

# Analyse du comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien sous température : apport de la tomographie 3D aux rayons X

## Analysis of the mechanical behavior of Callovo-Oxfordian claystone under temperature: contribution of X-ray 3D tomography

Bahaa ABOU CHAKRA<sup>1,2,\*</sup>, Dragan GRGIC<sup>1</sup>, Audrey BONNELYE<sup>1</sup>, Christophe DE LESQUEN<sup>2</sup>, Tala AL ASSAAD<sup>1</sup>.

*1 Laboratoire GeoRessources, Université de Lorraine, Nancy, France*

*2 Andra, Chatenay Malabry, France*

*\* Auteur correspondant [bahaa.abou-chakra@univ-lorraine.fr](mailto:bahaa.abou-chakra@univ-lorraine.fr)*

**RESUME :** Cette étude examine l'effet de la température sur le comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien à travers des essais de compression triaxiale réalisés sous différentes pressions de confinement, sur des échantillons orientés parallèlement et perpendiculairement au plan de litage. Des observations *ante* et *post-mortem* ont été réalisées grâce à de l'imagerie en tomographie 3D aux rayons X. Les essais, conduits entre 20 et 90 °C avec une vitesse de chauffe de 10 °C/h, ont révélé une diminution de la résistance au pic à mesure que la température augmente pour l'orientation perpendiculaire (de -10 % à -20 %). Ce phénomène résulte de la surpression du fluide interstitiel induite par la différence de dilatation thermique entre l'eau et le squelette solide de l'argilite, matériau très peu perméable. Les résultats tomographiques mettent en évidence l'influence combinée de l'anisotropie, du confinement, de la température et de la succion sur les mécanismes de fissuration. Pour l'orientation perpendiculaire, la contrainte axiale tend globalement à refermer les fissures préexistantes ; toutefois, à 90 °C, un réseau fissural interconnecté apparaît. Pour l'orientation parallèle, la température n'induit pas le développement d'un réseau fissural supplémentaire et la rupture résulte de l'ouverture progressive des fissures préexistantes, déjà alignées selon la direction du plan de litage, sans que la température n'exerce d'influence significative sur ces mécanismes.

**ABSTRACT:** This study investigates the effect of temperature on the mechanical behavior of Callovo-Oxfordian claystone through triaxial compression tests performed under various confining pressures, on samples oriented both parallel and perpendicular to the bedding planes. Ante- and post-mortem observations were carried out using 3D X-ray tomography imaging. The experiments, conducted between 20 and 90 °C with a heating rate of 10 °C/h, revealed a decrease in peak strength with increasing temperature for the perpendicular orientation (from -10 % to -20 %). This phenomenon results from pore-fluid overpressure induced by the differential thermal expansion between water and the solid skeleton of the claystone, a material with very low permeability. Tomographic results highlight the combined influence of anisotropy, confinement, temperature and suction on the fracture mechanisms. For the perpendicular orientation, axial stress generally tends to close pre-existing microcracks; however, at 90 °C, an interconnected fracture network develops, mainly concentrated in the lower part of the specimens. For the parallel orientation, temperature does not induce the development of an additional crack network and the rupture results from the progressive opening of pre-existing cracks, already aligned according to the direction of the bedding plane, without temperature exerting a significant influence on these mechanisms.

**Mots-clés:** Argilite du COx ; température ; endommagement ; succion ; essais triaxiaux ; tomographie 3D aux rayons X.

### 1 INTRODUCTION ET CONTEXTE

L'argilite du Callovo-Oxfordien (COx), la roche hôte envisagée pour le stockage des déchets radioactifs de haute activité et de moyenne activité à vie longue en France (Projet Cigéo), est soumise à des processus couplés THM (Thermo-Hydro-Mécanique) liés à

l'excavation, aux variations de saturation et aux sollicitations thermiques des déchets exothermiques. L'évaluation de leur impact sur le comportement mécanique de la roche est essentielle pour garantir la sûreté et optimiser le dimensionnement du stockage.

Ces dernières années, diverses études sur le comportement THM de l'argilite du COx ont été

réalisées : des investigations *in situ* menées par l'Andra (Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs) et, en parallèle, des essais en laboratoire effectués par différents laboratoires de recherche, sous diverses conditions et méthodes expérimentales.

Bien que de nombreuses études en laboratoire aient porté sur le comportement thermo-mécanique du COx, les résultats expérimentaux demeurent marqués par une forte dispersion. Celle-ci peut s'expliquer par le faible nombre d'échantillons dans certaines études, par les différences de protocoles et de conditions expérimentales, mais aussi par l'origine géologique des carottes analysées. De plus, l'hétérogénéité naturelle du COx — minéralogie, porosité, microfissuration — ainsi que les endommagements induits par le carottage, les méthodes de conservation des échantillons et les variations du degré de saturation initial peuvent accentuer ces écarts, même lorsque les procédures d'essai sont identiques. Cette dispersion reste donc un aspect important à considérer lors de l'interprétation des résultats expérimentaux.

De plus, l'endommagement thermique de l'argilite du COx dépend du chemin de contrainte suivi, de l'orientation du matériau, du degré de saturation, des vitesses de chargement mécanique et thermique, ainsi que des conditions de couplage hydro-mécanique (drainées ou non drainées). Dans ce contexte, il apparaît nécessaire de mieux quantifier l'influence conjointe de ces paramètres sur le comportement mécanique du COx, afin d'améliorer la compréhension des mécanismes THM en jeu et de réduire ainsi la dispersion des résultats expérimentaux.

Dans cette optique, Zhang et al., (2014) ont mené des essais de micro-compression sur des éprouvettes orientés parallèlement au plan de litage, avec différentes humidités relatives et différentes températures et ont constaté que l'influence de l'humidité relative est supérieure à celle de la température. De plus, de manière générale, pour chaque température, la résistance à la rupture est plus élevée lorsque l'humidité relative est plus faible. Liu et al., (2019) ont réalisé des essais de décompression latérale à des températures allant de 20 °C à 90 °C et ont constaté que l'augmentation de la température induit une dégradation de la résistance et des paramètres élastiques de l'argilite du COx. Par ailleurs, les essais de décompression radiale et d'extension axiale réalisés par Zhang (2021) sur des échantillons cylindriques carottés perpendiculairement au plan de litage, sous des contraintes moyennes de 10 et 12.5 MPa et pour des températures allant de 20 °C à 90 °C, indiquent une diminution de la résistance à la rupture avec l'augmentation de la température.

Plus récemment, Gbewade et al., (2023) et Wang et al., (2026) ont réalisé des essais de compression en

cellule triaxiale avec mesures de déformation à différentes températures, pressions de confinement ( $P_c$ ) et orientations d'échantillons. Ces essais ont montré que, malgré une certaine dispersion des données, la température a généralement un effet négatif sur la résistance au pic de l'argilite du COx jusqu'à 100 °C. Cette diminution a été attribuée aux endommagements THM initiaux induits par le chauffage, qui deviennent plus marqués avec l'augmentation de la température.

Afin d'approfondir la compréhension des mécanismes thermo-mécaniques mis en jeu, de nouveaux essais sont requis. Ce travail a pour objectif de caractériser les propriétés mécaniques à court terme de l'argilite du COx en fonction de la température. Pour ce faire, des nouveaux essais de compression triaxiale ont été réalisés sous des conditions expérimentales strictement contrôlées, notamment en termes de degré de saturation et de conditions de drainage. La tomographie 3D aux rayons X est aussi utilisée pour caractériser et quantifier les variations volumétriques des fissures entre l'état initial (après carottage) et l'état final (après essai) des échantillons.

L'ensemble de cette démarche expérimentale intégrée permet d'analyser de manière cohérente l'effet de la température sur le comportement mécanique du COx, en reliant les réponses mécaniques macroscopiques à l'évolution de la morphologie du réseau de fissures et en identifiant les mécanismes de déformation dominants induits par les sollicitations thermo-mécaniques.

## 2 MATÉRIELS ET MÉTHODES

Les carottes étudiées proviennent de sections distinctes de deux forages horizontaux, OHZ8573 et OHZ3011, réalisés en dehors de la zone endommagée par l'excavation (EDZ) au niveau principal du laboratoire souterrain du Centre de Meuse/Haute-Marne, dans l'unité argileuse à une profondeur d'environ 490 m. Cette unité représente environ les deux tiers de l'épaisseur totale de la formation et se caractérise par la plus forte teneur en minéraux argileux, supérieure à 40 % en moyenne,  $30 \pm 12$  % de carbonates et  $25 \pm 8$  % de quartz (Lerouge et al., 2011; Wang et al., 2022). Les minéraux argileux sont principalement constitués d'illite, d'interstratifiés illite/smectite ordonnés, de kaolinite, de chlorite trioctaédrique riche en fer, avec des traces de biotite (Lerouge et al., 2011). Les carottes ont été conditionnées dans des cellules T1, un concept développé par l'Andra, afin de les préserver au mieux leur degré de saturation initiale et leur intégrité mécanique (Conil et al., 2018). Deux directions de

chargement ont été considérées : perpendiculaire et parallèle aux plans de litage. Les éprouvettes produites sont des cylindres d'une hauteur d'environ 40 mm et d'un diamètre de 20 mm (élanement 2), dimensions adaptées pour ce type de matériau à grain très fin.

Il a été démontré que les propriétés mécaniques de l'argilite du COx sont très sensibles à la saturation en eau, un comportement intrinsèquement lié à la nature des minéraux argileux (smectites) et que la microstructure est endommagée lors des processus de désaturation ou de resaturation en eau (Zhang et al., 2012; Auvray et al., 2015; Zhang, 2017; Liu et al., 2017; Conil et al., 2018; Grgic et al., 2023; Gbewade et al., 2023). Par conséquent, une attention particulière a été portée au cours de cette étude afin de minimiser les endommagements causés aux échantillons par la désaturation. Les échantillons carottés ont été immédiatement recouverts d'un film cellophane et conservés sous humidité contrôlée dans une cloche afin d'éviter que le degré de saturation initial ne descende en dessous de 90 %, limite fixée par l'Andra pour éviter un trop grand endommagement du matériau.

La caractérisation physique a été réalisée à partir de mesures effectuées sur les carottes. Les propriétés physiques présentées incluent la masse volumique humide ( $\rho_w$ )  $\approx 2.4 \text{ g/cm}^3$ , la masse volumique sèche ( $\rho_d$ )  $\approx 2.23 \text{ g/cm}^3$ , la masse volumique des grains ( $\rho_s$ )  $\approx 2.67 \text{ g/cm}^3$ , la porosité totale ( $n_t$ )  $\approx 17 \%$ , la teneur en eau naturelle ( $W_{nat}$ )  $\approx 7 \%$ , le degré de saturation ( $S_r$ )  $\approx 95 \%$  et la teneur en calcite ( $\text{CaCO}_3$ )  $\approx 18 \%$  pour le forage OHZ8573 et  $\approx 26 \%$  pour le forage OHZ3011.

Après le carottage et avant la phase d'instrumentation, les échantillons ont été scannés aux rayons X (radio 2D ou analyse 3D complète) afin de sélectionner les éprouvettes les moins endommagées et d'éviter ainsi les biais liés à des microfissures préexistantes. Les données de radiographie 2D sont ensuite reconstruites en 3D pour obtenir un volume numérique analysable via le logiciel VGStudio MAX (Volume Graphics GmbH). Les paramètres d'acquisition pour les scans étaient les suivants : 1440 projections, 3 images par projection, un temps d'exposition de 1000 ms par image, une tension de 120 kV et un courant de  $200 \mu\text{A}$ . La résolution des voxels était de  $20 \mu\text{m}$ , adaptée à la taille des éprouvettes utilisées.

Afin de mesurer les déformations des échantillons durant l'essai, des jauges de déformations ont été collées sur les éprouvettes cylindriques. Considérant que l'argilite du COx est un matériau isotrope transverse, le cadre de référence ( $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  et  $\epsilon_{33}$ ) est défini dans la Figure 1 pour un échantillon cylindrique, le plan (1,2) étant le plan de litage. Pour chaque

déformation principale, deux jauges de déformation, placées face à face sur l'échantillon cylindrique, sont collées (avec une résine époxy) sur la surface de l'échantillon à mi-hauteur (les valeurs mesurées sur deux faces opposées sont moyennées). Pour les échantillons carottés perpendiculairement au plan de litage (angle  $\theta = 0^\circ$ ) (Figure 1a), une déformation axiale  $\epsilon_{33}$  et une déformation latérale  $\epsilon_{11}$  sont mesurées, tandis qu'une déformation axiale  $\epsilon_{11}$  et deux déformations latérales  $\epsilon_{22}$  et  $\epsilon_{33}$  sont mesurées pour les échantillons carottés parallèlement au plan de litage (angle  $\theta = 90^\circ$ ) (Figure 1b). La déformation volumique est calculée à partir de ces déformations  $\epsilon_v = \epsilon_{33} + 2 \times \epsilon_{11}$  pour l'orientation perpendiculaire et  $\epsilon_v = \epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33}$  pour l'orientation parallèle. La convention adoptée considère les compressions comme positives pour les contraintes et les déformations.

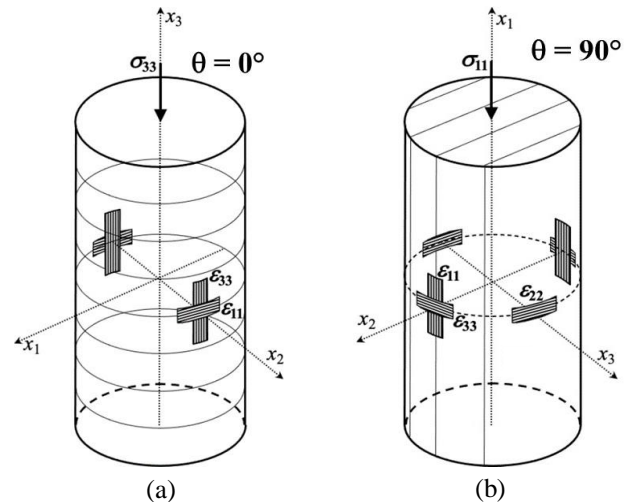


Figure 1. Disposition des jauges de déformation et système de coordonnées pour les deux orientations des éprouvettes cylindriques d'argilite du COx – (a) perpendiculaire au plan de litage ; (b) parallèle au plan de litage.

Après l'instrumentation de l'échantillon, la cellule triaxiale est hermétiquement scellée et immergée dans un bac en acier inoxydable rempli d'huile synthétique pour le contrôle de la température. Le montage expérimental est illustré à la Figure 2.

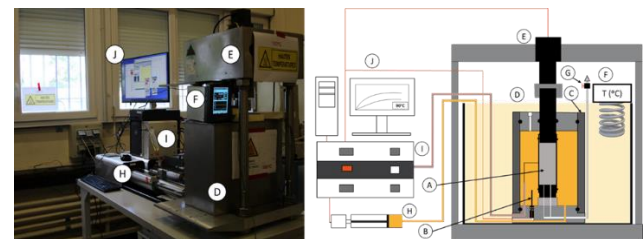


Figure 2. Croquis et photo du dispositif expérimental : (a) Échantillon ; (b) Thermocouple ; (c) Cellule ; (d) Bac en inox ; (e) Presse mécanique ; (f) Résistance chauffante ; (g) Valve de drainage ; (h) Pompe à huile ; (i) Système d'acquisition ; et (j) Contrôleur de presse et de pompe.

Pour cette étude, quatre températures ont été testées : 20, 45, 70 et 90 °C, correspondant aux plages de température attendues dans la roche hôte pour le projet français de stockage des déchets radioactifs. De plus, la température la plus élevée reste suffisamment basse pour limiter l'évaporation de l'eau interstitielle. Les premiers essais ont été réalisés à température ambiante ( $\approx 20$  °C) afin de caractériser la réponse de base de l'argilite du COx. Quatre pressions de confinement ont été considérées : 0.5, 4, 8 et 12 MPa. Deux orientations ont été considérées : parallèle et perpendiculaire au plan de litage. La même procédure expérimentale (Figure 3) est suivie pour chaque échantillon testé :

- Application d'une contrainte hydrostatique (pression de confinement) à une vitesse de  $1 \times 10^{-3}$  MPa/s, suffisamment lente pour limiter les surpressions interstitielles et garantir les conditions les mieux drainées possible. La pression de confinement appliquée est ensuite maintenue constante pendant tout l'essai ;
- Application de la température (pour les essais à températures supérieures de 20 °C) à l'aide d'un thermoplongeur, avec une rampe rapide de 10 °C/h afin de générer des conditions non drainées et des surpressions interstitielles, correspondant aux conditions *in situ*. Bien que les valves de drainage restent ouvertes durant toute la procédure, la condition de chauffage est considérée comme non drainée en raison de la très faible perméabilité de l'argilite et de la vitesse de chauffe élevée. Il convient aussi de souligner que le thermocouple placé à l'intérieur de la cellule (Figure 2b) mesure la température de l'huile de confinement et non celle de l'échantillon (Figure 2a). Par conséquent, il n'est pas possible de vérifier directement si la température est uniforme au sein de l'échantillon.
- Après chauffage à la température requise (45, 70 ou 90 °C), celle-ci est maintenue constante pendant une durée de 14 à 16 heures. Ce temps d'attente permet que la température s'équilibre à l'intérieur de l'éprouvette (Souley et al., 2026) et que les surpressions interstitielles en son sein se dissipent par les valves de drainage (Figure 2g) avant l'application de la contrainte déviatorique.
- Application du chargement déviatorique à une vitesse constante de 0.04  $\mu\text{m/s}$  ( $10^{-6}$  s $^{-1}$  compte tenu de la hauteur de l'échantillon) avec des cycles de chargement-déchargement tous les 4 MPa et une phase de relaxation de 15 minutes avant chaque déchargement afin de permettre de dissiper les effets visqueux dans tout l'échantillon, facilitant ainsi le calcul des modules élastiques.

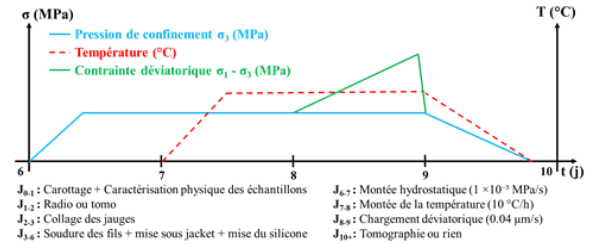


Figure 3. Chemins de contraintes et de la température au cours des essais.

Après rupture, l'échantillon est retiré de sa membrane en Viton et les jauges sont enlevées, puis recouvert d'un film plastique et de cellophane, avant d'être placé dans un pilulier en plastique afin de minimiser tout contact avec l'environnement extérieur. Un second scan de tomographie aux rayons X est ensuite réalisé à l'état final (après essai).

Compte tenu de la très faible perméabilité des argilites, de la longueur de drainage relativement courte (38 – 42 mm) et des résultats de Liu et al. (2019), la vitesse de déformation choisie ( $10^{-6}$  s $^{-1}$ ) est considérée comme suffisamment lente pour assurer un drainage satisfaisant. Ainsi, tous les essais ont été réalisés en conditions "quasi-drainées".

### 3 INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE SUR LE COMPORTEMENT MÉCANIQUE

Les résistances au pic sont déterminées à partir des courbes contrainte-déformation (non représentées ici) issues de 99 essais de compression triaxiale réalisés pour différentes orientations, pressions de confinement et températures.

La Figure 4 présente l'évolution de la contrainte déviatorique au pic (résistance au pic) en fonction de la température pour les orientations parallèle et perpendiculaire et pour l'ensemble des pressions de confinement (0.5, 4, 8 et 12 MPa), avec des courbes de tendance polynomiales d'ordre 3 pour modéliser la l'évolution des données. Pour chaque température, au minimum deux essais de compression triaxiale ont été réalisés sous des pressions de confinement de 4, 8 et 12 MPa. Un seul essai a été réalisé sous une pression de confinement de 0.5 MPa pour les essais à températures supérieures de 20 °C, jusqu'à présent.

Pour l'orientation perpendiculaire au plan de litage, la résistance au pic diminue globalement avec l'augmentation de la température, pour les pressions de confinement 4, 8 et 12 MPa, de l'ordre de 16 % à 21 % à T = 90 °C (Figure 4a). L'influence de la pression de confinement est clairement observée : une augmentation de cette pression entraîne une augmentation progressive de la résistance au pic.

Pour l'orientation parallèle au plan de litage, l'effet de la température sur la résistance au pic demeure

négligeable pour toutes les pressions de confinement (Figure 4b). Par ailleurs, l'influence de la pression de confinement est également visible.

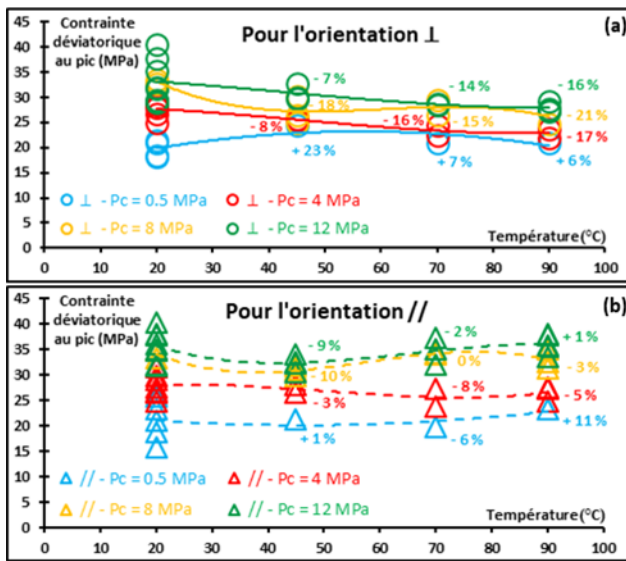


Figure 4. Evolution de la contrainte déviatorique au pic en fonction de la température (20, 45, 70 et 90 °C) pour différentes pressions de confinement (0.5, 4, 8 et 12 MPa) et orientations – (a) Perpendiculaire ; (b) Parallèle.

La diminution de la résistance avec l'augmentation de la température pour l'orientation perpendiculaire ne suit pas une évolution linéaire. Cela a déjà été observé dans la littérature (Gebwade et al., 2023 ; Wang et al., 2026). Cette tendance peut être liée à la plage limitée de températures étudiée et à l'hétérogénéité intrinsèque du matériau, rendant l'interprétation de ce comportement délicate.

L'anisotropie mécanique du matériau est clairement observée à des températures élevées (45, 70 et 90 °C) : les échantillons orientés parallèlement au litage présentent des résistances au pic plus élevées que ceux perpendiculaires, alors que l'inverse est généralement observé pour les argilites non chauffées. Selon Zhang et al., (2012), ce phénomène est probablement lié à l'effet de succion associé à la désaturation des échantillons au cours de l'essai, cet effet étant d'autant plus grand que la température s'élève. Avec les effets de confinement induits par la succion, une contrainte normale supplémentaire s'exercerait ainsi sur les plans de litage, rendant la rupture plus difficile et entraînant ainsi une augmentation de la résistance mécanique pour l'orientation parallèle. Pour l'orientation perpendiculaire, la succion agirait essentiellement comme une contrainte axiale supplémentaire sans influence notable sur le confinement, n'affectant donc pas significativement la résistance au pic. C'est pour cette raison que l'impact de la température est plus marqué pour cette orientation.

L'augmentation de la température dans un milieu poreux peu perméable, tel que le COx, engendre une surpression de fluide poral, essentiellement liée à la différence de coefficient de dilatation thermique de l'eau porale ( $2.6 \times 10^{-4} \text{ (}^\circ\text{C)}^{-1}$  à 25 °C et  $5.8 \times 10^{-4} \text{ (}^\circ\text{C)}^{-1}$  à 80 °C) et du squelette solide des argilites ( $2.6 \times 10^{-5} \text{ (}^\circ\text{C)}^{-1}$  à 25 °C et  $11 \times 10^{-5} \text{ (}^\circ\text{C)}^{-1}$  à 80 °C) (Mohajerani, 2011; Zhang et al., 2017). Une vitesse de chauffage initial élevée (10 °C/h) a été volontairement choisie afin de simuler les conditions in situ non drainées. Ainsi, compte tenu de la très faible perméabilité de l'argilite, une surpression importante de l'eau interstitielle (due à la dilatation thermique de l'eau) devrait être produite. L'objectif étant d'analyser l'endommagement par micro-fissuration induit par cette surpression interstitielle. A noter que cette surpression a probablement eu le temps de se dissiper durant le temps d'attente de 14–16 heures imposé à chaque échantillon avant le chargement déviatorique.

De plus, les argilites du COx peuvent être considérées comme un matériau composite constitué d'une matrice argileuse au sein de laquelle les carbonates et le quartz se présentent sous la forme d'inclusions. Ces solides ont des propriétés thermo-mécaniques différentes, en particulier leur coefficient de dilatation thermique (Belmokhtar, 2017). Alors que les coefficients de dilatation thermique de l'argile et du quartz sont proches ( $\alpha_s = 3.4 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ), ceux de la calcite et du feldspath sont de deux à trois fois plus faibles ( $\alpha_s = 1.38 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) (Belmokhtar, 2017). Ces différences peuvent, intrinsèquement, entraîner un endommagement par décollement/cisaillement localisé principalement à l'interface entre les cristaux de calcite et la matrice argileuse qui, in fine, altère les propriétés mécaniques de la roche.

#### 4 OBSERVATIONS TOMOGRAPHIQUES

La Figure 5 met en évidence deux échantillons (20 °C et 90 °C) carottés perpendiculairement au plan de litage et cisailés sous un confinement de 12 MPa.

A l'état initial, l'échantillon à 20 °C présente des fissures issues du carottage, majoritairement parallèles aux plans de litage, traduisant l'anisotropie transverse de l'argilite du COx et le rôle de ces plans comme zones de faiblesse. Après sollicitation mécanique, une fracture macroscopique inclinée d'environ 45° se développe, dans la partie supérieure de l'échantillon, ce qui correspond à l'angle de cisaillement attendu dans ce type de matériau argileux sous confinement. De nombreuses fissures initiales tendent à se refermer sous l'effet combiné de la contrainte axiale et du confinement, tandis que certaines fissures inclinées préexistantes favorisent la concentration des

contraintes et la coalescence de ces fissures jusqu'à la fracture de rupture macroscopique finale. Ces observations sont confirmées par l'analyse quantitative, la Figure 6, qui met en évidence une variation négligeable du volume global de toutes ces fissures (2.1 % → 1.9 %) : la diminution du volume des fissures initiales est compensée par l'apparition du volume de la fracture de rupture macroscopique.

À l'état initial, l'échantillon à 90 °C présente très peu de microfissures issues du carottage, représentant un volume négligeable (0.1 %). Il est important de noter que cet échantillon a été carotté avec un autre carottier induisant probablement moins de fissures initiales. Celles-ci n'auront pas d'impact sur la suite de l'essai. Après chauffage, une fracture macroscopique verticale ( $\approx 90^\circ$ ) se développe, accompagnée d'une forte augmentation du volume de fissures (0.1 % → 3.9 %), correspondant à l'apparition des fractures de rupture macroscopique. La tomographie met en évidence un réseau de fractures interconnectées, particulièrement dense dans la partie inférieure de l'échantillon, identifiée comme la zone principale de localisation des déformations et de propagation des fractures, probablement accentuée par l'effet de bord et un gradient thermique plus élevé. La fracture principale se propage préférentiellement dans la matrice, à proximité de zones riches en inclusions, où des concentrations de contraintes favorisent l'initiation et la coalescence des fissures, comme également rapporté par Shi et al., (2021).

Ces résultats indiquent que, pour l'orientation perpendiculaire au plan de litage, la température favorise la génération d'un réseau fissural supplémentaire, avec des orientations particulières, ce qui expliquerait en partie l'influence modérée mais perceptible de ce paramètre sur la résistance au pic observée pour cette orientation (Figure 4a).

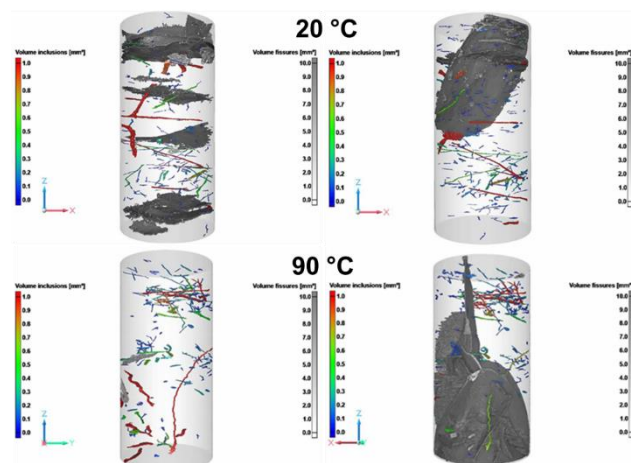


Figure 5. Scan tomographie 3D de deux échantillons orientés perpendiculairement au plan de litage, avant essai (à gauche) et après essai (à droite), sous  $P_c = 12$  MPa, à  $T = 20$  °C en haut et  $T = 90$  °C en bas.

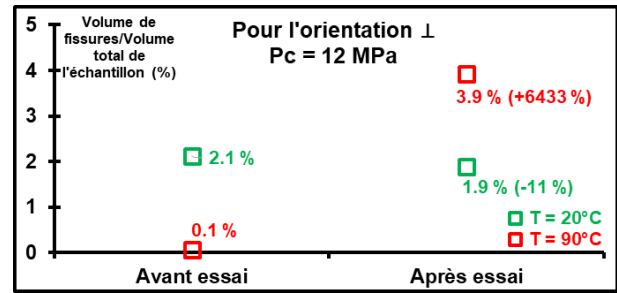


Figure 6. Comparaison de volume de fissures avant et après essai pour les échantillons orientés perpendiculairement au plan de litage, sous  $P_c = 12$  MPa et deux températures différentes :  $T = 20$  °C → vert ;  $T = 90$  °C → rouge.

La Figure 7 met en évidence deux échantillons (20 °C et 90 °C) carottés parallèlement au plan de litage et cisailés sous un confinement de 12 MPa.

À l'état initial, l'échantillon à 20 °C présente des fissures issues du carottage, majoritairement parallèles aux plans de litage. Après la sollicitation mécanique, une fracture de rupture inclinée d'environ  $60^\circ$  se développe par rapport à l'horizontale, un angle cohérent avec les mécanismes de cisaillement attendus dans ces conditions. Toutefois, contrairement à l'échantillon carotté perpendiculairement au litage et testé à température ambiante, une augmentation notable du volume de fissures est observée après essai (1.6 % → 2.7 %) (Figure 8). Cette évolution résulte cette fois-ci de l'ouverture progressive des fissures préexistantes, déjà alignées selon la direction du plan de litage (parallèle dans cette configuration à la contrainte principale majeure), combinée à la création de la fracture principale de rupture macroscopique. De plus, les fissures initiales présentant une certaine inclinaison par rapport au litage semblent avoir joué un rôle d'amorce, constituant des zones privilégiées de localisation des déformations et facilitant la propagation et la coalescence de la fracture macroscopique.

À l'état initial, l'échantillon à 90 °C présente plus de microfissures issues du carottage, représentant un volume de 2.7 %. Après chauffage, les observations tomographiques mettent en évidence la formation d'une fracture macroscopique de rupture orientée diagonalement, selon un angle proche de  $60^\circ$  par rapport à l'horizontale, ce qui correspond à l'angle de cisaillement attendu dans ce type de matériau argileux. Cette rupture s'accompagne d'une augmentation notable du volume de fissures (2.7 % → 4.4 %). Les fissures initiales préexistantes conservent globalement leur morphologie d'origine et semblent ne pas avoir fortement influencé la trajectoire de la fracture principale. Cette dernière adopte une géométrie en « Y » inversé, où une partie du réseau initial est restée

isolée, tandis qu'une autre portion s'est connectée à la nouvelle fracture de cisaillement formée à proximité.

Ces résultats montrent que, pour l'orientation parallèle au plan de litage, et compte tenu de la résolution de l'imagerie tomographique utilisée (20  $\mu\text{m}$ ), l'augmentation de la température n'induit pas le développement d'un réseau fissural supplémentaire au sein des échantillons, ce qui explique en partie l'absence d'influence de ce paramètre sur la résistance au pic pour cette orientation (Figure 4b).

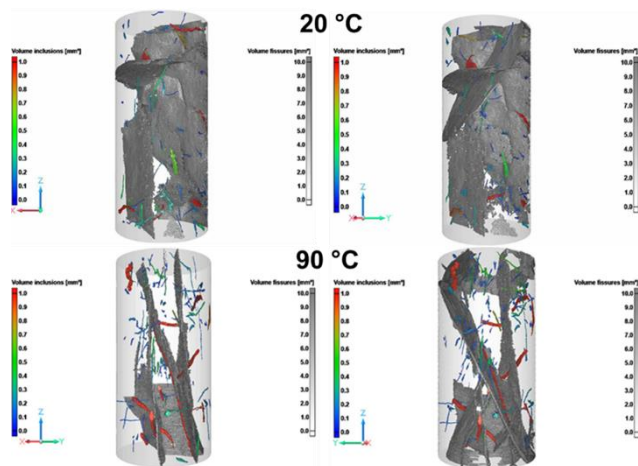


Figure 7. Scan tomographie 3D de deux échantillons orientés parallèlement au plan de litage, avant essai (à gauche) et après essai (à droite), sous  $P_c = 12 \text{ MPa}$ , à  $T = 20 \text{ °C}$  en haut et  $T = 90 \text{ °C}$  en bas.

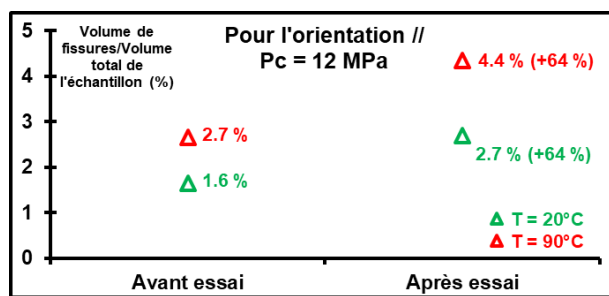


Figure 8. Comparaison de volume de fissures avant et après essai pour les échantillons orientés parallèlement au plan de litage, sous  $P_c = 12 \text{ MPa}$  et deux températures différentes :  $T = 20 \text{ °C} \rightarrow$  vert et  $T = 90 \text{ °C} \rightarrow$  rouge.

## 5 CONCLUSIONS

Les expériences ont révélé une diminution de la résistance au pic de l'argilite du COx avec l'augmentation de la température pour l'orientation perpendiculaire, tandis qu'aucune influence significative de la température n'est observée pour l'orientation parallèle. La phase initiale de chauffage a généré une surpression de l'eau interstitielle (due à la dilatation thermique), qui a probablement impacté négativement la résistance au pic de l'argilite du COx

pour l'orientation perpendiculaire. Cet endommagement THM initial est d'autant plus important que la température est élevée. Pour l'orientation parallèle, l'effet de la succion, lié à la désaturation des échantillons après essai, masque l'influence de la température, ce qui explique l'absence d'impact de ce paramètre sur la résistance au pic. L'effet de la pression de confinement est également significatif : lorsque celle-ci augmente, la résistance au pic s'accroît, confirmant que le confinement renforce la capacité du matériau à résister à la déformation.

Les résultats tomographiques mettent en évidence l'influence combinée de l'anisotropie, du confinement et de la température sur les mécanismes de fissuration. Pour l'orientation perpendiculaire au plan de litage, la contrainte axiale tend globalement à refermer les fissures préexistantes ; toutefois, à  $90 \text{ °C}$ , un réseau fissural interconnecté apparaît, principalement concentré dans la partie inférieure des échantillons, en lien avec des effets de bord et la présence d'inclusions. Pour l'orientation parallèle, au contraire, la température n'induit pas le développement d'un réseau fissural supplémentaire. La rupture résulte de l'ouverture progressive des fissures préexistantes, déjà alignées selon la direction du plan de litage. La température ne semble pas influencer les mécanismes de déformation au sein des échantillons pour cette orientation.

Ces résultats ont permis d'analyser l'effet de la température sur le comportement THM du COx, en reliant les réponses mécaniques macroscopiques à l'évolution de la morphologie du réseau de fissures. Ils mettent également en évidence le rôle central de l'anisotropie structurale (orientation par rapport au litage) dans le contrôle des processus de fissuration thermo-mécanique du COx et soulignent l'importance du contrôle rigoureux des conditions expérimentales (notamment le contrôle de la succion) dans la prévision du comportement à long terme de cette roche hôte.

## 6 REMERCIEMENTS

Cette étude a été financée par l'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs, dans le cadre de sa mission de développement et de mise en œuvre de solutions pour la gestion à long terme des déchets radioactifs en France. Les expériences présentées dans cette étude ont été réalisées avec les dispositifs expérimentaux disponibles sur la plateforme expérimentale HydroGéoMécanique multi-échelles - laboratoire GeoRessources - Université de Lorraine - CNRS.

## 7 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Auvray, C., Arnold, G. et Armand, G. (2015). Experimental Study of Elastic Properties of Different Constituents of Partially Saturated Argillite Using Nano-Indentation Tests. *Engineering Geology*. pp. 61-70. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2015.02.010>
- Belmokhtar, M. (2017). Contributions à l'étude du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien (France) et de l'argile à Opalinus (Suisse). Thèse de doctorat, Université Paris-Est. <https://pastel.hal.science/tel-01630492>
- Conil, N., Talandier, J., Djizanne, H. N., de La Vaissière, R., Righini-Waz, C., Auvray, C., Morlot, C. et Armand, G. (2018). How Rock Samples Can Be Representative of in Situ Condition: A Case Study of Callovo-Oxfordian Claystones. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. pp. 613-623. <https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2018.02.004>
- Gbewade, C., Grgic, D., Giraud, A., et Schoumacker, L. (2023). Experimental Study of the Effect of Temperature on the Mechanical Properties of the Callovo-Oxfordian Claystone. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, pp. 1-22. <https://doi.org/10.1007/s00603-023-03630-7>
- Grgic, D., Moumni, M., Giraud, A., De La Vaissière, R. et Talandier, J. (2023). Water Permeability Measurements by Steady-State and Pulse Decay Methods on the Callovo-Oxfordian Claystone and Impact on Its Mechanical Properties. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, <https://doi.org/10.1007/s00603-023-03340-0>
- Lerouge, C., Grangeon, S., Gaucher, E. C., Tournassat, C., Agrinier, P., Guerrot, C., Widory, D., Fléhoc, C., Wille, G., Ramboz, C., Vinsot, A. et Buschaert, S. (2011). Mineralogical and Isotopic Record of Biotic and Abiotic Diagenesis of the Callovian-Oxfordian Clayey Formation of Bure (France). *Geochimica et Cosmochimica Acta*. pp. 2633-63. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2011.02.025>
- Liu, Z., Shao, J., Xie, S. Y., Conil, N. et Talandier, J. (2019). Mechanical Behavior of Claystone in Lateral Decompression Test and Thermal Effect. *Rock Mechanics and Rock Engineering*. <https://doi.org/10.1007/s00603-018-1573-3>
- Liu, Z., Shao, J. et Xu, Y. (2017). Water Saturation Induced Strength Degradation of Callovo-Oxfordian Claystone. *Bifurcation and Degradation of Geomaterials with Engineering Applications, Geomechanics and Geoengineering*. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-56397-8\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-56397-8_2)
- Mohajerani, M. (2011). Etude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien. Thèse de doctorat, Université Paris-Est. <https://pastel.hal.science/pastel-00647890>
- Shi, H. L., Hosdez, J., Rougelot, T., Xie, S. Y., Shao, J. F. et Talandier, J. (2021). Analysis of Local Creep Strain Field and Cracking Process in Claystone by X-Ray Micro-Tomography and Digital Volume Correlation. *Rock Mechanics and Rock Engineering*. pp. 1937-52. <https://doi.org/10.1007/s00603-021-02375-5>
- Souley, M., De Lesquen, C., Vu, M. N. et Armand, G. (2026). Advanced Thermo-Hydro-Mechanical Modelling of Callovo-Oxfordian Claystone: Temperature Effects and Multi-Scale Applications for Geological Disposal Safety. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*. Volume 199. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2026.106397>
- Wang, C., Talandier, J. et Skoczylas, F. (2022). Swelling and Fluid Transport of Re-Sealed Callovo-Oxfordian Claystone. *Rock Mechanics and Rock Engineering*. pp. 1143-58. <https://doi.org/10.1007/s00603-021-02708-4>
- Wang, C., Xie, S., Shao, J. F., Vu, M. N. et De Lesquen, C. (2026). On the Thermal Effects of Mechanical Behavior in the Callovo-Oxfordian Claystone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2025.106367>
- Zhang, C. L. (2017). Examination of Effective Stress in Clay Rock. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. pp. 479-89. <https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2016.07.008>
- Zhang, C. L., Conil, N. et Armand, G. (2017). Thermal Effects on Clay Rocks for Deep Disposal of High-Level Radioactive Waste. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. pp. 463-78. <https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2016.08.006>
- Zhang, F., Hu, D. W., Xie, S. Y., et Shao, J. F. (2014). Influences of Temperature and Water Content on Mechanical Property of Argillite. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. pp. 173-89. <https://doi.org/10.1080/19648189.2013.852485>
- Zhang, F., Xie, S. Y., Hu, D. W., Shao, J. F. et Gatmiri, B. (2012). Effect of Water Content and Structural Anisotropy on Mechanical Property of Claystone. *Applied Clay Science*. pp. 79-86. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.09.024>
- Zhang, W. (2021). Contribution à l'étude expérimentale du comportement mécanique des argilites du Callovo-Oxfordien : effets du chemin de chargement et de la température. Thèse de doctorat, Université de Lille. <https://theses.fr/2021LILUN037>