4	54.5	-20.8
Danderkar (1968b)	146.3	85.3	34.0	59.7	50.8	-20.8
Hearmon (1979)	144	84.0	33.5	53.9	51.1	-20.5
Vo Thanh & Lacam (1984)	145.7	85.3	33.4	55.9	53.5	-20.5
Chen & al (2001)	149.4 (7)	85.2 (18)	34.1 (5)	57.9 (11)	53.5 (9)	-20.0 (2)

Tableau 5.4 : Valeurs des constantes élastiques de la calcite rhomboédrique en GPa. D'après Danderkar 1968a,b Hearmon 1979 cité par Bass 1995, Vo Thanh et Lacam 1984 cité par Chen 2001.

Les observations à différentes échelles montrent que l'initiation s'effectue essentiellement (autour de 24MPa, voir Tableau 5.1) par le clivage des grains. Sachant que la maille calcique présente trois plans de clivage, le glissement est activé sur les plans préférentiellement orientés par rapport à la direction de la contrainte locale.

La propagation qui s'en suit, est principalement suivant la direction de compression. Cette dernière suit un chemin inter ou intragranulaire suivant la configuration des grains voisins (morphologie et orientations cristallographiques) mais aussi suivant la concentration de pyrite.

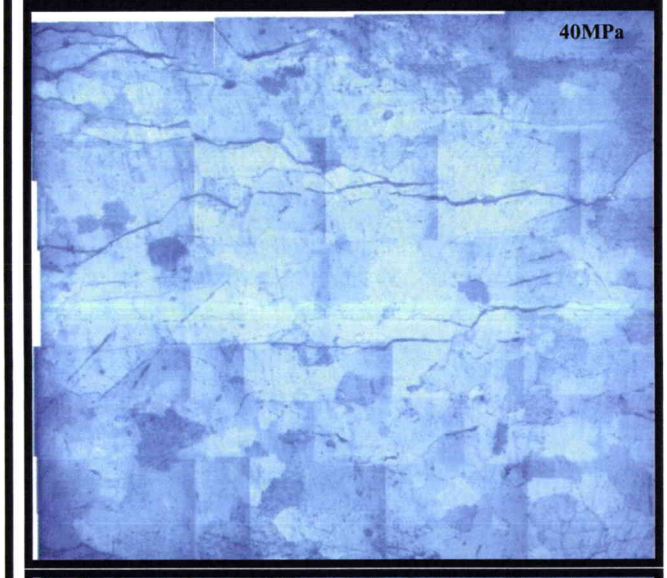
Nous avons constaté sur plusieurs échantillons, extraits dans cette même direction, que la propagation est majoritairement intragranulaire suivant des fissures de clivage (voir Figure 5.31).

Cependant, nous avons aussi remarqué que les inclusions de pyrite concentrent la contrainte dans le grain et y induisent une fissuration dans des directions dépendantes de leur morphologie de l'orientation cristallographique du cristallite hôte et du champ de contrainte local (Figure 5.32).

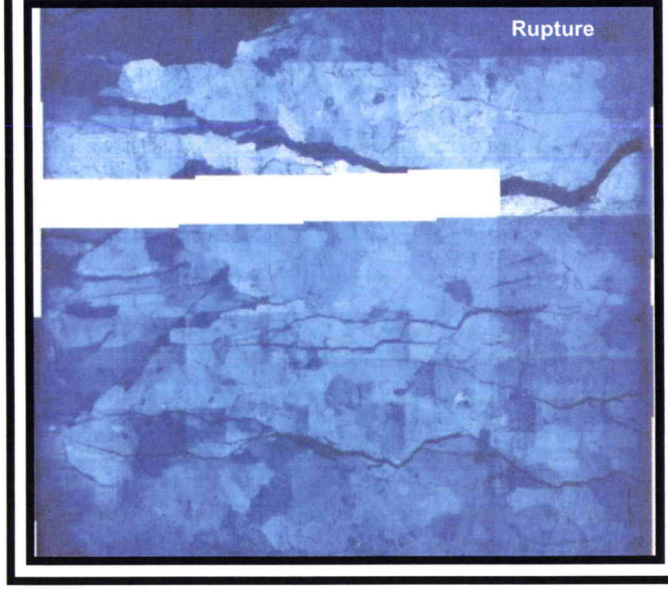


Figure 5.31 :

Initiation de l'endommagement par clivage des grains.



Propagation intragranulaire essentiellement par le clivage des cristallites.



Enfin, coalescence et rupture fragile suivant la direction de compression.

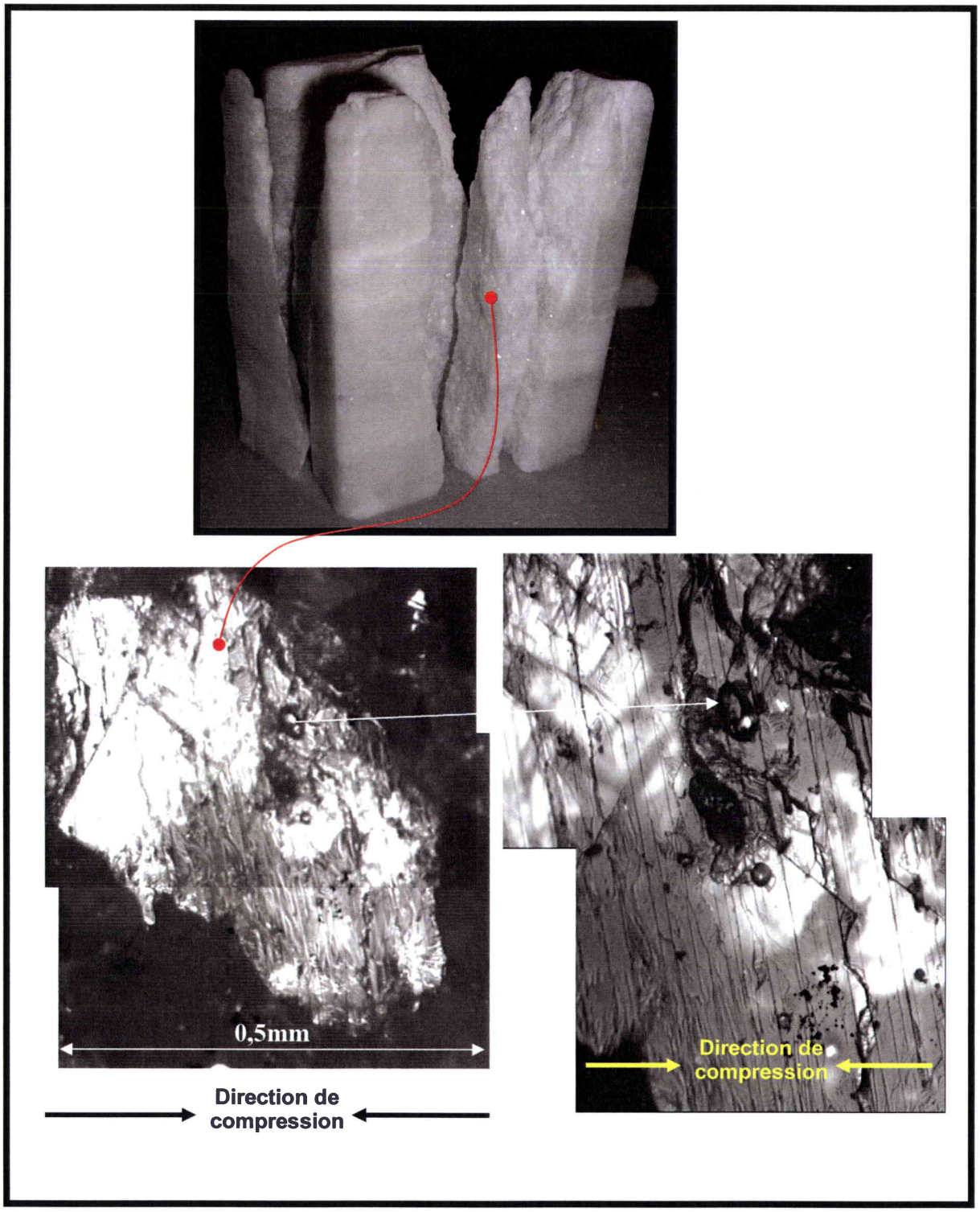


Figure 5.32 : Faciès de rupture de l'échantillon parallélépipédique N°1 de classe 1, où la poussière est beaucoup moins présente. L'endommagement est amoindri par la présence des inclusions pyriques qui initient une fissuration dans la direction des plans de macles.
Fissuration dans les plans de macles (« e » et/ou « r », voir Figure 1.63, P70), comme celle vue dans la figure 5.30, a été souvent remarquée sur les faciès de rupture (Figures 5.33 et 5.34).

L'évolution de la fissuration par les micromécanismes de clivage dans la direction de compression, est par la suite déviée, soit par la présence des inclusions (Figure 5.32B), soit par bifurcation et ramification de ces dernières, dans la direction des microfissures « pyriques ».
Aussi, les microfissurations « pyriques » relaxent localement la contrainte, évitant l'apparition des microfissures de pilage dans le grain (voir figure 1.71 §chapitre 1).

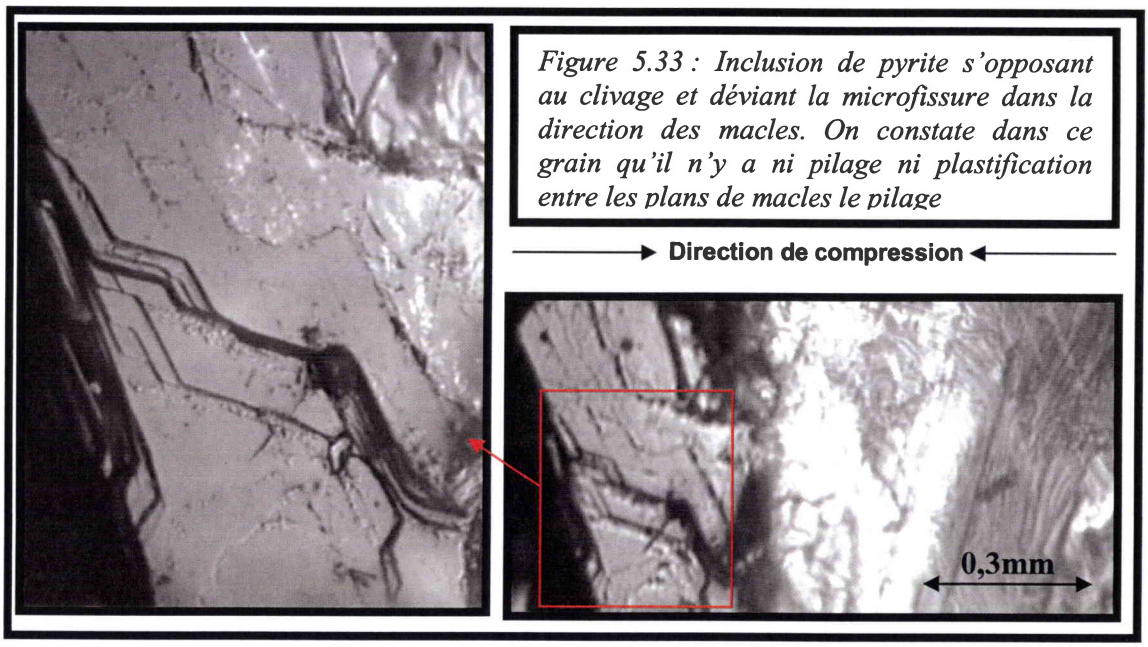


Figure 5.33 : Inclusion de pyrite s'opposant au clivage et déviant la microfissure dans la direction des macles. On constate dans ce grain qu'il n'y a ni pilage ni plastification entre les plans de macles le pilage

En effet, le maclage, la séparation suivant les plans de macle et le pilage sont des phénomènes qui ont été surtout observés dans le cas des échantillons de classe 3 (Figure 5.33).

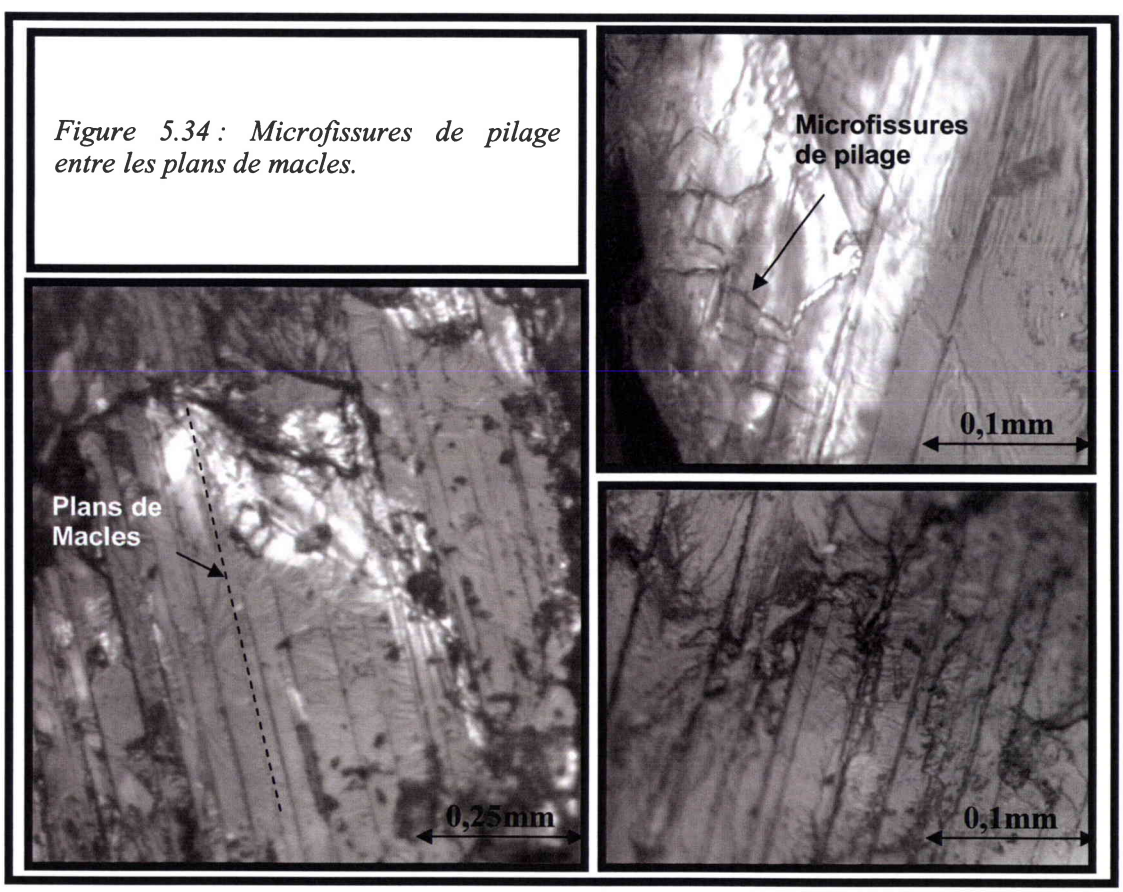


Figure 5.34 : Microfissures de pilage entre les plans de macles.

Ceci étant, l'instant de l'activation n'a pas pu être perçu à cette échelle. Par contre, nous avons toujours observé à la rupture plusieurs séparations suivant des plans de macles, sur des grains qui n'étaient pas maclés au début du chargement (Figure 5.34).

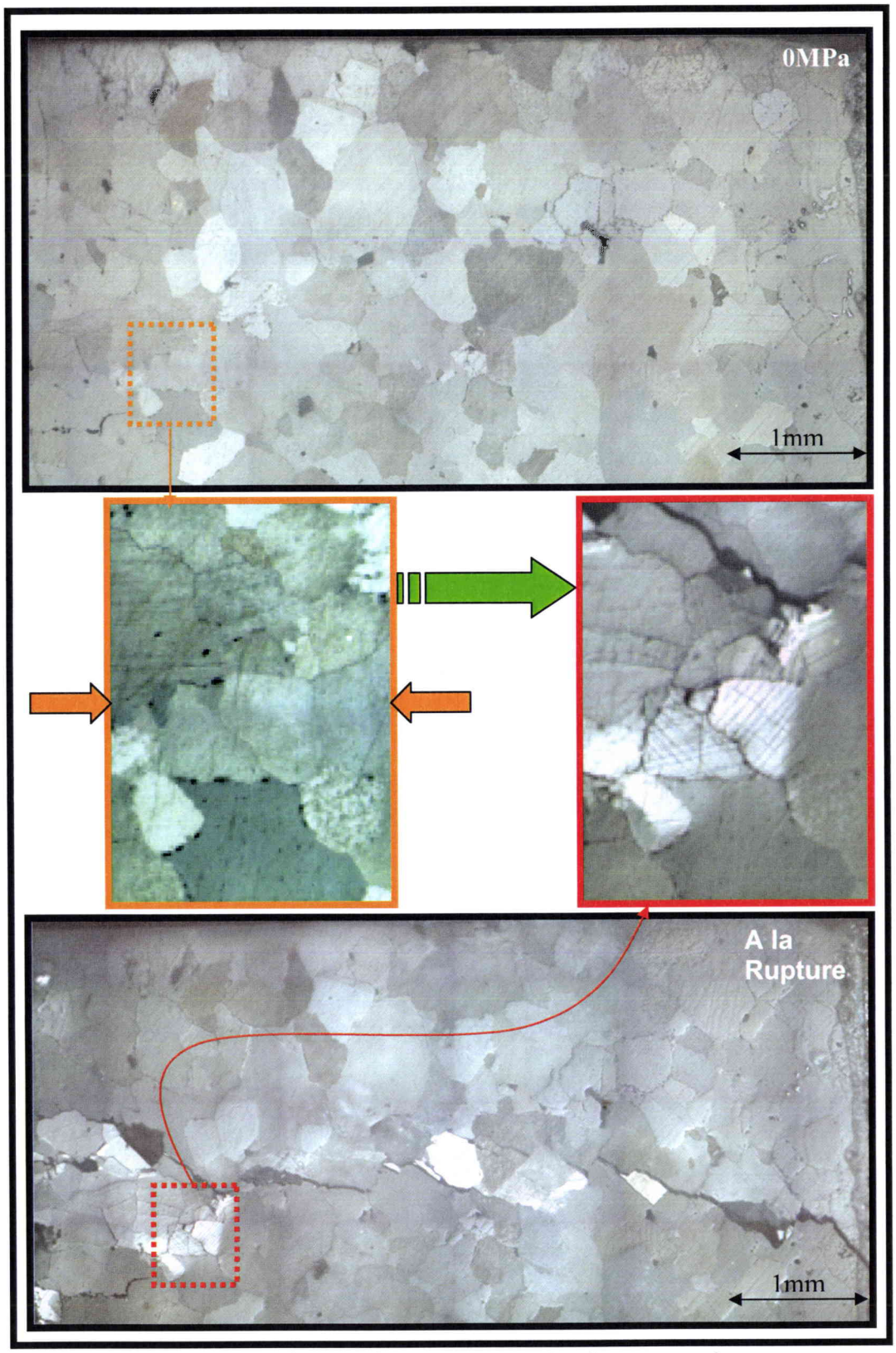


Figure 5.32 : Maclage et séparation suivant les plans « e » et/ou « r ».

Aussi les ruptures des échantillons de la classe 3, montrent un comportement similaire aux essais de compression triaxiale. En effet, les différents essais de compression triaxiale, sur les roches, montrent une localisation de la déformation en bande(s) de cisaillement (rupture suivant des plans inclinés), l'apparition d'une poussière blanche signe d'un broyage du grain et une intensification de l'activité acoustique [Sulem 1999]. De plus après observation des faciès de rupture des échantillons de classe 3, on dénote la présence d'un grand nombre de fissures de pilage entre les plans de macle.

Cependant, dans le cas des échantillons de classe 1 on ne dénote aucune accentuation des contraintes compressives à l'échelle locale (pas de fissures de pilage, pas de broyage de grain). La rupture dans ce type d'échantillon fait penser à la rupture en traction des marbres calciques (cas des essais brésiliens et les essais directs en traction voir Figures 1.29, 1.32, 1.35, 1.37). L'activité acoustique est négligeable comparée aux échantillons de classe 3.

Ces remarques confirment l'hétérogénéité de la contrainte à l'échelle locale mais soulèvent une interrogation quant à l'influence des inclusions pyriques et la morphologie des grains calcique sur l'apparition d'une répartition privilégiée du champ de contrainte à l'échelle locale.

5.3. Résultats des essais de compression dans la direction 45° sur les échantillons de Blanco veiné :

Nous présentons dans ce qui suit les résultats expérimentaux des tests de compression effectués suivant une direction de compression de 45° par rapport à la direction des bandes de pyrites sur neuf échantillons cylindriques (5cm de diamètre x 10cm) extraits des différents blocs. Le tableau 5.4 résume les résultats de ces essais.

N° échantillon	Géométrie	Classe	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
1	C	1	2692	0,09%	0,05%	41,4	66	0,00192	?
2	C	2	2681	0,08%	0,20%	40	69	0,0019	20
3	C	3	2671	0,10%	0,19%	36,3	68	0,002	25
4	C	2	2675	0,14%	0,16%	39	65	0,0019	24
5	C	2	2679	0,08%	0,20%	36,1	67	0,00189	22
6	C	3	2670	0,08%	0,18%	38,4	65	0,002	21
7	C	1	2687	0,08%	0,19%	39,5	64	0,00194	22,5
8	C	3	2672	0,10%	0,19%	38,7	64	0,002	19,5
9	C	1	2674	0,09%	0,20%	39,3	65	0,00198	20
Moyenne classe 1			2684	0,09%	0,15%	40,07	65,00	0,00195	>22
Moyenne classe 2			2678	0,10%	0,19%	38,36	67,00	0,00190	22
Moyenne classe 3			2671	0,09%	0,19%	37,80	65,67	0,00200	21,5
Moyenne totale			2678	0,09%	0,17%	38,74	65,8	0,00195	21

Tableau 5.4 : Résultats des essais de compression dans la direction de compression 45°.

Si nous comparons ces résultats (direction de compression 90°) à ceux effectués à 0° (tableau 5.5), nous remarquons que :
*L'effet des inclusions pyriques sur la rigidité est encore perceptible; à savoir, une faible augmentation de la rigidité dans cette direction avec les densités, est dégagée.
*La contrainte d'initiation varie beaucoup dans cette direction bien qu'une tendance soit visible sur les moyennes aucune conclusion ne peut être vraiment dégagée.
* Nous remarquons, aussi que la CCU est moyennée à 65MPa et ne varie pas avec les classes.

	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
Moyenne classe 1	2684	0,07%	0,14%	38	75	0,00219	31,00
Moyenne classe 2	2677	0,09%	0,16%	36	71	0,00228	26,13
Moyenne classe 3	2672	0,10%	0,19%	35	68	0,002216	23,50
Moyenne totale	2677	0,09%	0,17%	36	71	0,002226	24,41

Tableau 5.5 : Résultats des essais de compression dans la direction de compression 0°.

Afin de mieux comprendre ces résultats et aussi définir les micromécanismes d'initiations de l'endommagement dans cette direction, nous proposons, dans ce qui suit, une analyse des faciès de rupture de trois échantillons des différentes classes.
Le cas particulier de l'échantillon 1 a retenu notre attention, nous développons en premier cette exception.

5.3.1 Analyse à l'échelle macroscopique des faciès de rupture:

Cas de l'échantillon 1 de Classe 1 :

Dans le graphique 5.33, nous discernons sur la courbe combinée des amplitudes acoustiques, qu'il y a très peu d'événements. De ce fait, l'énergie acoustique cumulée est négligeable, pendant l'essai. La contrainte d'initiation n'a donc pas pu être déterminée avec certitude (Tableau 5.4).

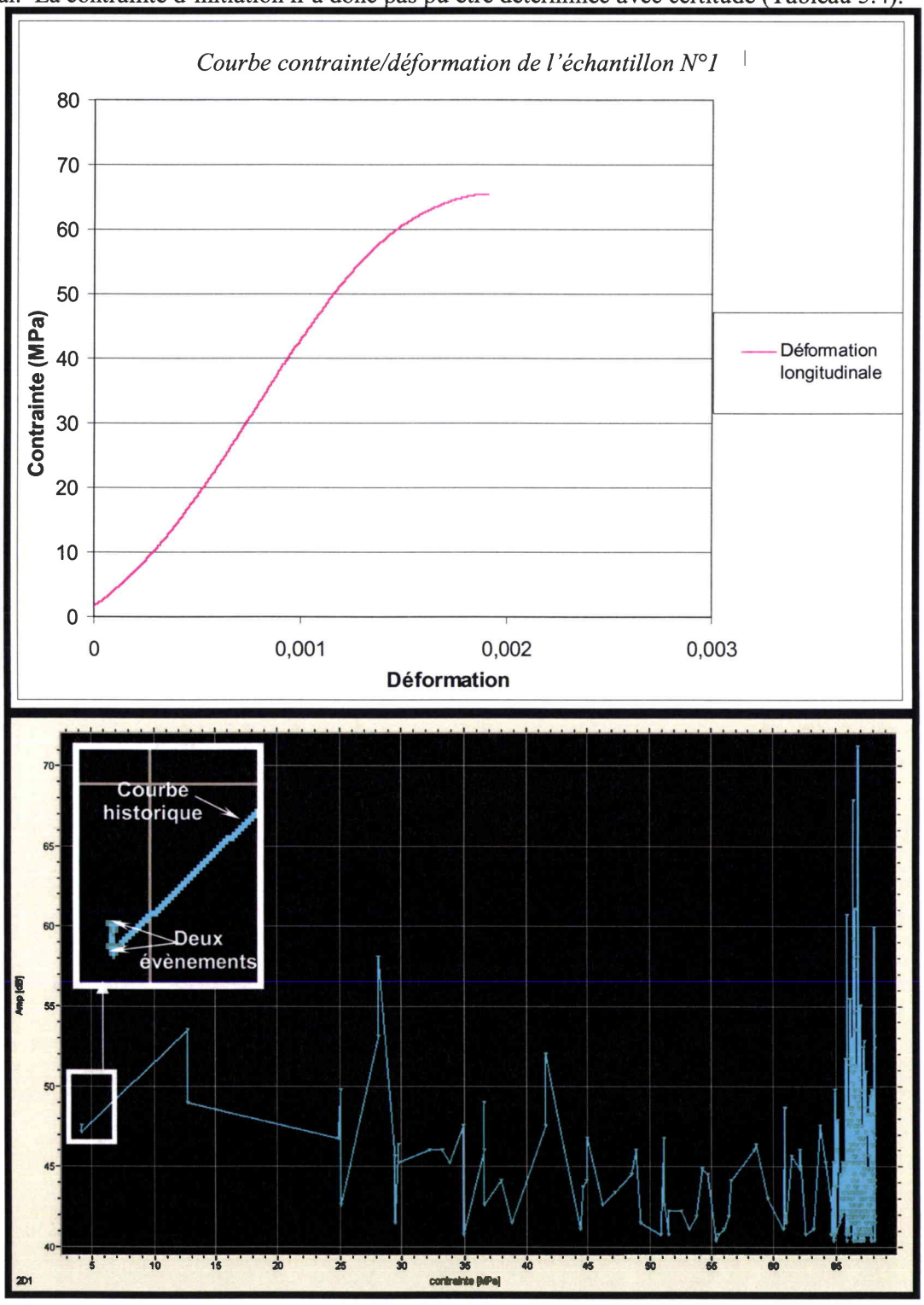


Figure 5.33 : En haut : Courbe contrainte/déformation. En bas : Courbe combinée (historique et événements détectés) des amplitudes en fonction de la contrainte lors de l'essai de l'échantillon N°1 de classe 1.

L'échantillon 1 présente une forte concentration de minéraux secondaires répartis en strates à 45°, d'où sa densité élevée comparée aux autres échantillons (ce type d'échantillon est très rare dans la veine). En effet, comme nous pouvons le remarquer Figure 5.34, mis à part les inclusions pyriques, cet échantillon présente une forte concentration de soufre cristallisé et d'apatite.

La rupture s'est initiée au niveau d'une strate riche en apatites et s'est propagée parallèlement aux bandes minérales.

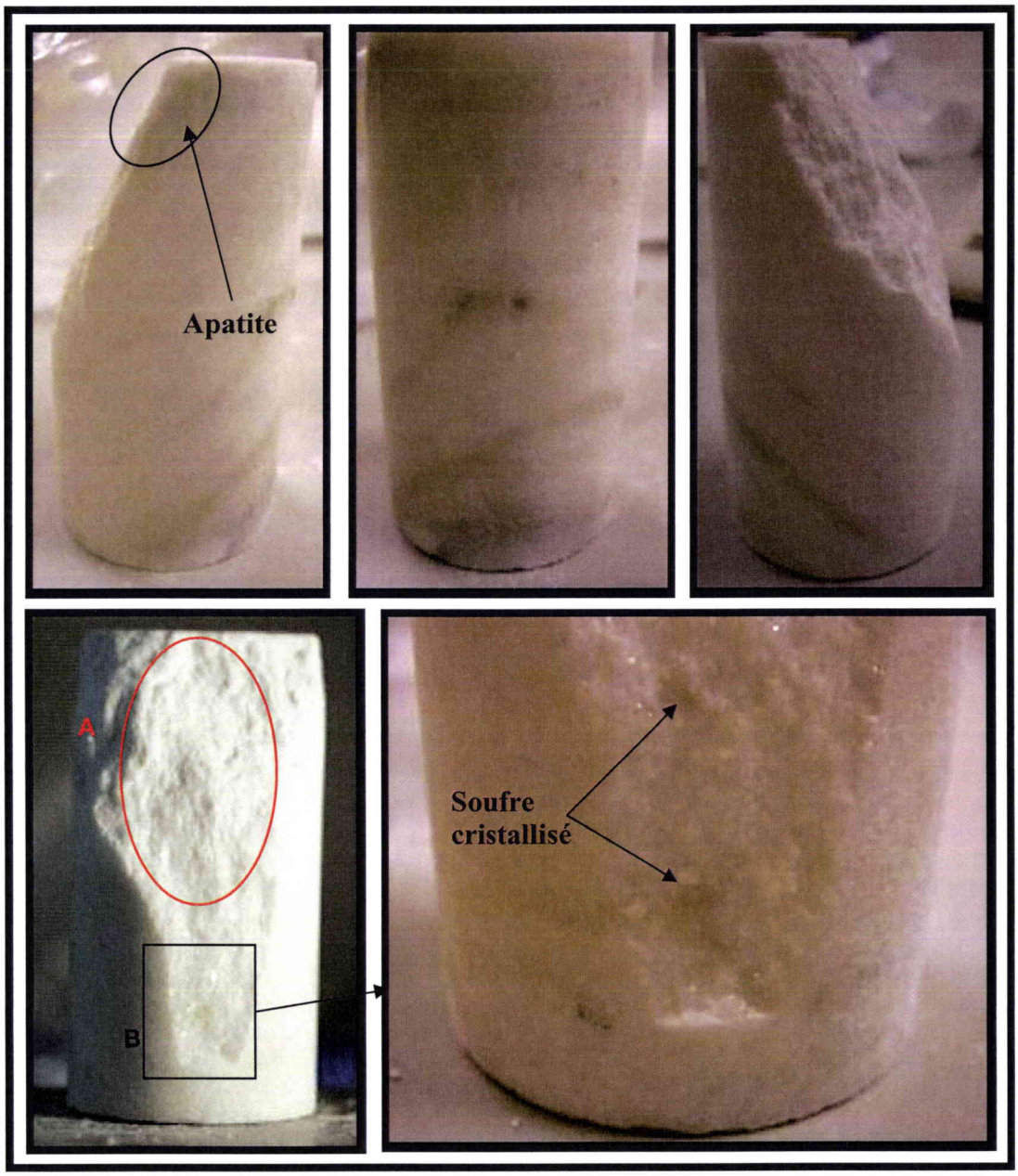


Figure 5.34 : Photos du faciès de rupture de l'échantillon 1.

Cet essai montre l'influence des inclusions minérales dans cette direction, en tant que renfort. Cependant après analyse des faciès de cette classe aucune conclusion quant à un mécanisme dominant d'initiation n'est perceptible. En effet, l'initiation étant tardive nous pouvons seulement discerner une zone avec une forte concentration de poussière suivant un plan incliné (Figure 5.34 zone A) et une deuxième zone B ou la rupture est sans poussière (en clivage et propagation entre les inclusions de soufre) suivant un plan moins incliné.

Cas de l'échantillon N°2 de Classe 2 :

L'essai de l'échantillon N°2, représentatif de la classe 2 montre une activité acoustique plus forte que celle des échantillons de classe 1.

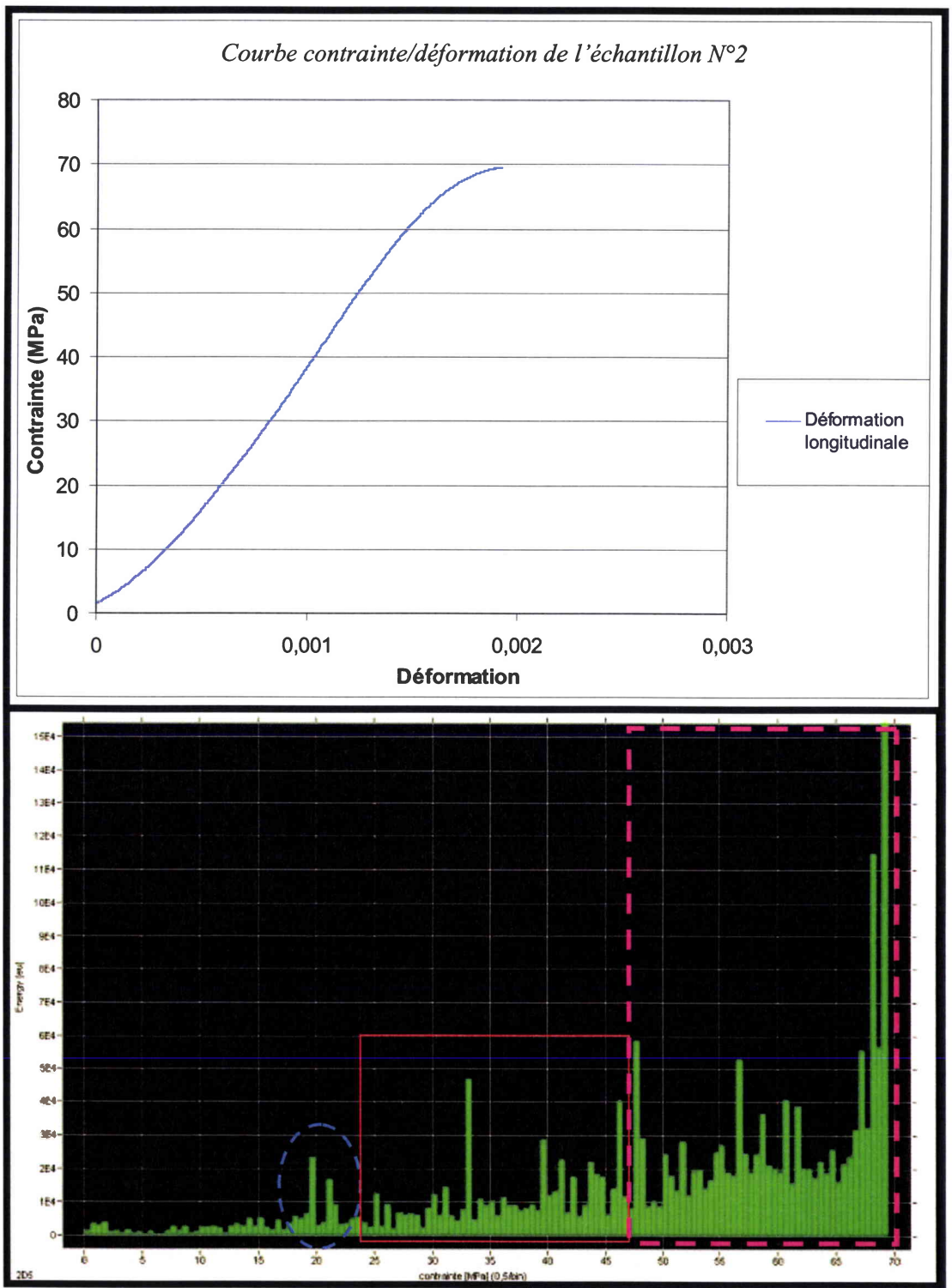


Figure 5.35 : Courbe contrainte/déformation et Énergies acoustiques cumulées/contrainte, correspondantes à l'essai de l'échantillon 2 de classe 2.

Dans le cas des échantillons de cette classe, les différentes phases de l'endommagement sont facilement appréciables (voir Figure 5.35).

Si nous analysons maintenant le faciès de rupture, nous remarquons que le mode de rupture est mixte entre un clivage axial et une rupture oblique suivant les bandes de pyrites.

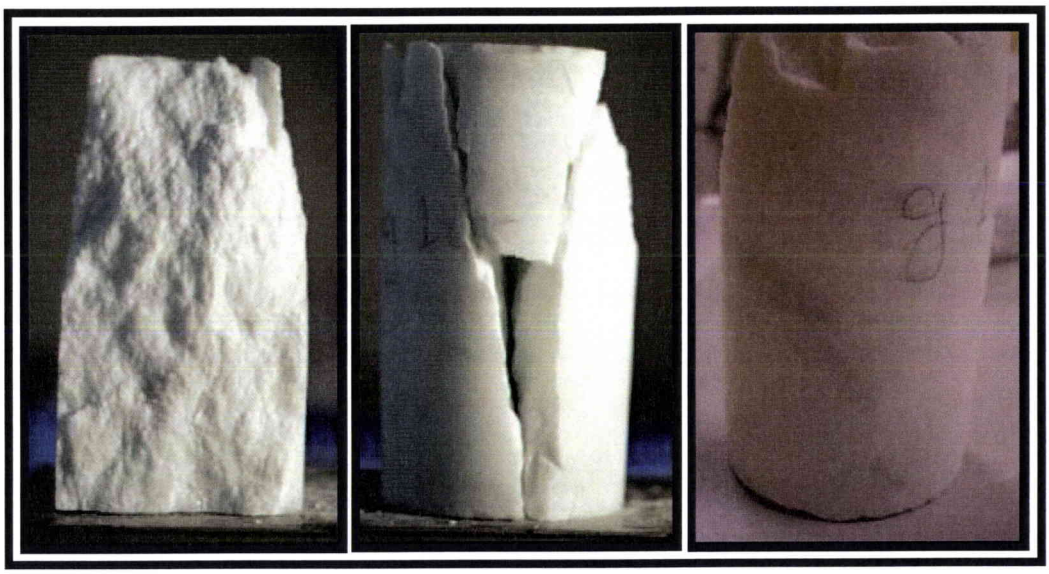


Figure 5.36 : Rupture mixte entre clivage axial et oblique dans la direction des inclusions de pyrites.

De la même manière que précédemment nous observons un plan incliné, suivant les bandes de pyrites, riche en poussière blanche et un deuxième plan vertical (clivage axial) avec une quantité de poussière moindre.

Analyse de l'échantillon 3 de classe 3 :

La courbe contrainte/déformation (Figure 5.37), dans le cas des échantillons de la classe 3, présente une phase de radoucissement plus accentuée que les deux autres classes.

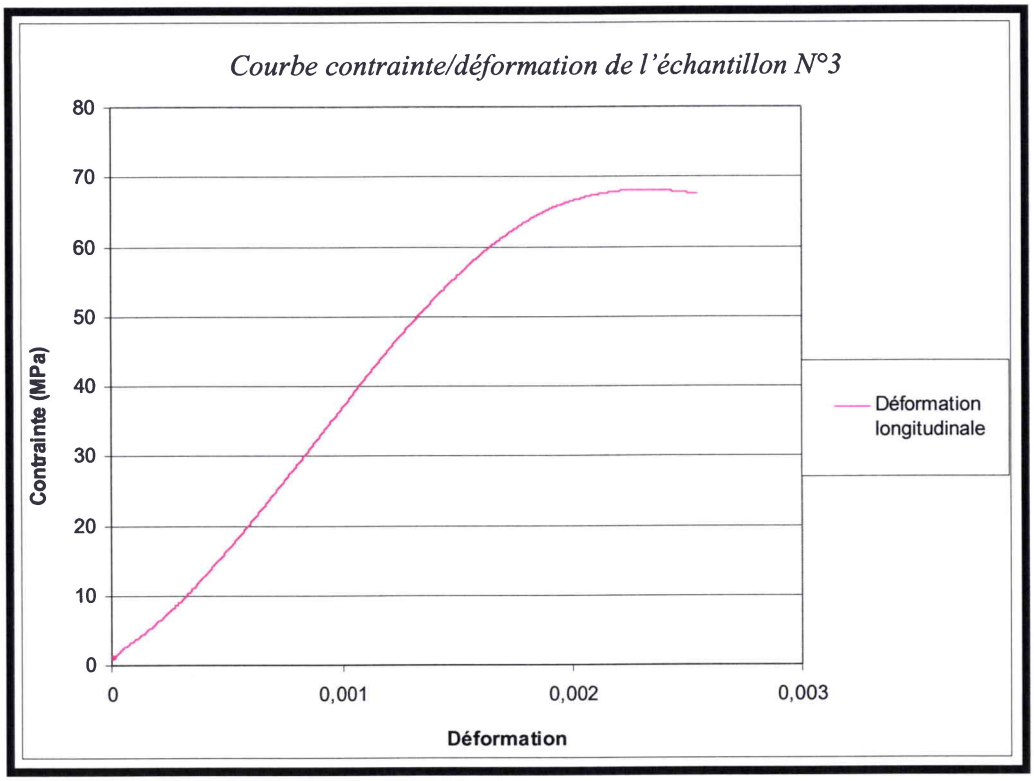


Figure 5.37 : Courbe contrainte/déformation de l'échantillon 3 de classe 3.

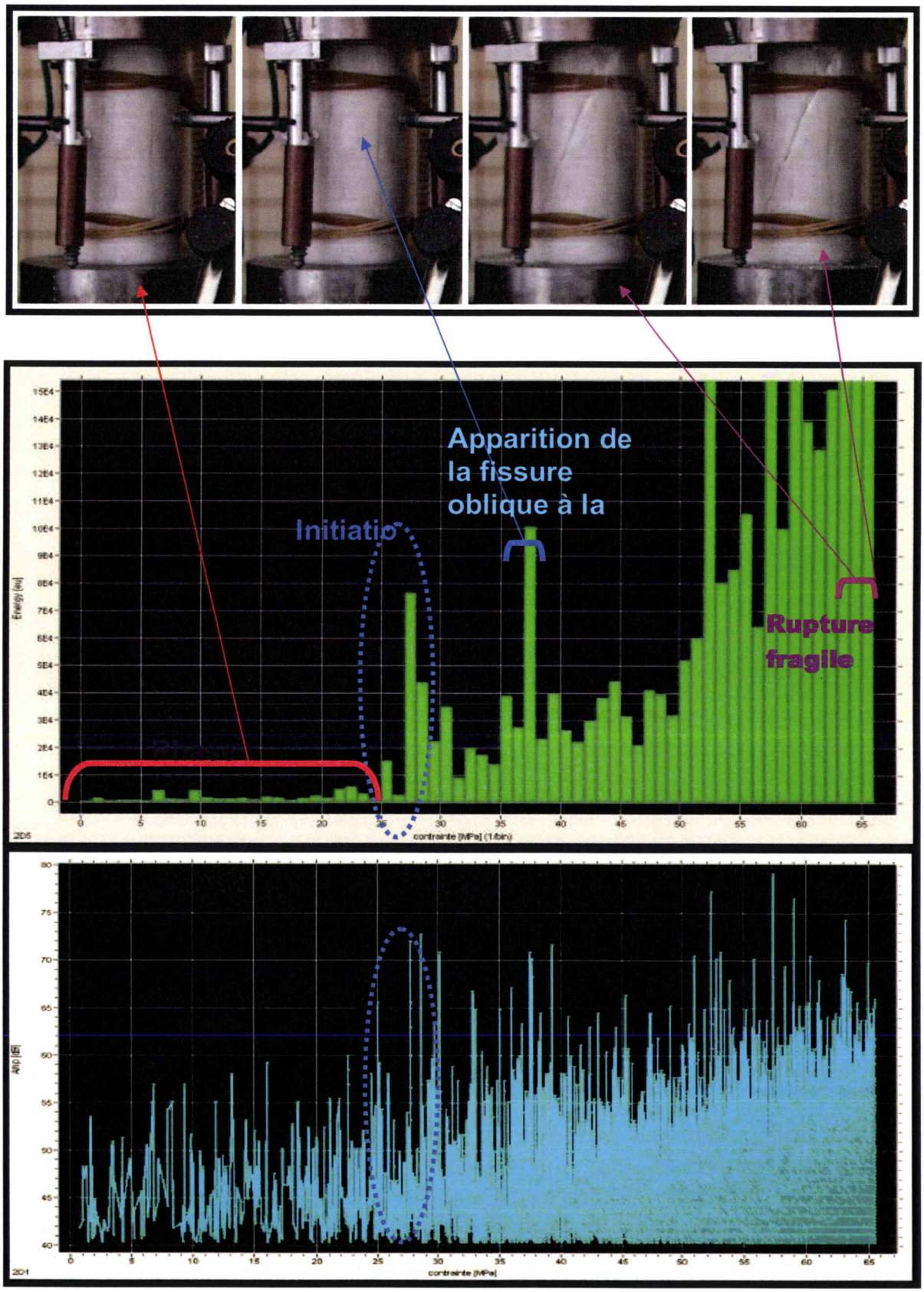


Figure 5.38 : Corrélation entre la fissuration de l'échantillon et l'activité acoustique ; En haut : Histogramme énergie cumulée/contrainte ; En bas : Courbe combinée(Historique,évenments) de l'amplitude /contraints de l'échantillon 3 de classe 3.

Aussi, dans le cas des échantillons de classe 3, les différentes phases de l'endommagement sont nettement perceptibles sur les courbes acoustiques. Le mode de rupture pour cette classe est exclusivement une rupture oblique avec une grande quantité de poussière (voir Figure 5.39).

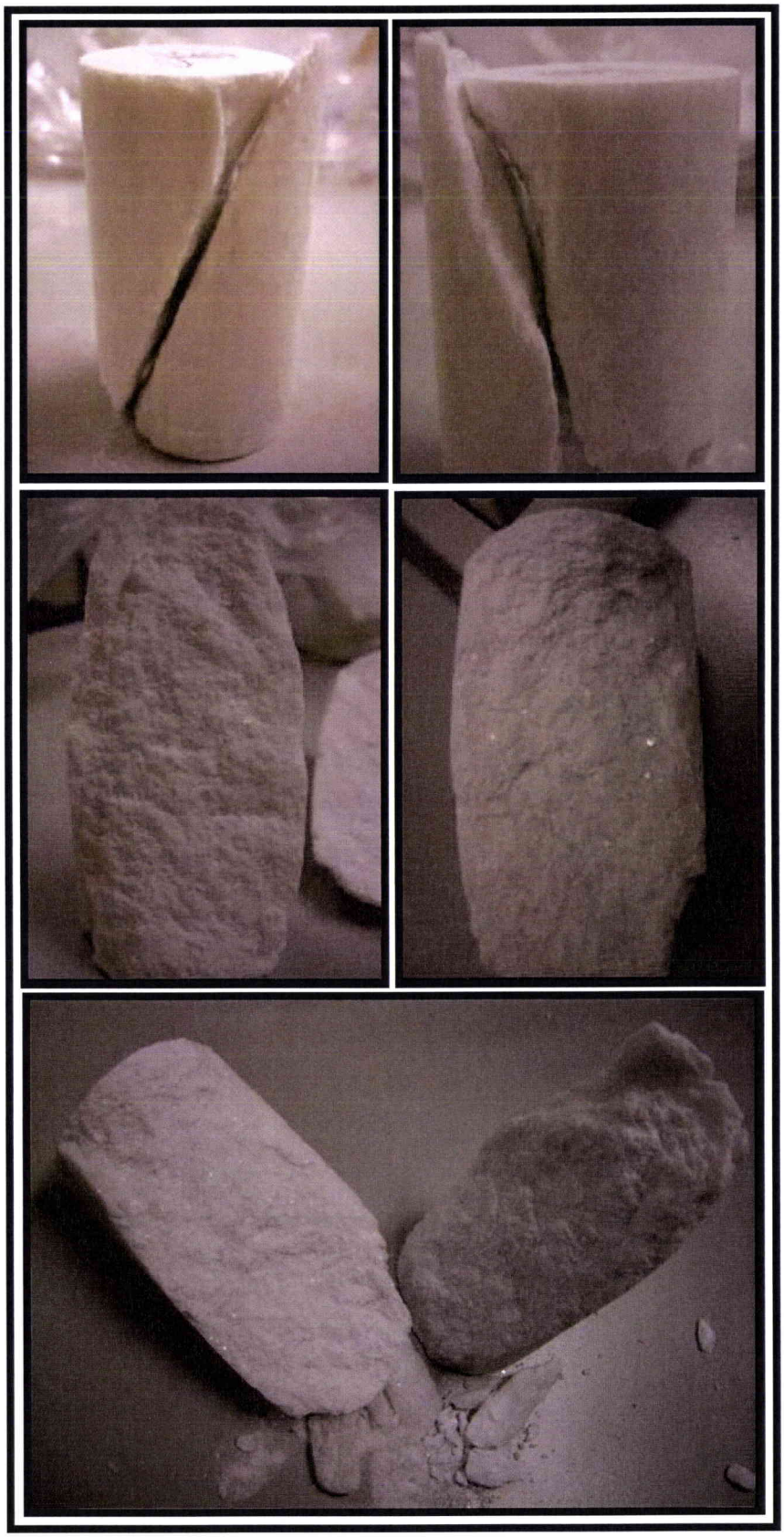


Figure 5.39: Rupture oblique de l'échantillon 6 avec une importante quantité de poussière blanche.

En résumé, l'analyse des mesures acoustiques et de déplacement, associée à l'observation des faciès de rupture à l'échelle macroscopique, sur les échantillons de Blanco de Macael extraits dans cette direction de la veine de neuf blocs, montrent, pour les trois classes, les points communs suivants :

- Une phase élastique où l'activité acoustique est très faible.
- L'initiation survient entre 20 et 30MPa et est toujours localisée par un pic supérieur à 1^E4 (eu)
- Les trois phases de l'endommagement sont nettement perceptibles lors de la mesure acoustique. Nous notons après l'initiation une augmentation croissante de l'activité acoustique correspondante à la propagation. Pendant la phase de propagation instable et de coalescence, l'activité devient plus dense annonçant la rupture fragile.
- La rupture survient toujours entre 64 et 69MPa.
- Malgré quelques modes de ruptures mixtes dans le cas des échantillons de Classe 2, la rupture oblique, parallèle aux plans de pyrite, est toujours présente.

Concernant maintenant les points divergents entre les classes, nous notons seulement une augmentation de la rigidité avec l'accroissement de la concentration de pyrite.
L'analyse à cette échelle ne nous nous permet pas de détecter les micromécanismes responsables de l'endommagement. Dans le but de comprendre le comportement local, nous avons observé au microscope les différents faciès.

Analyse microscopique des faciès :

Nous observons de la même manière sur les plans riches en poussière, une grande quantité de grains clivés, plastifiés et broyés (Figure 5.40 A). Les inclusions pyriques étant plus rigides que la matrice calcique, ces dernières accentuent le broyage des grains (figure 5.40 B).

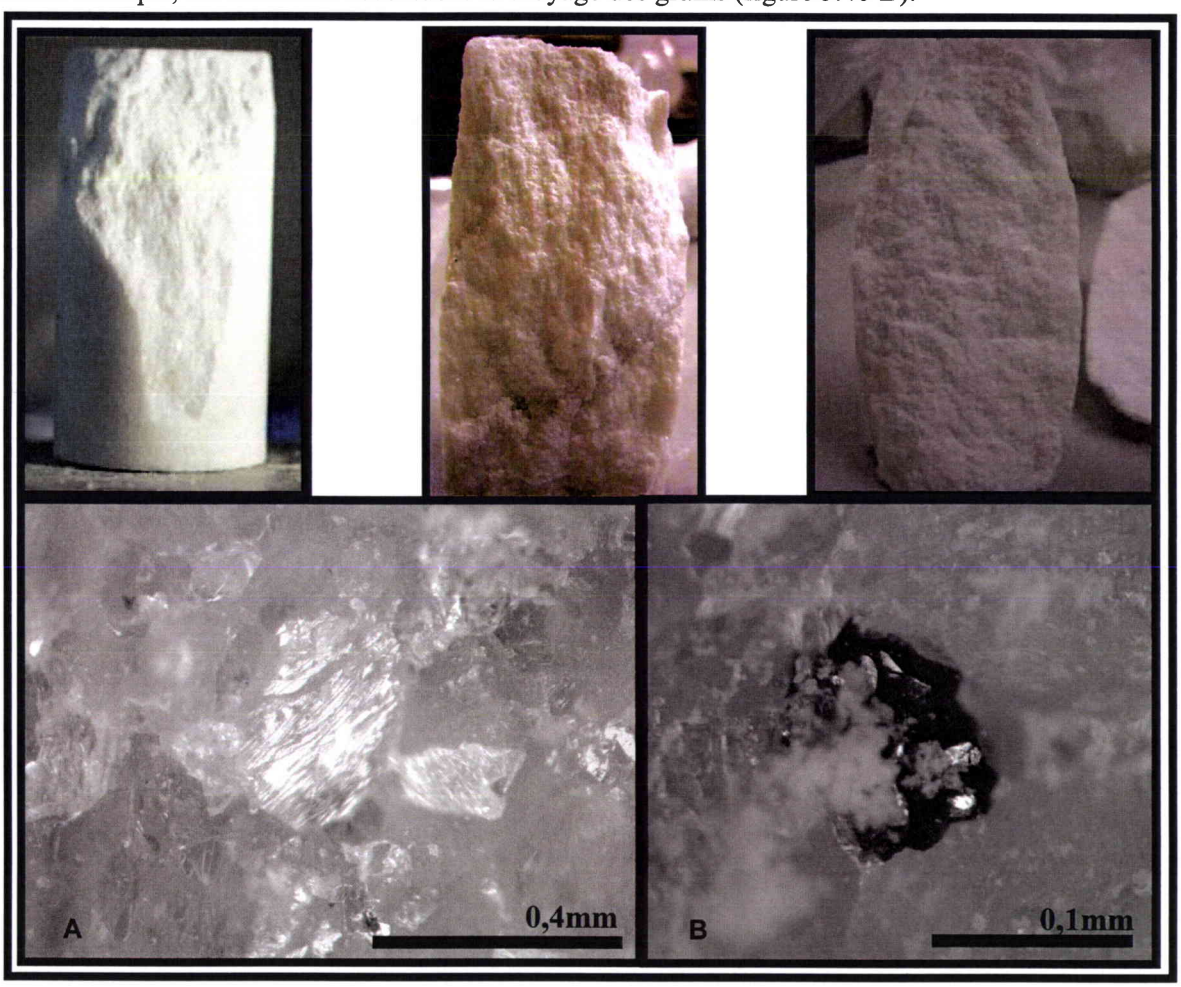


Figure 5.40 : Observations au microscope des plans de rupture obliques.

Si on observe maintenant les plans verticaux vus sur les échantillons de classe 2, nous remarquons comme c'est indiqué figure 5.40, que ces derniers contiennent un grand nombre de grains clivés (grains brillants figure 5.40). Ceci étant, nous ne savons pas si dans cette direction les inclusions pyriques favorisent ou inhibent la propagation suivant les fissures de clivage.

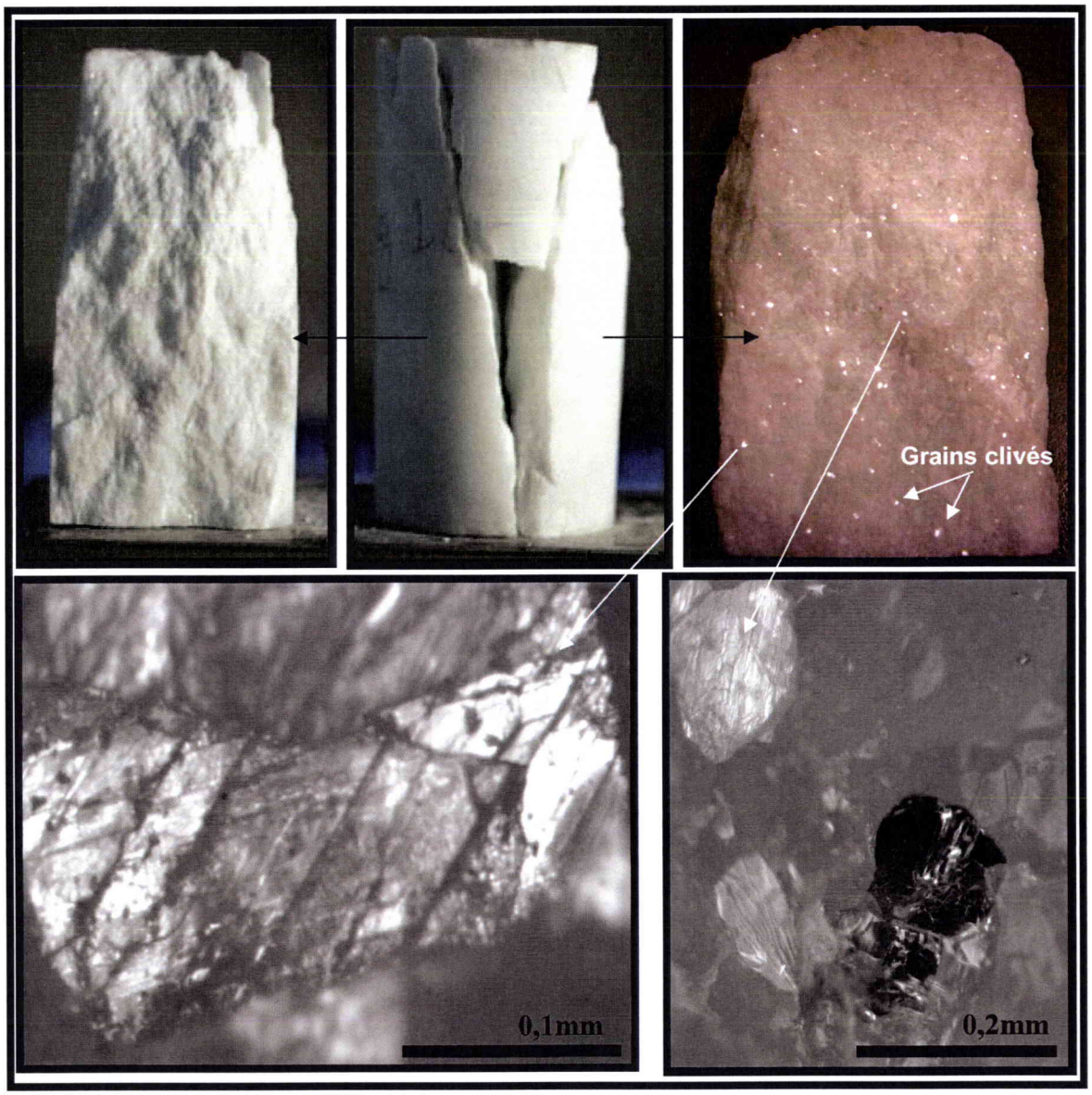


Figure 5.40 : Observation du plan vertical du faciès de rupture de l'échantillon 2.

En observant au microscope les faciès dans le plan orthogonal à la rupture oblique, nous constatons qu'un grand nombre de grains clive dans la même direction que précédemment.

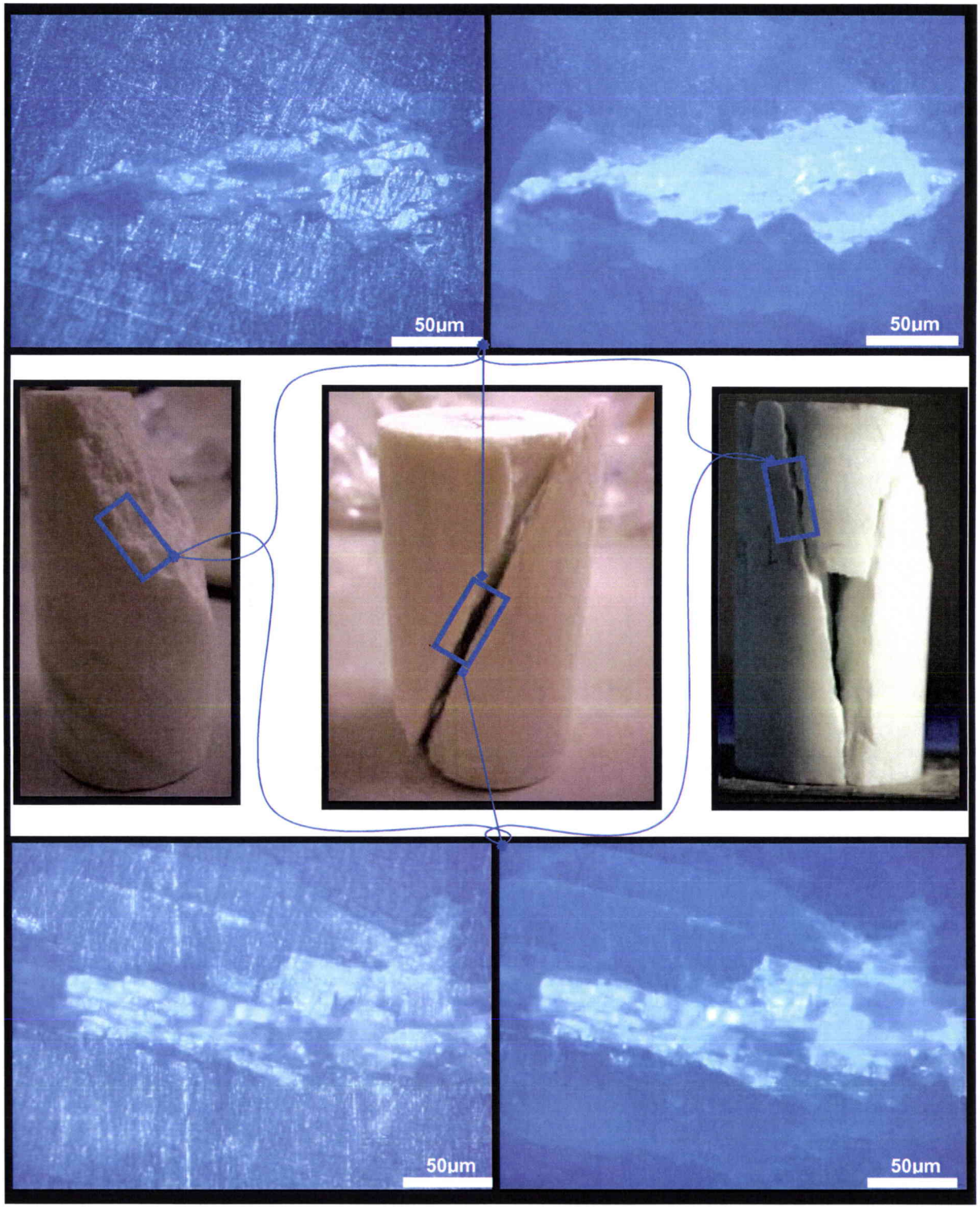


Figure 5.41 : Observation du clivage des grains dans le plan perpendiculaire aux directions de pyrites.

En résumé : Bien que la contrainte macroscopique en compression soit homogène, la répartition de la contrainte à l'échelle locale est hétérogène. À l'échelle du grain, l'orientation cristallographique et la morphologie des cristallites, la répartition des inclusions pyriques dans l'échantillon et la morphologie de ces dernières dans le grain, pilotent le comportement macroscopique. Dans une configuration de microstructure complètement aléatoire, les mesures de module de Young, de CCU et de la contrainte d'initiation révéleraient une réponse isotrope. Or, dans notre cas, l'étude de la microstructure révèle plusieurs tendances quant à la morphologie des cristallites, la répartition des inclusions pyriques et la texture cristallographique. De ce fait, la réponse macroscopique au chargement est marquée par ces tendances. L'homogénéité des valeurs expérimentales du Tableau 5.1, la montre.

5.4 Résultats des essais de compression dans la direction 0° sur les échantillons de Blanco veiné :

De la même manière que pour la direction 45°, nous avons effectué les essais de compression statique en condition lubrifiée sans protection imperméabilisante dans la direction 0°.
Nous exposons dans le tableau suivant le résultat de ces essais.

N° échantillon	Géométrie	Classe	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
1	C	1	2680	0,10%	0,19%	53,2	72	0,0014	42
2	C	1	2678	0,11%	0,09%	50,7	62	0,0013	34
3	C	2	2675	0,09%	0,20%	48	71	-	26
4	C	3	2671	0,14%	0,12%	51,8	72	0,0017	24
5	P	3	2672	0,08%	0,11%	50,9	70	0,0016	23
6	P	2	2673	0,08%	0,19%	51	70	0,0015	25
7	P	1	2682	0,10%	0,19%	54	66	0,0018	32
8	P	2	2679	0,10%	0,19%	50,2	65	0,0016	22
9	P	1	2672	0,11%	0,20%	53,6	59	0,0013	32
Moyenne classe 1			2678	0,11%	0,17%	52,1	64,8	0,00145	34
Moyenne classe 2			2676	0,09%	0,19%	49,7	68,7	0,00155	24,3
Moyenne classe 3			2672	0,11%	0,12%	51,4	71	0,00165	23,5
Moyenne totale			2676	0,10%	0,16%	51,1	67,4	0,00136	27,2

Tableau 5.4 : Résultats des essais de compression dans la direction de compression 0°.

Ce que nous remarquons en premier dans le tableau 5.4, est que le matériau est nettement plus rigide dans cette direction que les deux directions précédentes (voir tableau 5.5). Aussi, comparées aux échantillons pris dans les deux autres directions, nous remarquons de la même manière que la rigidité et la contrainte d'initiation augmentent avec la classe (ou la concentration de pyrite).

	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Def° axiale max	Contrainte d'initiation (MPa)
Moyenne classe 1	2684	0,07%	0,14%	38	75	0,00219	31,00
Moyenne classe 2	2677	0,09%	0,16%	36	71	0,00228	26,13
Moyenne classe 3	2672	0,10%	0,19%	35	68	0,002216	23,50
Moyenne totale (0°)	2677	0,09%	0,17%	36	71	0,002226	24,41
Moyenne classe 1	2684	0,09%	0,15%	40,07	65,0	0,00195	>22
Moyenne classe 2	2678	0,10%	0,19%	38,36	67,0	0,00190	22
Moyenne classe 3	2671	0,09%	0,19%	37,80	65,6	0,00200	21,5
Moyenne totale (45°)	2678	0,09%	0,17%	38,74	65,8	0,00195	21

Tableau 5.5 : En orange : Résultats des essais de compression dans la direction de compression 90°, En bleu : Résultats des essais de compression dans la direction de compression 45° .

Afin de distinguer les différentes phases du comportement sous compression, nous proposons dans ce qui suit une analyse à différentes échelles. Pour ce faire, nous exposons en premier l'analyse à l'échelle macroscopique de quatre échantillons dans les différentes classes.

5.4.1 Analyse macroscopique du comportement des échantillons de Classe 1 :

Nous nous intéressons en premier à l'échantillon 1 de Classe 1. Cet échantillon provenant du même bloc que celui vu dans les essais à 45°, présente une forte concentration de pyrite, d'inclusion d'apatite et de cristaux de soufre de très petite taille (voir figure 5.33).

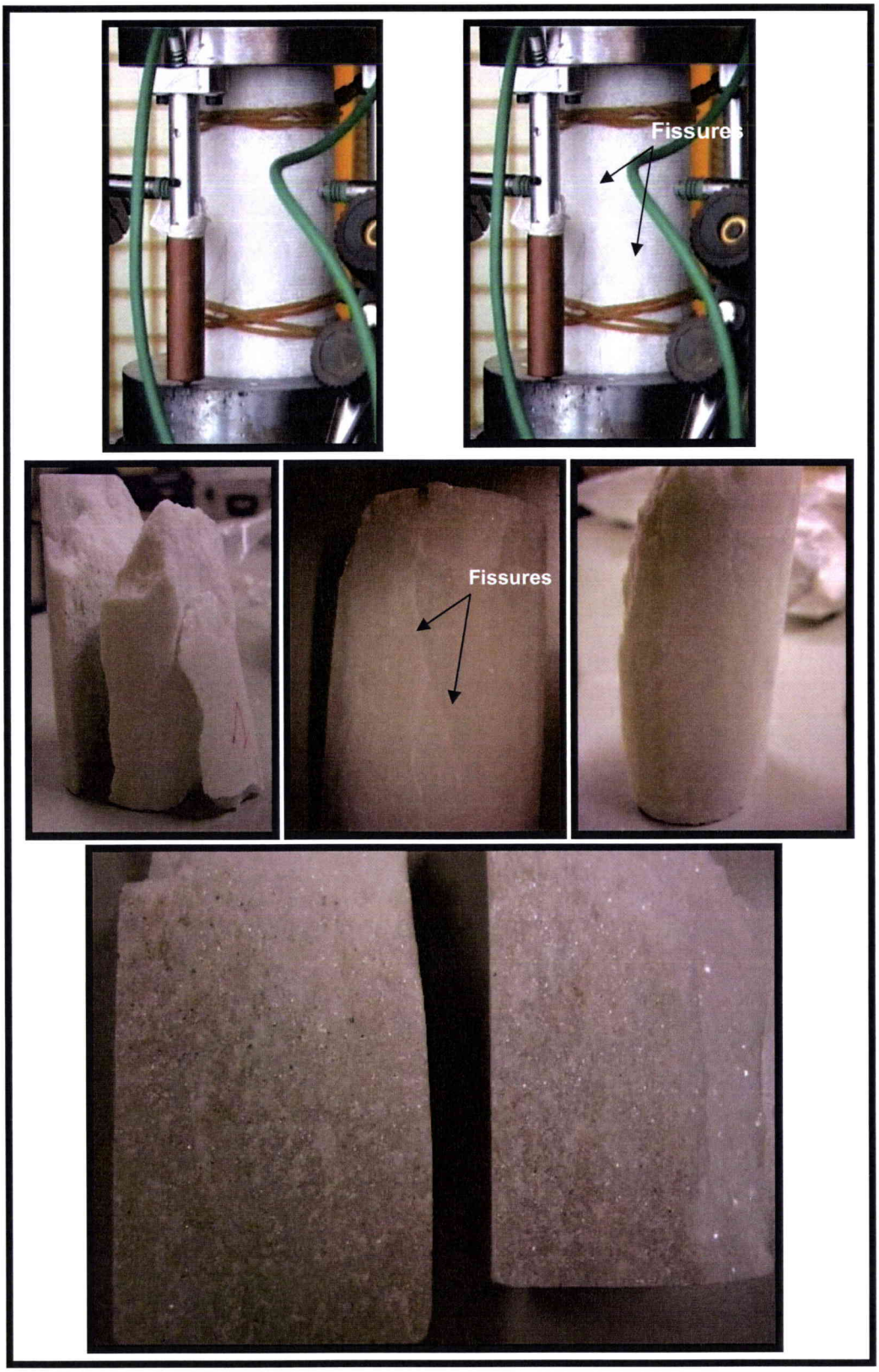


Figure 5.33 : Photos de l'essai de compression et des faciès de rupture de l'échantillon 1.

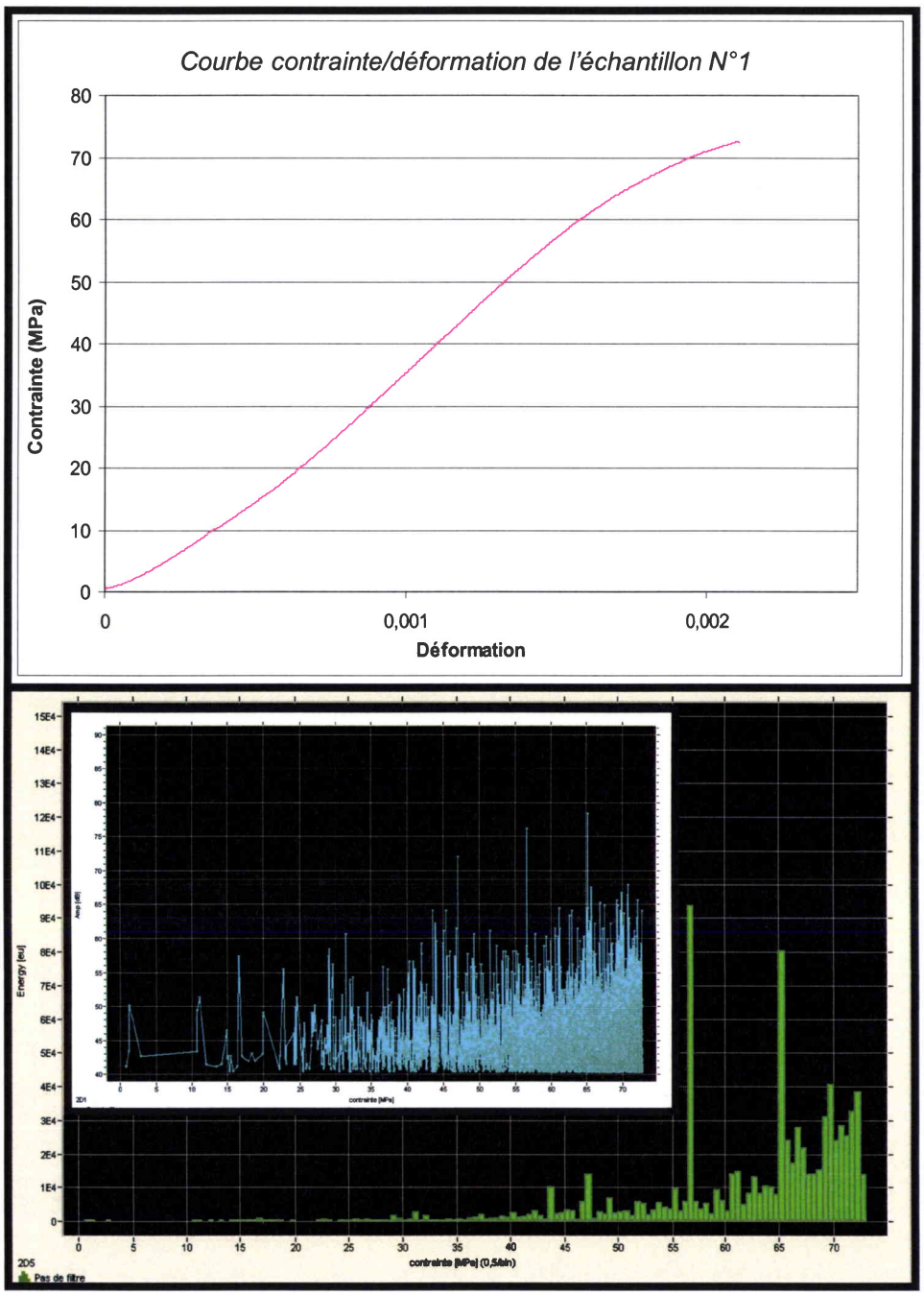


Figure 5.34 : En haut, Courbe contrainte/déformation, En bas : courbes acoustiques, en bleu,courbe combinée, historique-événements/contrainte, en vert : Histogrammes énergies acoustiques cumulées/contrainte.

La figure 5.34 montre une courbe acoustique caractéristique d'une classe1. Mais en comparaison avec la courbe de l'échantillon 1 à 45°, l'endommagement postérieur à l'initiation est plus important.

En effet, cet échantillon (1) a montré une fissuration macroscopique autour 43MPa qui s'est propagée dans la matrice calcique, mais n'a pas provoqué la rupture finale.

La rupture fragile survient suite à une séparation de l'échantillon suivant les plans hétérogènes. En comparaison avec l'échantillon (2) de la même classe, mais présentant une plus faible concentration d'inclusions minérales, (figure 5.35) nous remarquons que le mode de rupture en clivage axial est identique.

On note sur la figure 5.35, la séparation suivant les plans de pyrites, mais aussi un clivage axial suivant les inclusions de soufre cristallisé. Nous remarquons sur cette figure les grains brillants, correspondant à un clivage du cristal.

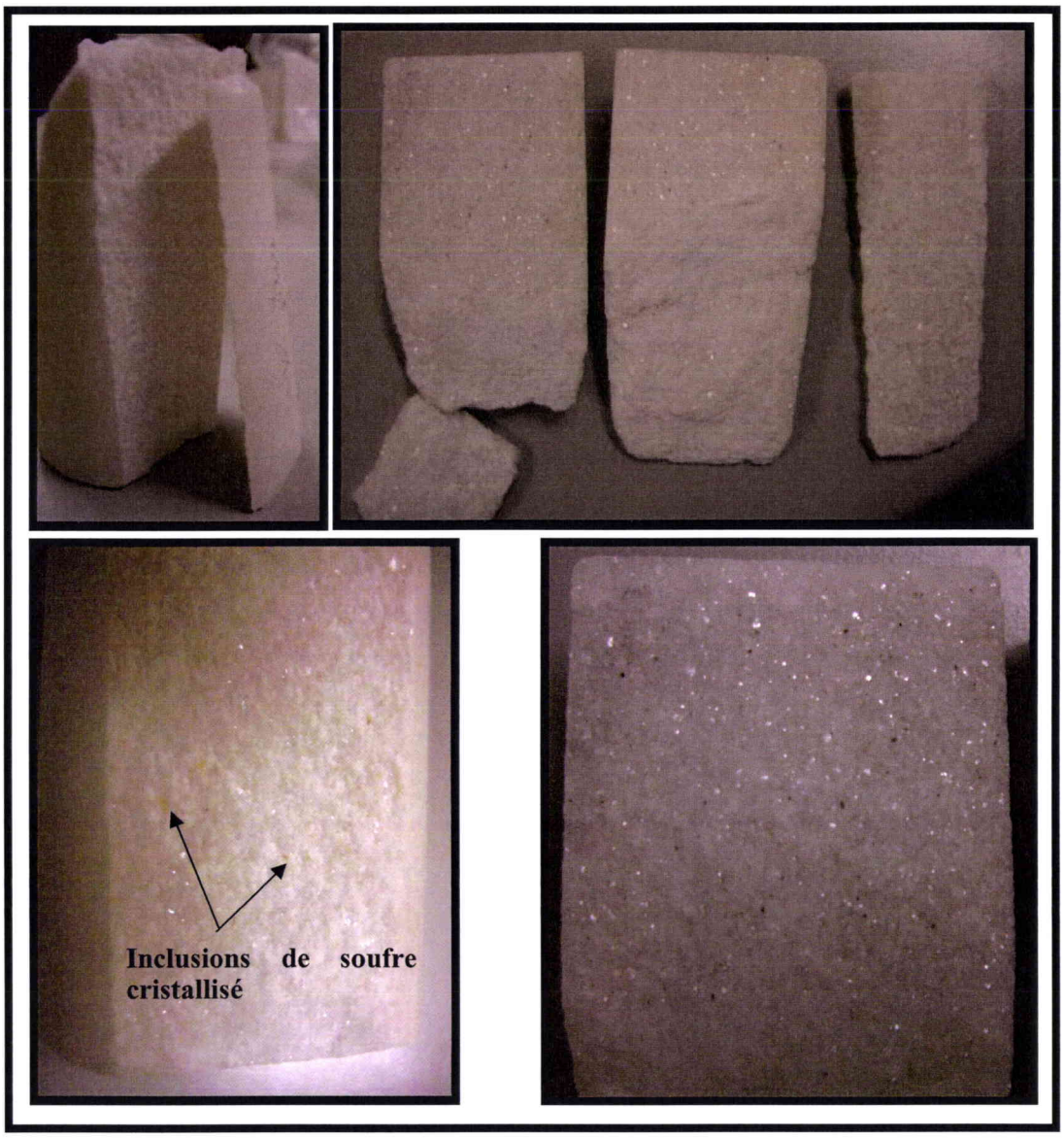


Figure 5.35 : Photos des faciès de rupture de l'échantillon 2 de [classe 2].

Concernant la rupture macroscopique, dans cette direction, l'initiation est majoritairement perçue en premier dans la phase calcique. La propagation de la fissure suivant la direction des bandes de pyrite est dominante. Les échantillons rompent essentiellement en clivage axial et de la même manière que les échantillons à 45° et 90°, la déviation de la fissure de la trajectoire verticale, provoque un l'apparition d'une forte quantité de poussière blanche (Figure 5.36).

N.B : Ne pas confondre, le clivage axial, qui est une rupture macroscopique, et le clivage de la cristallite qui est une séparation suivant les plans cristallographiques du grain).

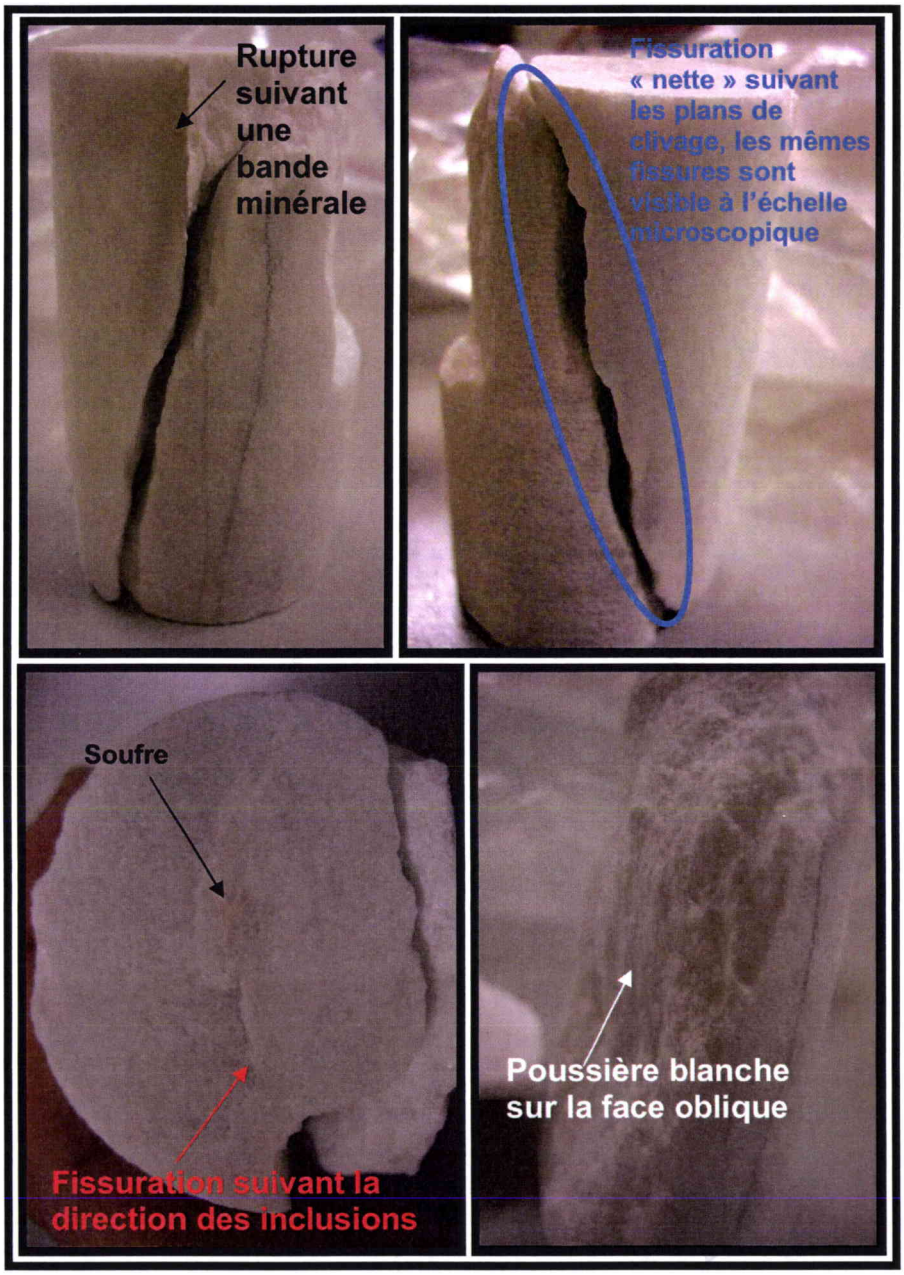


Figure 5.36 : Photos des faciès de rupture de l'échantillon 4 de [classe 3]. On note que l'échantillon se désolidarise en deux parties, suite à une déviation de la trajectoire verticale, provoquant un frottement et un écrasement des grains, suite au mouvement des deux parties.

Si on compare les courbes acoustiques des échantillons des trois classes, nous remarquons les mêmes allures que celles observées sur les échantillons à 45° et 90°.

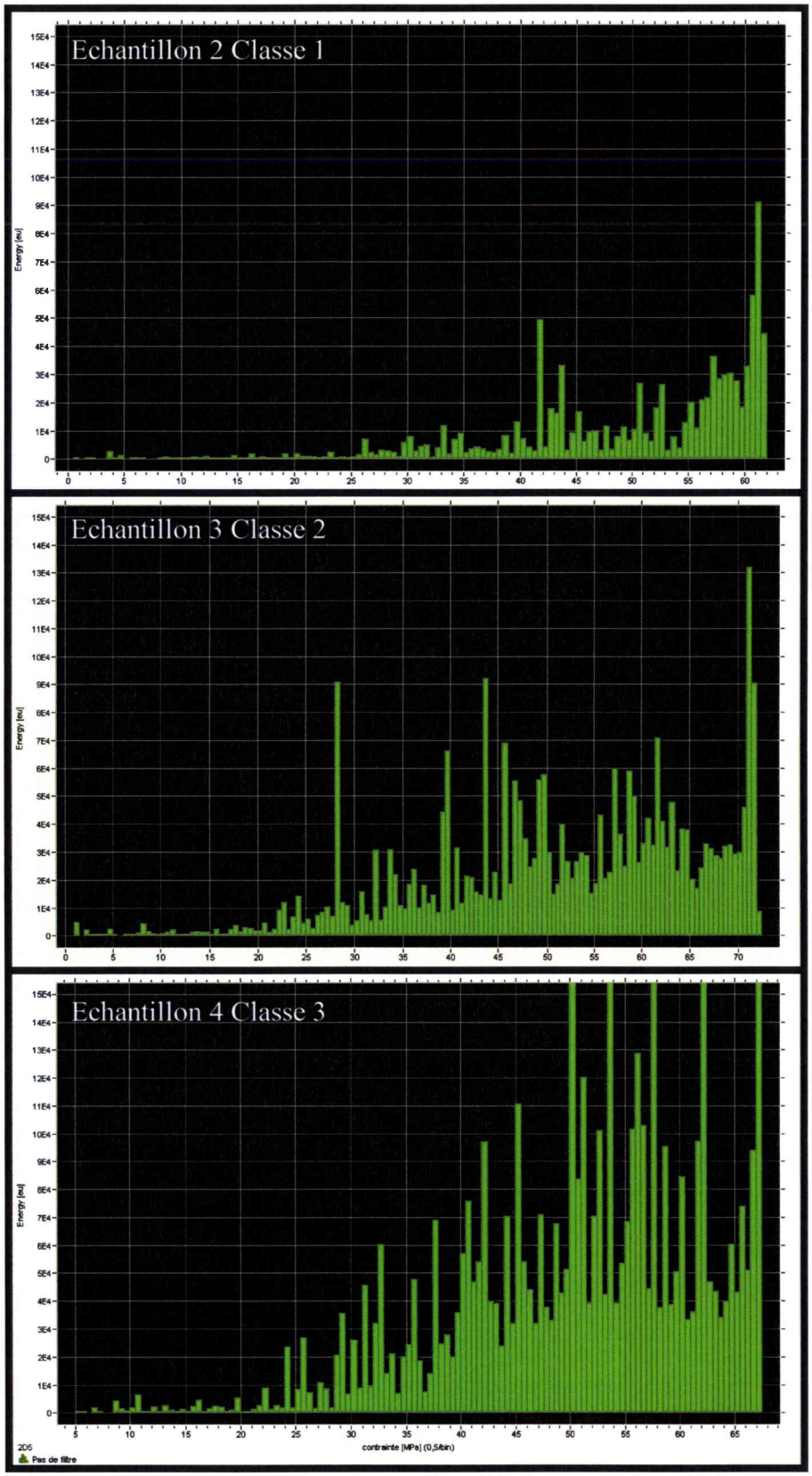


Figure 5.37 : Allures des histogrammes des énergies acoustiques des trois classes de Blanco veiné 0°.Du haut vers le bas : Energie acoustique cumulée/contraintes de l'essai de compression uniaxiale de l'échantillon 2 de [classe 1], échantillon 3 de[classe 2] et échantillon 4 [classe 3].

5.4.2 Synthèse du comportement macroscopique du Blanco veiné :

A ce stade de l'étude, grâce à la mesure acoustique et au grand nombre d'essais effectués, les différentes tendances du comportement macroscopique sous compression de ce marbre deviennent prévisibles. Une phase élastique où l'activité acoustique est négligeable, est généralement perçue jusqu'à 20MPa. La fissuration s'initie, pour les essais dans les trois directions de chargement, aux environs de 20MPa dans la phase calcique. Ce seuil d'initiation ($E>1^E4$ (eu)) varie en fonction des classes. Par la suite la fissuration se propage dans la direction des bandes de pyrite et la direction verticale de compression. Enfin, suivant la concentration de pyrite, l'activité acoustique est plus moins prononcée selon les classes (Figure 5.37). Ceci indique que les phases de propagation et de coalescence sont de plus en plus intenses quand la concentration de minéraux secondaires diminue.

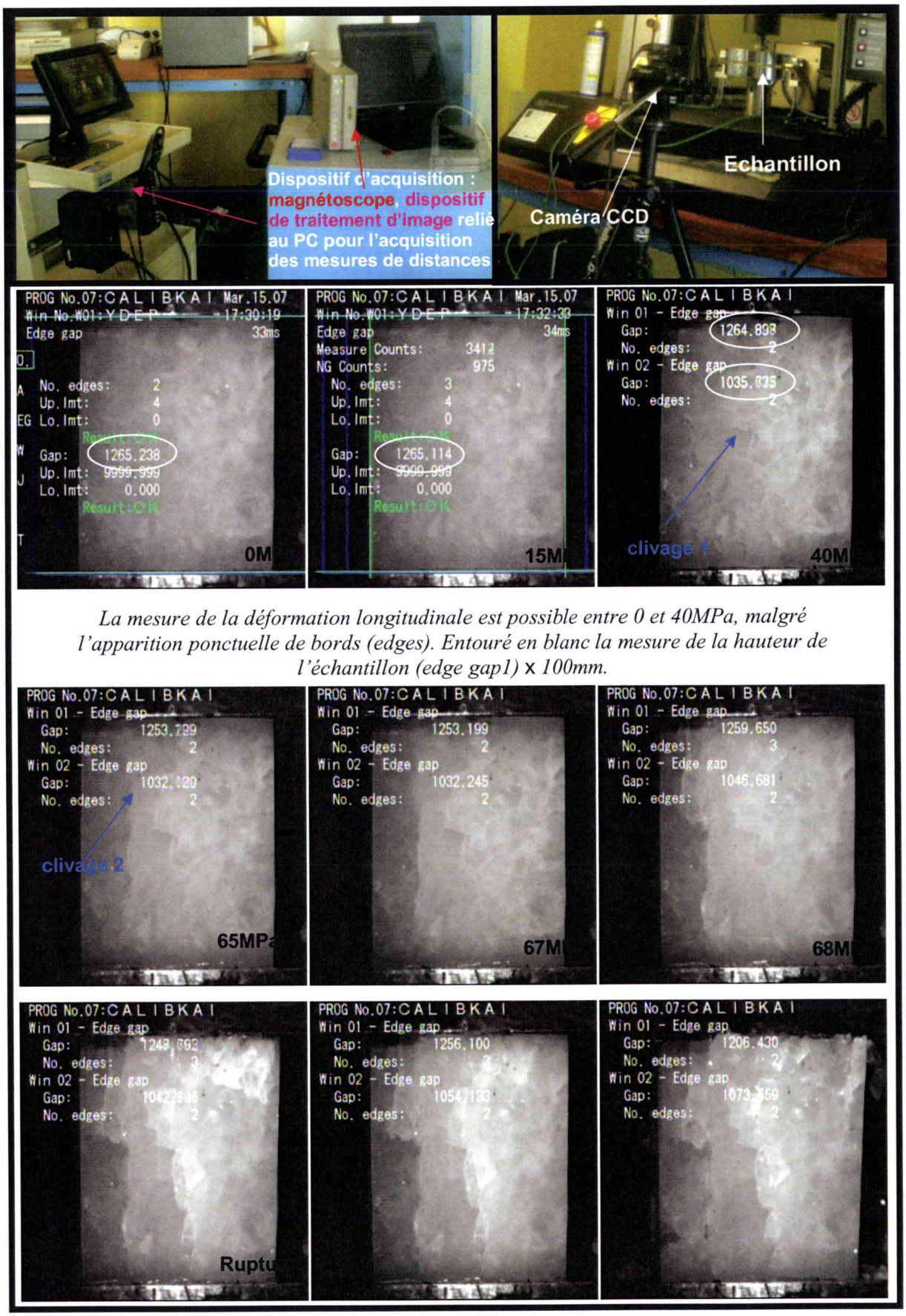
Concernant le comportement microscopique, les essais sur les échantillons dans la direction 90° et 45° montrent une prédominance du mécanisme du clivage de cristal comme initiateur de l'endommagement. Cependant, lors des observations méso et microscopiques, nous avons remarqué que les inclusions pyriques activent une microfissuration, dans des directions aléatoires. Ces directions sont dépendantes : de la contrainte locale, de la morphologie des inclusions et de la texture cristallographique du grain hôte. La microfissuration induite, ralentie (ou favorise) la propagation dominante, en clivage axial (Figure 5.17, 20,21), induisant une ramification et /ou des déviations dans des directions, approximativement, perpendiculaires à la direction de compression.

Enfin, l'influence de la morphologie des grains sur le comportement est essentiellement reste encore ambigu.

Analyse mésoscopique du comportement des échantillons de Classe 1 :

Dans l'optique d'une meilleure compréhension du comportement local dans cette direction, et par suite une meilleure interprétation des réponses macroscopique, nous avons effectué des essais en compression uniaxiale. Pour la mesure de la déformation longitudinale, nous disposons d'un système de détection de bord. Pour ce faire plusieurs échantillons parallélépipédiques de 12mm x 10mm x 10mm, ont été comprimés par le dispositif présenté sur la figure 5.26 en utilisant une machine de compression Instron de 50KN. L'échantillon est filmé par une caméra CCD. Une interface de détection de bord permet de repérer par différence de contraste les bords de l'échantillon.

Cette méthode de mesure se révèle assez efficace au début du chargement mais une fois l'échantillon endommagé le gonflement et les mésofissures génèrent des bords (= des contrastes) supplémentaires, rendant la mesure imprécise. Nous présentons dans le graphique (5.38) le résultat d'un des essais effectués sur des échantillons dans cette direction.



La mesure de la déformation longitudinale est possible entre 0 et 40MPa, malgré l'apparition ponctuelle de bords (edges). Entouré en blanc la mesure de la hauteur de l'échantillon (edge gap1) x 100mm.

Figure 5.38 : exemple d'un des essais de Blanco veiné effectué à l'échelle mésoscopique.

Bien que l'influence de la morphologie du grain sur le comportement, ne soit pas mise en lumière, ces essais réaffirment la prédominance du clivage du cristal comme mécanisme d'initiation. D'un autre coté, les valeurs de CCU constatées, pour ce volume plus petit que le VER, sont très proches de celles obtenues sur des volumes plus importants. Par conséquent, ces essais laissent penser que le VER réel est plus petit que la valeur estimée.

Enfin, l'influence de la morphologie des grains reste encore inconnue. Et nous avons effectué des essais sous microscope.

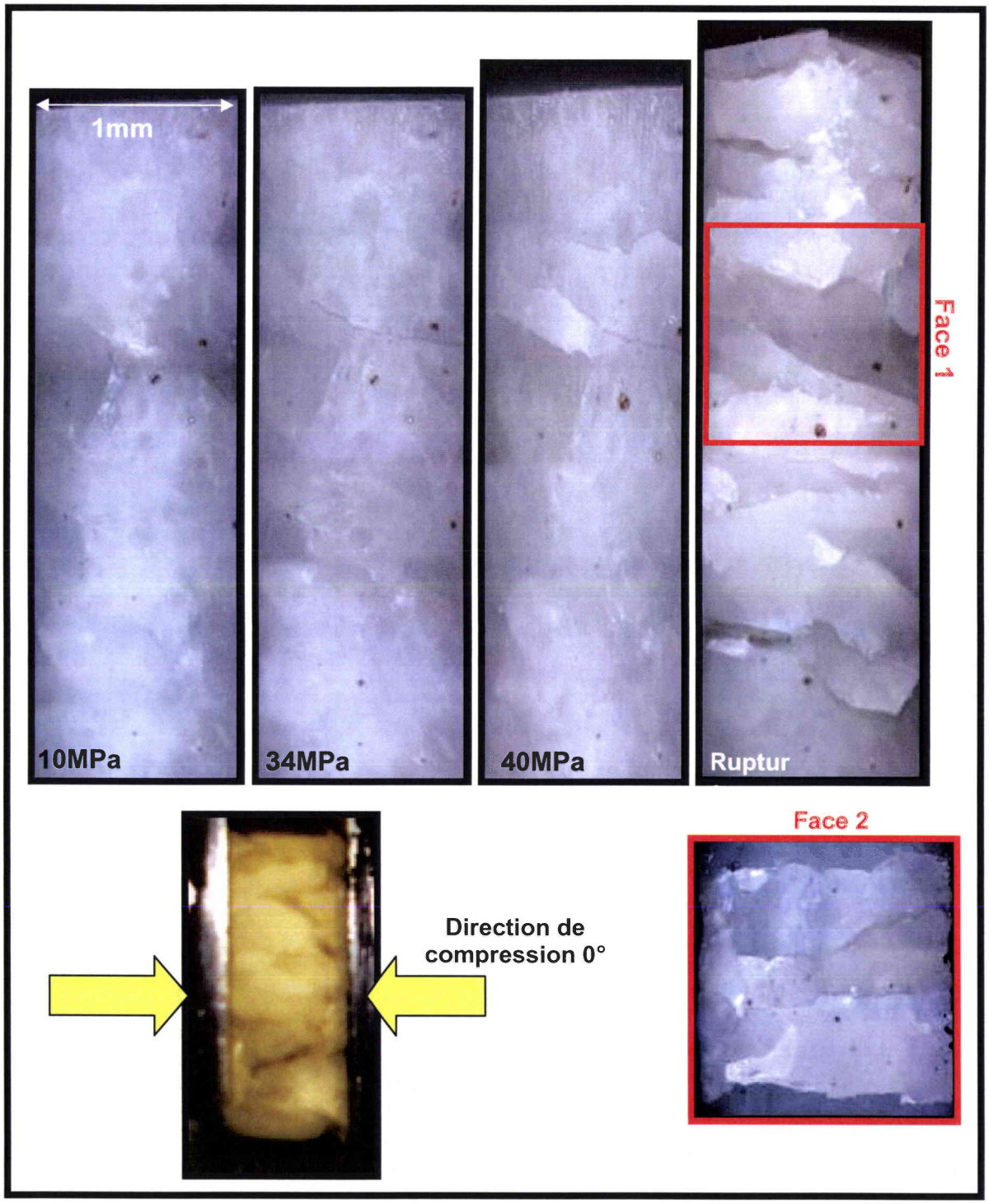


*Figure 5.39 : Essai de compression sous microscope, d'un échantillon de Blanco veiné (10*2 mm).*

La figure 5.39 montre un essai de compression avec lubrification, effectuée avec le dispositif vu dans la figure 5.26 sous microscope optique, sur un échantillon de 10mm x 2mm x 2mm.
Cet échantillon extrait dans la direction 0° présente une grande proportion de grains allongés dans la direction de la veine. On constate sur cet essai à 34MPa, l'apparition d'une fissure intergranulaire qui se propage dans le joint de grain. Le grain endommagé présente une orientation à environ -15° de la direction des bandes de pyrite. Ce dernier est désolidarisé de ces voisins, et introduit une instabilité menant à une décohésion totale des autres grains, voir faces 1 et 2 à la rupture.

Cet essai montre qu'au voisinage de grains élancés dans la direction de compression, c'est la fissuration intergranulaire qui est la plus susceptible d'initier l'endommagement. A plus grande échelle, cette configuration de grains représente environ 20% du total des grains (voir chapitre 4). Par conséquent, c'est la répartition du champ de contrainte locale induit par la configuration de grains environnants, qui pilotera la fissuration intergranulaire.

Pour résumer, l'observation du comportement du Blanco veiné dans cette direction, montre deux points différents du comportement des deux autres directions. Le premier concerne l'augmentation de la rigidité du matériau.

Le deuxième point concerne l'apparition de la fissuration intergranulaire en tant que mécanisme initiateur de l'endommagement.

On observe principalement sur les surfaces pauvres en poussière (figure 5.40) une prédominance des fissures intergranulaires et des fissures de clivages (Figure 5.40 C, E, F).

Aussi dans cette direction une fissuration intergranulaire (figure 5.40 A, B). Contrairement, à la direction 90° et 45°, le maclage dans cette direction a été mieux observé (figure 5.40 C, F). Cela dit, une quantification statistique des grains maclés lors de l'essai est très difficile, de plus comme les plans de macles correspondent aux plans de clivage la différentiation entre ces deux mécanismes est délicate.

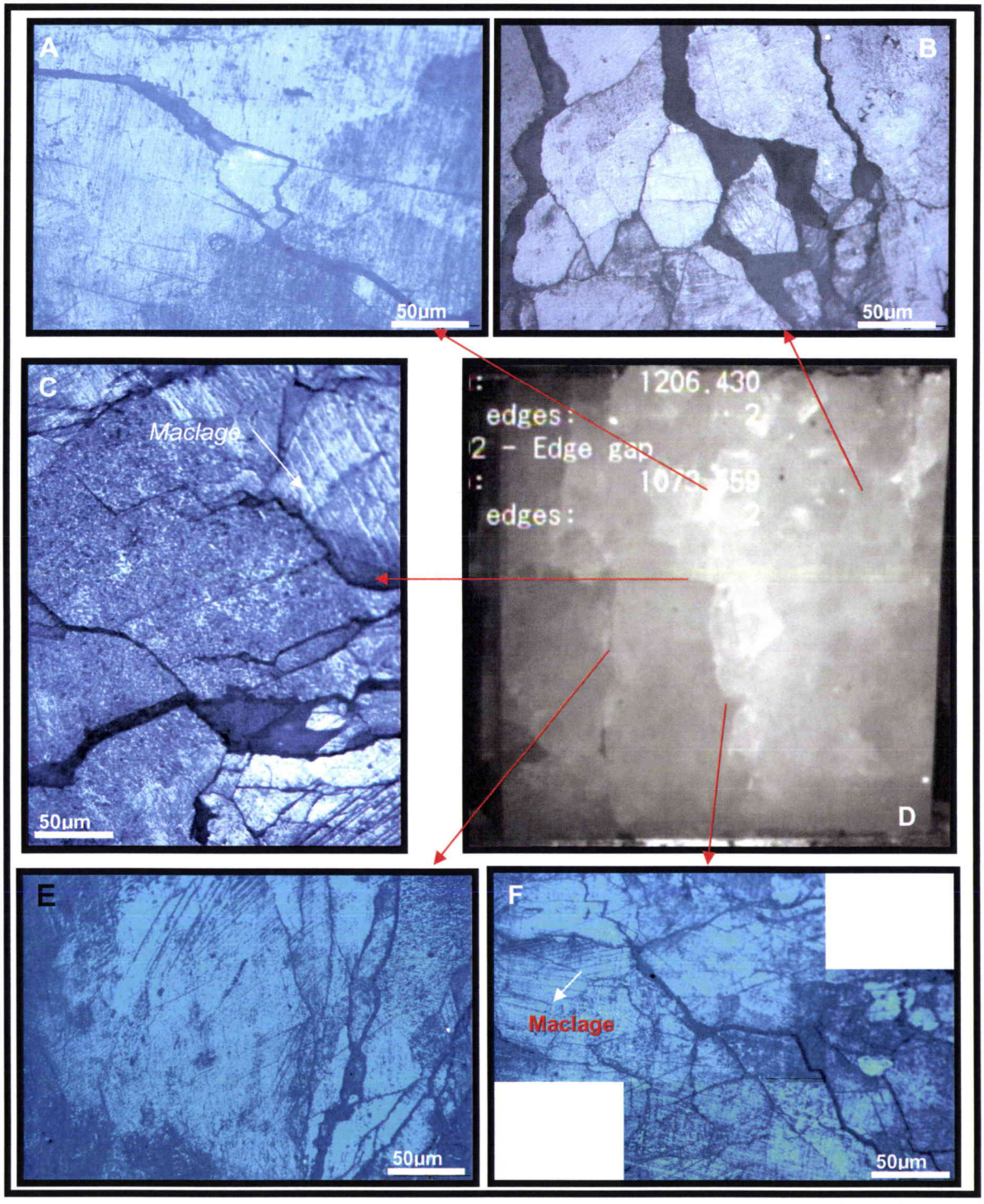


Figure 5.40 : Observations des principaux mécanismes vus sur les surfaces sans poussière blanches.

Si on observe maintenant les surfaces riches en poussière (Figure 5.41) nous constatons les mêmes mécanismes que ceux vus dans les autres essais. Microfissuration intragranulaire induite par les inclusions minérales (Figure 5.41 A, B, C, D), clivage, maclage des grains et microfissures de pilage (Figure 5.41 E, F).

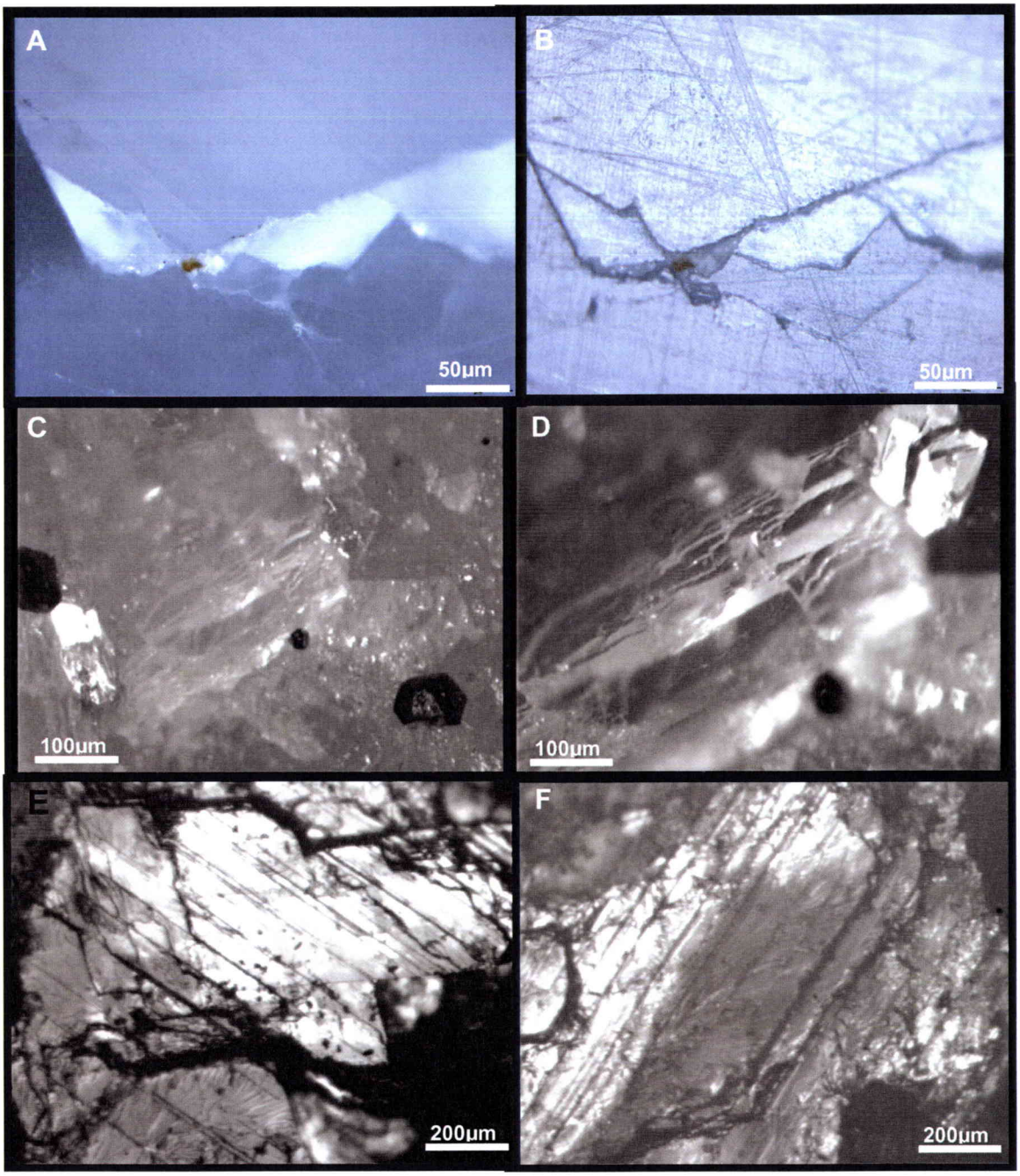


Figure 5.41 : Observations des principaux mécanismes vus sur les surfaces à fortes concentrations de poussière blanches.

Avant de conclure ce chapitre, nous présentons dans cette dernière partie des essais effectués sur deux marbres de Blanco. Un premier provenant cette fois du niveau supérieur au niveau développé dans ce qui précède. Et aussi des échantillons de Blanco provenant du niveau inférieur.

Des essais de compression sur ces trois marbres dont les caractéristiques de la microstructure sont visiblement différentes, nous permettraient d'affiner notre analyse du comportement de Blanco veiné et d'éclaircir les points encore ambigus sur l'effet de chaque caractéristique de la microstructure sur le comportement sous compression.

Nous présentons dans ce qui suit les résultats de l'analyse du Blanco de Macael du niveau supérieur (voir figure 5.42 A) que nous appellerons Gris et l'analyse du marbre blanc du niveau inférieur que nous appellerons Blanco SP (voir figure 5.42 B).

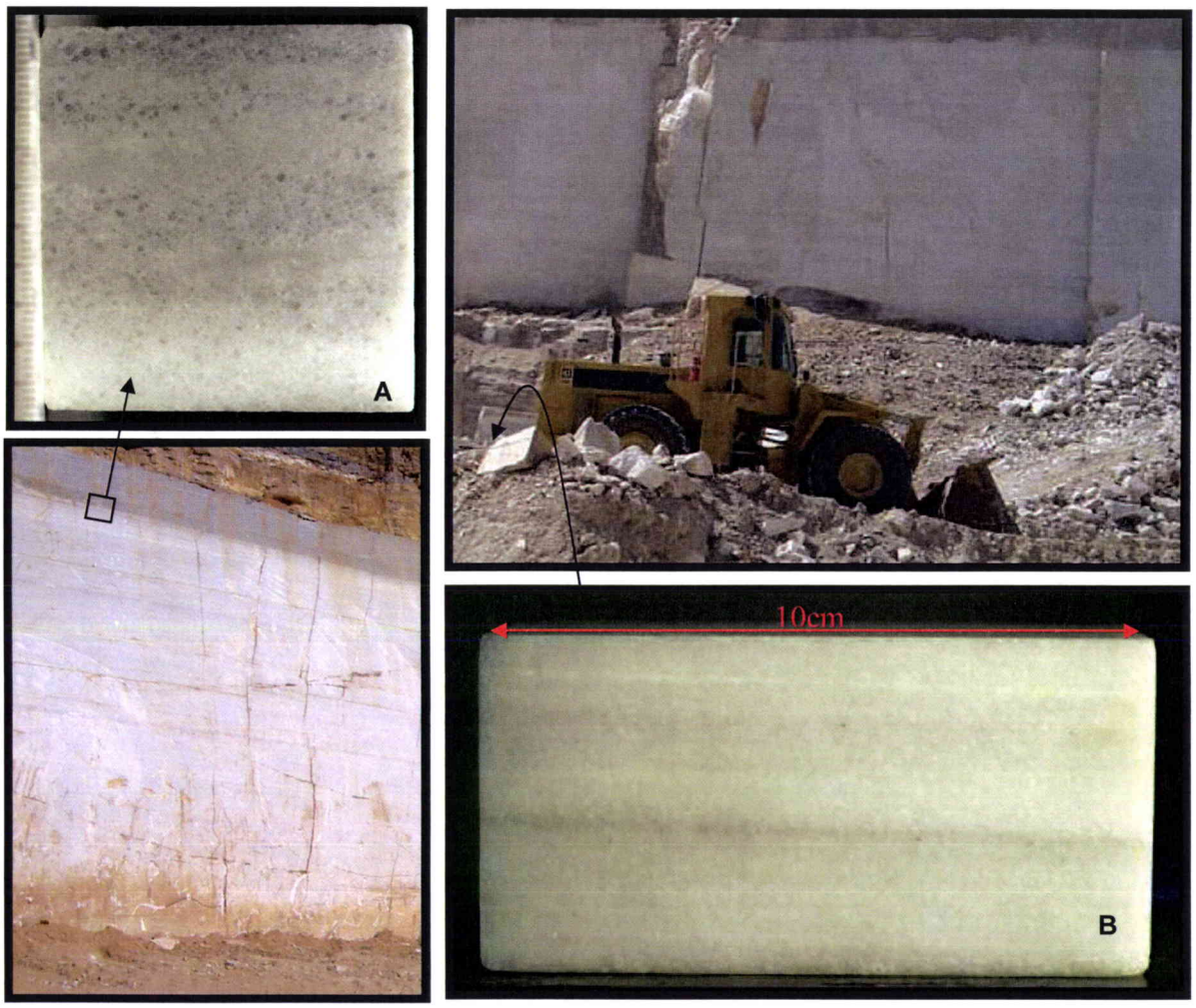


Figure 5.42 : Schéma représentatif du lieu d'extraction, par rapport à la veine du Gris de Macael et du Blanco SP.

5 .5 Etude de deux marbres des niveaux inférieurs et supérieurs du niveau de Blanco veiné :

5.5.1 Analyse du comportement du Gris de Macael

Comme c'est indiqué figure 5.42, ce marbre provient du niveau supérieur de la veine. Par conséquent, il est susceptible de présenter un degré de déformation du le Blanco veiné étudié précédemment (voir annexe).

La figure ci-dessous montre l'architecture interne du gris de Macael.

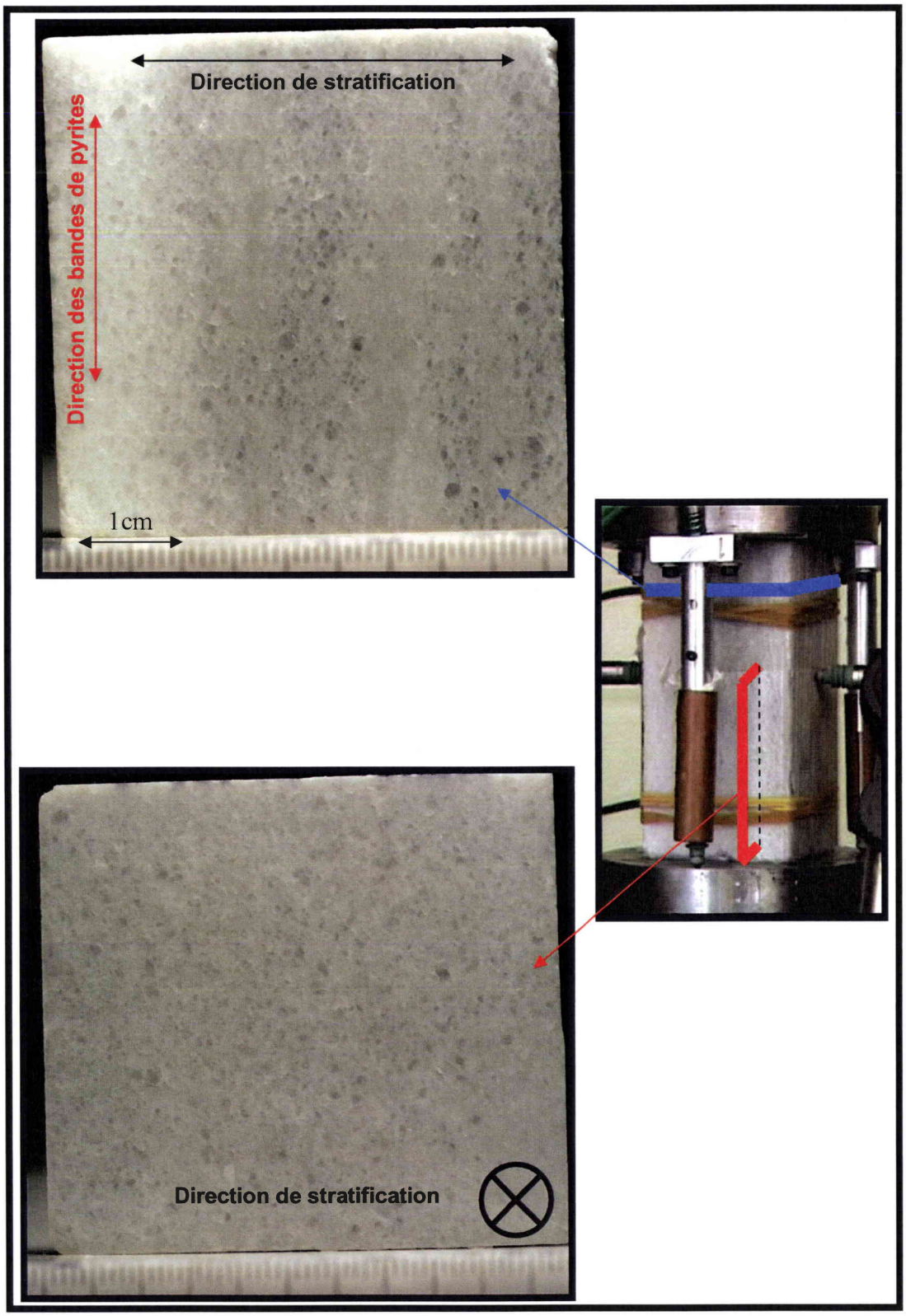


Figure 5.43 : Aspect de l'architecture interne du Gris de Macael.

Ce marbre n'étant pas transparent, une analyse statistique des tailles de grain n'a pas pu être effectuée. Néanmoins, on constate que ce marbre présente la trace des déformations antérieures (figure 5.43). Aussi, après observation au microscope de ce marbre, la taille des inclusions pyriques (lui conférant cet aspect gris et opaque) s'avère beaucoup plus faible que celle du Blanco (au moins 5 fois plus petites en surface, soit de l'ordre 0,004mm²).

Afin de comprendre l'influence de la taille et la distribution des inclusions pyriques sur le comportement nous avons effectué de la même manière que précédemment, des essais de compressions uniaxiales sur des échantillons parallélépipédiques de 5cm de large et 10cm de hauteur. Les résultats de cette campagne sont résumés dans le tableau 5.6 et les résultats des courbes contrainte/déformation et des mesures acoustiques respectivement dans la figure 5.44 et 5.45.

N° échantillon	Géométrie	Densité (Kg/m³)	Absorption d'eau	Porosité	Module de Young (GPa)	CCU (MPa)	Contrainte d'initiation (MPa)
1	P	2686	0,09%	0,20%	52,5	>80	43
2	P	2689	0,08%	0,19%	53,16	>70	47
3	P	2676	0,08%	0,20%	51,6	>80	42
4	P	2678	0,09%	0,20%	51,6	>70	44
Moyenne totale		**2682**	**0,09%**	**0,20%**	**52**	**-**	**44**

Tableau 5.6 : Résumé des mesures expérimentales des essais de compression effectués sur le Gris de Macael.

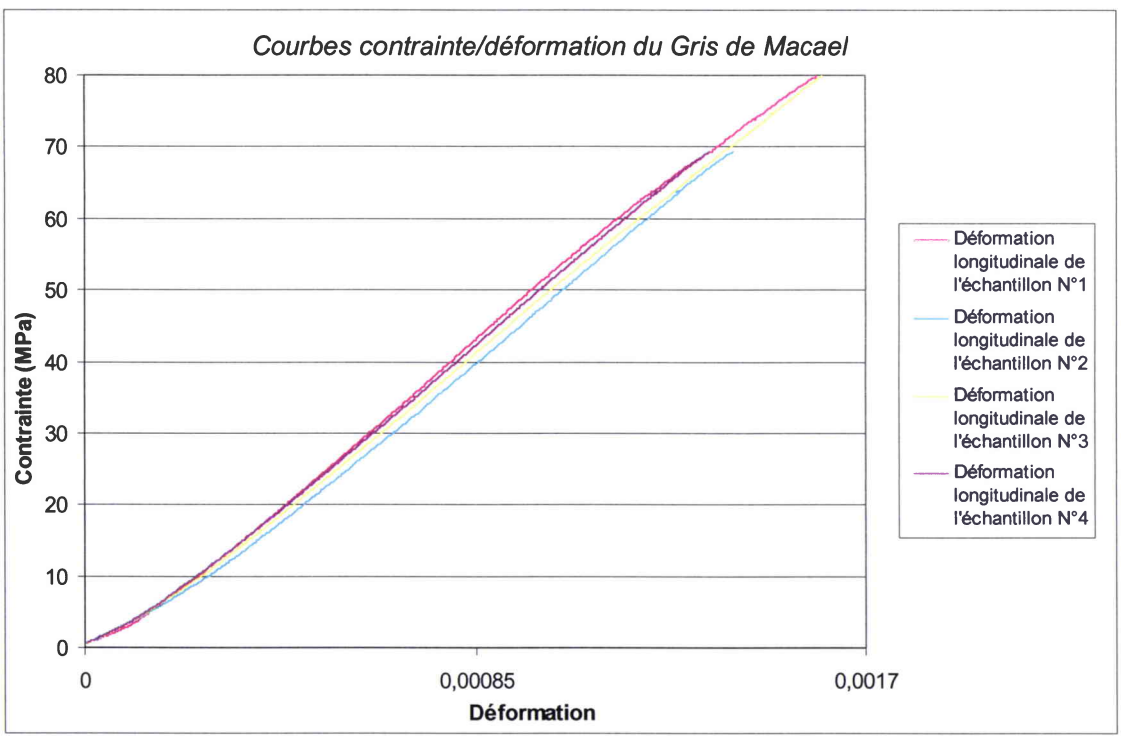


Figure 5.44 : Courbes contraintes déformations des 4 essais effectués sur le gris dans la direction de compression 0°.

Bien que le module de Young soit très proche des marbres du niveau inférieur, ces premiers résultats dégagent une grande résistance à la charge compressive. Les deux essais à 70MPa ont été volontairement interrompus dans le but d'observer l'endommagement. Mais aucune fissure n'est apparue sur les faciès.

La charge maximale de la machine de compression étant de 200KN nous n'avons pas pu endommager ce marbre.

Par conséquent les courbes acoustiques (Figure 5.45) présentent seulement le début d'une phase d'initiation vers 40MPa. Mais après observation de deux échantillons aucune fissuration n'a été détectée pour l'instant.

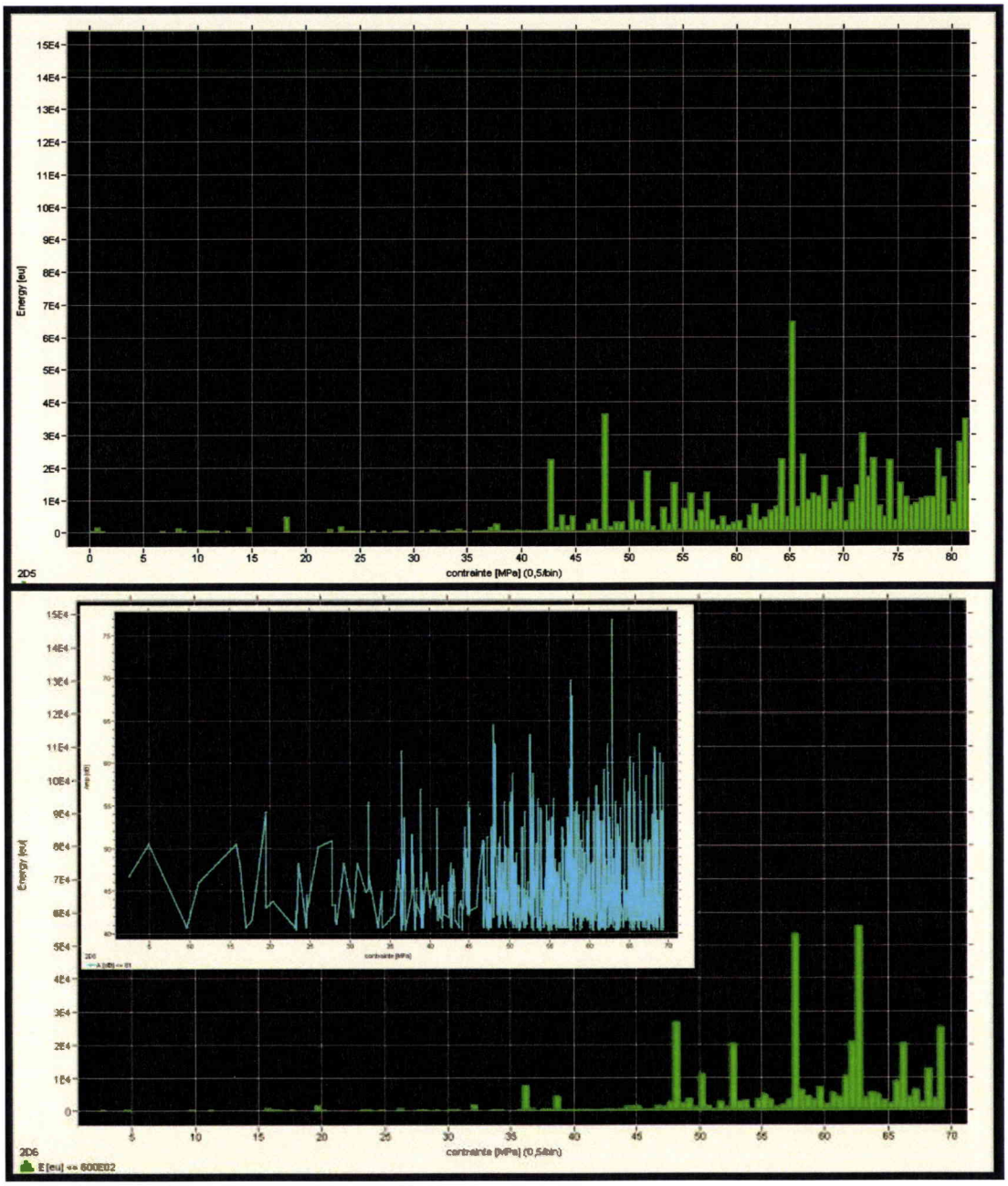


Figure 5.46 : Courbes acoustiques du Gris de Macael. On note les premiers pics d'une « probable » initiation autour 46MPa.

5.5.2 Analyse du comportement du Blanco SP

Si on compare deux lamelles du Blanco veiné et du Blanco SP (Figures 5.47 et 5.48).

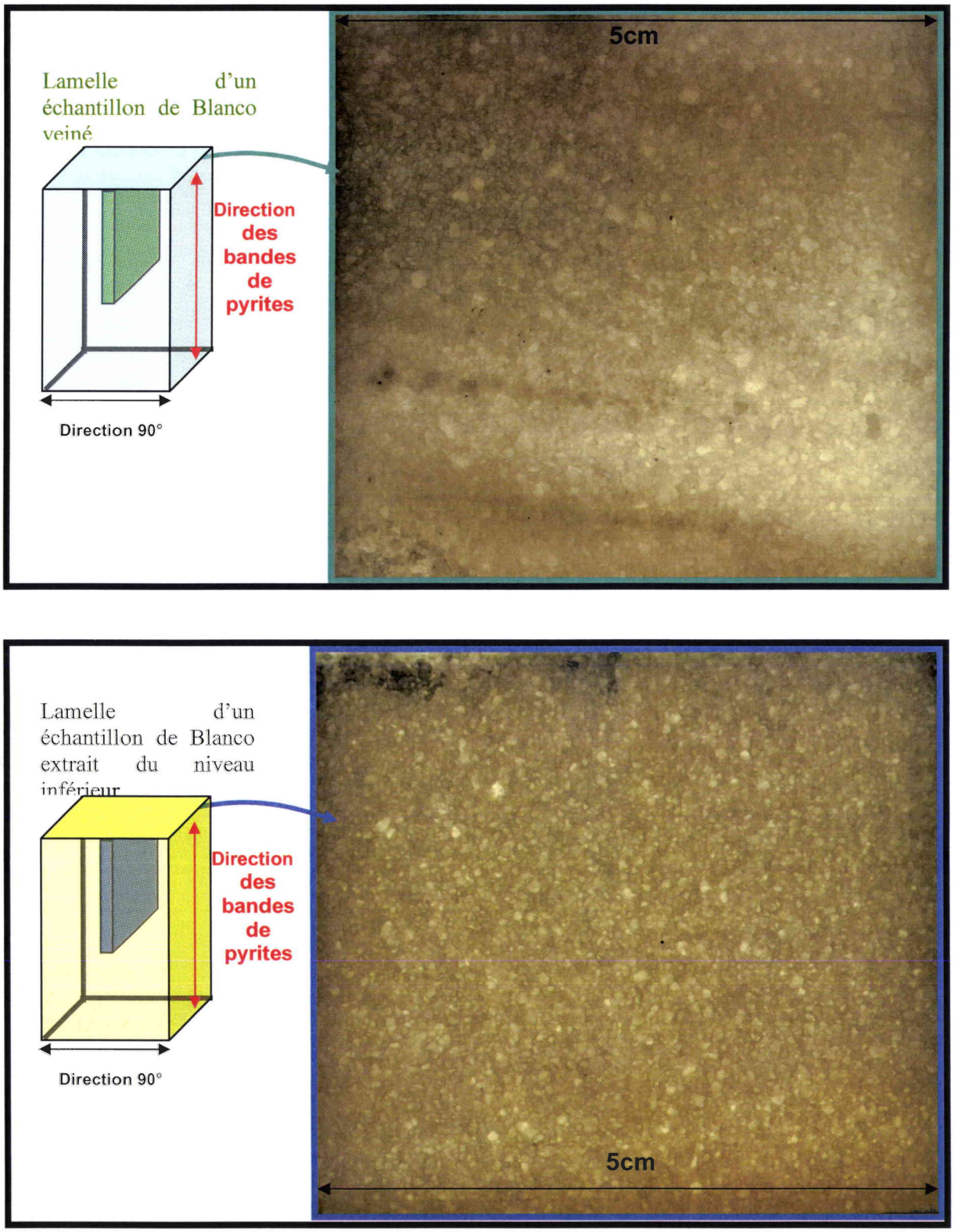


Figure 5.47 : Comparatif entre l'architecture interne du Blanco veiné en haut et le Blanco SP en bas dans la direction des bandes pyrites.

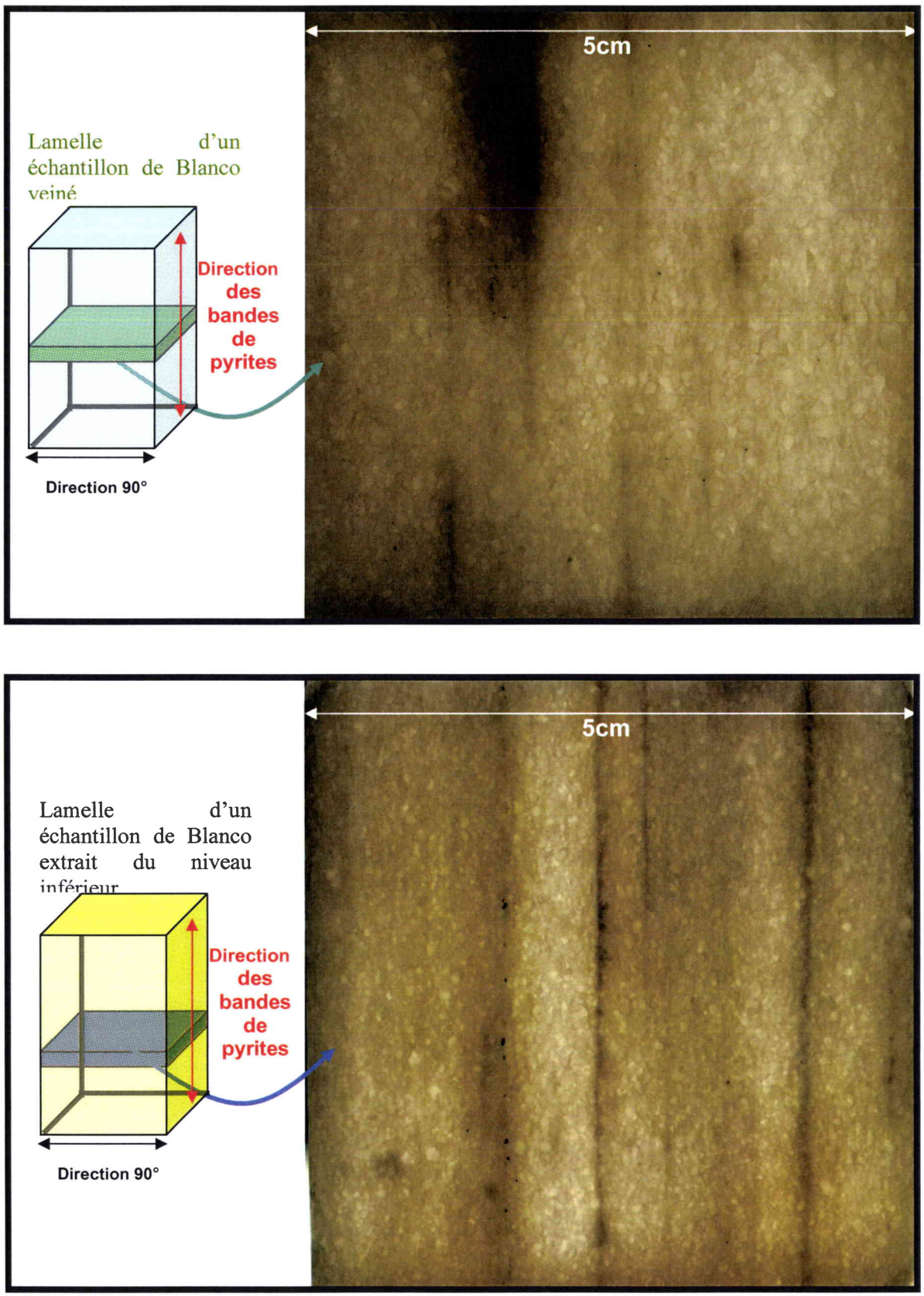
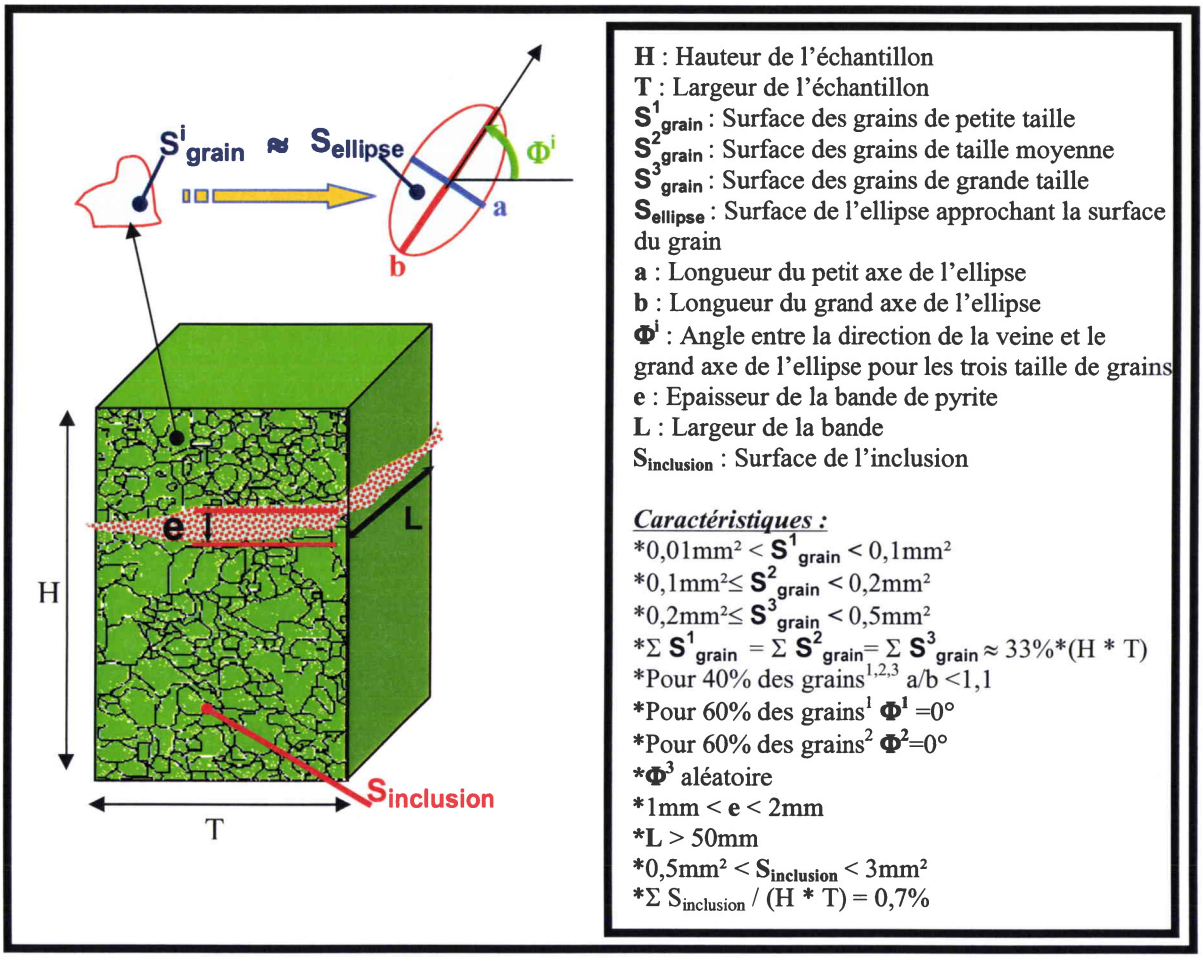


Figure 5.48 : Comparatif entre l'architecture interne du Blanco veiné en haut et le Blanco SP en bas dans la direction perpendiculaire aux bandes pyrites.

Ce marbre étant transparent nous avons pu effectuer une analyse statistique sur deux échantillons parallélépipédiques extraits du même pu être défini (Figure 5.49).



H : Hauteur de l'échantillon
T : Largeur de l'échantillon
S^1_{grain} : Surface des grains de petite taille
S^2_{grain} : Surface des grains de taille moyenne
S^3_{grain} : Surface des grains de grande taille
$S_{ellipse}$: Surface de l'ellipse approchant la surface du grain
a : Longueur du petit axe de l'ellipse
b : Longueur du grand axe de l'ellipse
Φ^i : Angle entre la direction de la veine et le grand axe de l'ellipse pour les trois taille de grains
e : Epaisseur de la bande de pyrite
L : Largeur de la bande
$S_{inclusion}$: Surface de l'inclusion

Caractéristiques :
*$0{,}01mm^2 < S^1_{grain} < 0{,}1mm^2$
*$0{,}1mm^2 \leq S^2_{grain} < 0{,}2mm^2$
*$0{,}2mm^2 \leq S^3_{grain} < 0{,}5mm^2$
*$\Sigma S^1_{grain} = \Sigma S^2_{grain} = \Sigma S^3_{grain} \approx 33\%*(H * T)$
*Pour 40% des grains^{1,2,3} a/b <1,1
*Pour 60% des grains^1 Φ^1 =0°
*Pour 60% des grains^2 Φ^2=0°
*Φ^3 aléatoire
*1mm < e < 2mm
*L > 50mm
*$0{,}5mm^2 < S_{inclusion} < 3mm^2$
*$\Sigma S_{inclusion} / (H * T) = 0{,}7\%$

Figure 5.49 : Modèle défini à partir de l'analyse statistique du Blanco SP.

À noter, la présence des inclusions pyriques est approximativement à la même concentration que celle rencontrée dans le Blanco veiné, mais dans ce cas ces dernières sont de plus grandes tailles et réparties dans les intergrains.

Il est possible de constater dans le cas de ce marbre, que le degré de déformation est aussi différent des autres spécimens (voir annexe), le pourcentage de grains de petite taille est plus élevé, approximativement le double.
Aussi, ces grains présentent un élancement majoritairement dans la direction des bandes de pyrites.
L'analyse de la composition minérale révèle la présence de bandes (e<3mm) minérale de schiste *calcaire très poreux.*

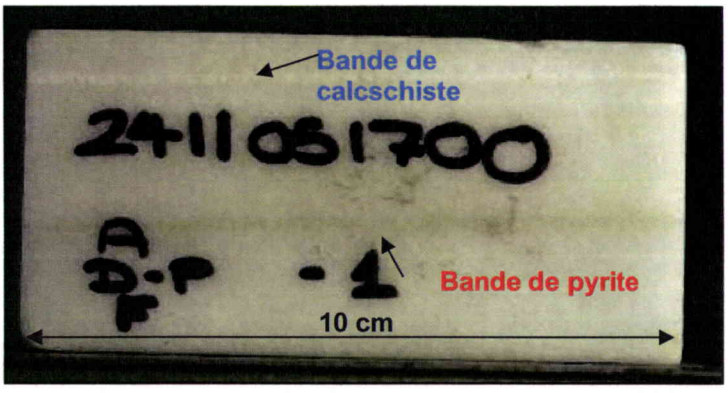


Figure 5.50 : Aspects des bandes minérales du Blanco SP.

Enfin, le tableau 5.7 résume les résultats, des essais de compression dans la direction 0°, effectués sur ce marbre. Nous remarquons sur ce dernier, une augmentation de la porosité (0,5%).

N° échantillon	Géométrie	Densité (Kg/m^3)	Absorption d'eau	Porosité	CCU (MPa)	Contrainte d'initiation (MPa)
1	P	2697	0,14%	0,70%	41	15
2	P	2699	0,12%	0,50%	39	16
3	P	2729	0,13%	0,50%	46	15
4	P	2701	0,14%	0,50%	48	15
5	P	2697	0,13%	0,60%	38	16
6	P	2694	0,15%	0,60%	34	17
7	P	2703	0,12%	0,50%	53	14
8	P	2702	0,14%	0,50%	40	19
9	P	2698	0,13%	0,50%	42	15
10	P	2700	0,11%	0,50%	43	15
11	P	2697	0,13%	0,50%	53	16
Moyenne totale		**2701,5**	0,13%	**0,54%**	**43,4**	**15,7**

Tableau 5.7 : Résumé des mesures effectuées lors des essais de compression à 0° sur le Blanco SP
Remarque : l'initiation étant trop précoce, le module de Young n'a pas pu être correctement mesuré.

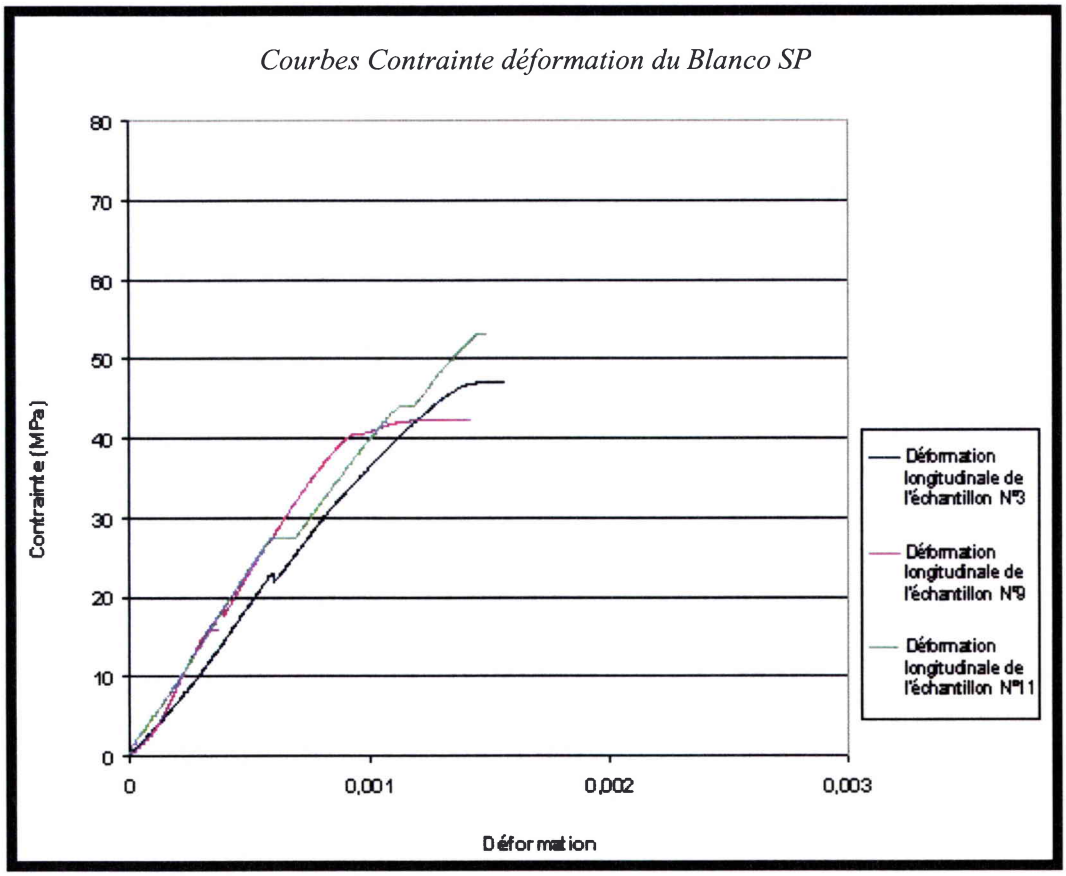


Figure 5.51 : Courbes contraintes/déformations de quatre échantillons de Blanco SP.

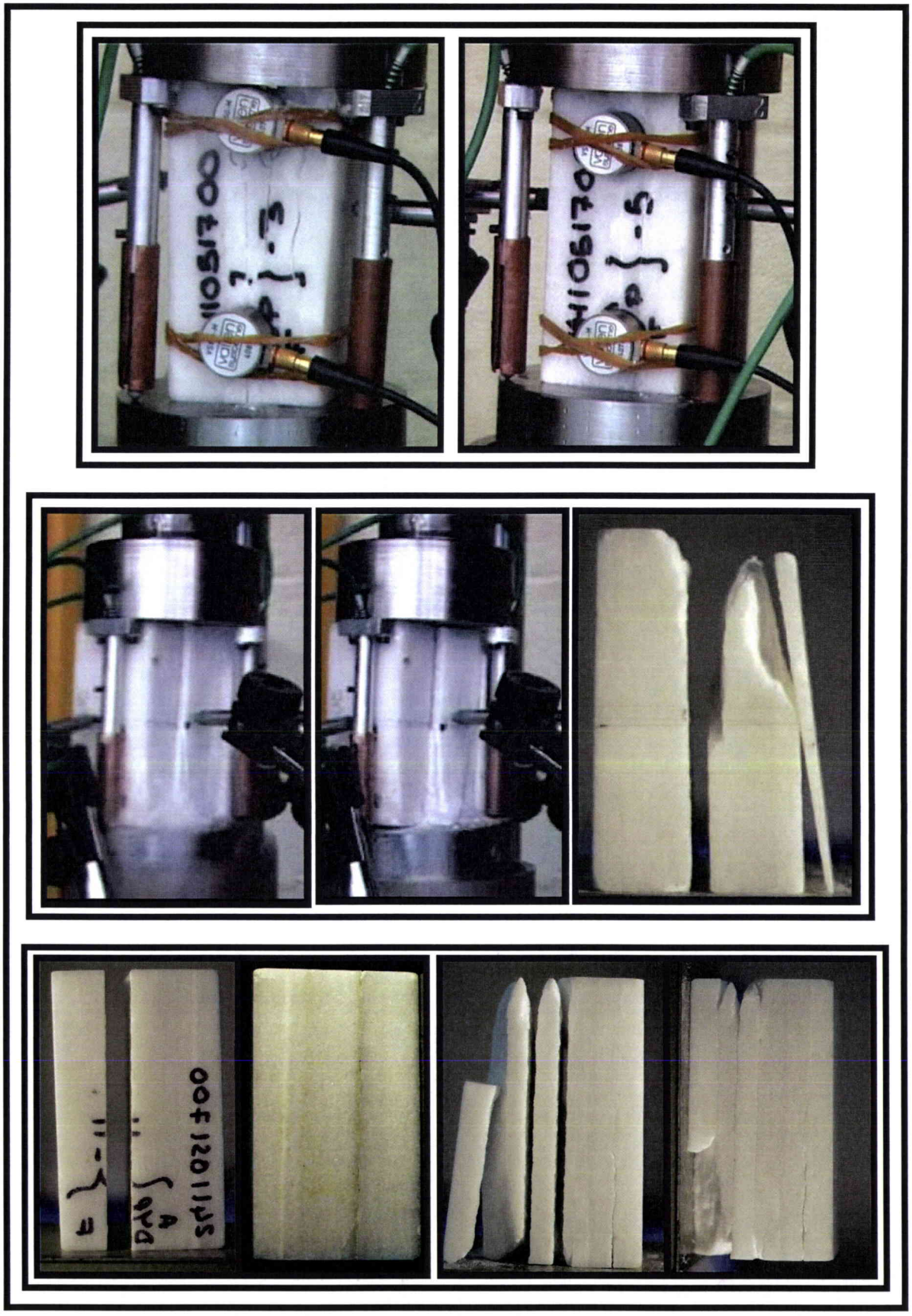


Figure 5.52 : Ruptures nettes et identiques sur tous les échantillons suivant les bandes minérales.

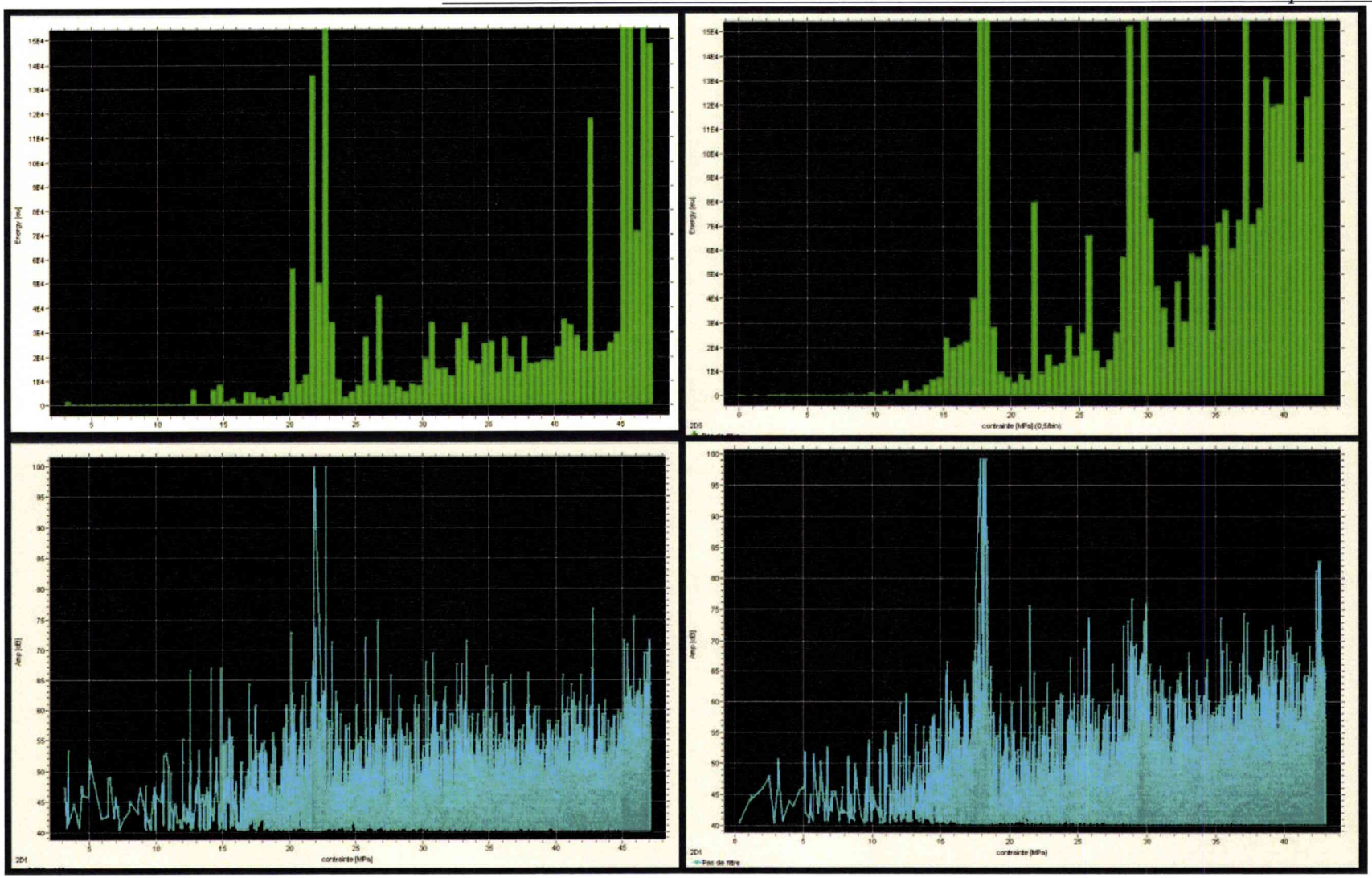


Figure 5.53 : Courbes acoustiques mesurées lors des essais sur l'échantillon 11 à gauche, et l'échantillon 5 à droite.

D'après le tableau 5.7, les courbes contrainte/déformation (Figure 5.51) les faciès de ruptures (figure 5.51) et les courbes acoustiques :
Nous constatons dans le cas de ce marbre une initiation et une rupture précoce à l'identique. En effet après observation des différents faciès et analyse de la correspondance entre les courbes contrainte déformation et courbes acoustiques, nous observons pour tous les échantillons le comportement suivant.

L'initiation intervient dans les bandes minérales suivant la densité des pores ou les inclusions pyriques. Une fissuration apparaît en premier sur la bande minérale la plus fragile (soit la plus poreuse, soit la plus riche en inclusions intergranulaires de pyrite) cette dernière se propage rapidement fendant l'échantillon en deux. Suite à cette première rupture macroscopique (15MPa), le comportement est instable. En effet, quelques grains gardent une cohésion entre les deux parties de l'échantillon et ne tardent pas à céder autour de 40MPa.

Après observation des faciès nous constatons que la fissuration est exclusivement en clivage, et intergranulaire dans le cas des bandes de pyrite. La fissuration est suivant les pores dans le cas des bandes de calcschiste (schiste calcaire).

5. 7 Conclusions du chapitre 5

Suite aux nombreux essais effectués sur le Blanco veiné, il apparaît clairement que la détection de l'initiation de l'endommagement par la mesure acoustique est une méthode sûre pour la prédiction de la limite élastique. En effet grâce à ces mesures, nous avons pu identifier un seuil d'initiation en contrainte, pour chaque classe définie, mais aussi dans les trois directions d'extraction du Blanco veiné. À ce propos, les normes de construction définissent la contrainte admissible comme étant environ le dixième de la CCU. Or il s'avère d'après nos essais que la contrainte d'initiation dans le cas du Blanco veiné représente environ un quart de la CCU.

Nous avons noté lors de tous les essais (micro, méso, et macroscopiques) que le clivage des grains calciques était le mécanisme prédominant de l'initiation. Ce dernier est mis en compétition avec la fissuration intergranulaire dans le cas des échantillons présentant des grains calciques majoritairement élancés dans la direction parallèle à la direction de compression.

Cette approche phénoménologique de l'endommagement, à différentes échelles, nous permet de décrypter l'influence de la microstructure sur le comportement macro et miroscopique. En effet, les trois classifications adoptées pour différentier les échantillons nous ont permis de mettre en évidence l'effet rigidifiant mais aussi l'anisotropie planaire induite par la microstructure.

Les deux dernières campagnes d'essais effectués, sur deux marbres des niveaux inférieurs et supérieurs, montrent que ces inclusions minérales sont d'autant plus rigidifiantes que leurs tailles sont réduites. Par contre, elles affaiblissent le matériau dans la direction de compression 0° quand elles sont de grandes tailles et présentes entre les grains.

6.Conclusions et Perspectives

6.1 Conclusions :

L'objectif de notre travail était de caractériser expérimentalement le comportement intrinsèque sous compression uniaxiale du Blanco de Macael et déterminer les caractéristiques morphologiques et mécaniques du VER, nécessaires à la définition de la simulation.

Pour ce faire une étude de la microstructure nous a permis dans un premier temps d'établir la **taille** du VER du marbre et comprendre l'architecture de la veine étudiée.

Ainsi une première campagne d'essais a pu être réalisée. Ces premiers tests nous ont permis de définir les conditions d'essais optimales révélant le comportement intrinsèque du matériau suivant trois directions d'extraction. A ce propos, l'effet de l'élancement, de la taille et du frettage sur la réponse sous compression, ont été mis en évidence.

Ces premiers essais ont révélé le caractère anisotrope du Blanco de Macael et l'effet des inclusions minérales sur la réponse mécanique.

Dans un deuxième temps, une caractérisation de la microstructure de toute la veine, concernée par cette étude, a été effectuée. L'étude par analyse d'image de la morphologie des grains calciques et des inclusions pyriques a conduit à la définition des **caractéristiques morphologiques** du VER. Ces résultats ont été complétés par une analyse de la texture cristallographique.

Les caractéristiques du VER ainsi définies pourront être intégrées lors de la simulation numérique.

Enfin, pour définir les différentes phases du comportement sous compression et les **caractéristiques mécaniques** du VER, une dernière campagne d'essais avec mesure acoustique a été effectuée.

Les mesures acoustiques nous ont permis de définir trois phases de l'endommagement : initiation, propagation et coalescence et instabilité des fissures.

Initiation :

Le seuil d'initiation a été clairement défini par la mesure acoustique dans les différents essais. L'optique de notre travail étant aussi de définir la charge limite de ce marbre pour intégration dans le bâtiment. La contrainte d'initiation est donc la plus appropriée comme critère.
Afin de déterminer les différents mécanismes locaux régissant cette phase une analyse phénoménologique a été effectuée. Nous avons mis en évidence la prédominance de deux mécanismes élémentaires d'initiation (le clivage du grain et la fissuration intragranulaire) pour toutes les directions d'extraction.

Propagation :

Concernant la propagation, l'analyse à différentes échelles montre que cette dernière s'opère principalement dans la direction parallèle à la compression. A l'échelle microscopique, les différentes observations indiquent que la propagation est essentiellement suivant les plans de clivage ou de maclage du grain. Aussi, on dénote la prédominance d'une propagation intergranulaire dans la direction de compression 0°.

Instabilité et coalescence des fissures :

Cette dernière phase annonçant la rupture fragile, est caractérisée par une augmentation notable de l'activité acoustique, un comportement mettant en jeu une physique complexe avec différents mécanismes locaux de ruines : 'le parting' séparation suivant les plans de macles, le pilage…

Dans le contexte de valorisation du matériau marbre comme matériau de soutien, la charge acceptable correspond à l'activation des mécanismes d'initiation. Ces mécanismes sont en compétition et dépendent des caractères morphologiques et mécaniques des hétérogénéités. Ces dernières mettent en jeu un grand nombre de paramètre qui interdit une démarche exclusivement phénoménologique.

La démarche expérimentale doit nécessairement être enrichie par une analyse numérique du comportement des hétérogénéités à l'échelle locale.

6.2 Perspectives :

La simulation numérique nous permettra de définir l'effet des caractéristiques principales de la microstructure (morphologie et orientation cristallographique des grains calciques, morphologie et concentration des inclusions pyriques) sur le comportement observé.

A ce sujet les travaux ont été beaucoup avancés. Pour la définition du VER, nous nous sommes basés sur le programme « Germination » crée par Gilles Duchanois, ce programme nous permet de faire varier les différents paramètres régissant la morphologie des grains dans le VER (voir Figure 6.1) [pour plus de détails le lecteur peut se référer à la thèse de N.Bonnet P107-111].

Aussi une subroutine (UMAT) sur Abaqus® est en cours de développement avec Nicolas Bonnet. Cette routine permet d'affecter les orientations cristallographiques par le biais des angles d'Euler (voir chapitre 4.2).

Une fois ce travail achevé, nous pourront faire varier les différentes caractéristiques de la microstructure et comprendre leur influence sur le comportement.

A ce propos l'analyse cristallographique révèle une configuration privilégiée pour un certain nombre de grains, dans ce cas la réalisation d'un plus grand nombre de mesures affinerait le modèle. Ces mesures sont en cours.

Ce travail ouvre aussi beaucoup de perspectives dans les domaines autre que celui de la mécanique comme la géologie et son influence sur la recristallisation dynamique (voir annexe).
A titre d'exemple, nous avons constaté l'influence de l'historique géologique sur la microstructure. Une étude des événements métamorphiques et une analyse des mécanismes de recristallisation dynamique [J.L Urai 1999] plus approfondie sur le complexe permettrait une prédiction des microstructures des différentes carrières.

Cas 1 : Grains équiaxes **Cas 2 : Tailles de grains aléatoires**

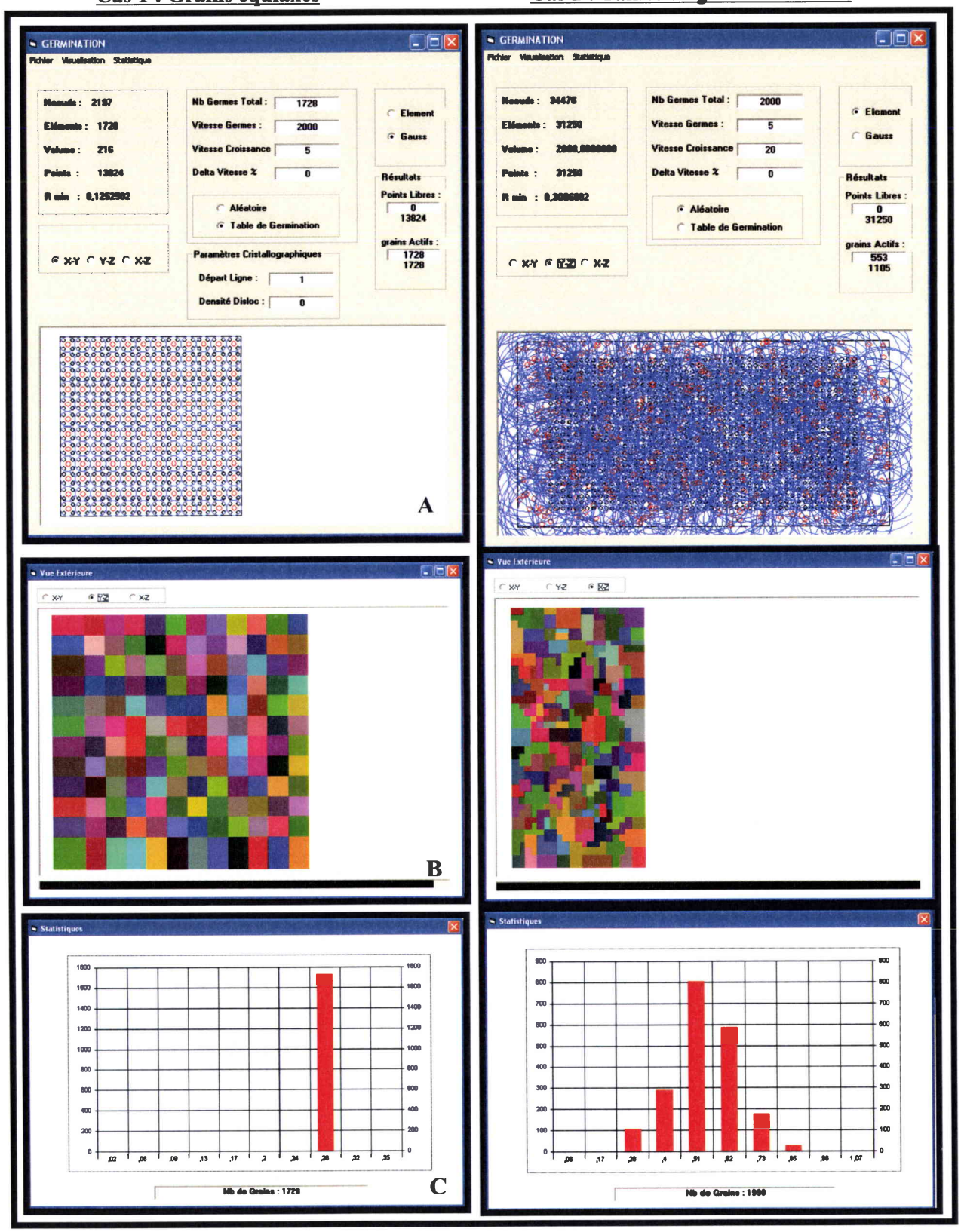


Figure 6.1 : A : Image de l'interface du Logiciel germination, B : Image du VER construit, C : Données statistiques du rayon du grain. Cas 1 : Grains équiaxes. Cas 2 : Morphologie aléatoire.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques :

[A.Barnhoorn 2005] : A.Barnhoorn (Australian National Univ), M.Bystricky (Paul Sabatier Univ), L.Burlini and K.Kunze (Swiss Federal Inst Technol) - Deformational annealing of calcite rocks. Tectonophysics - p.167 à 191 - 2005 - ISSN 0040-195.

[Adams et Sines 1978] : Adams M, Sines G - Crack extension from flaws in a brittle subjected to compression. Tectonophysics ; vol. 49 - p. 97 à 118 - 1978.

[Agard 2003] : Agard P. and Lemoine M.- Visage des Alpes, structure et évolution géodynamique - Commission de la Carte Géologique du Monde - Paris - p.49 - 2003.

[Akesson 2003] : U.Akesson, J.Lindqvist JE, M.Göransson - The influence of foliation on the fragility of granitic rocks, image analysis and quantitative microscopy; vol.275 - p.68 à 88 – 2003.

[Akesson 2004] : U.Akesson - thèse : Microstructures in granites and marbles relation to their durability as construction materials - University of Gothenburg Sweden – 2004.

[Alber 1999] : Alber.M, Hauptfleisch.U - Generation and visualization of microfractures in Carrara marble for estimating fracture toughness, fracture shear and fracture normal stiffness - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences; vol. 36 - p.1065 à 1071 - 1999.

[Albert 2001] : Richard A. Albert , John W. Rudnicki - Finite element simulations of Tennessee marble under plane strain laboratory testing: Effects of sample platen friction on shear band onset - Mechanics of Materials; vol. 33 - p.47 à 60 - 2001.

[Alonso-Chaves 2004] : Alonso-Chaves, F. M. Soto, J. I., Orozco, M. , Kilias, A. and Tranos, M. D. – Tectonic evolution of the betic cordillera: A, overview. Bulletin of the Geological Society of Greece - Proceedings of the 10th International Congress, Thessaloniki - vol. 34 - April 2004.

[Amitrano 2003] : Amitrano, D. , J. Geophys. Res - Brittle ductile transition and associated seismicity: Experimental and numerical studies and relationship with the b-value; vol.108 (B1) - p.2044 - 2003.

[Amitrano 2006] : Amitrano, D. - Failure by damage accumulation in rocks - International Journal of Fracture, p. In press. - 2006.

[Amitrano et al 1999] : Amitrano D, Grasso JR, Hantz D. - From diffuse to localised damage through elastic interaction. - Geophys Res. Lett; vol.26(14) – p.2109 à 2112 – 1999.

[Andreev 1995] : D. A. Lockner - Rock Physics and Phase Relations - A Handbook of Physical Constants - Published in 1995 by the American Geophysical Union – 1995.

[Antonelli et Polard 1995] : Antonellini MA, Pollard DD - Distinct element modeling of deformation bands in sandstone. - J Struct Geol; vol.17(8) – p.1165 à 1182 - 1995.

[Ashby et Sammis 1990] : M. F. Ashby1 and C. G. Sammis - The damage mechanics of brittle solids in compression - Revue Pure and Applied Geophysics; vol. 133; Number 3 - p. 489 à 521- mai 1990.

[Ashby et Hallam 1986] : Ashby, M F; Hallam, S D -The Failure of Brittle Solids Containing Small Cracks Under Compressive Stress States -Acta Metall; vol. 34; no. 3- p. 497 à 510 – 1986.

[Atkinson 1987] : Atkinson, B. K.and P. G. Meredith - Mechanics of Rock - Academic Press - New York – p.534 -1987.

[Augier 2004] : Augier.R – thèse: Evolution tardi-orogénique des cordillères Bétiques (Espagne) : Apports d'une étude intégrée- Université Pierre et Marie Curie - Paris VI- 2004.

[Aydin et Degraff 1988] : Aydin. A and DeGraff, J. M. - Evolution of polygonal fracture pattern in lava flow: Science ;vol. 239 - p. 471 à 476 - 1988.

[Backers 2004] : Backers Tobias - Phd thesis: Fracture thougness determination and micromechanics of rock under Mode I and Mode II loading - Potsdam university. - 2004.

[Backers, T. and al 2003] : Backers T., Stanchits S., Stephansson O. & Dresen G.; Makurat A. & Curri P. (editors) - The Influence of Loading Rate on Mode I: Acoustic Emission and Micromechanics of Sandstone. - EURO Conference on Rock Physics and Geomechanics – Micromechanics, Flow and Chemical Reactions. - 2003.

[Barber et Wenk 1979] : D.J. Barber 1 and H.-R. Wenk - Deformation Twinning in Calcite, Dolomite, and Other Rhombohedral Carbonates - Phys. Chem. Minerals; vol 5 – p. 141-165 – 1979.

[Basista et Gross 1998] : Basista M, Gross D.- The sliding crack model of brittle deformation: an internal variable approach.- Int J Solids Struct; vol.35(5–6) - p.487 à 509 - 1998.

[Bass 1995] : Bass J. D. ; the American Geophysical Union.(reference)- Mineral Physics and Crystallography -A Handbook of Physical Constants - chap.1 - p. 45 à 63 – 1995.

[Bathurst 1975] : Bathurst, R. G. C.- Carbonate Sediments and their Diagenesis - Developments in Sedimentology, vol. 12- Amsterdam, Elsevier - p.658 - 1975.

[Batzlle et al 1980] : Batzle, M. L., Simmons, G. and Sitegfried, R. W. - Microcrack closure in rocks under stress: direct observation.- J. Geophys. Res.; vol.85(B12) -p.7072 à 7090 - 1980.

[Barton et al 1974] : Barton N., Lien R., and Lunde J. - Engineering classification of rock masses for the design of tunnel support - Rock Mechanics;vol.6 - p.189 à 236 - 1974.

[Baud 2000] : Baud P, Zhu W, and Wong T.F - Failure mode weaking effect of water on sandstone – JGR; vol.105 - p.16371-16389 – 2000.

[Bazant 1984] : Bazant Z.P.- Size effect in blunt fracture: concrete, rock, metal.- J Eng Mech ASCE – p.518 à 535 – 1984.

[Bazant 1996] : Bazant Z.P.- Size effect aspects of measurement of fracture characteristics of quasibrittle material - Advanced Cement Based Materials; vol. 4; Issues 3/4- p.128-137 - October-November 1996.

[Bazant et al. 1998] : Bazant Z.P. and Planas J. - Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials.- CRC Press, Boca Raton and London; chap.12 - 1998.

[Bazant 2000] : Bazant Z.P. - Size effect - International Journal of Solids and Structures; vol. 37; Issues 1/2 – p. 69 à 80 - January 2000.

[Becker 1891] : Becker, G. F. - The structure of a portion of the Sierra Nevada of California - Geological Society of America Bulletin; vol. 2 - p. 49-74 - 1891.

[Bell 1973] : Bell J.F. - The Experimental Foundations of Solid Mechanics. - In Encyclopedia of Physics; vol. Via/l, Sect. 3.3 - 1973.

[Bernd et Weiss 2000] : Bernd Leiss, and Thomas Weiss - Fabric anisotropy and its influence on physical weathering of different types of Carrara marbles. - Journal of Structural Geology; vol.22 - p.1737 à 1745- 2000.

[Berry 1960] : Berry, J.P. - Some kinetic considerations of the Griffith criterion for fracture, Equations of motion at constant force. - Journal of the Mechanics and Physics of solids; vol.8 (3)- p.194 à 216 - 1960.

[Bestmann 2000] : Bestmann M., Kunze K., Matthews A. - Evolution of a calcite marble shear zone complex on Thassos Island, Greece; micro structural and textural fabrics and their kinematic significance.Journal of Structural Geology; vol.22 (11/12) - p.1789 à 1807 - 2000.

[Bestmann et al 2005] : M.Bestmann, David J.Prior, Bernhard Grasemann - Characterisation of deformation and flow mechanics around porhyroclasts in a calcite marble ultramylonite by means of EBSD analysis -Tectonophysics, article in press - 2005.

[Bésuelle 1998] : BESUELLE P. -Thèse de Doctorat : Déformation et rupture dans les roches tendres et les sols indurés : comportment homogène et localisé.- Université Joseph Fourier, Grenoble I - 1998.

[Bieniawski 1967] : BIENIAWSKI Z.T. - Mechanism of brittle fracture of rock; Part I: Theory of the fracture process ; Part II: Experimental studies ; Part III: Fracture in tension and under long-term loading.- Int. J. Rock Mech. Min Sci. ;vol 4 - p.395 à 430 - 1967.

[Bieniawski 1989] : BIENIAWSKI, Z.T. - Engineering Rock Mass Classifications: a complete manual for engineers and geologists in mining, civil and petroleum engineering - New York ; Wiley - 1989. - ISBN: 0-471-60172-1 .

[Bieniawski 1976] : Bieniawski Z.T. - Rock mass classification in rock engineering - In Proc. Symp. on Exploration for Rock Engineering - Johannesburg - p. 97 à106 - 1976.

[Blair 1998] : Blair, S.C., Cook, N.G.W.- Analysis of compressive fracture in rock using statistical techniques: Part II: Effect of microscale heterogeneity on microscopic deformation. - J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr ; vol.35 - p.849 à 861 - 1998.

[Blair et Cook 1998] : Blair S.C, Cook N.G.W. - Analysis of compressive fracture in rock using statistical techniques: Part I: a non-linear rule-based model. - Int J Rock Mech Min Sci; vol.35(7) - p.837 à 848 - 1998.

[Bobet 2000] : Bobet A. - The initiation of secondary cracks in compression. - Eng. Fract. Mech.; vol.66 - p.187 à 219 - 2000.

[Bobet et Einstein 1998] : Bobet A. and Einstein.H. - Fracture coalescence in rock-type materials under uniaxial and biaxial compression. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.; vol.35 - p. 863 à 889 - 1998.

[Bombolakis 1968] : Bombolakis E.G. - Photoelastic study of initial stages of brittle fracture in compression.-
Tectonophysics; vol. 6 (6) - p.461 à 473 - 1968.

[Bombolakis 1973] : Bombolakis E.G. - Study of the brittle fracture process under uniaxial compression.-Tectonophysics; vol.18- p.231 à 248 - 1973.

[Bourbié 1986] : Bourbié T., Coussy 0., et Zinszner B. - Acoustique des milieux poreux. - Publication de l'IFP Technip press - Paris - 1986.

[Bovet 1997] : Bovet A. - Thesis :Fracture coalescence in rock materials: experimental observations and numerical predictions. Sc.D. - MIT, Cambridge, USA .- 1997.

[Brace 1961] : Brace W.F. - Dependance of fracture strength of rocks on grain size. - Proc; Symp.Rock Mech ; vol.4th - p.99 à 103 - 1961.

[Brace 1964] : Brace W.F. - Brittle fracture of rocks. - State of Stress in the Earth's Crust.- Judd, W.R. (ed.) - New York : Elsevier - p. 111 à 178 - 1964.

[Brace 1966] : Brace W.F., Paulding.B.W., SCHOLZ C. - Dilatancy in the fracture of crystalline rocks.- J. Geophys. Res.;vol71; n°16 - p. 3939 à 3953 - 1966.

[Brace 1971] : Brace W.F. - Micromechanics in rock systems. - Structure, Solid Mechanics and Engineering Design.- London, Wiley-Interscience - p. 187 à 204 - 1971.

[Brace 1981] : Brace W.F - The Effect of Size on Mechanical Properties of Rock. - Geophysical Research Letters;vol.8; N°. 7 - p.651 à 652 - July 1981.

[Brace et Bombolakis 1963] : Brace WF et Bombolakis EG - A note brittle crack growth in compression. - Journal of geophysical research; vol.71 (16) - p.3709 à 3713 - 1963.

[Brady 1973] : Brady B.T., Duvall W.I and Horino F.G. - An experimental determination of the true unixial stress-strain behaviour of brittle rock mechanics; vol. 5 - p. 107 à 120 - 1973.

[Broek 1986] : Broek D - Elementary Engineering fracture mechanics.- Martinus Nijhoff Publishers - Boston - p.469 - 1986.

[Broohm 1998] : Broohm A., Vieville P., Bonnet A.-S., Lipinski P. - Micromechanical description of damage in composite materials.- Revue internationale d'ingénierie des systèmes de production mécanique (Rev. int. ing. syst. prod. mec.) – 1998 - ISSN 1291-8199.

[Broohm 2000] : BroohmA., LipinskiP., ZattarinP. - Prediction of mechanical behaviour of inhomogeneous and anisotropic materials using an incremental scheme - Arch. Mech.; vol 52, 6 p. 947 à 967 - 2000.

[Broohm 2003] : Broohm.A - Thesis: Micromecanical description of damage in composite materials. - Université de Metz - 2003.

[Brook 1983] : Brook N. - The measurement and estimation of basic rock strength. - Hudson J.A. Brown ET, Fairhurst C, Hoek E editors - Comprehensive rock engineering, principles, practice and projects; vol 3 (Rock testing and site characterization).- Oxford - Pergamon Press - p. 41–66.-1993.

[N.Bonnet 2007] : Contribution à l'étude expérimentale des tôles d'épaisseur submillimétirique. Thése. LPMM ENSAM 2007.

[Brown 1971] : Brown - Strength-size effects in rock material. - Proc. Symp. Int. Soc. Rock Mech. On Rock Fracture, Nancy, paper II-11.- 1971.

[Brun et Van Den Driessche 1994] : Brun J.P., Sokoutis D. and Van Den Driessche J. - Analogue modeling of detachment faultsystems and core complexes. – Geology; vol.22 – p. 319 à 322 - 1994.

[Budiansky 1976] : Budiansky B. and O'Connell R.J. - Elastic moduli of cracked solid. - J.Solids Structures; vol.12 – p.81à 97 -1997.

[Bueble et Schmahl 1999] : Bueble S. et Schmahl W.W.- Mechanical twinning in calcite considered with the concept of ferroelasticity.- Phys. Chem. Minerals; vol.26 – p.668 à 672 - 1999.

[Burkhard 1993] : Burkhard M. - Calcite twins, their geometry, appearance and significance as stress-strain markers and indicators of tectonic regime - J. Struct. Geol. ; vol.15 ; Issues 3/5 - p.351 à 368 - 1993.

[Capinteri et al 1996] : Capinteri A., Scavia C., and Yuang G.P.- Microcrack propagation, coalescence and size effects in compression.- Engineering fracture Mechanics; vol.54(3): p. 335 à 347 - 1996.

[Cardani 1999] : Giulina Cardani, Alberto Meda - Flexural strength and notch sensitivity in natural building stones , Carrara and Dionysos marble - Construction and Building Materials; vol.13 –p. 393 à 403 - 1999.

[Cardani 2004] : Giuliana Cardania et Alberto Meda. - Marble behaviour under monotonic and cyclic loading in tension . - Construction and Building Materials; vol.18; Issue 6 - p.419 à 424 - July 2004.

[Carlos Rodriguez-Navarro 2003] : Rodriguez-Navarro Carlos, Alejandro, Elert Kerstin, Sebastian Eduardo - Role of marble microstructure in near-infrared laser-induced damage during laser cleaning - Journal of applied physics (J. appl. phys.) ; vol. 95; n°7 - p. 3350 à 3357 - 2004.

[Carlson et al 1990] : Carlson, K.A., Van der Pluijm B.A. & Hanmer S - Marble mylonites of the Bancroft shear zone: Evidence for extension in the Canadian Grenville. Bull. geoL Soc. Am.; vol.102 - p.174 à 181- 1990.

[Carter et Kirby 1978] : Carter N.L. & Kirby S.H. - Transient creep and semibrittle behavior of crystalline rocks.- Pure and Applied Geophysics; vol.116 - p.807 à 839 - 1978.

[Celestino et al. 2000] : Celestino S.P., Piltner R., Monteiro P.J.M., Ostertag C.P. - Fracture mechanics of marble using a splitting tension test. - J. Mater. Civ. Eng.; vol.13 - p 407 à 411 - 2001.

[Ceriolo 1998] : Ceriolo L, Di Tammaso A - Fracture mechanics of brittle materials: a historical point of view. – Proceeding of the 2nd Int Phd Symposium in Civil Engineering - Budapest – 1998.

[CFCFF 1996] : Committee on Fracture Characterization and Fluid Flow , National Research Council.- Rock Fractures and Fluid Flow: Contemporary Understanding and Applications -1996.

[Charlez 1997] : Charlez P.H.- Theoretical fundamentals. - Rock mechanics;vol. 2 - Editions Technip - Paris - 1997.

[Chen 1975] : Chen Wai-Fa - Limit Analysis and Soil Plasticity.- Elsevier.- 1975.

[Chen et al 1992] : Chen G., Kemeny J., Harpalani S. - Fracture propagation and coalescence in marble plates with pre-cut notches under compression.- Symp. on Fractured and Jointed Rock Mass- Lake Tahoe, CA - p. 443 à 448 - 1992.

[Chen et al 1995] : Chen G., Kemeny J.M., Harpalani S. ed; Myer LR, Cook NGW, Goodman RE, and Tsang CF - Fracture propagation and coalescence in marble plates with pre-cut notches under compression. - In Fractured and Jointed Rock Mass - p. 435 à 439 - 1995.

[Christie et Ord 1980] : Christie J. M. and Ord A.- Flow stress from microstructures of mylonites: example and current assessment - J. Geophys. Research; vol. 85 (BII) – p.6253 à 6262 - 1980.

[Comas 1999] : Comas M.C., Platt J.P., Soto J.I. and Watts Zahn A.B., ComasM.C. and Klaus A. (Eds.) - THE ORIGIN AND TECTONIC HISTORY OF THE ALBORAN BASIN:INSIGHTS FROM LEG 161 RESULTS - Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results; vol.161 - 1999.

[Cook et Erdogan 1972] : Cook. T.S., and Erdogan F. - Stresses in bonded materials with a crack perpendicular to the interface - International Journal of Engineering Sciences; vol.10- p 677 à 697 - 1972.

[Costin 1985] : Costin L.S.- Damage mechanics in the post-failure regime. - Mech.Mater; vol. 4 – p.149 à 160 – 1985.

[Costin 1987] : Costin L.S. , Atkinson BK, editor - Time-dependent deformation and failure-. Fracture Mechanics of Rock.- Academic Press - London - p. 167 à 215 -1987.

[Cotterell et Rice 1980] : Cotterell B.,Rice J. R.- Slightly curved or kinked cracks. - Int J Fracture vol.16 – p.155 -1980.

[Covevy Crump 1997] : Covey-Crump S.J.- Evolution of mechanical state in Carrara marble during deformation at 400 to 700 8C. -Journal of Geophysical Research B: Solid Earth; vol.103(12) – p.781 à 794. - 1998.

[Cravero et Labichino 2004] : Cravero M. , Iabichino G. - ANALYSIS OF THE FLEXURAL FAILURE OF AN OVERHANGING ROCK SLAB - SINOROCK2004 Symposium Int. J. Rock Mech. Min. Sci.; vol. 41; N° 3, CD ROM - Elsevier Ltd -2004.

[Crittenden et al 1980] : Crittenden M., Coney, P. and Davis G. -Tectonic significance of metamorphic core complexes of the North American Cordillera. - Mem. geol. Soc. Am.; vol.153. - 1980.

[Dalguer et al 2003] : Dalguer L.A. and Irikura K., Riera J.D. - Simulation of tensile crack generation by three-dimensional dynamic shear rupture propagation during an earthquake - JOURNAL OF GEOPHYSICAL RESEARCH;vol108; N°B3 - p.2144 – 2003.

[Dal Pino et al 1999] : Dal Pino -A SEM: investigation on fatigue damage of marble - JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS; vol.18 – p.1619 à 1622 - 1999.

[Davis et al 1988] : Davis G.A. and Lister, G.S. In: S.P.J. Clark (Editor) - Detachment faulting in continental extension (perspectives from the south western U.S. Cordillera), Processes in continental lithospheric deformation. - Geological Society of America Special Paper- p. 133 à 159. - 1988.

[De Bresser 1991] : De Bresser, J.H.P. - Intracrystalline deformation of calcite. Geologica ultraiect; vol.79, - p.1 à 191. - 1991.

[De Bresser 2003] : De Bresser J.H.P., Urai J., Olgaard D. - Grain Boundary Microstructures of Wet and Dry Recrystallizing Marble -American Geophysical Union- Fall Meeting - T41B-06 - 2003.

[De Bresser et Spiers 1997] : De Bresser J.H.P., et C.J. Spiers - Strength characteristics of the r, f and c slip systems in calcite- Tectonophysics; vol. 272- p.1 à 23 -1997.

[Deere 1964] : Deere D.U. - Technical description of rock cores for engineering purposes.- Rock Mechanics and Eng. Geol. ;vol.1 - p.17 à 22 - 1964.

[Degraff 1987] : DeGraff, J. M., and Aydin. A. - Surface morphology of columnar joints and its significance to mechanics and directions of joints growth -Geological Society of America Bulletin; vol. 99- p 605 à 617 - 1987.

[Dey et Wang 1981] : Dey T.N et Wang C-Y.; Some mechanisms of micro crack growth and interaction in compressive rock failure. - Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.;vol.18 - p.199 à 209 - 1981.

[Diederichs 2004] : Diederichsa M.S., Kaiserb P.K., Eberhardt E. - Damage initiation and propagation in hard rock during tunnelling and the influence of near-face stress rotation - International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences; vol. 41- p.785 à 812 - 2004.

[Drescher 1982] : DRESHER A. and VARDOULAKIS I. - Geometric softening in triaxial tests on granular material. - Geotechnique ; vol. 32- p.291-303 - 1982.

[Drury 1990] : Drury M.R. Urai J.L. -Deformation-related recrystallization processes. – Tectonophysics; vol. 172 – p. 235 à 253 - 1990.

[Dyskin et al 1994] : Dyskin A.V., Germanovich L.N., Jewell R.J., Joer H., Krasinski J.S., Lee K.K., Roegiers, J-C., Sahouryeh, E. & Ustinov, K.B. - Study of 3-d : mechanisms of crack growth and interaction in uniaxial compression. - ISRM News Journal ; vol. 2(1) - p.17 à 24 - 1994.

[Dyskin 1997] : Dyskin A.V. - Crack growth criteria incorporating non-singular stresses: Size effect in apparent fracture toughness -International Journal of Fracture.;vol.83;N° 2 - janvier 1997.

[Dyskin et Germanovich 1999] : Dyskin A.V., Germanovich L.N. & Ustinov K.B.-A 3-D model of wing crack growth and interaction. - Engineering Fracture Mechanics; vol: 63 - p. 61 à 110. - 1999.

[Ebehardt 1997] : Eberhardt E., Stead D., Stimpson B., Read R.S. - Changes in acoustic event properties with progressive fracture damage. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.34 (3/4) - p. 633. - 1997.

[Ebehardt 1998t] : EberhardtE. - Ph.D. thesis : Brittle rock fracture and progressive damage in uniaxiale compression.- Department of Geological Sciences, University of Saskatchewan, Saskatoon. - 1998.

[Eberhardt 1998] : Eberhardt .E, Stead .d, Stimpson .B, Read R.S - Identifying crack initiation and propagation thresholds in brittle rocks. - Geotch Journ Canada; vol. 35 - p.22-233 - 1998.

[Eberhardt 1999] : E.Eberhardt, B.Stimpson and D.Stead - Effect of grain size on the initiation and propagation thresholds of Stress-induced brittle fracture - Rock Mechanics and Rock Engineering; vol. 32 (2) - p.81 à 99 - 1999.

[Eberhardt 1976] : J.-P. Eberhart, Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides, éd. Doin Éditeurs (Paris) - p 225–227 - 1976.

[Einstein et Dershowitz 1990] : Einstein H et Dershowitz WS - Tensile and shear fracturing in predominantly compressive stress field - Engineering Geology. ;vol. 29(2) - p.149 à 172 - 1990.

[El Beid 2000] : EL BIED .A – THESE : Etude expérimentale et modélisation du comportement du comportement des roches granulaires : Ecrouissage, radoucissement et rupture en mode localisé. – Ecole National Des ponts et Chausses - Paris – 2000.

[El Bied 1999] : El Bied, - Optimisation des conditions d'essais pour les expériences de compression triaxiale en mécanique des roches. - 2e Congrès Universitaire de Génie Civil AUGC – GEO - AFGC "Des Matériaux à l'Ouvrage" - Poitiers, France - Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers. Editeur: Association Universitaire de Génie Civil - 6 et 7 mai 1999.

[El Bied 1999] : El Bied, Association Universitaire de Génie Civil (Editeur) - Effet de la lubrification dans l'essai triaxial sur les roches - 2e Congrès Universitaire de Génie Civil AUGC - GEO - AFGC "Des Matériaux à l'Ouvrage" - Poitiers, France - Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers- 6 et7 mai 1999.

[Engelder 1987] : Engelder Terry, Birkhäuser Basel (Éditeur)- Aspects of Asperity-Surface Interaction and Surface Damage of Rocks during Experimental Frictional Sliding. Revue Pure and Applied Geophysics; vol.116; Numbers 4/5 - p. 705 à 716. -1978.

[Esbert 2003] : Esbert R.M., Grossi C.M., Rojo A., Alonso F.J., Montoto M., Ordaz J., Pérez de Andrés M.C., Escudero C., Barrera M., Sebastián E., Rodríguez-Navarro C., Elert K. - Application limits of Q-switched Nd:YAG laser irradiation for stone cleaning based on colour measurements.- Journal of Cultural Heritage; vol. 4 - p.50 à 55 - 2003.

[Exadaktylos 1999] : Exadaktylos G.E., Vardoulakis I. and Kourkoulis S.K. - Influence of nonlinearity and double elasticity on flexure of rock beams ; II. Characterization of Dionysos marble - International Journal of Solids and Structures; vol.38 ; Issues 22/23 - p. 4119 à 4145 – May and June 2001.

[Fabriès. J 1999] : Fabriès. J, Lorand, J.P., Bodinier, J.L. et Dupuy, C. - Les massifs lherzolitiques - Synthèse Géologique des Pyrénées (doc. du B.R.G.M. (éd.)) ; Chap. 20 - p.25 - 1999.

[Fairhurst 1966] : FAIRHURST, C. and COOK, N.G.W. - The phenomenon of rock splitting parallel to the direction of maximum compression in the neighborhood of a surface. - Proc. 1st Cong. Int. Soc. Rock Mech.; vol. 1- p. 687 à 692 - Lisbon -1966.

[Fairhurst 1967] : FAIRHURST C. and COOK N.W.G. -Rock splitting parallel to the direction of maximum compression with some practical implications, Rock Mechanics and Engineering Geology- Springer - Vienna - 1967.

[Fairhurst 1999] : FAIRHURST C.E. et HUDSON J.A. - Draft ISRM suggested method for the complete stress-strain curve for intact rock in uniaxial compression.- International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences; vol. 36 - p.279 à 289. -1999.

[Fairhust et Cook 1996] : Fairhurst C, Cook NGW. -The phenomenon of rock splitting parallel to a free surface under compressive stress. -Proceedings of the First Congress of ISRM; vol.1 - p. 687 à 692. - Lisbon - 1996.

[Famin 2004] : Famin V., Philippot P., Jolivet L. and Agard P. - Evolution of hydrothermal regime along a crustal shear zone, Tinos island, Greece. – Tectonics; vol. 23. 2004.

[Fang et Harrison 2001] : Fang Z, Harrison J.P. -A mechanical degradation index for rock. - Int J Rock Mech Min Sci;vol.38 - p.1193 à 1199 - 2001.

[Fang et Harrison 2002a] : Fang Z, Harrison J.P. - Development of a local degradation approach to the modelling of brittle fracture in heterogeneous rocks. – Int. J. Rock Mech Min Sci; vol. 39 - p.443 à 457 -2002.

[Fang et Harrison 2002b] : Fang Z, Harrison J.P. - Numerical analysis of progressive fracture and associated behaviour of mine pillars by use of a local degradation model. -Trans Inst Min Metall; vol.A111- p. 59 à 72. – 2002.

[Fang et Harrison 2002c] : Fang Z, Harrison J.P.- Application of a local degradation model to the analysis of brittle fracture of laboratory scale rock specimens under triaxials conditions. - Int J Rock Mech Min Sci;vol.39 -p.459 à 476 - 2002.

[Ferill et al 2004] : David A. Ferrilla,*, Alan P. Morrisb, Mark A. Evansc, Martin Burkhardd, Richard H., Groshong J.R.E, Onaschf Charles M. - Calcite twin morphology: a low-temperature deformation geothermometer. - Journal of Structural Geology;vol.26 - p.1521 à 1529 - 2004.

[Foppl 1900] : FOPPL A. -Abhängigkeit der Bruchgefahr von der Art des Spannungs-zustandes. - In : Mitth. Mech.-tech, Lab. K. Tech. Hochsch. München, N°27. München - Ackermann - p. 1 à 35 - 1900.

[Fredrich 1989] : Fredrich J.T. , Evans B, and Wong T.F.- Micromechanics of the brittle to plastic transition in Carrara marble. - J. Geophys. Res; vol.94 – p. 4129 à 4145 - 1989.

[Fredrich 1990] : Fredrich J.T. , Evans B.and Wong T.F. - Effects of grain size on brittle and semibrittle strength: Implications for micromechanical modelling of failure in compression.- J. Geophys. Res; vol.10 - p.9907 à 9920 -1990.

[Friedman 1970] : FRIEDMAN M., PERKINS R.D & GREEN S.J. - Observation of Brittle deformation fractures at the maximum stress of Westerly granite and Solenholen limestone. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci; vol. 7 - p. 297 à 306. -1970.

[Friedman 1974] : Friedman M. et Heard H.C., -Principal stress ratios in cretaceous limestones from Texas Gulf coast. Am. Ass. of Petrol.- Geol. Bull.; vol.58 (1) - p.71 à 78 - 1974.

[Friedman 1975] : FRIEDMAN M. - Fracture in Rock. - Rev. Geophys. Space Phys.; vol.13; N°3 (U.S.NAT. Rept. To I.U.G.G.) - p.352 à 358 et p.383 à 389 - 1975.

[Gallagher et al.1974] : Gallalgher J.J, Handin J, et Sowers G.M - Experimental studies relating to microfractures in sandstone – Tectonophysics; vol.21- p.203 à 247- 1974.

[Ganne 2006] : GANNE Patrick, VERVOORT André, WEVERS Martine - Damage Characterization in Rock Material Using AE, ECNDT - We.4.4.1- 2006.

[Gell et Smith 1967] : GELL M., SMITH E. - THE PROPAGATION OF CRACKS THROUGH GRAIN BOUNDARIES IN POLYCRYSTALLINE 3 PER CENT SILICON-IRON . -ACTA MET; vol.15; N°2 - p. 253 à 258. - Feb. 1967.

[Gideon Rosenbaum 2004] : Rosenbaum G. and G. S. Lister ;A. Sussman and A. Weil (edition) - Formation of arcuate orogenic belts in the western Mediterranean region, in Orogenic Curvature - Spec. Pap. Geol. Soc. Am., in press. - 2004.

[Goodman 1989] : Goodman R.E. - Introduction to rock mechanics John Wiley and Sons -New York -1989.

[Gramberg 1965] : Gramberg J. -Axial cleavage fracturing: a significant process in mining and geology - Engineering Geology; vol.1; N° 1- p. 31 à 72 - 1965.

[Green et Radcliffe 1975] : Green H.W.II and Radcliffe S.V. - Fluid precipitates in rocks from the earth's mantle – Bull;vol.86 - p.846 à 852 -1975.

[Griffith 1920] : Griffith, A.A. - The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. - Retrospective Fracture Mechanics; vol.CCXXI - p. 33 à 68 - October 1920.

[Griffith 1921] : Griffith. A. A. - The phenomena of rupture and flow in solids: Royal Society of London Transactions. vol.221 - p. 163 à 198.- 1921.

[Griffith 1924] : Griffith, A.A. ; Biezeno C.B., Burgers J.M., Waltman J. and Delft Jr.,55-63. 1924 (editiors) - The theory of rupture. - In Proceedings of the First InternationalCongress for Applied Mechanics.- p. 55 à 63. - 1924.

[Griggs 1960] : Griggs D.T., Paterson, M.S., Heard H.C. & Turner F.J. - Annealing recrystallization in calcite crystals and aggregates. - Mere. geol. Soc. Am.; vol.79 - p.21 à 37. - 1960.

[Grossi 2003] : Grossi C.M., *, Esbert R.M., ,az-Pache F.D, Alonso F.J.- Soiling of building stones in urban environments Building and Environment; vol.38 - p.147 à159 - 2003.

[Hacker et al 1990] : Hacker B.R., Yin A. & Christie J.M. - Differential stress, strain rate, and temperature of mylonitization in the Ruby Mountains, Nevada: implications for the rate and duration of uplift. - J.Geophy. Res.; vol.95- p.8569 à 8580. - 1990.

[Hadley 1976] : Hadley K. - Comparison of calculated and observed crack densities and seismic velocities of Westerley granite. - J.Geophys. Res.; vol.81- p.3484-3494. – 1976.

[Haied 1995] : HAIED A. - Thèse :Etude expérimentale de la rupture en mode de déformations localisé dans un grès. - Université de Lille I - 1995.

[Haied 1997] : HAIED A., KONDO D. - Strain localization in Fontainebleau sandstone : macroscopic and microscopic investigations. - Int. J. Rock Mech & Min. Min. Sci.; vol.34.; (3-4); N°161.- 1997.

[Hakami 1987] : Hakami H., Stephansson O. and Alm. O. - Gauged Sleeve for Controlled Testing of Rock. - Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr; vol.24(6); p.375-378 -1987.

[Hardy 1966] : HARDY H.R. - A Loading system for the investigation of the inelastic properties of geologic materials, Testing Techniques for Rock Mechanics, ASTM, STP 402, Am. Soc. Test. Mats., 232-65.

[Hatzor 1997a] : Hatzor Y.H., Zur A. and Mimran Y. - Microstructure effects on microcracking and brittle failure of dolomites. - Tectonophysics; vol.281 - p.141 à 161 – 1997.

[Hatzor 1997b] : Hatzor Y.H. and Palchik V. - The influence of grain size and porosity on crack initiation stress and critical flaw length in dolomites. - Int. Rock. Mech. Min. Sci.; vol.34; N° 5.- p. 805 à 816 -1997.

[Hawkes et Mellor 1970] : HAWKES I and MELLOR M.- Uniaxial testing in rock mechanics laboratory.- Engng Geol.;vol 4 – p. 177 à 285 - 1970.

[Hazzard et al 2000] : Hazzard J.F., Young R.P., Maxwell S.C. - Micromechanical modeling of cracking and failure in brittle rocks.- J Geophys Res.;vol.105(B7) – p. 16683 à 16697. – 2000.

[Hazzard et al 2002] : Hazzard J.F., Collins D.S., Pettitt W.S., Young R.P.- Simulation of unstable fault slip in granite using a bond-particle model. - Pure Appl. Geophys.; vol.159 – p.221 à 245. -2002.

[Hazzard et al 2002a] : Hazzard J.F. and Young R.P. - Simulating acoustic emissions in bonded particle models of rock. - Int J Rock Mech Min Sci;vol.37 – p.867à 872- 2000.

[Healy et al 2006] : Healy David,. Jones Richard R & Holdsworth Robert E. - Three-dimensional brittle shear fracturing by tensile crack interaction. – Nature; vol.439 - p.64 à 67- 5 January 2006.

[Hearmon 1979] : Hearmon, R.F.S. ; Ellwege and Hellwege A.M. (editors) - The constants of crystals and other anisotropic materials. - Landolt-Biirnstein – Berlin - Springer-Verlag - p. 1 à 244 - 1979.

[Hiraga et al 1999] : Hiraga T.,Nagase T.,Akizuki M.- The structure of grain boundaries in granite-origin ultra mylonite studied by high-resolution electron microscopy. - Phys Chem Minerals ; vol.26-p.617 à 623. - 1999.

[Hoagland et al 1973]
R. G. Hoagland1, G. T. Hahn1 and A. R. Rosenfield. Influence of microstructure on fracture propagation in rock . Rock Mechanics and Rock Engineering.;vol.5;N° 2 - p.77 à 106 - août 1973.

[Hoek 1965] : HOEK E., BIENIAWSKI Z.T. - Brittle fracture propagation in rock under compression. - Int. J. Fract. Mech.;vol.1 - p. 137 à 155 - 1965.

[Hoek 1968] : HOEK E.; K.G. Stagg and O.C. Zienkiewtcz (editors) - Brittle failure of rock. - In Rock Mechanics in Engineering Practice - p. 99 à 124. - 1968.

[Hoek et Brown 1980] : Hoek E. and Brown E.T. - Underground Excavations in Rock - The Inst. of Mining and Metallurgy ; London - p.527 -1980.

[Hoek et Brown 1997] : Hoek E. and Brown E.T. - Practical estimates of rock mass strength. - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences;vol.34; N°8 - p.1165-1186 -1997.

[Horii et Nemat-Nasser 1985] : Horii H, Nemat-Nasser S. - Compression-induced microcrack growth in brittle solids: axial splitting and shear failure. - J Geophys Res.;vol.90 – 3105 à 3125. 1985.

[Horii et Nemat-Nasser 1986] : Hofii H, Nemat-Nasser S. - Brittle failure in compression: Splitting, faulting and bfittie-duetih transition[J].- Phil Tram R Soe Lond, , 3_319 - p.337 à 374.-1986.

[Howarth 1988] : Howarth D.F. - Experimental study on the relationship between rock texture and mechanical performance. - Trans Inst Min Metal; vol. 95 - p.41 à 45 - 1988.

[Huang et al. 1999] Huang M.L., Tang C.A., Zhu W.C. - Real-time SEM study on rock failure instability under uniaxial compression. - J. North Univ. (Nat. Sci.) (in Chinese).; vol.20 – p. 426 à 429 1999.

[Hudson et Fairhust 1969] : Hudson J.A., Fairhurst C.; Te'eni M (editor.) - Tensile strength, We bull's theory and a general statistical approach to rock failure. Structure, solid mechanics and engineering design. - In: The proceedings of the Southampton 1969 civil engineering materials conference.- p. 901–914. - 1969.

[Hugmann et Friedmann 1979] : Hugman R.H.H. and Friedmann M. - Effects of texture and composition on mechanical behavior of experimentally deformed carbonate rocks. - Am. Assoc. Pet. Geol. Bull.; vol.63 - p.1478 à 1489 - 1979.

[Humphreys et Hatherly 1995] : Humphreys F.J., Hatherley M. - Recrystallization and Related Annealing Phenomena. - Pergamon Press- New York - 1995.

[Inglis 1913] : Inglis. C.E. - Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners: Royal Institute of Naval Architects Transaction; vol. 55- p. 219-230 - 1913.

[Ingraffea 1987] : Ingraffea A.R.; Atkinson B.K. -Theory of crack initiation and propagation in rock. In Fracture Mechanics of Rock.- Academic Press London Inc. Ltd.- p. 71 à 110. -1987.

[Ingraffea et Heuze 1980] : Ingraffea A.R. and Heuze F.E. - Finite element models for rock fracture mechanics.- International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics.; vol.4 (1)- p. 25 à 43. - 1980.

[Irwin et Wit 1983] : Irwin G.R. and de Wit R., - A Summary of Fracture Mechanics Concepts. - Journal of Testing and Evaluation (JTEVA); vol.11;N°1- p. 56 à 65 - Jan. 1983.

[J.L Urai 1982] : Urai J.L. - Ph.D Thesis : Deformation of wet salt rocks - University of Utrecht - 221p – 1983.

[J.L Urai 1983] : Urai J.L., Hulsebos T., Groeneweg J.K. and van Eekelen H.A. - Water weaking and dynamic recrystallization in polycrystalline bischofite - Mitt Geol.Inst. ETH. Neu Folge; vol.239a - p. 280-281, - 1982.

[J.L Urai 1986] : Urai J.L., Spiers C.J., Zwart H.J., Lister G.S. - Weakling of rock salt by water during long-term creep. - Nature (London); vol.324 - p. 554-557 – 1986.

[J.L Urai 2001] : Urai J.L. and Mark Jessell ; Gottstein G. and Molodov D. (editors) - Recrystallization and grain growth in minerals: recent developments Recrystallization and Grain growth- Proceedings of the first joint international conference - Springer Verlag - in press - 2001.

[J.L Urai et al 1990] : Urai J.L. , Means,W.D., Lister, G.S. Dynamic recrystallization of minerals. - A.G.U. Geophysical Monograph; vol.36 - p.161-199 - 1986.

[JAEGER 1969] : JAEGER J.C.(Australian National University), COOK N.G.W.(University of California, Berkeley) and Zimmerman Robert (Imperial College, London)- Fundamentals of Rock Mechanics - 1969.

[Jaeger 1979] : Jaeger J.C., Cook N.G.W. -Fundamentals of Rock Mechanics- 3rd ed. Chapman and Hall -New York – p.593 - 1979.

[Jiefan et al. 1990] : Jiefan H., Ganglin C., Yonghong Z., Ren W. - An experimental study of the strain field development prior to failure of a marble plate under compression. Tectonophysics ; vol.175 - p. 269 à 284. - 1990.

[Jolivet et Goffé 2000] : Jolivet L. and Goffé B.,- Les dômes métamorphiques dans les chaînes de montagnes. Extension syn-orogenique et post-orogenique. - Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris ; vol.330 - p.739 à 751. - 2000.

[Kachanov 1993] : Kachanov M. ; Hutchinson J.W. et Wu T.Y. (editors) - Elastic solids with many cracks and related problem. - Advances in Applied Mechanics Academic Press.;vol. 30 p. 259 à 445 - 1993.

[Karaca et Onargan 2007] : KARACA Z. and ONARGAN T. - The Application of Critical Path Method(CPM) in Workflow Schema of Marble Processing Plants. Materials and Manufacturing Processes,(Taylor & Francis Group, LLC, U.K.); vol.22 - p. 37 à 44 - 2007. -ISSN 1042-6914.

[Kemeney et Cook 1987] : Kemeny J.M., Cook N.G.W. - Crack models for the failure of rock under compression. -Proc. Second – Int. Conf. Cons. Laws Eng. Mater;vol.2 - p.879 à 87- 1987.

[Kemeney et Tang 1990] : Kemeny J.M. and Tang F.F.; Ju J.W., Krajcinovic D. and H.L. Schreyer(The American Society ofMechanical Engineers) (editors) - A numerical damage model for rock based onmicrocrack growth, interaction, and coalescence. - In Damage Mechanics in EngineeringMaterials. - New York- p.103 à 116.- 1990.

[Kemeny 1991] : Kemeny J.A. and Cook N.G.W.; Shah S.P.(KluwerAcademic Publishers) - Micromechanics of deformation in rocks. - Toughening Mechanisms in Quasi-Brittle Materials.- Netherlands- p.155 à 188 - 1991.

[Kemeny et Cook 1987] : KEMENY J.M & COOK N.G.W.; Desai et al (editors) - Crack models for the failure of rocks in compression. - 2nd Int. Conf. & Short Course on constituve Laws for Engng. Mat. -USA.- 1987.

[Kern 1978] : Kern H. - The effect of high temperature and confining pressure on compressional Wave velocities in Quartz Bearing and Quartz free igneous and metamorphic rocks.- Tectonophysics; vol.44 - p.185 à 203 -1978.

[Kikuchi 1981] : Kikuchi M. - Dispersion and attenuation of elastic waves due to multiple scattering from cracks - Phys. Earth planet. Inter.; vol.27- p.100 à 105.- 1981.

[Kirby et Green 1980] : Kirby S.H. andGreen H.W. - Dunite xenoliths from Hualalai volcano: evidence for mantle diapiric flow beneath the island of Hawaii - Am. J. Science.; vol.280A - p.550-575 - 1980.

[Klassen-Neklyudova 1964] : Klassen-Neklyudova M.V. - Mechanical twinning of crystals. - New York: (trans. J.E.S. Bradley) - Consultants Bureau – 1964.

[Koelsch 1977] : Koelsch T.A. - Ph.D. Thesis :Relationship of acoustic emission and ultrasonic to deformation mechanics and dilatancy during the ductile deformation of marble - Univ. Illinois, Urbana-Champaign, I11. – 1977.

[Koelsch 1979] : Koelsch T. - Ph.D. Thesis: A Relationship of acoustic emission and ultrasonic velocity to deformation mechanisms and dilatancy during the ductile deformation of marble.- Illinois Univ., Urbana-Champaign. – 1979.

[Kondo 1988] : KONDO D., HENRY J.Y. et HENRY J.P. - Mécanique linéaire de la rupture appliquée à l'analyse de l'écaillage autour d'ouvrages souterrains.- Compte rendu pour ELF aquitaine. -1988.

[Kourkoulis 1998] : KOURKOULIS S.K., EXADAKTYLOS G.E. and VARDOULAKIS I. - Unotched Dionysos-Pentelicon marble beams in three pointbending: The effect of nonlinearity, anisotropy and microstructure. - International Journal of Fracture ; vol.98 - p. 369 à 392 - 1999.

[Kourkoulis 2004] : Kourkoulis S.K., Agioutanis Z. - Transversaly isotropic marble plates under tension - 12th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM 12) - Politecnico di Bari, Italy - 29 August to 2 September, 2004.

[Kourkoulis 2005] : Kourkoulis S.K, Caroni .C, Ganniari-Papageorgiou.E - A contribution to the study of the size effect for natural building stones. - 5th International Congress on Computational Mechanics (GRACM)- Limassol - 29 June-to 1 July, 2005.

[Krajcinovic 1984] : Krajcinovic D. - Continuum damage mechanics. – Appl. Mech. Rev.vol.37(1) - p.1 à 6. -1984.

[Krajcinovic 1989] : Krajcinovic D. - Damage Mechanics. – Mech. Mater;vol.8 - p117 à 97. – 1989.

[Krajcinovic et Foneska 1981] : Krajcinovic D., Fonseka G.U. - The continuous damage theory of brittle materials (part1:general theory). – J. Appl. Mech. Trans. (ASME); vol.48 - p.809 à 15- 1981.

[Kranz 1979] : Kranz R.L. - Crack-Crack and Crack-pore interactions in stressed granite. – Int. Jou. Rock. Mech. Min Sci.; vol.16 - p. 37 à 47 - 1979.

[Kranz 1980] : Kranz R.L. - The effects of confining pressure and stress difference on static fatigue of granite. - J. Geophys. Res.; vol.85 (B4) - p.1854–1866. - 1980.

[Kranz 1983] : KRANZ R.L. - Microcraks in rocks : a review - Technophysics; vol.100 - p. 449 à 480 - 1983.

[Labuz 1993] : Labuz J.F. and Bridell J.M. - Reducing frictional constraint in compression testing through lubrication. -Inc. J. Rock Mech. Min. Sci. and Geomech. Abstr.; vol. 30 - p.451 à 455. -1993.

[Labuz 1996] : Labuz J.F. , Dai S.T., Papamichos E. - Plane strain compression rock like materials.- Int. J. Rock Mech. Min.Sci & Geomech. Abstr.; vol.33. N°6 - p. 573 à 584 - 1996.

[Lacombe 2006] : Lacombe Olivier - Comparison of paleostress magnitudes from calcite twins with contemporary stress magnitudes and frictional sliding criteria in the continental crust: Mechanical implications. - Journal of Structural Geology.; vol:29; Issue 1 - p. 86 à 99- January 2007.

[Lacombe 2006] : Lacombe Olivier (Professeur Université Pierre et Marie Curie « UPMC » - Paris VI - Laboratoire de Tectonique - CNRS). - Cours : Généralités sur les macles de la calcite et leur interprétation en termes de contraintes.- 2006.

[Lajtai 1971] : Lajtai E.Z. - A theoretical and experimental evaluation of the Griffith theory of brittle fracture. Tectonophysics.; vol.11- p.129 à 156. - 1971.

[Lajtai 1990] : Lajtai E.Z., Carter B.J., Ayari M.L. - Criteria for brittle fracture in compression. – Eng. Fract. Mechanics;vol.;37(1) - p.25 à 49 - 1990.

[Lamaitre 1984] : Lamaitre L.- How to use damage mechanics. – Nucl. Eng. Des.;vol.80 - p.233 à 245 1984.

[Lawn et Wilshaw 1975] : Lawn B. &. Wilshaw. R. - Indentation fracture: principles. and. applications.- I. Mater. Sd.; vol.10 - p.1049 à 1081- 1975.

[Lebensohn 1998] : LEBENSOHN R.A., WENK H.R., TOME C.N., LEBENSOHN Ricardo Anibal. - Modeling Deformation and Recrystallization Textures in Calcite. - ACTA MATERIALIA.;vol.46; N°8 - p.2683 à 2693 -1998.

[Lee et al 2006] : Lee Sang-Eun, Kim Man-Il, Park Jae-Hyeon, Park Chang-Kun, Kang Meea, Jeong Gyo-Cheol. - Damage process of intact granite under uniaxial compression: microscopic observations and contact stress analysis of grains. - Geosciences Journal; vol.10; N°4 - p. 457 à 463 - December 2006.

[Lehner et Kachanov 1996] : Lehner F., Kachanov M. - On modelling of ''winged'' cracks forming under compression. – Int. J. Fract.;vol.77 - p.69–75 - 1996.

[Leiss 2000] : Leiss B., Weiss T. - Fabric anisotropy and its influence on physical weather of different types of Carrara marbles. - J. Struc. Geo. ;vol.22 - p.1737-1745 - 2000.

[Lemaitre et Chaboche 1990] : Lemaitre J. and Chaboche J.L. - Mechanics of solid materials. - CambridgeUniversity Press –Cambridge - 556p. - 1990.

[Li et al 1998] : Li Chunlin, Prikrylb Richard and Nordlund Erling - The stress-strain behaviour of rock material related to fracture under compression. - Engineering Geology;vol.49; Issues 3/4- p. 293 à 302 - 2 April 1998.

[Li et Zhao 2000] : Li H.B., Zhao J., Li T.J. -Micromechanical modelling of the mechanical properties of a granite under dynamic uniaxial compressive loads. Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.37- p. 923 à 935 - 2000.

[Lindqvist 1984] : Lindqvist P.A., Lai H.H. and Alm O.- Indentation fracture development in rock continuously observed with a scanning electron microscope. - Int. J. Rock Mech. Miner. sci. Geomech. Abstr.;vol.21(B12) - p.165 à 182 - 1984.

[Lindqvist 2007] : Lindqvist J.E., Akesson U., Malaga K. - Microstructure and functional properties of rock materials - Matrials characterization - Article in press. – 2007.

[Lister et Davis 1989] : Lister S.G. and Davis A.G. - The origin of metamorphic core complexes and detachment faults formed during Tertiary continental extension in the northern Colorado River region, U.S.A. - J. Struct. Geol.;vol.11(1/2) - p. 65 à 94. - 1989.

[Liu et al 2000] : Liu D., Wang S. & Li L. - Investigation of fracture behaviour during rock mass failure. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.37- p.489 à 497. -2000.

[Lockner 1995] : Lockner D.A., United States Geological Survey, 345 Middlefield Road, Menlo Park, CA 94025 Rock Physics and Phase Relations A Handbook of Physical Constants AGU Reference Shelf 3 This paper is not subject to U.S. copyright. Published in 1995 by the American Geophysical Union

[Logan 2004] : Logan John M. - Laboratory and case studies of thermal cycling and stored strain on the stability of selected marbles. - Environmental Geology;vol46 - p.456 à 467 2004.

[Lopez Sanchez-Vizcaino 1997] : LOPEZ SANCHEZ-VIZCAINO V.,CONNOLLY J.A.D. , GOMEZ-PUGNAIRE M.T. - Contributions to mineralogy and petrology (Contrib. mineral. petrol.) Springer - Berlin - vol.126; N°3 - p. 292 à 302 - 1997. - ISSN 0010-7999 .

[Mahmutoglu 2005] : Mahmutoglu Yilmaz - The effects of strain rate and saturation on micro-cracked marble - Engineering Geology;vol.82 - p.137 à 144 - 2006.

[Malaga Starzek 2005] : Malaga Starzec K., Akesson U., Lindqvist J.E., Schouenberg B.- Microscopic and macroscpic charecterization of the porosity of marble as a function of temperature and impregnation - Construction and building Materials;vol.20(5) - p.939 à 947 – 2006.

[Mancktelow 1995] : Mancktelow N., Nonlithostatic pressure during sediment subduction and the development and exhumation of high pressure metamorphic rocks. - J. Geophys. Res.;vol.100 - p.571 à 583. - 1995.

[Marshall et McLaren 1977] : Marshall D.B., McLaren A.C.- Elastic twinning in experimentally deformed plagioclase feldspars. - phys. stat. sol. (a). - In press – 1977.

[Martin 1993] : Martin C.D - . Ph.D. thesis : The strength of massive Lac du Bonnet granite around underground openings. University of Manitoba, Winnipeg, Department of civil and geological Engineering, - Man. 1993.

[Martin et Chandler 1994] : Martin C.D, and Chandler N.A - The progressive fracture of lac du Bonnet granite. - International Journal of rocks mechanics and mining sciences and Geomechanical Abstracts;vol.31(6) - p. 643 à 659 - 1994.

[Martínez-Martínez 2002] : Martínez-Martínez J.M., and Azañón J.M., , Orthogonal extension in the hinterland of the Gibraltar Arc (Betic, SE Spain) - Journal of the Virtual Explorer ;vol.8 - p. 3 à 22. – 2002.

[McClintock et Walsh 1962] : McClintock F.A., Walsh J.B. - Friction on Griffith cracks in rocks under pressure. - Proc. 4th US Nat Congr Appl Mech; p.1015 à 1021- 1962.

[Meglis et al 1996] : Meglis I.L., Greenfield R.J., Engelder T. & Graham E.K. - Pressure dependence of velocity and attenuation and its relationship to crack closure in crystalline rocks. - J. geophys. Res. ;vol.101 p. 523 à 533. -1996.

[Mehiri 2005]: : Mehiri K., Viéville P., Lipinski P., Tidu A.and Tijeras V.- Fifth international conference on fatigue and fracture. - Politecnico Bari ,Italy - Paper 15 – 2005.

[Mehiri 2006] : Mehiri K., Viéville P., Lipinski P., Tidu A.and Tijeras V. - LOCALS DAMAGES ON BLANCO DE MACAEL MARBLE - 16th European Conference of Fracture (ECF16) - Greece - July 3 to 7 2006.

[Mesones] : Mesones. Lopez.F. - Macael's catalog - Centro technico Andalous de la Pietra. - 2005.

[Mitra 1978] : MITRA G. - Ductile deformation zones and mylonites : the mechanical process involved in the deformation of crystalline basement rocks - American Journal of Science;vol.278 – p.1057 à 1084. - 1978.

[Mohr 1900] : Mohr, 0. - Welche Umstaendnde Bedingen die Elastizitaetsgrenze und den Bruch eines Material. - Zeitschrift des Vereines deutscher Ingenieure; vol.44 - p.l à 12. - 1900.

[Mollema 1996] : Mollema P.N., Antonellini M.A. - Compaction bands: astructural analog for anti-mode I cracks in Aelioan sandstone – Tectonophysics; vol.267 - p.209 à 228 - 1996.

[Mosher et al. 1975] : Mosher S., Berger R.L., Anderson D.E. - Fracturing characteristics of two granites. Rock Mech.; vol.7(3) - p.167 à 176 - 1975.

[Naser 2005] : Naser A. Al-Shayea - Crack propagation trajectories for rocks under mixed mode I–II fracture - Engineering Geology;vol.81 - p.84 à 97 – 2005.

[Nemat Nasser et al 1978] : Nemat-Nasser S., Keer L.M.and Parihar K.S. - Unstable growth of thermally induced interacting cracks in brittle solids - International Journal of Solids and Structure.;vol. 14. - p. 49 à 430. - 1978.

[Nemat Nasser et Horii 1982] : NEMAT-NASSER S. and HORII H. - Compressive-induced nonplanar crack extension with application to splitting exfoliation and rock-burst. - J. Geoph. Res.;vol.87(B8) - p. 6805 à 6821 - 1982.

[Nemat Nasser et Horii 1983] : NEMAT-NASSER S. and HORII H. - Rock failure in compression - Proceedings in ninth workshop Geothermal reservoir engineering - Stanford University - p.381 à 385 - December 1983.

[Nemat-Nasser et Obata 1988] : Nemat-Nasser S, Obata M. - A microcrack model of dilatancy in brittle materials. – J. Appl. Mech.;vol.55 - p.24 à 35 - 1988.

[Newman 1994] : Newman J. - The influence of grain size and grain size distribution on methods for estimating paleostresses from twinning in carbonates. - J. Struct. Geol.;vol.16 - p.1589 à 1601 - 1994.

[Nicollet 2005] : Nicollet C. and Goncalves P. - Two contrasted P-T-time paths of coronitic metanorites of the French Massif Central: Are reaction textures reliable guides to metamorphic histories - Journal of Metamorphic Geology;vol.23 – p.97 à 105 - 2005.

[Nur et Simmons 1970] : Nur A.& Simmons Gene. - The origin of small cracks in igneous rocks.- Int. J., Rock Mech., Min. Sic.;vol.7- p. 307 à 314. – 1970.

[Oesterling 2006] : Oesterling Nils, Heilbronner Renée, Stünitz Holger, Barnhoorn Auke, Molli Giancarlo - Strain dependent variation of microstructure and texture in naturally deformed Carrara marble - Journal of Structure Geology;vol.29 - p.681 à 696 - 2007.

[Ofoegbu et Curran 1992] : Ofoegbu G.I., Curran J.H. - Deformability of intact rock. - Int J Rock Mech Min Sci Geomech Abstr;vol.29(1)- p.35 à 48 - 1992.

[Okubo 1996] : Okubo S., Fukui F., (): Complete stress-strain curves for various rock types in uniaxial tension.- Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.vol.33(6), p.549 à 556 - 1996.

[Okubo 2006] Okubo S., Fukui K., Qingxin Qi - Uniaxial compression and tension tests of anthracite and loading rate dependence of peak strength. - International Journal of Coal Geology ;vol.68 – p. 196 à 204 - 2006.

[Olgaard Evans 1988] : Olgaard D.L., Evans B. - Grain growth in synthetic marbles with added mica and water. - Contributions to Mineralogy and Petrology;vol.100(2) p. 246 à 260. - 1988.

[Olsen et al 1997] : Olsen K.B., Madariaga R.,and Archuleta R. - Three dimensional dynamic simulation of the 1992 Landers earthquake - Science;vol.278, p.834 à 838 - 1997.

[Olsson 1974] : Olsson W.A - Grain size dependance of yield stress in marble. - J.Geophys. Res;vol. 79 - p. 4859 à 4862 -1974.

[Olsson 1976] : Olsson W. and Peng S. - Micro crack nucleation in marble. - Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.;vol:18 - p.53 à 59 - 1976.

[Orowan 1949] : Orowan E - Fracture and strength of solids - Reports on Progress in Physics;vol.12 (48),N°1 - p. 185-232 - 1949.

[P. Barbey 2005] : Barbey P. Documents de cours 2005-2006. - Université Henri Poincaré - Sciences de la Terre - Sept. 2005.

[Padavoni 1982] : Padovani E.R., Shirly S.B. and Simmons G. - Charecteristics of microcracks in amphibolite and granulite facies grade rocks of southeastern Pennysilvania - Journal of Geophysics and Restauration ;vol. 87 - p.8605 à 8630. - 1982.

[Pan et Wen 2001] : PAN Y.-W. and. WEN B.-H. - Constitutive model for the continuous damage of brittle rock. Geotechnique; vol.51;N°2- p.155 à 159 - 2001.

[Papamichos 1998] : PAPAMICHOS E., TRONVOLL J. , SKJAESTEIN A. , UNANDER T.E. , LABUZ J.F., VARDOULAKIS I. and SULEM J. - Constitutive testing of of Red Wildmoor sandstone, Mechanics of Cohesive-Frictional Materials (1998) Volume 5, Issue 1 , Pages 1 - 40

[Paterson 1958] : PATERSON M.S. - Experimental deformation and faulting in Wombeyan marble. - Bull. Geol. Soc. Am.;vol.69 - p.465 à 476 - 1958.

[Paterson 1978] : PATERSON M.S., , Experimental rock deformation-the brittle field. - Berlin Heidelberg New York : Springer-Verlag - p.254 -1978.

[Paul 1966] : PAUL, B. and GANGAL, M. - Initial and subsequent fracture curves for biaxial compression of brittle materials. - Proc. 8th Symp. Rock Mech., Minneapolis, Minn.- p. 113-141. - 1966.

[Pellegrino 1995] : PELLEGRINO A. - Thèse de doctorat : Comportement fragile des roches : dégradation des propriétés élastiques et anisotropie induite par les contraintes. - Ecole Nationale des Ponts et Chaussées - Paris -1995.

[Peng 1972]: jhonson Peng S. and Johnson A.M. - Crack growth and faulting in cylindrical specimens of Chelmsford granite - Int. .J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abs. ; vol.9 - p.37 à 86 -1972.

[Pérami 1965] : PERAMI R. : Les microfissures de roches soumises à des efforts uniaxiaux.- C.R. acad. Sci.- Paris - 260, 1209 - 1965.

[Pérami 1971] : PERAMI R. - Thèse : Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques - Toulouse - 1971.

[Petit et Barquins 1988] : Petit J., Barquins M., Can natural faults propagate under mode II conditions?. Tectonics 7- p.1243–1256. - 1988.

[Petrini et Podladchikov 2000] : Petrini K. and Podladchikov Y. - Lithospheric pressure-depth relationship in compressive regions of thickened crust. - J. Metamorph. Geol. - p. 67-78. - 2000.

[Pieri 2000] Pieri M., Stretton I., Kunze K., Burlini L., Olgaard D.L., Burg J.P. and. Wenk H.R. - Texture development in calcite through deformation and dynamic recrystallization at 1000K during torsion to large strains. - Tectonophysics;vol.330, p.119 à 140.- 2000.

[Pilar Lapuente et al 2000] : Pilar Lapuentea M.,*, Turib Bruno, Blanc Philippe - Marbles from Roman Hispania: stable isotope and cathode luminescence characterization . - Applied Geochemistry;vol.15 - p.1469 à 1493 - 2000.

[Platt 1986] : Platt J.P. and Behrmann J.H. - Structures and fabrics in a crustal-scale shear zone, Betic Cordilleras, SE Spain. - J. Struct. Geol.;vol.5 - p.519 à 538. - 1986.

[Pollard and Segall 1987] : Pollard D.D., Segall P., and Delaney P. T. - Formation and interpretation of dilatant echelon cracks - Geological Society of America Bulletin.;vol.93 - p. 1291 à 1303 - 1982.

[Pollard et al 1982] : PollardD. D., Segall P.and Delaney P. T. - Formation and interpretation of dilatant echelon cracks - Geological Society of America Bulletin.;vol.93- p.1291 à 1303. -1982.

[Pollard et Aydin 1988] : POLLARD DAVID D., AYDIN ATILLA - Progress In Understanding Jointing Over The Past Century - Geol Soc Am Bulletin; vol. 100; N°8 - p.1181 à 1204 - August 1988.

[Pollard et Holzhausen 1979] : Pollard D.D.and Holzhausen G. - On the mechanical interaction between a fluid-filled fracture and the earth's surface - Tectonophysics.;vol.53 - p. 27 à 57 - 1979.

[Potyondy et Cundall 2004] : Potyondy D.O., Cundall P.A. - A bonded-particle model for rock. – Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.41(8) - p.1329 à 1364 - 2004.

[Qiao 2004] : Qiao C.S.- THE FRACTURE MECHANISM OF STRATIFORM ROCKS UNDER UNIAXIAL COMPRESSION. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.41; N° 3 - 2004.

[Read 1984] : READ H.E. and HEGEMIER G.A. - Strain softening of rock, soil and concrete. Mech. Mat.;vol. 3 - p. 271 à 294. - 1984.

[Reyes et Einstein 1991] : Reyes O., Einstein H.H. - Failure mechanism of fractured rock—a fracture coalescence model. - In: Proc. 7th Congress of the ISRM -Tokyo, Japan – vol.1 - p. 333 à 340. - 1991.

[Rinehart 1996] : RINEHART J.S. - Fracture of rocks. - Int. J. Fracture Mech.;vol.2 - p. 534 à 551 – 1996 .

[Rizer 1977] : Rizer W.D. and Bombolakis E.G. - Crack growth in calcite. - EOS, Trans. Am. Geophys.Union;vol.58 p.500 abstract - 1977.

[Robina 1996] : Robina H.C., Wong K.T., Wang P. - Microcracking and grain size effect in Yuen Long Marbles. - Int. J. Rock. Min. Sci. & Geomech;vol.33 - p.479 à 485 – 1996.

[Rodrı´guez-Gordillo 2005] : Rodrı´guez-Gordillo J., Sàez-Pérez M.P. - Effects of thermal changes on Macael marble: Experiment study - Construction and building Materials - Juillet 2006.

[Rocas y Travertinos] : Rocas y Travertinos S.L. - Catalogue produit des marbre de la province d'Almeria Espagne. - Pol. Ind. Parc.33-04860 OLULA DEL RIO (Almeria) Espagne. P.O. Box 49.

[Romeo 2007] : Romeo I., Capote R., Lunar R. - Crystallographic preferred orientations and microstructure of Variscan marble mylonite in the Ossa-Morena Zone (SW Iberria). - J. Struc. Geo.;vol.29 - p.1353 à 1368 -2007.

[Rossmanith 1983] : Rossmanith H.P. - Modelling of fracture process zones and singularity dominatedzones. - Engineering Fracture Mechanics.;vol.17(6) - p.509 à 525. - 1983.

[Rowe et Rutter 1990] : Rowe K.J. & Rutter E.H. - Palaeostress estimation using calcite twinning: experimental calibration and application in nature. - J. Struct. Geol.;vol.12 – p.1 à 17. -1990.

[Rutter 1974] : Rutter E.H. - The influence of temperature, strain rate and interstitial water in the experimental deformation of calcite rocks. - Tectonophysics;22 (3/4) - p.311 à 334. - 1974.

[Rutter 1995] : Rutter E.H. - Experimental study of the influence of stress, temperature, and strain on the dynamic recrystallization of Carrara Marble. - Journal of Geophysical Research, B, Solid Earth and Planets;vol.100(12) - p.651 à 663. -1995.

[Rutter et schmid 1975] : Rutter E. H. & Schmid S.M. - An experimental study of unconfined flow of Solnhofen limestone. - Bull. geol. Soc. Am.;vol.86 - p.145 à 152.- 1975.

[Sahouryeh et Dyskin 1997] : Sahouryeh E. and Dyskin A.V. - The mechanism of 3-D crack growth in uniaxial compression: The role of non-singular stresses - International Journal of Rock Mechanics & Mining Science;vol.34(3-4);N°17 - 1997.

[Sammis et Ashby 1986] : Sammis C.G., Ashby M.F. - The failure of brittle porous solids under compressive stress states. - Acta Metall;vol.34 – p.511 à 526. – 1986.

[Santarelli 1987] : SANTARELLI F.J. - Ph.D. Thesis : Theoretical and experimental investigation of the stability of the axisymmetric wellbore. - University of London - 1987.

[Savanick et Johnson 1974] Savanick G.A. - Johnson, D.I. Measurements of the strength of grain boundaries in rock. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.; vol.11; Issue 5. - 01May 1974.

[Schenk 2005] : SCHENK Oliver, URAI Janos L., EVANS Brian - The effect of water on recrystallization behavior and grain boundary morphology in calcite-observations of natural marble mylonites. - Journal of structural geology; vol.27 ;N°10- p.1856 à 1872. 2005-
ISSN 0191-8141.

[Schlangen 1994] : SCHLANGEN E. and VAN MIER J.C.M.; Siriwardane H.J. and Zaman M.M. (editors) - Fracture simulations of concrete and rock using a random lattice. - In Computer Methods and Advances In Geomechanics - p. 1641 - 1994.

[Scholz 1968] : Scholz C.H. - Microfracturing and the inelastic deformation of rock in compression. - J Geophys Res;vol.73(4)- p.1417 à 1432. - 1968.

[Schultz 1994] : Schultz Richard A., Jensen Martin C. and Bradt Richard C. - Single crystal cleavage of brittle materials - International Journal of Fracture;vol.65;N°4 - febuary 1994.

[Segall et Pollard 1983] : Segall. P., and Pollard, D.D. - Joint formation in granitic rock of the Sierra Nevada - Geological Society of America Bulletin; vol.94 - p.563 à 575. - 1983.

[Selverstone 1985] : Selverstone J. and Spear F.S. - Metamorphic P-T paths from pelitic schists and greenstones from the south-west Tauern Window. - Journal of Metamorphic Geology;vol.3 - p.439 à 465.- 1985.

[Serra 2000] : Serra J. - Cours on Mathématique Morphologie - chap.4 - Ecole des mines - Paris -2000.

[Shah 1990a] : Shah S.P. - Fracture toughness for high-strength concrete. - ACI Mater. J.;vol.87 - p.260 à 265. – 1990.

[Shah 1990b] : Shah S.P. - Experimental methods for determining fracture process zone and fracture parameters. - Eng. Fract. Mech.;vol.35 - p.3 à 14.- 1990.

[Shah 1995] : SHAH K.R. and LABUZ J.F. - Damage mechanisms in stressed rock from acoustic emission. - J. Geophys. Res.;vol.100 (B8) - p. 527 à 539 - 1995.

[Shah et Labuz 1995] : Shah K.R. and Labuz J.F. - Damage mechanisms in stressed rock from acoustic mission. - Journal of Geophysical Research.;vol.100 (B8) - p.15527 à 15539. - 1995.

[Shang et al. 1999] : Shang J.L., Kong C.J., Li T.J., Zhang W.Y. Observation and study on meso-damage and fracture of rock. J. Exp. Mech.;vol.14 - p. 373 à 383, in Chinese. - 1999.

[Shao et al 1996] : Shao J.F., Khazraei R. and Henry J.P.; Aubertin M., Hassani F. H. Mitri and A.A. Balkema (editors) - Application of continuum damage theory to borehole failure modelling in brittle rock. - In Proceedings of the 2nd North American Rock Mechanics Symposium: Rock Mechanics Tools and Techniques. - Montreal. – p.1721 à 1728. - 1996.

[Shao et Khazrei 1994] : Shao J.F. and Khazraei R. - Well bore stability analysis in brittle rocks withcontinuous damage model. - In Eurock : Rock Mechanics in Petroleum Engineering,- Rotterdam - p.215 à 222.- 1994.

[Shao et Rudnicki 2000] : Shao J.F., Rudnicki J.W. - A microcrack-based continuous damage model for brittle geomaterials. - Mech Mater; vol.32 - p. 607 à 619 - 2000.

[Shen 1993] : Shen B. - The mechanics of fracture coalescence in compression experimental study and numerical simulation. - Eng. Fract. Mech. – vol.51 - p.73 à 85. - 1993.

[Shen 1995] : Shen B., Stephansson O., Einstein H.H., Ghahreman B. - Coalescence of fracture under shear stresses in experiments. - J. Geophys. Res.- p.100 - p.725 à 729. - 1995.

[Shen et Stephanson 1993] : Shen B. and Stephansson O. - Numerical analysis of mixed mode I and mode II fracture propagation. - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences &Geomechanical Abstracts.;vol.30(7) - p.861 à 867. - 1993.

[Shmid et al 1977] : Schmid S.M., Boland J.N. & Paterson M.S. - Superplastic flow in finegrained limestone. - Tectonophysics;vol.43 - 257 à 291. - 1977.

[Shmid et al 1980] : Schmid S.M., Paterson M.S. & Boland, J.N. - High temperature flow and dynamic recrystallization in Carrara marble. - Tectonophysics;vol.65 - p.245 à 280. - 1980.

[Shmid et al 1987] : Schmid S.M., Panozzo R. & Bauer S. - Simple shear experiments on calcite rocks: rheology and microfabric. - J. Struct. Geol. ;vol.9- p.747 à 778.- 1987.

[Shubnel 2002] : Shubnel A. - Thèse : Mécanique de la dilatance et de la compaction des roches. - Institut physique du Globe (IPGP) - Paris - 2002.

[Simmons et Birch 1963] : Simmons Gene et Birch Francis - Elastic constants of pyrite - Journal Of Applied Physics:vol.34; N°9 - September 1963.

[Simmons et Richter 1976] : Simmons G., Richter D. - Microcracks in rock - the Physics and chemistry of Minerals and Rocks - p.105 à 137 – 1976.

[Sing et Digby 1989] : Singh U.K. and Digby P.J. - A continuum damage model for simulation of the progressive failure of brittle rocks. - International Journal of Solids and Structures.;vol.25(6)- p.647à 663. - 1989.

[Skinner 1959] : Skinner W.J - Experiments on the compressive strength of anhydrite.- Engineer;vol. 207 – p.255 à 259 and p. 288 à 292 - 1959.

[Sölva 2005] : Sölva H., Grasemann B., Thöni M., Thiede R., Habler G. – The Schneeberg Normal Fault Zone: normal faulting associated with Cretaceous SE-directed extrusion in the Eastern Alps (Italy/Austria). - Tectonophysics;vol.401- p.143 à 166. - 2005.

[Sondergeld et Esty 1981] : Sondergeld C.H. and Estey L.H.- Acoustic emission study of micro fracturing during the cyclic loading of Westerly granite. - Journal of Geophysical Research.;vol. 86(B4) - p.2915 à 2924.- 1981.

[Spalla 1990] : Spalla M.I. - Polyphased deformation during uplifting of metamorphic rocks; the example of the deformational history of the Texel Gruppe (Central-Western Austroalpine domain of the Italian Eastern Alps). - Memory Della Society Geologica Italiana ;vol.4 - p.125 à 134 - 1990.

[Spencer 1984] : Spencer J.E. - Role of tectonic denudation in warping and uplift of low-angle normal faults - Geology; vol.12- p. 95 à 98. – 1984

[Spiers 1982] : Spiers C.J. - Ph.D thesis: The development of deformation textures in calcite rocks. - University of London - 1982.

[Sprunt et Brace 1974] : Sprunt E.S. and Brace W.F. - Direct observation of microcavities in crystalline rock. - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & GeomechanicalAbstracts.;vol.11(4) - p.139 à 150. - 1974.

[Sprunt et Brace 1974a] : Sprunt E.and Brace W.F. - Direct observation of microcavities in crystalline rocks - International Journal of Rocks Mechanics and Minerals sciences;vol.11 - p.139 à 150 - 1974.

[Sprunt et Brace 1974b] : Sprunt E. and Brace W.F. - Some permanant structural changes in rock due to pressure and temperature. - Proc. 3rd Congr. Int. Soc. Rock Mech.;vol.II ;A - p.524 à 529. - 1974.

[Steif 1984] : Steif PS. - Crack extension under compressive loading. - Eng Fract Mech;vol.20(3)- p.463 à 473. – 1984

[Sulovsky 2004] : Sulsovsky P. - The postmagmatic alteration of allanite, zircon, and thorite: the role of fluorine. Berichte der Deutschen Mineralogischen Gesellschaft-Beihefte - European Journal of Mineralogy - Stuttgart, Nägeleu.- Obermiller;vol.16 - p.123 à 935 - 2004 .

[Takatoshi Ito 2007] : Takatoshi Ito - Effect of pore pressure gradient on fracture initiation in fluid saturated porous media: Rock - article in press - Engineering Fracture Mechanics – 2007.

[Tang 1997] : TANG C.- A.Numerical simulation of progressive rock failure and associated seismicity. - International journal of rock mechanics and mining sciences;vol.34; N°2; p. 249 à 261 – 1997.- ISSN 1365-1609.

[Tang 1998] : Tang. C.A, Kou S.Q. - Crack propagation and coalescence in brittle materials under compression. - Engineering Fracture Mechanics;vol.61 - p. 311 à 324 - 1998.

[Tang 2000 et al 2000] : Tang C., Liu H., Lee P.K.K., Tsui Y., Tham L.G. - Numerical studies of the influence of microstructure on rock failure in uniaxial compression :part I: effect of heterogeneity. - Int J Rock Mech Min Sci;vol.37- p.555 à 569- 2000.

[Tang et Kaiser 1998] : Tang C.A. and Kaiser P.K. - Numerical simulation of cumulative damage and seismic energy release during brittle rock failure : Part I: Fundamentals. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci. and Geomech. Abstr.;vol.35(2)- p.113 à 121. - 1998.

[Tapponnier et Brace 1976] : Tapponnier P. and Brace W. F. –Development of stress-induced microcracks in Westerly granite. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.;vol.13(4) - p.103 à 112.- 1976.

[Tham 2005] : Tham L.G., Liu H., Tang C.A., Lee P.K.K. and sui1 Y. T. - On Tension Failure of 2-D Rock Specimens and Associated Acoustic Emission. - Rock Mech. Rock Engng. –vol.38(1) - p.1 à 19 - 2005.

[Thill 1972] : THILL R.E. - Acoustic methods for monitoring failure in rock, - In: New Horizons in Rock Mechanics:14th Symp. Rock Mechanics - University Park, Penn. - June 1972.

[Touitou 2002] : Touitou Dan - Apport de la modélisation et de l'instrumentation dans l'analyse de la stabilité et de la déformation à long terme d'un massif granitique: Application aux talus de grande hauteur de l'écluse à bateaux permanente au barrage des Trois Gorges (Chine). - Doctorat Géologie de l'ingénieur - ENPC - p.174 ; Annexe D. -2002.

[Touren et Denis 1970] : Touren C., Denis A. - The tensile strength of rocks, Lab les ponts et Chaussées-Paris - Research Report;vol.4 – 1970.

[Trollope 1968] : Trollope D.H. ; Stagg K.G., Zienkiewicz O.C. (editors.) -The mechanics of discontinua or clastic mechanics in rock problems. - In: Rock mechanics in engineering practice. - London ;Wiley- p. 275 à 320. - 1968.

[Tullis and Yund 1982] : Tullis J., Yund R.A. - Grain growth kinetics of quartz and calcite aggregates.- Journal of Geology;vol.90 p. 301 à 318. - 1982.

[Turner 1954] : Turner F.J., Origgs D.T. & Heard H.- Experimental deformation of calcite crystals. - Bull. geol. Soc. Am. ;vol.65 - p.883 à 934. - 1954.

[Twiss 1977] : Twiss R.J. - Theory and applicability of a recrystallized grain size paleopiezometer. - Pure & Appl. Geophys.;vol.115- p.227 à 244. -1977.

[Tzou et Chen 1991] : Tzou D.Y., Chen E.P. -Mesocrack damage induced by a macrocrack in heterogeneous materials. - Eng Fract Mech;vol.39(2) - p.347 à 58 - 1991.

[U. Zezza and E. Sebastia´n 1992] : U. Zezza and E. Sebastia´n; M.A. Matra´n ~Nueva Gra´fica (editors.) - In I Congreso International Rehabilitacio´n del Patrimonio Arquitecto´nico y Edificacio´n – Tenerife - p. 153 à 160. -1992.

[Ulrich etal 2005] : Stanislav Ulrich,*, Alan B. Thompson, Karel Schulmann, Martin Casey - Microstructure mechanism map of dynamically recrystallized marble –Tectonophysics;vol.412 – p. 173 à 182 -2006.

[Ulrich et al 2001] : Stanislav Ulrich, Karel Schulmann, Martin Casey - Microstructural evolution and theological behaviour of marbles deformed at different crustal levels. - Journal of Structural geology ;vol.24 – p. 979-995. – 2001.

[Vaillancourt 2004] : Vaillancourt J. - Cours de géologie. - Université de Montmorency (département de physique et de géologie)- Québec- 2004 .

[Van der Pluijm 1991] : Van der Pluijm B.A. and Busch J.P- Calcite textures, microstructures and rheological properties of marble mylonites in the Bancroft shear zone - Ontario, Canada.- J. Struct. Geol.;vol.17 (56) - p. 677 à 688. -1995.

[Vardoulakis 1998] : Vardoulakis I. - Continuum fracture mechanics of uniaxial compression on brittle materials - Int. J. Solids Structures;vol.35;N° 31/32- p.4313 à 4335 - 1998.

[Vasarheelyi et Bobet 2000] : Vasarhelyi B., Bobet A. - Modeling of crack initiation, propagation and coalescence in uniaxial compression. - Rock Mech. Eng.;vol.33 - p.119 à 139. -2000.

[Viles et Moses 1998] : Viles H.A. & Moses C.A. - Experimental production of weathering Nan morphologies on carbonate stone. - Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology; vol.31; issue 4 - p. 347 à 357 – 1998.

[Vissers et al 1995) : Vissers R.L.M., Platt J.P. and Van der Wal D. - Late organic extension of the Betic Cordillera and the Alboran domain: a lithospheric view. – Tectonics;vol.14(4) - p. 786 à 803.- 1995.

[Vo thanh 1984] :Vo Thanh D. and Lacam A. - Experimental study of the elasticity of single crystalline calcite under high pressure (the calcite I - calcite II transition at 14.6 kbar). - Physics of the Earth and Planetary Interiors;vol.34 - p.195 à 203. -1984.

[Vutukuri 1974] : VUTUKURI V.S., LAMA R.D. and SALUJA S.S. - Handbook on mechanical properties of roks.;vol.I :Testing techniques and results, 1st edn, Trans Tech. – Publications –Clausthal - Germany- 1974.

[Walsh 1965] : WALSH J.B. - The effect of cracks on the compressibility of rock. - J. Geophys. Res.;vol.70 - p. 381 à 389. -1965.

[Wawersik 1968] : WAWERSIK W. - Ph. D. Thesis: Detailed Studies of Rock Fracture in Compression., Univ. Of Minnesota.- p.165 - 1968.

[Wawersik et Fairhurst 1970] : WAWERSIK W.R. and FAIRHURST C. - A study of brittle rock fracture in laboratory compression experiments. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.7- p.561 à 575 - 1970.

[Wawersik et Brace 1971] : Wawersik W. R., Brace W. F. - Post-failure behaviour of a granite and diabase. - Rock Mech.;vol.3(2) – p.5 à 85 et p. 61 à 85. 1971.

[Weibull 1939] : Weibull W. -A statistical theory of the strength of materials. Ingvetensk. Akad. Handl, - 1939.

[Weibull 1951] : Weibull W. - A statistical distribution function of wide applicability.- J. Appl. Mech.;vol.18 – p. 293 à 297 - 1951.

[Wenk et al 1986] : Wenk H.R., Kern H., Van Houtte P. & Wagner F. Heterogeneous strain in axial deformation of limestone, textural evidence. - In: Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies- The Paterson Volume (edited by Hobbs, B. E. & Heard, H. C.). Am. Geophys. Un. Geophys. Monogr.;vol.36 - p.287 à 295. - 1986.

[Wernicke 1992] : Wernicke, B.; B. Burchfiel, L. PW and Z. ML (Editors) - Cenozoic extensional tectonics of the U.S. Cordillera. In: The Cordilleran Orogen: Conterminous U.S. Geol. Soc. Am.- p. 553 à 581. -1992.

[Wevers 1997] : Wevers M. - Listening to the sound of materials : acoustic emission for the analysis of material behaviour Non-destructive - Testing and Evaluation International;vol.30(2) - p.99 à 106 - 1997.

[White 1979] : White S. - Grain and sub-grain size variations across a mylonite zone. - Contr. Miner. Petrol.;vol.70 - p.193 à 202. - 1979.

[White et White 1981] : White J.C and White S.E. - On the structure of grain boundaries in tectonites – Tectonophysics;vol.78 - p.613 à 628 - 1981.

[Whittaker et al 1992] : Whittaker B.N., Singh R.N., Sun G. - Rock Fracture Mechanics.- Amsterdam - Elsevier - p. 570 - 1992.

[Wong 1982] : Wong T.F - Micromechanics of faulting in westerley granite. - International journal of Rocks Mechanics Minning Science & Geomechanics. – p.49 à 64 – 1982.

[Wong 1993] : . Wong R.H.C, Chau K.T. and Lee C.M. - On the effective compliance of microcracked-Weakened rocks II: Experimental studies for Yuen Long marble. - Int. Sem. Micro.Prop.New.Eng.Mater. – p. 497 à 505 – 1993.

[Wong 1995] : Wong R.H.C., Chau K.T. and Wang P. ; J.J.K. Daemen and R.A. Schultz. (editors) - Microcracking in coarse and fine grain marbles. - Proceeding 35th U.S. Symposium on Rock Mechanics - Lake Tahoe – Balkema ;Rotterdam - p.477 à 482 - 1995.

[Wong 1997] : WONG T.F., DAVID C et ZHU W.- The transition from brittle faulting to cataclastic flow in porous sanstones: Mechanical deformation. - Journal of geophysical Research;vol.102(B2) - p. 3009 à 3025. -1997.

[Wong 2002] : Wong R.H.C., Tang C.A., Chau K.T., Lin.P. - Splitting failure in brittle rocks containing pre-existing flaws under uniaxial compression -Engineering Fracture Mechanics;vol.69 - 1853 à 1871.- 2002.

[Wong 2004] : Wong R.H.C, Law.C.M, Chau K.T, Wei-shen Zhu - Crack propagation from 3-D surface fractures in PMMA and marble specimens under uniaxial compression. - Int.J.Rock Mech.Min.Sci.;41,N°3. - 2004.

[Wong et al 2006] : Wong T.F., Wong R.H.C., Chau K.T., Tang C.A. - Microcrack statistics, Weibull distribution and micromechanical modeling of compressive failure in rock. - Mech Mater;vol.;38 - p.664 à 681 - 2006.

[Wong et Chau 1998] : Wong, R.H.C., Chau, K.T. - Crack coalescence in a rock-like material containing two cracks.- Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol. 35 - p.147 à 164. - 1998.

[Wong et al 2001] : Wong, R.H.C., Chau, K.T., Tang, C.A., Lin, P.- Analysis of crack coalescence in rock-part I: experimental approach. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.; vol.38 - p.909 à 924. - 2001.

[Wulff et al 1999] : Wulff Angelika-M., Toshiyuki Hashida, Kimio Watanabe and Hideaki Takahashi - Attenuation behaviour of tuffaceous sandstone and granite during micro fracturing Int. J. Geophys.;vol.139 - p.395 à 409 – 1999 .

[X.H.Xu 2005] : Xu X.H.,S.P. Ma Xia M.F., Ke F.J., Bai Y.L. - Synchronous multi-scale observations on rock damage and rupture. - Theoretical and applied fracture machanics; vol.44 – p.146 à 156. – 2005.

[Xeidakis 1997] : Xeidakis G. S., Samaras I. S., Zacharopoulos D. A., and Papakaliatakis G. E. - Trajectories of Unstably Growing Cracks in Mixed Mode I-II Loading of Marble Beams Rock. - Mech. Rock Enging.;vol:30 (1) - p.19 à 33 -1997.

[Yin-Ping Li 2005] : Yin-Ping Li, Long-Zhu Chen, Yuan-Han Wang -Experimental researhc on pre-cracked marble under compression. - Int.J.Sol.Struc.;vol.42 – p.2505 à 2516. -2005.

[Yuan et Harisson 2006] : Yuan S.C. and Harrison J.P. - A review of the state of the art in modelling progressive mechanical breakdown and associated fluid flow in intact heterogeneous rocks - International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences;vol;43 - p.1001 à 1022 – 2006.

[Zang 1993] : Zang .A - Finite Element Study On the Closure of Thermal Microcracks :In Feldspar/Quartz-Rocks I. Grain-Boundary Cracks - Geophysical Journal International;vol.113;Issue 1- p. 17 à 31 - Apr 1993.

[Zang 1993] : Zang .A - Finite Element Study On the Closure of Thermal Microcracks : In Feldspar/Quartz-RocksIi. Intra Transgranular and Mixed Cracks- Geophysical Journal International;vol.113;Issue 1- p. 32 à 44 - Apr 1993.

[Zapperi et al 1979] : Zapperi S., Vespignani A. and Stanley E. - Plasticity and avalanche behaviour in microfracturing phenomena. –Nature;vol.388 - p.658 à 660. - 14 august 1997.

[Zhang 1990] : Zhang J., Wong, T.F, Davis D.M.- Micromechanics of pressure induced grain crushing in porous rocks (JGR);vol.95 - p.341 à 352 -1990.

[Zhang et al 2000] : Zhanga Z.X., Koub S.Q., Jianga L.G., Lindqvist P.A.. - Effects of loading rate on rock fracture: fracture characteristics and energy partitioning. - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences;vol.37 - p.745 à 762 – 2000.

[Zhao 1998] : ZHAO YONGHONG - Crack Pattern Evolution and a Fractal Damage Constitutive Model for Rock. - Int. J. Rock Mech. Min. Sci.;vol.35; N°3 - p. 349 à 366 - 1998.

[Zhao et al 1992] : ZhaoY., Huang J. and Wang R., - SEM studies of fracture process in rock materials.(Preprints of Fractured and Jointed Rock Masses Conference) - Lake Tahoe, CA - vol.2., , p.513 à 518. - 3 and 5 June 1992.

[Zhao et al 1993a] : Zhao Y., Huang J. and Wang R. - SEM study of fracture development in compressed marble specimen and its implications for earthquake precursors. Chin.- J. Geophys.;vol30(4) - p.511 à 521 - 1993.

[Zhao et al 1993b] : Zhao Y., Huang J. and Wang R. - Real-time SEM observations of the micro fracturing process in rock during a compression test. - Int. J. Rock Mech. Miner. Sci. Geomech. Abstr.;vol30(6)- p. 643 à 652.- 1993.

[Zhu et al 1998] : Zhu W.S., Chen W.Z., Shen, J. - Simulation experiment and fracture mechanism study on propagation of Echelon pattern cracks. - Acta Mech. Solida Sinica; vol.19 - p.355 à 360 - 1998.

Annexe

Introduction

Lors de l'étude bibliographique effectuée sur la formation des marbres nous avons remarqué qu'un lien peut être effectué entre la microstructure des marbres étudiés et l'historique géologique du complexe Nevado-Fillabride, lieu des carrières de Macael. Les événements métamorphiques activant les mécanismes de recristallisation et régissant la microstructure sont très complexes et nécessitent un travail de recherche à part entière. Nous présentons dans cette annexe quelques définitions et références bibliographiques utiles à la compréhension des mécanismes pilotant la microstructure.
Cette partie n'a pas la prétention d'établir un lien direct entre la microstructure des marbres étudiés et l'historique géologique, mais aide les néophytes que nous sommes à avoir une vision globale du problème de la microstructure.

Apports de la géologie dans la compréhension de la microstructure du marbre

Objectif : Contrairement aux bétons et aux autres matériaux communément utilisés dans la construction, le marbre est un matériau naturel. De ce fait, son « processus de fabrication » est incontrôlable par l'homme. Les gisements de marbre ont été régis par différents processus géologiques à des échelles régionales.
Pour comprendre l'architecture interne des marbres de Macael, une analyse des échantillons, pris dans les différentes carrières, est nécessaire, mais insuffisante à la description du matériau. Par conséquent, un aperçu géologique de la zone concernée est complémentaire à l'établissement d'une vision globale du matériau. L'historique de formation, les données géologiques et les analyses in situ, permettent d'avoir une vision globale de la composition et de « l'architecture interne » du marbre.

Rappels de géologie, et formation des marbres

Trois types de roches (Figure1) forment la croûte terrestre : les roches originelles ou ignées, les roches sédimentaires et les roches métamorphiques.

Les roches ignées (appelées aussi roches magmatiques) proviennent directement de la cristallisation d'un magma, soit en profondeur (roches plutoniques), soit en surface (roches volcaniques). Le granite et le basalte sont des exemples types respectifs.

***Les roches sédimentaires** sont le résultat de plusieurs processus géologiques successifs. Le premier, consiste en l'accumulation de sédiments. Suivant la nature des sédiments, les roches sédimentaires se divisent en deux classes :
les roches détritiques et les roches chimiques.

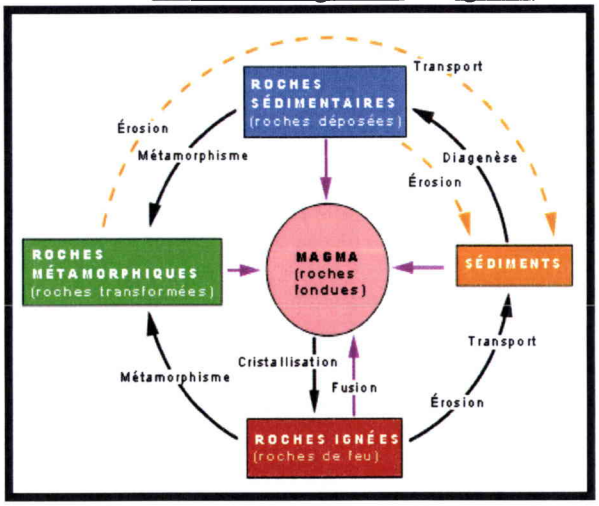


Figure1: Les roches de la croûte terrestre

Les sédiments des roches détritiques sont formés par des particules grossières, de toutes les tailles, préexistantes (Ex. : le grès, les conglomérats…). Quant aux sédiments des roches chimiques, ces derniers se constituent suite à la précipitation des espèces chimiques présentes en solution sursaturée. (Ex. : Précipitation du calcaire dans l'eau saturée en carbonate de calcium).

Sous l'action de nombreux processus complexes, survenant à de faibles températures (T<200°C), le sédiment acquiert sa cohérence et forme la roche. L'ensemble de ces processus est regroupé sous le terme générique diagenèse (Figure1).

Les roches métamorphiques sont issues du métamorphisme d'une roche mère. Les roches mères peuvent être des roches ignées, des roches sédimentaires, et même des roches, déjà, métamorphiques. La roche communément appelée « marbre » est issue du métamorphisme, de l'une des roches sédimentaires chimiques les plus rencontrées, le calcaire.

Remarque : Le terme "marbre" est souvent improprement employé par les carriers : sont appelés "marbres " : toutes les roches pouvant être sciées et polies pour en faire des pierres décoratives. La définition adoptée par les géologues est différente ;
On ne peut appeler une roche « marbre », que les roches carbonatées métamorphisées, dont plus de 50% de leur composition minéralogique initiale, est : soit du carbonate de calcium ($CaCO_3$) et/ou de la dolomite [$CaMg(CO_3)_2$].

Le métamorphisme

Le métamorphisme est une transformation à l'état solide sous hautes températures (supérieures à celles qui président la diagenèse, mais sans formation de magma) et sous hautes pressions des constituants de la roche mère. Il existe plusieurs modes de métamorphisme :

*Le métamorphisme de contact : ce type de métamorphisme se produit dans la roche encaissante au contact de magmas intrusifs [Vaillancourt 2004]. (Exemple : échauffement lié à la remontée d'un pluton de granite). Dans ce cas, la température est le facteur principal responsable des transformations.

*Le métamorphisme d'enfouissement : résulte d'un enfoncement de la roche. Par conséquent, une augmentation 'limitée' de la température et de la pression s'opère. Ce type de métamorphisme se produit typiquement à la base des bassins de sédimentation [Vaillancourt 2004].
Le métamorphisme d'enfouissement a tendance à donner lieu à des roches métamorphiques massives (sans orientation et sans ségrégation¤ des minéraux), de texture¤ granoblastique¤. Le calcaire devient du marbre calcique, la dolomie du marbre dolomitique, le grès du quartzite... . Si les conditions de Pression et de Température sont plus importantes, on parle alors de métamorphisme régional.

*Le métamorphisme régional : intéresse de vastes zones de subduction¤ ou de collision¤. Ainsi, de grands volumes de roches sont progressivement enfouis ou entraînés en profondeur. Cela donne un métamorphisme de grande étendue ou régional. La pression augmente avec la profondeur, selon la masse volumique intégrée de la colonne sus-jacente. La température croit, selon le gradient thermique hautement dépendant du site géodynamique de 7°C/km dans les zones de subductions, à une centaine de degrés dans les chaînes de montagnes soumises à un étalement gravitaire.

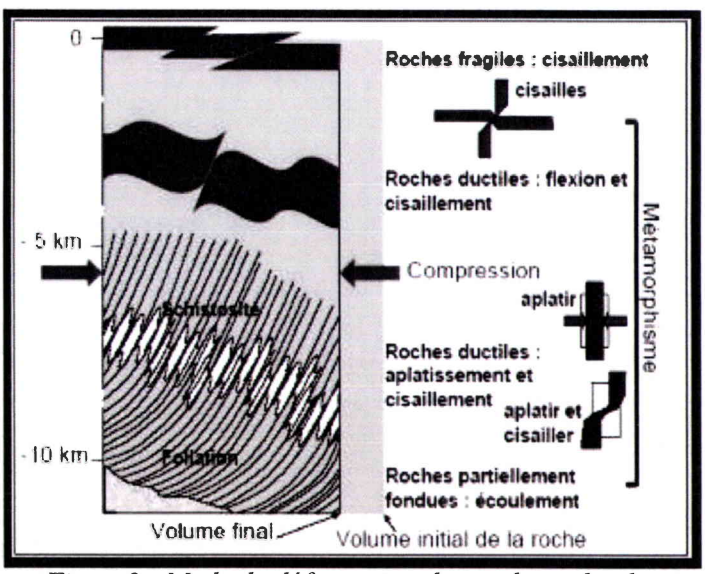


Figure2 : Mode de déformation des roches selon la profondeur. D'après [Vaillancourt 2004]

Ce type de métamorphisme est associé de près à une déformation importante de la roche, dont quelques caractéristiques, sont exposées dans la Figure2.
Le métamorphisme régional, également dit thermodynamique, est accompagné de compression et de déformation plastique. Il en résulte une réorganisation des minéraux constitutifs de la roche, mais aussi d'une orientation préférentielle des grains et une ségrégation des minéraux.

Les transformations métamorphiques, s'opèrent, pendant l'enfouissement des roches, ainsi lors de leur exhumation vers la surface. Depuis les années 70, les mécanismes d'enfouissements, à des profondeurs de l'ordre de 40-45km, par des processus de subduction et de collision, sont relativement bien compris [Platt 1986]. Les roches métamorphiques, formées durant les stades d'enfouissement, sont ensuite progressivement exhumées, pour être, retrouvées en surface aujourd'hui.

Cette exhumation des roches métamorphiques pose, d'ailleurs, des problèmes, dès lors qu'elles sont formées à des profondeurs atteignant, parfois, plus de cent kilomètres de profondeur [Mancktelow 1995, Pétrini et Podladchikov 2000]. L'exhumation des roches métamorphiques peut survenir durant les phases d'extension syn ou postorogénique. Ces phases d'extension sont généralement accompagnées par la formation de dôme métamorphique. Dans ce cas de figure, une ou plusieurs grandes zones de cisaillement, à l'échelle de la croûte, sont responsables de la majeure partie de l'exhumation de roches métamorphique. [Davis et al.1978; Crittenden et al. 1980, Platt, 1986, Wernicke 1992, Jolivet et Goffé 2000].

Trois mécanismes principaux permettent l'exhumation : l'érosion, l'amincissement ductile et les zones de cisaillement extensif. L'érosion participe à l'élimination de la surcharge. L'amincissement réduit la colonne de roches à exhumer par fluage latéral (*Figure3*). Au cours de la déformation ductile (*Figure2*), les roches acquièrent des anisotropies planaire (foliation¤) et linéaire (linéation¤) irréversibles, qui conditionnent leur comportement rhéologique ultérieur (*Figure2*).

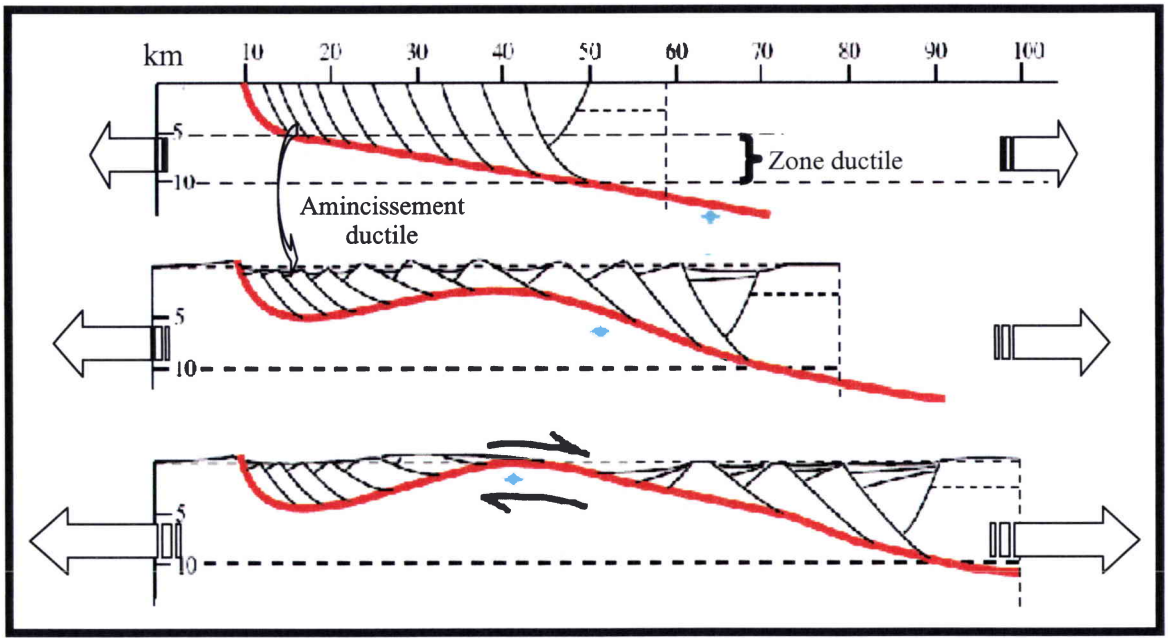


Figure3 : Modèle d'exhumation de roches métamorphiques profondes (point bleu) et de formation d'un dôme métamorphique (metamorphic core complex) par cisaillement extensif.
Étirement horizontal de la croûte dû à une extension post ou syn orogénique d'après [Spencer 1984].

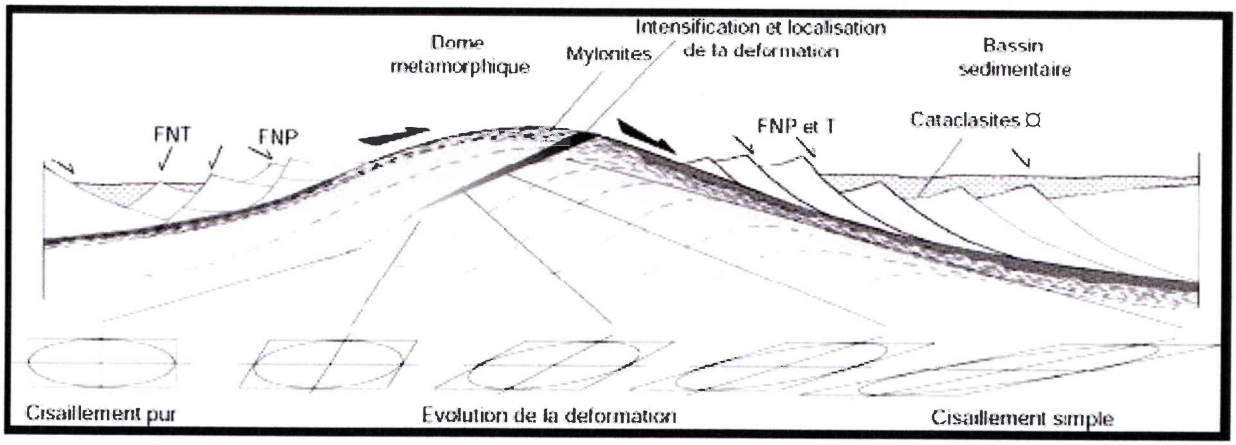


Figure4 : Évolution schématique de la déformation depuis le cœur d'un dôme métamorphique vers le détachement qui le coiffe. La déformation est plus faible en profondeur qu'au sommet du dôme. De plus, la déformation est d'autant plus rotationnelle que l'on s'approche de la zone de cisaillement. FNP : Failles Normales « Primaires », FNT : Failles Normales Tardives. Inspiré de [Lister et Davis 1989, Brun et Van Den Driessche 1994 et Famin 2004].

Il y a de nombreux exemples ou les failles normales (Figures 4,5) participent à l'exhumation des roches profondes, les Alpes [Selverstone 1985, Agard 2003] ou les cordillères Bétiques [Vissers et al 1995] .

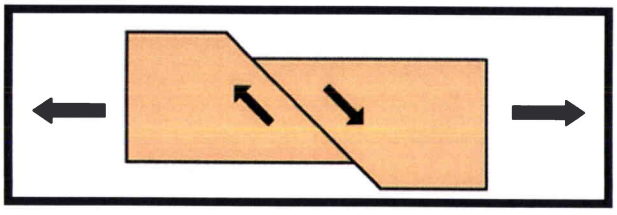


Figure5 : Vue en coupe d'une faille normale. Ce type de faille implique un mouvement extensif général.

Dans le cas du cycle de formation des marbres ; la première étape serait le dépôt de sédiments calcaires. Après superposition de plusieurs couches de sédiments, ces dernières sont enfouies. Le métamorphisme survient pendant l'enfouissement et l'exhumation.

Durant ces phases, la croûte subit différents gradients de température et de pression, et plusieurs déformations qu'on note (**D**«n»). L'indice « n » indique l'ordre chronologique. Toutes les sollicitations endurées par les roches (sédimentaires, ignées ou déjà métamorphiques) pendant le métamorphisme, donnent naissance à une variété de structure rocheuse ; schistosité, foliation et linéation (S«n», F«n», L«n»). **A ce propos, le Blanco de Macael est marqué par une anisotropie planaire induite par S2 et L2** [Augier 2004]

Suivant l'historique géologique (pression, température, temps, déformations, présence de fluide dans la roche sédimentaire pendant le métamorphisme, hétérogénéités…), les marbres peuvent être texturés ou sans orientation préférentielle, à grands ou petits grains, purs ou veinés, avec ou sans ségrégations des particules minérales…. Afin de comprendre l'influence de ces divers paramètres sur la microstructure induite, on explique dans ce qui suit les processus fondamentaux générant cette diversité.

Recristallisation et Influence des conditions géologiques sur la microstructure des marbres

Pendant tous les processus, décrits précédemment des transformations de la microstructure s'opèrent suite au processus de recristallisation [Drury 1990]. Les conditions de recristallisation, la nature et la variété des sédiments de départ pilotent l'architecture interne du marbre accompli (développement de la microstructure, distribution des tailles de grains, et orientation cristallographique préférentielle). La recristallisation influence même le comportement rhéologique du matériau [Bathurst 1975 cité par Drury 1990].

La connaissance, des mécanismes de recristallisation et de l'historique géologique associé, permet de comprendre le développement des cristallites des marbres calciques, pendant leurs formations [J.L Urai 1990]. En effet, la majorité des expériences de déformation sur les roches carbonatées [Turner 1954, Griggs 1960, Rutter et schmid 1975, Wenk et al 1986, Rowe et Rutter 1990, De Bresser 1991], ont pour but de déterminer les caractéristiques des mécanismes de déformation pour différentes conditions: de température, de pression, de déformation et de taille de grain. L'objectif étant d'extrapoler les résultats sur les conditions géologiques [Van der Pluijm 1991].

Plusieurs études visant à comprendre le développement et les mécanismes de recristallisation de la calcite, dans la croûte terrestre, ont été réalisées. A titre d'exemple, le lecteur peut se référer : aux travaux de Rutter (1974), (1995) , Shmid et al (1977), (1980), (1987), Bestmann (2000), (2005), et A.Barnhoorn (2005), décrivant le développement de la microstructure et de l'orientation cristallographique préférentielle induite par les mécanismes de déformation,

1.1.2.1 Principaux mécanismes de recristallisation

La recristallisation (ou la restauration) est dite dynamique si elle se produit pendant la déformation, et est statique, si elle s'opère en l'absence de déformation [F.J Humphreys et M. Hatherly 1995, J.L Urai 1990]. Notons que la grande majorité du processus de recristallisation dans la croûte terrestre est de nature dynamique, [J.L Urai 2001] puisque les plaques tectoniques sont toujours en mouvement.

Il existe deux mécanismes principaux dans la recristallisation, la rotation qui induit la formation de nouveaux joints de grains et la migration des joints de grains.

* Dans le mécanisme de recristallisation par rotation, la transformation prédominante produite est la formation de nouveaux joints de grains à grand angle par rotation des sous grains [Drury 1990]. Ce mécanisme consistant à réduire la taille de grain, a été fréquemment observé lors de la déformation naturelle de la calcite [Shmid et al 1980].

* Dans le mécanisme de migration des joints de grains, la transformation principale est la croissance des grains [Tullis and Yund 1982, Olgaard Evans 1988, et Covevy Crump 1997].

Ces mécanismes peuvent interagir et faire évoluer la microstructure dans le temps et dans l'espace d'une manière continue ou discontinue [Drury 1990, Humphreys et Hatherly 1995].

**La recristallisation discontinue* se produit dans un matériau déformé, la régénération de la microstructure se fait par formation de nouveaux grains qui consomment la microstructure déformée, jusqu'à ce que le matériau soit totalement recristallisé. Ce processus donne naissance à une distribution hétérogène des tailles et des formes de grains.

**La recristallisation continue* survient généralement dans le cas d'un matériau fortement déformé constitué de cellules fortement désorientées et des joints de grain à grand angle. Dés lors, la microstructure évolue d'une manière progressive et homogène vers une distribution équiaxe des grains.

Les différents mécanismes de recristallisation font évoluer la microstructure du matériau pour faire baisser le niveau d'énergie stockée. Cette énergie est emmagasinée suite aux déformations, aux gradients de température, aux joints de grains et au gradient chimique. La différence d'énergie entre deux zones de la microstructure, active les différents mécanismes.

Dans le cas de la plupart des marbres calciques (Carrare, Dionysos, marbre de Schneeberg…), ayant une exhumation post ou syn orogénique, le mécanisme de recristallisation **dynamique** prédominant, est la recristallisation par rotation [Rutter 1974, 1995, Shmid et al 1977, 1980, 1987, Bestmann 2000, 2005, et A.Barnhoorn 2005]. Par conséquent, les marbres 'calciques ou calcaires' consomment l'énergie de déformation emmagasinée lors des processus géologiques, par une réduction de la taille de grains.

A titre d'exemple quatre degrés de recristallisation ou de déformation ont été repérés par Van der Pluijm (1991) dans le complexe de Bancroft, suivant l'intensité de la déformation subie (et par conséquent le degré de recristallisation engendré), nous citons dans l'ordre croissant : **1-les protolites**, 2-les protomylonites, **3-les mylonites** et 4-les ultramylonites (voir figure6, 7 et 8 pour plus de détails). Les différents degrés on été aussi cités dans d'autres travaux [Rutter 2005, Ulrich et al 2005, Oesterling 2006, Bestmann 2000, Schenk 2005].

L'analyse de la microstructure du minéral (après évolution de la structure), permet ainsi de remonter l'historique de formation de certaines zones du continent. Le chemin inverse est aussi possible. Par exemple, les tailles de grains de calcite recristallisés, peuvent être utilisées comme indicateurs de l'intensité de contrainte différentielle subie [Twiss 1977, White 1979, Hacker et al 1990]. Suite aux observations effectuées sur un marbre de Carrare, qui a subi une réduction de taille de grain par rotation, Shmid et al (1980) ont obtenu une relation entre la taille de grain et la contrainte différentielle appliquée dans le complexe. Ces conclusions ont été réutilisées et confirmées par Van der Pluijm (1991,1994), dans l'étude des marbres de la zone de cisaillement de Bancroft (Canada).

Influence des conditions géologiques sur la microstructure des marbres

Les marbres accumulent un grand degré de déformation dans les zones de cisaillement (*Figure4*) [Schenk 2005, Bestmann et al 2000]. Chaque zone de cisaillement tardive est formée sous des conditions thermiques et tectoniques variables, mais enregistre les déformations tectoniques, et ce, même à basse pression et basse température [Bestmann 2000] . Les microstructures dans ces zones de cisaillement contiennent des informations capitales sur les mécanismes de la recristallisation.

Pour comprendre les liens entre l'historique géologique, les mécanismes de la recristallisation, et leurs effets sur le développement de la microstructure des marbres calciques, nous invitons le lecteur à la lecture des références suivantes [J.L.Urai 1990, Spalla 1990, Sölva 2005, Schenk 2005, Carlson et al 1990].

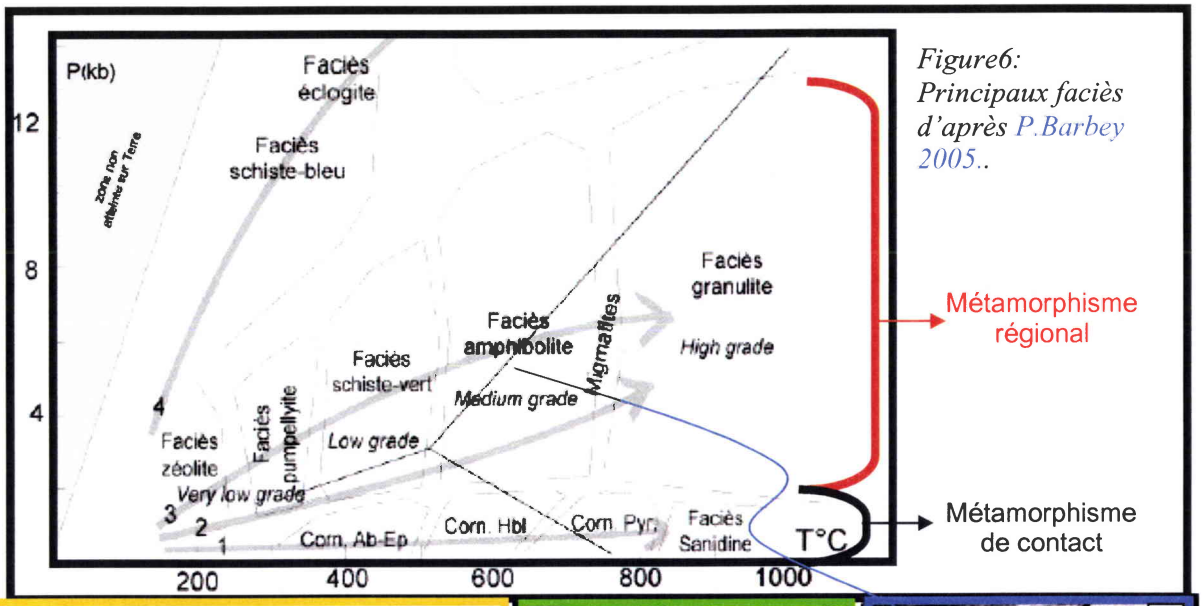


Figure6: Principaux faciès d'après P.Barbey 2005..

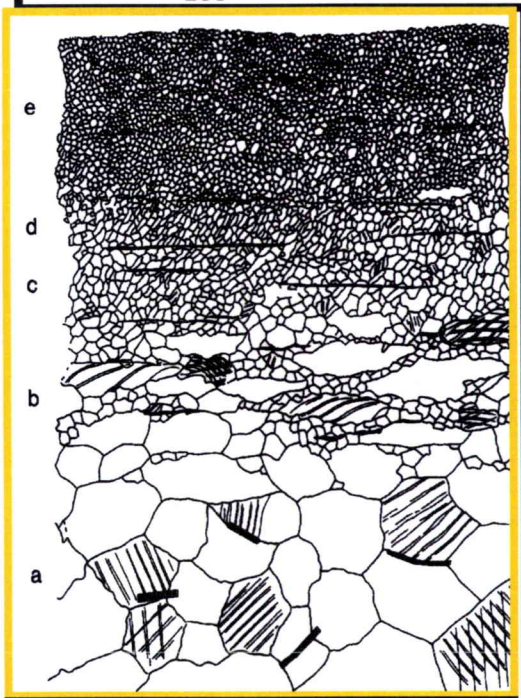


Figure8 : Croquis de la composition des microstructures montrant des positions relatives (a) protolite, (b) protomylonite,(c) mylonite grossier, (d) mylonite fin et (e) ultramylonite de la zone de cisaillement de Bancroft [Van der Pluijm 1991].

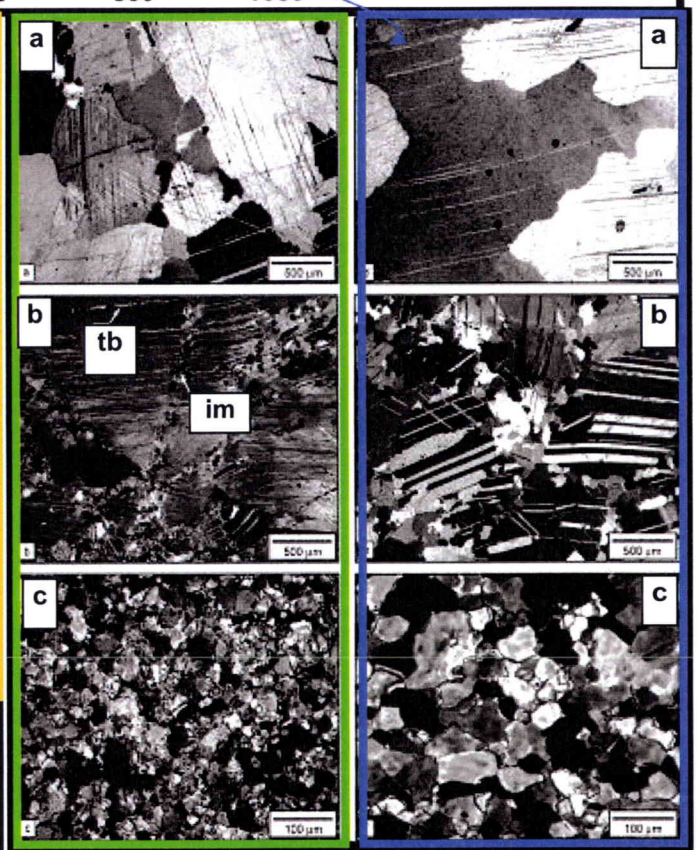


Figure7 : Micrographies optiques des échantillons de marbre de la région de Schneeberg ((a) - (c)) et du dôme de Naxos ((a') - (c')). [Schenk 2005].

La plupart des dômes exhumés, subissent une succession d'événements tectoniques conditionnant la recristallisation. **L'analyse de l'historique tectonique devient un moyen de détection des microstructures (et vice versa).**

La taille [Schenk 2005, Van der Pluijm 1991, Rutter 1995], les élongations (ou allongement ou élancement du grain) et l'aspect des grains, ainsi que les orientations cristallographiques et les macles [Turner et Griggs 1954, Lebensohn 1998, Bestmann 2005, Pieri 2000, Ferill et al 2004, Lacombe 2006, Rowe et Rutter 1990, Gonzales-Casado 2006] sont des indicateurs des niveaux de déformation, de température et de pression, subis, par les marbres calciques.
Le facteur temps étant très difficile à simuler (échelle de Million d'années), les données sont encore insuffisantes, à ce jour, pour le prendre en compte comme un indicateur. Néanmoins, quelques études prouvent la différence entre le temps de cristallisation de la dolomie (plus lente) et la calcite [Malaga Starzek 2005].

D'autres indicateurs permettent de remonter l'historique géologique comme les paragenèses¤. Dans le cas du sud de l'Espagne, des études basées sur l'interprétation des paragenèses ont permis d'approcher l'historique de métamorphisme du complexe Nevado-Fillabride (Figure9). Cependant, aucune étude ne lie l'historique géologique aux microstructures de calcite rencontrées dans les marbres du domaine. D'après les études citées ci-dessus, un lien entre l'historique géologique et la microstructure des marbres de Macael peut être établi. Nous exposons dans ce qui suit quelques données et références utiles au développement de ce lien.

Formation des marbres de la région de Macael

Si le socle de la péninsule ibérique (Espagne et Portugal)) est composée de roches carbonatées, cristallines et de schistes aujourd'hui, il y a 180 millions d'années, la région était submergée par les mers primitives, créant un important dépôt sédimentaire [Fabriès. J 1999].

Géologie régionale

La zone géologique d'où sont extraits les échantillons de marbre étudiés dans cette thèse, est dans le domaine Alborin de la zone Bétique (Figure9). Plus précisément la zone des marbres et des calcschistes de l'unité métamorphique de **Bedar-Macael** (Figure11) située dans le complexe Nevado-Filabride (Figure9, 11).

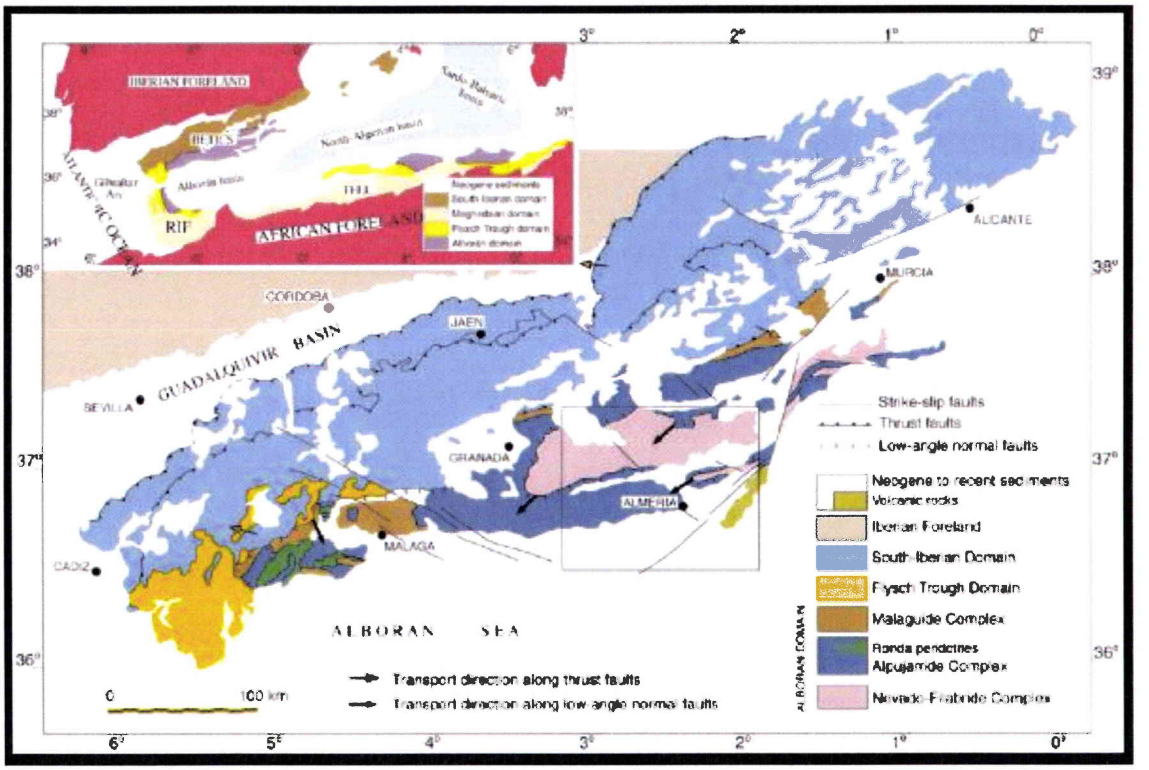


Figure9 : Carte tectonique du Bétique et des domaines tectoniques principaux autour de la méditerranée occidentale [Martínez-Martínez 2002]

La zone Bétique suscite, encore aujourd'hui, l'intérêt des géologues de par sa complexité tant sur le plan de l'historique tectonique qu'au niveau minéralogique [Comas 1999, Martínez-Martínez 2002, Alonso-Chaves 2004,Gideon Rosenbaum 2004, Augier 2004, Alonso Chaves 2004, Bakker 1989….].

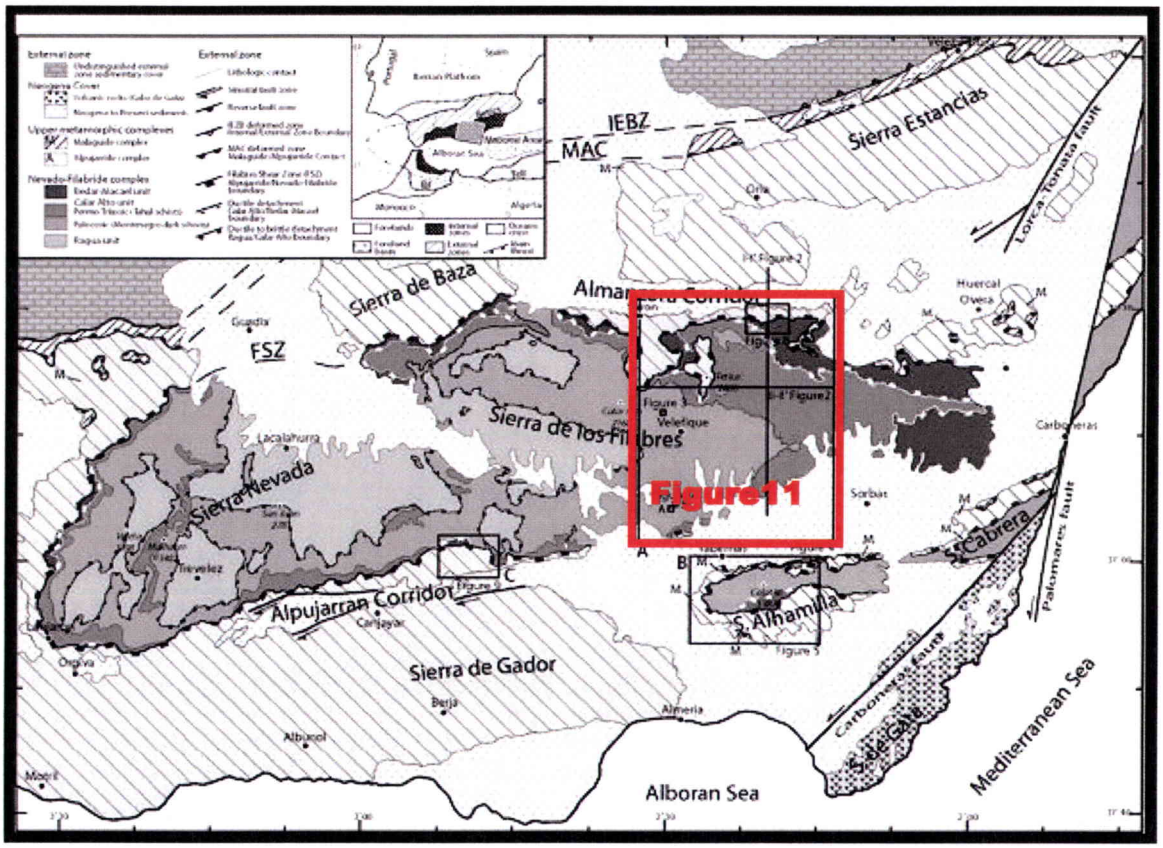


Figure10 : Carte géologique simplifiée du Bétique oriental interne montrant les unités métamorphiques, modifié, d'après [Vissers et al. 1995] et [Martínez-Martínez 2002].

Aujourd'hui, le complexe Nevado-Filabride forme des hauts topographiques, ces hauteurs sont composées de trois unités principales Ragua, Calar-Alto et Bedar-Macael [Martínez-Martínez 2002, Alonso-Chaves 2004] (Figure11).

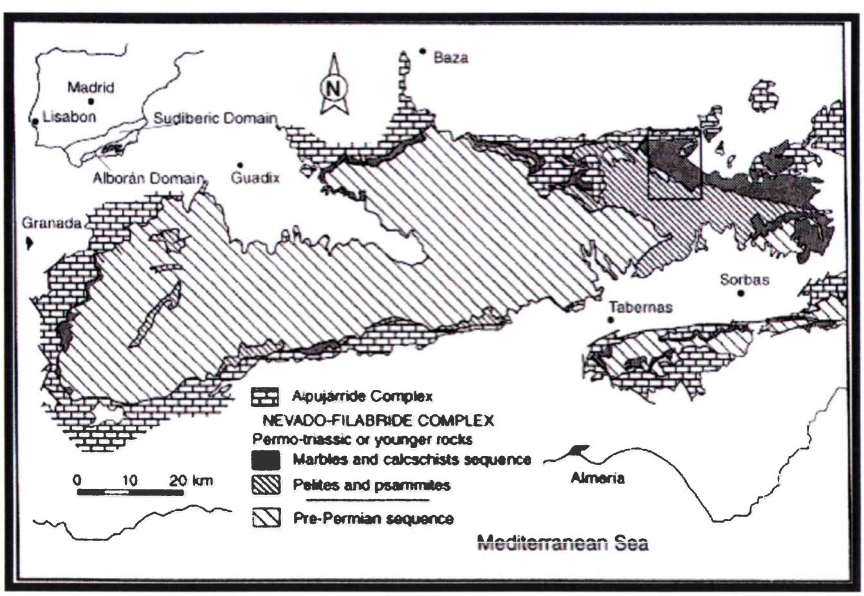


Figure11 :

Carte géologique du Nevado-Filabride complexe. Encadré la zone d'extraction des marbres(Macael-Cobdar)de l'unit é de Bedar-Macael [Lopez Sanchez-Vizcaino 1995]

Chacune de ces unités est formée d'une succession stratigraphique [Augier 2004, Martinez Martinez 2002].

Les travaux d'Augier retracent l'historique géologique de la zone concernée par notre étude. Des conclusions importantes quant aux déformations subies dans la zone des marbres peuvent être développées et par suite liées aux caractéristiques de la microstructure observées.

Conclusion :

Ces brèves explications et définitions, associées à des analyses in-situ sont utiles à l'établissement d'un lien direct entre la microstructure, comme elle a été décrite dans le manuscrit, et les événements géologiques. Pour l'instant, les seules conclusions qui peuvent être déduites des différentes études sont l'influence de la foliation S2 et de la linéation L2 [Augier 2004] sur l'apparition d'une anisotropie planaire du comportement mécanique du Blanco de Macael.

Glossaire géologie:

¤**Automorphe** : Se dit d'un minéral limité par des faces cristallines, par opposition aux minéraux de forme quelconque qui peuvent lui être associés dans une roche

¤**Cataclasis** : Zone de déformation par fracture, rotation et glissement par friction, donnant des fragments de taille variable et de forme généralement anguleuse. Ce phénomène s'opère aussi à l'échelle du laboratoire sur les grains de la roche.

¤**Calschiste** : Schiste essentiellement constitué de calcaire.

¤**Fabrique** : Mode et degré d'orientation préférentielle d'une masse de roche.

¤**Foliation** : Structure planaire pénétrative ou non d'une roche. Les surfaces héritées primaires, non métamorphique, sont nommés « S_0 » par opposition aux foliation secondaires (schistiosité, clivage) « Sn ». La foliation affecte la roche à l'échelle du complexe métamorphique (une dizaine de km).

¤**Granoblastique** : Texture des roches métamorphiques caractérisées par une mosaïque de cristaux de tailles sensiblement égales engrenés les uns dans les autres.

¤**Hercyniennes** : Relatives à un plissement de l'Ère Primaire, environ 350 MA. Initialement s'applique aux structures plissées ou faillées d'orientation NE-SW caractéristique du Harz allemand; se distinguent de la direction armoricaine NW-SE.

¤**Les marbres bréchés** : Marbres composés d'éléments anguleux de coloris divers réunis par ciment naturel.

¤**Les marbres concrétionnés** : Marbres comportant de grandes taches blanchâtres correspondant à la calcite sur un fond rouge du à la présence de fer.

¤**Les brocatelles** : Un aggloméré de coquilles en fragments.

¤**Les travertins** : Roches calcaires parsemées de trous, incluant des cavités, d'une qualité générale assez mauvaise.

¤**Linéation** : Structure linéaire pénétrative ou non d'une roche les lignes sont appelées « Ln ».

¤**Méta** : Le préfixe méta est adjoint au nom de la roche originelle indiquant sa nature métamorphique.

¤**Schistosité/Clivage** : Surface marquée par l'orientation préférentielle de minéraux morphologiquement anisotropes, résultant d'une déformation et d'une recristallisation. En géologie, le terme schistosité est appliqué aux roches dont le grain est visible à l'œil nu, alors que clivage concerne les roches à grain fin.

¤**Orogénèse** : Phase de formation de montagnes.

¤**Paragénèse** : Association stable de minéraux sous certaine condition de pression et de température.

¤**Pélite** : Roche composée de fines particules constituées de fines particules détritiques dont la taille est inférieure à 0,05 mm ou argileuses.

¤**Protolite** : Roche initiale des roches métamorphiques.

¤**Saccharoïdes** : Désigne une roche montrant des grains semblables au sucre cristallisé.

¤**Schiste** : roche métamorphique caractérisée par une schistosité pénétrative, définie par l'orientation préférentielle de minéraux morphologiquement anisotropes.

¤**Schiste vert** : roche métamorphique schistieuse dont la couleur verte est due à la présence de minéraux comme l'épidote.

¤**Texture** : En géologie la texture désigne les relations géométriques entre minéraux et les caractères interne des minéraux.

¤**Zone de subduction** : C'est une limite de plaques où les plaques lithosphériques sont en convergence, une plaque (généralement océanique) plongeant sous l'autre plaque (océanique ou continentale).

¤**Zone de collision** : La zone collision résulte de la convergence de deux lithosphères continentales. Elle se fait en général suite à une subduction et conduit à la formation d'une chaîne de montagnes (Alpes, Himalaya).