

# Investigation expérimentale de déformations plastiques lors du déconfinement : l'interaction entre les chargements mécaniques et thermiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien

## Experimental investigation of plastic deformations during deconfinement: the interaction between mechanical and thermal loading of the Callovo-Oxfordian claystone

Junfeng REN<sup>1</sup>, Philipp BRAUN<sup>1\*</sup>, Carlos PLUA<sup>2</sup>, Minh Ngoc VU<sup>2</sup>, Gilles ARMAND<sup>2</sup>, Siavash GHABEZLOO<sup>1</sup>

*1 Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne, France*

*2 Andra, Châtenay-Malabry, France*

*[\\*philipp.braun@enpc.fr](mailto:philipp.braun@enpc.fr)*

**RESUME :** L'argilite du Callovo-Oxfordien (COx) est sélectionnée pour accueillir le futur stockage géologique profond des déchets radioactifs en France. La formation hôte pourra atteindre une température de 90 °C pendant la période de stockage. Les études antérieures sur les échantillons naturels ont montré que le premier cycle thermique induit une compaction thermoplastique et un écrouissage de la surface de charge, de sorte que les chauffages ultérieurs n'entraînent plus de compaction. Afin d'évaluer l'impact thermique sur les propriétés thermomécaniques, des échantillons extraits après des expérimentations de chauffage in-situ, ont été testés en laboratoire. Un essai isotrope a été réalisé après resaturation sous un état de contrainte représentatif, en appliquant des chargements thermomécaniques combinés afin d'analyser leur interaction. L'essai a comporté quatre cycles thermiques alternant avec des cycles de déconfinement et de reconfinement. Une compaction a été observée dans le premier cycle thermique, indiquant que l'échantillon présente un comportement similaire à celui des échantillons naturels. Dans le cycle mécanique suivant, une dilatation irréversible est apparue, avec une amplitude comparable à la compaction thermoplastique précédente. Les cycles thermiques ultérieurs ont de nouveau conduit à une compaction thermoplastique après les déconfinements mécaniques. Un dernier cycle thermique appliqué sans déconfinement préalable a révélé un comportement thermoélastique. Ces résultats mettent en évidence que le COx développe une expansion plastique pendant le déconfinement, ce qui induit un écrouissage négatif et permet un compactage thermoplastique pendant le cycle thermique suivant, tandis que le comportement du COx lors des cycles thermiques secondaires sera élastique en raison du durcissement thermique. Cette interaction entre chargements thermiques et mécaniques souligne l'importance de prendre en compte les effets mécaniques liés à l'excavation et à l'extraction des échantillons lors des essais en laboratoire réalisés sur des matériaux préchauffés in-situ.

**ABSTRACT:** Callovo-Oxfordian (COx) claystone has been selected as the host rock for the future deep geological repository for radioactive waste in France. During the storage period, the host formation may reach temperatures of up to 90 °C. Previous studies on natural samples have shown that the first heating cycle induces thermoplastic compaction and hardening of the yield surface, such that subsequent heating does not lead to further compaction. To assess the thermal impact on the thermo-mechanical properties of COx claystone, samples extracted after in-situ heating experiments were tested in laboratory. An isotropic test was performed after resaturation under a stress state representative, applying combined thermo-mechanical loadings to analyze their interaction. The test included four thermal cycles alternating with unloading and reloading cycles. A compaction was observed during the first thermal cycle, indicating that the sample exhibited behaviour similar to that of natural, unheated material. During the subsequent mechanical cycle, an irreversible dilation was observed, with an amplitude comparable to the preceding thermoplastic compaction. Further thermal cycles again produced thermoplastic compaction when applied after mechanical unloading. A thermal cycle applied without prior unloading revealed a purely thermoelastic behaviour. These results demonstrate that COx claystone develops plastic expansion during mechanical unloading, which induces negative hardening and enables thermoplastic compaction in the subsequent heating cycle, whereas secondary thermal cycles remain elastic when thermal hardening is preserved. This interaction between thermal and mechanical loadings highlights the importance of considering excavation- and extraction-induced mechanical effects when interpreting laboratory tests performed on in-situ preheated materials.

**Mots-clés:** Argilite du Callovo-Oxfordien ; Comportement thermomécanique ; Compaction thermoplastique ; Expansion plastique.

## 1 INTRODUCTION

En France, l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx), située à environ 500 m de profondeur dans le nord-est du pays, a été sélectionnée comme roche hôte pour le futur centre de stockage géologique profond des déchets radioactifs (projet Cigéo). En phase d'exploitation, la chaleur dégagée par les colis de déchets de haute activité soumettra la roche environnante à une charge thermique importante. Afin d'assurer la stabilité minéralogique à long terme du COx et de limiter les risques liés à la pressurisation thermique, un critère de conception majeur impose que la température maximale au sein de la roche hôte ne dépasse pas 90 °C (Delay et al. 2010).

De nombreuses études de laboratoire ont été menées pour caractériser le comportement thermomécanique de l'argilite du COx à l'état naturel (Mohajerani et al. 2014; Menaceur et al. 2015; Belmokhtar et al. 2017b; Braun et al. 2021a). Ces travaux montrent que les échantillons présentent d'abord une légère expansion au début du chauffage, suivie d'une compaction thermoplastique lorsque la température dépasse environ 45 °C. Le refroidissement ultérieur est généralement thermoélastique, laissant apparaître une compaction thermique au retour à la température initiale.

Cependant, la persistance de l'effet thermique sur des matériaux ayant subi un chauffage in-situ reste mal comprise. En effet, l'étude de ces matériaux en laboratoire nécessite une extraction, un processus qui implique inévitablement une succession d'étapes complexes : le carottage, le déconfinement, le transport, le conditionnement et la préparation en laboratoire. Des recherches antérieures indiquent que ces opérations successives sont critiques : si elles sont mal maîtrisées, elles peuvent altérer l'état de l'échantillon, affecter ses propriétés, voire provoquer son endommagement (Ewy 2015; Conil et al. 2018). De plus, l'impact de ces processus sur l'histoire thermique du matériau reste inconnu. Il est donc important de déterminer si la mémoire thermique acquise in-situ est conservée après ces perturbations. Cette validation est indispensable pour confirmer si les échantillons extraits peuvent être considérés comme représentatifs de la roche préchauffée in-situ.

L'objectif de cette étude est d'analyser le comportement thermomécanique d'échantillons prélevés dans la zone chauffée d'une expérimentation in-situ. En combinant des cycles thermiques et des cycles de déconfinement en laboratoire, ce travail vise à évaluer l'interaction entre l'expansion plastique induite par le déconfinement et la compaction

thermoplastique, afin de mieux interpréter les propriétés réelles des matériaux préchauffés.

## 2 MATERIELS ET METHODES

### 2.1 Échantillons d'argilite du COx

Afin d'étudier les réponses thermomécaniques de l'argilite du Callovo-Oxfordien, l'Andra a implanté un laboratoire souterrain dans la formation COx à environ 490 m de profondeur, sur le site de Meuse/Haute-Marne. À ce niveau, le matériau présente une teneur en eau moyenne de 7,9 %, une porosité d'environ 17,5 % et un état de contrainte caractérisé par une contrainte verticale de 12,7 MPa, des contraintes horizontales comprises entre 12,4 et 16 MPa, ainsi qu'une pression interstitielle de 4,5 MPa (Andra 2005; Wileveau et al. 2007; Conil et al. 2018).

Au cours des deux dernières décennies, plusieurs expérimentations thermiques in situ ont été menées par l'Andra pour analyser l'influence de la température sur le comportement du COx, notamment les essais TER, TED et ALC (Armand et al. 2017). L'essai CRQ représente l'une des campagnes les plus récentes : dix forages chauffants parallèles de 20 m ont été réalisés afin de provoquer une fracturation thermique contrôlée de l'argilite. Des instruments installés dans les forages voisins ont permis de suivre l'évolution de la température, de la pression interstitielle et d'éventuels signaux de rupture (Plúa et al. 2024). Les échantillons étudiés ici proviennent de la zone chauffée de l'essai CRQ, prélevés après la phase de refroidissement. La carotte analysée, restée environ un mois à une température proche de 95 °C, est identifiée sous la référence EST66057 et confinée dans une cellule conçue pour la conservation à long terme. Il est bien établi que l'exposition des argilites à l'air induit une désaturation et une contraction, pouvant générer des endommagements (Ewy 2015). Pour limiter ces effets et préserver au mieux l'état hydromécanique initial du matériau, les carottes ont été conditionnées immédiatement après l'excavation dans une cellule T1 développée par l'Andra (Conil et al. 2018), avant leur transport et leur stockage. Après l'ouverture de l'emballage en laboratoire, la carotte a été immédiatement protégée par un ruban adhésif pour limiter la désaturation, puis sectionnée sous refroidissement à l'air. Des cylindres de 38 mm orientés perpendiculairement à la stratification ont été carottés, puis découpés en disques de 10 mm. La teneur en eau et le degré de saturation ont été déterminés dès l'ouverture, à partir des résidus de coupe, par pesée hydrostatique dans un hydrocarbure

puis séchage à 105 °C durant 48 h. La densité des solides adoptée est de 2,72 g/cm<sup>3</sup> (Conil et al. 2018). La succion initiale a été mesurée à l'aide d'un tensiomètre à point de rosée à miroir réfrigéré. Les échantillons ont ensuite été conditionnés pour stockage longue durée dans des sacs sous vide, protégés par une double enveloppe de paraffine et d'aluminium.

## 2.2 Essais thermo-hydro-mécaniques

La méthodologie expérimentale suivie dans cette étude s'appuie sur la procédure décrite par Braun et al., (2019). L'essai a été réalisé à l'aide d'une cellule isotrope haute pression (Mohajerani et al. 2012; Belmokhtar et al. 2017a; Braun et al. 2021b), permettant de soumettre un échantillon cylindrique de 38 mm de diamètre et d'environ 10 mm de hauteur à des conditions contrôlées de contrainte, de pression interstitielle et de température. Deux pompes indépendantes assurent la régulation de la pression de confinement et de la pression interstitielle. L'éprouvette est entourée d'une membrane en néoprène, tandis que le chauffage est assuré par un ruban résistif enroulé autour de la cellule, la température étant suivie par un thermocouple immergé dans le fluide de confinement. Les déformations axiales et radiales sont mesurées au moyen de jauges attachés perpendiculairement et parallèlement au litage.

Après resaturation de l'échantillon avec une eau synthétique reproduisant la composition in situ et sous une contrainte effective de 10 MPa, les pressions de confinement et interstitielle ont été simultanément ajustées à 13,5 et 3,5 MPa. Une fois le gonflement stabilisé, l'échantillon est considéré comme resaturé,

ce qui permet d'appliquer les chargements thermomécaniques. Chaque étape de chargement comporte deux phases successives : (i) une sollicitation mécanique ou thermique appliquée rapidement. Compte tenu de la très faible perméabilité de l'argilite, la première phase se déroule en conditions pseudo non drainées, induisant une variation transitoire de la pression interstitielle. Les déformations à cette phase permettent d'estimer les propriétés non drainées ; (ii) une phase d'équilibration visant à rétablir la pression interstitielle à sa valeur initiale. Les déformations stabilisées correspondent à la réponse drainée du matériau. Dans cette étude, l'attention est portée principalement sur ces déformations drainées obtenues après l'équilibre hydromécanique, afin d'analyser l'influence des cycles de chauffage et de déchargement sur le comportement du matériau ainsi que les interactions entre ces deux sollicitations.

La Figure 1 illustre l'histoire de chargement thermo-mécanique de l'échantillon, une expérimentation de chauffage a été réalisée in-situ par l'Andra. Après la préparation en laboratoire, les chargements thermomécaniques ont été appliqués. À partir de l'état initial, trois cycles thermiques entre 25 °C et 85 °C, réalisés par paliers de 10 °C, ont été appliqués afin d'étudier la réponse thermo-mécanique de l'échantillon. Entre ces trois cycles thermiques, deux cycles mécaniques ont été imposés, comprenant un déchargement de la pression de confinement de 13,5 MPa à 5,5 MPa suivi d'un rechargement, pour simuler l'effet de relâchement de contrainte durant l'extraction in-situ. Un quatrième cycle thermique a été appliqué après le troisième cycle, sans déconfinement mécanique préalable.

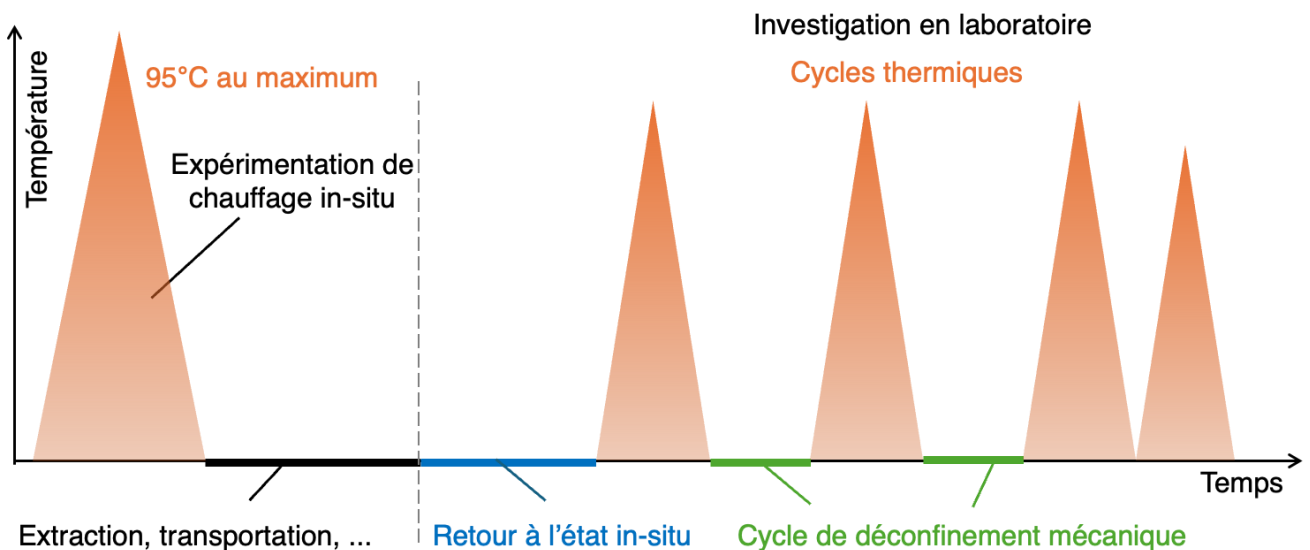


Figure 1. Histoire de chargement thermo-mécanique de l'échantillon

### 3 RESULTATS

#### 3.1 Propriétés pétrophysiques

Le Tableau 1 compare les propriétés pétrophysiques des échantillons prélevés sur la carotte CRQ après essai avec celles d'échantillons naturels n'ayant subi aucun chauffage in situ (Braun et al. 2021b). Cette comparaison révèle que la durée de chauffage et la température maximale appliquées lors de l'expérimentation CRQ n'ont pas induit de variation significative des propriétés pétrophysiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx). Par ailleurs, on observe que le degré de saturation des échantillons reste environ de 95 % après l'ouverture de l'emballage, ce qui indique la bonne préservation de l'eau dans l'échantillon.

Tableau 1. Propriétés pétrophysiques des carottes

Carotte	EST66057 (CRQ)	EST63650 (non chauffé)
Densité $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	2,41	2,37
Porosité $\phi$ (%)	18,6	17,9
Teneur en eau $w$ (%)	6,8	7,5
Degré de saturation (%)	92,7	92,5
Succion $s$ (MPa)	24,7	24,2

#### 3.2 Résultats de l'essais isotrope

##### 3.2.1 Le premier cycle thermique

La Figure 2 présente l'évolution des déformations axiale et radiale au cours du premier cycle thermique entre 25 et 80°C. Au début du chauffage, l'échantillon montre une légère dilatation thermoélastique dans les deux directions. Lorsque la température dépasse environ 35 °C, la déformation axiale s'inverse et une compaction thermique marquée apparaît, s'accroissant progressivement avec l'élévation de température. Vers 55 °C, la déformation axiale cumulée devient proche de zéro ; et à 80 °C, une compaction thermoplastique de  $0,4 \times 10^{-3}$  est observée, qui reste stable durant le refroidissement. La déformation radiale conserve un comportement thermoélastique durant la majeure partie du chauffage. Ce n'est qu'au-delà d'environ 65 °C que la relation entre déformation et température cesse d'être linéaire. Lors du refroidissement, la réponse radiale présente une évolution thermoélastique, et une légère compaction résiduelle de  $3,42 \times 10^{-5}$  est observée à température ambiante.

Pour comparaison, les déformations induites par un cycle thermique en laboratoire sur un échantillon n'ayant pas été chauffé in-situ (Braun et al. 2021a)

sont également représentées dans cette figure. Les deux échantillons présentent des déformations similaires contractantes en direction axiale, tandis que la compaction radiale est plus faible pour l'échantillon préchauffé.

Ces observations montrent que, malgré son exposition préalable à une température élevée in-situ, l'échantillon présente en laboratoire une compaction thermique, particulièrement dans la direction axiale. Cela indique une perte de la mémoire de la température maximale atteinte in-situ, probablement liée aux processus intervenus entre l'extraction et l'essai, tels que le déchargement, la manipulation, le stockage et la resaturation (Monfared et al. 2011a).

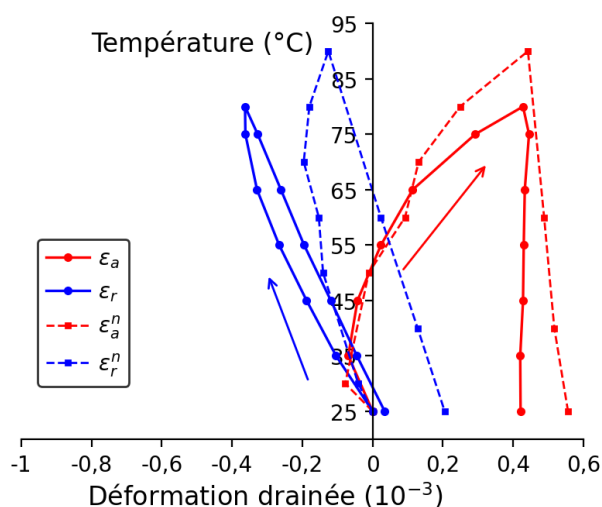


Figure 2. Évolution des déformations axiales et radiales au cours du premier cycle thermique. Pour comparaison, les données de l'échantillon non chauffé (Braun et al. 2021a) sont représentées en pointillés et notées avec l'exposant « n ».

##### 3.2.2 Le premier cycle mécanique

Afin de reproduire le relâchement de contraintes subi par le matériau lors de l'excavation et du carottage, un cycle de déchargement mécanique a été réalisé après le premier cycle thermique. Les déformations axiale et radiale en fonction de la pression de confinement sont présentées sur la Figure 3. Il convient de rappeler que, considérant la très faible perméabilité du COx et de la condition de drainage appliquée, seule la pression interstitielle en bas de l'échantillon peut être contrôlée. Lors du déchargement rapide pseudo non drainé, la pression interstitielle à l'intérieur de l'échantillon ne peut pas se dissiper immédiatement.

Le déchargement débute sous une pression de confinement de 13,5 MPa et se poursuit rapidement jusqu'à 5,5 MPa. Durant cette phase, les déformations dans les deux directions continuent d'évoluer avec la réduction de la pression de

confinement. Par la suite, la pression est maintenue constante pour permettre la dissipation progressive de la pression interstitielle. Les déformations axiale et radiale poursuivent leur évolution pendant cette période et se stabilisent, indiquant que l'équilibre hydraulique est atteint. Une phase de rechargement vers l'état initial est ensuite effectuée, suivie d'un temps d'attente permettant la dissipation de pression interstitielle. Les déformations finales, représentées par des points sur cette figure, montrent qu'une expansion plastique s'est produite après ce cycle mécanique. Les amplitudes mesurées sont d'environ  $0,76 \times 10^{-3}$  en direction axiale et  $0,53 \times 10^{-3}$  en direction radiale. Cette expansion plastique observée indique une variation irréversible de la structure du matériau, susceptible d'influencer ses réponses thermomécaniques ultérieures.

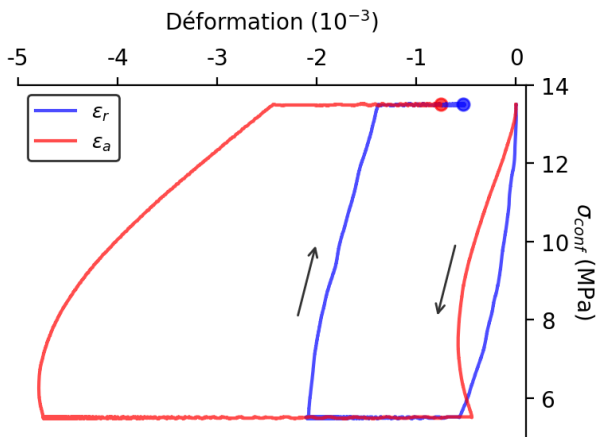


Figure 3. Les déformations axiales et radiales au cours du premier cycle mécanique ; une expansion plastique est observée dans les deux directions

### 3.2.3 Le deuxième cycle thermique

La Figure 4 présente le deuxième cycle thermique réalisé par la suite. Lors de ce cycle, une compaction thermique significative est de nouveau observée dans la direction axiale et radiale. Comparativement au premier cycle, la compaction axiale apparaît immédiatement dès le début du chauffage, tandis que la compaction radiale se développe progressivement à des températures plus élevées. Après le retour à la température ambiante, les déformations de compaction thermoplastique de  $2,95 \times 10^{-4}$  et  $2,30 \times 10^{-4}$  ont été enregistrées respectivement dans les directions axiale et radiale dans ce cycle thermique.

En comparaison avec les études antérieures, le comportement observé lors de ce deuxième cycle thermique s'écarte des résultats précédemment rapportés. Dans les essais de cycles thermiques successifs réalisés précédemment sur ce même matériau (Ren et al. 2024), le deuxième cycle présentait un comportement thermoélastique

réversible, sans compaction thermoplastique notable. De même, lors de deux chargements thermiques successifs sur l'Argile d'Opalinus, un matériau similaire au COx, le second cycle est resté thermoélastique (Monfared et al. 2011b). La compaction thermique observée suggère que le déchargement mécanique a pu altérer la mémoire de la température maximale acquise lors des expérimentations in situ ou au cours des procédures en laboratoire, ce qui expliquerait la réapparition du retrait thermoplastique lors du premier et du deuxième chauffage.

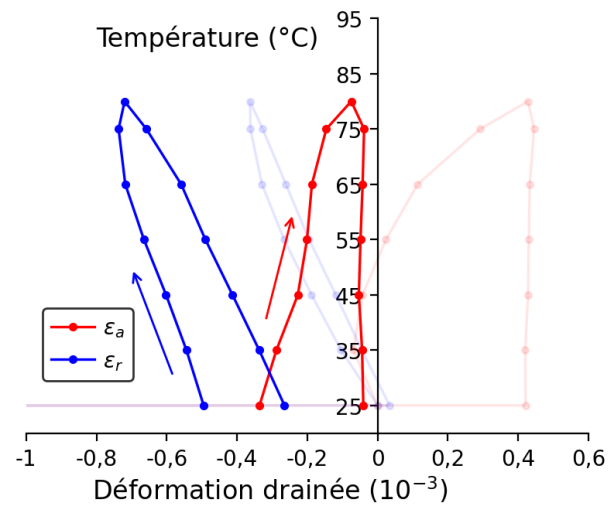


Figure 4. Déformations axiales et radiales lors du deuxième cycle thermique ; les chemins de déformation des étapes précédentes sont tracés en couleurs pâles

### 3.2.4 Le deuxième cycle mécanique

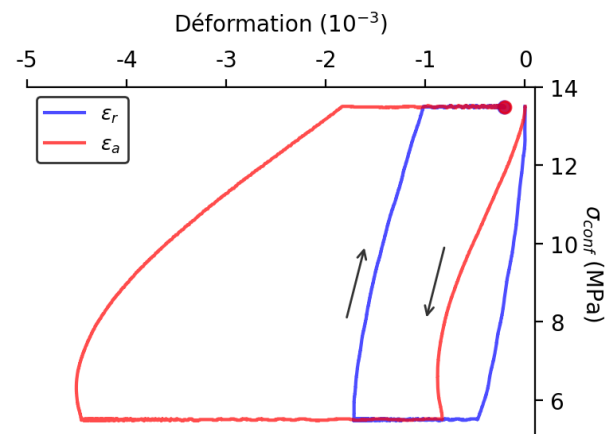


Figure 5. Les déformations axiales et radiales au cours du deuxième cycle mécanique

Un deuxième cycle de déchargement a été réalisé après le second cycle thermique, selon la même procédure que lors du premier déchargement. Après le rechargement jusqu'à l'état de contrainte initial, une expansion plastique a de nouveau été observée dans les deux directions. Aucune anisotropie n'a été

identifiée et les déformations plastiques axiale et radiale présentent des valeurs similaires, de l'ordre de  $0,22 \times 10^{-3}$ , représentent environ 27 % et 40 % des expansions plastiques observées précédemment dans les directions axiale et radiale. Ces résultats indiquent qu'après le deuxième cycle thermique, le matériau retrouve la capacité de développer une expansion plastique lors du déchargement. De plus, l'ordre de grandeur de ces expansions plastiques est très proche de celui des compactations thermiques observées durant le cycle thermique, suggérant une corrélation entre les deux phénomènes.

3.2.5 Les troisième et quatrième cycles thermiques  
Après le deuxième cycle mécanique, un troisième cycle thermique identique aux précédents a été appliqué, et les résultats sont présentés à la Figure 6. Lors de ce cycle, une compaction thermique a de nouveau été observée dans les directions axiale et radiale. Les chemins de déformation coïncident étroitement avec ceux du deuxième cycle thermique, et les amplitudes finales de compaction sont également similaires. Ces observations confirment que, après un déchargement mécanique, le matériau développe systématiquement une compaction thermique lors du chauffage, mettant en évidence l'influence de l'histoire de contrainte sur la mémoire thermique.

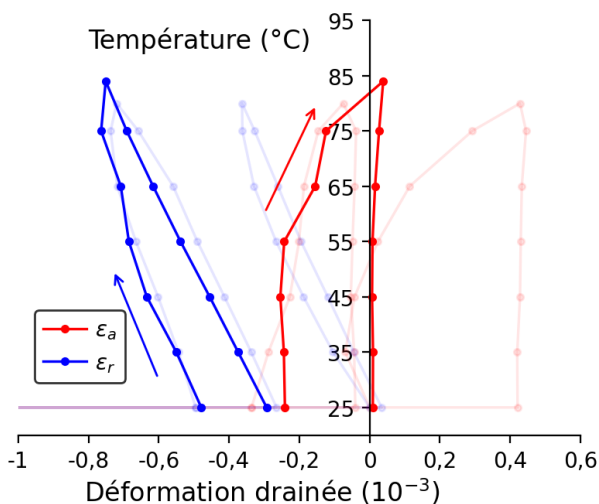


Figure 6. Troisième cycle thermique

Afin de confirmer cette interprétation, un quatrième cycle thermique a été réalisé sans aucun cycle mécanique préalable, sur une plage de température comprise entre 25 °C et 65 °C, comme illustré à la Figure 7. Dans ce cas, les déformations axiale et radiale montrent un comportement entièrement thermoélastique, sans compaction thermique. Ce résultat indique que, en l'absence d'un nouveau

déchargement mécanique, l'échantillon conserve la mémoire thermique acquise lors du troisième cycle.

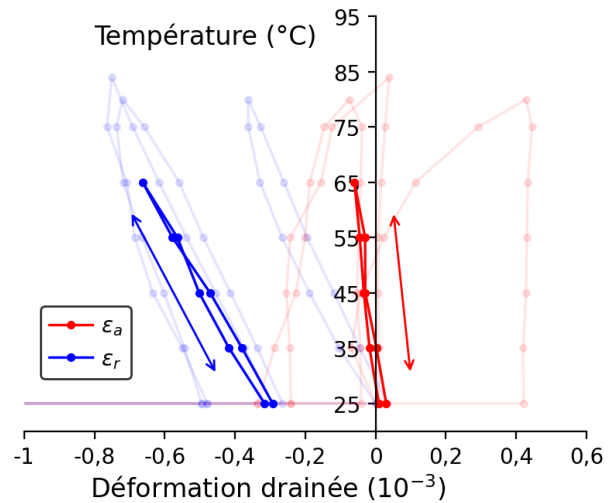


Figure 7. Quatrième cycle thermique

#### 4 DISCUSSION

Les résultats obtenus dans cette étude mettent en évidence une interaction entre l'histoire de contrainte et la mémoire thermique de l'argilite du COx. Au cours des séquences successives de chargement thermomécanique, le matériau évolue de manière cyclique entre trois états principaux : (1) forte contrainte–basse température ; (2) forte contrainte–haute température et (3) faible contrainte–basse température. Les contractions thermoplastiques observées lors des cycles thermiques sont compensées par les expansions plastiques générées lors des déchargements mécaniques, suggérant que ces deux types de déformations irréversibles procèdent de mécanismes microstructuraux liés. Ainsi, la réponse thermique du matériau n'est pas déterminée uniquement par son histoire de température, mais dépend fortement de son chemin de contrainte.

Bien que l'échantillon ait été soumis à un échauffement in-situ, les essais montrent que la mémoire de la température maximale atteinte a pu être altérée par les processus d'excavation, de relâchement de contrainte, de stockage et de resaturation. Les expansions plastiques successives observées lors des déchargements indiquent que ces perturbations mécaniques réinitialisent la structure interne du matériau, qui adopte alors, lors du chauffage suivant, une réponse comparable à celle d'un premier cycle thermique.

Plusieurs travaux apportent des éléments de compréhension de ces mécanismes. Les déformations thermoplastiques ont été associées à l'adsorption–désorption de l'eau interfoliaire lors des variations de

température (Delage et al. 2014; Belmokhtar et al. 2018). Des simulations récentes à l'échelle nanométrique ont permis de bien décrire ce comportement thermoplastique (Brochard et al. 2017). Par ailleurs, concernant le déchargement, certains travaux ont mis en évidence un comportement non linéaire des argiles. Cui et al. (2013) ont observé un comportement bilinéaire lors d'essais de déchargement cyclique sur l'argile Yprésienne, identifiant un seuil de contrainte d'expansion marquant la transition entre une réponse dominée par les effets mécaniques et une réponse dominée par les interactions physico-chimiques. Dans cette étude, le déchargement à 2 MPa pourrait avoir déclenché des mécanismes physico-chimiques similaires, favorisant une ouverture microstructurale qui permet une nouvelle compaction lors du cycle de chauffage suivant. Toutefois, des investigations supplémentaires, notamment des observations microstructurales et des simulations, sont nécessaires pour mieux appréhender les mécanismes microscopiques spécifiques régissant le comportement de l'argilite du COx sous ces sollicitations thermomécaniques complexes.

## 5 CONCLUSIONS

Cette étude évalue l'impact de l'histoire thermique in-situ sur les propriétés thermo-hydro-mécaniques du COx. Un essai isotrope a été réalisé sur un échantillon prélevé après une expérimentation de chauffage, comprenant de multiples cycles thermiques et un déchargement mécanique. Les principales conclusions sont :

- (1) Réapparition de la compaction : l'échantillon préchauffé in-situ présente une compaction thermoplastique lors du chauffage.
- (2) Expansion durant déconfinement : le cycle de déchargement mécanique induit une expansion plastique d'amplitude comparable à la compaction thermique précédente.
- (3) Interaction thermomécanique : cette expansion plastique génère un écrouissage négatif qui modifie la mémoire thermique du matériau, permettant la réactivation de la compaction thermoplastique.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient l'équipe technique du Laboratoire Navier pour son assistance précieuse lors de la réalisation des essais expérimentaux.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Andra D (2005) Evaluation of the feasibility of a geological repository in an argillaceous formation. Andra, Chatenay-Malabry, France
- Armand G, Bumbieler F, Conil N, et al (2017) Main outcomes from in situ thermo-hydro-mechanical experiments programme to demonstrate feasibility of radioactive high-level waste disposal in the Callovo-Oxfordian claystone. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 9:415–427. <https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2017.03.004>
- Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, et al (2017a) Poroelasticity of the Callovo–Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 50:871–889. <https://doi.org/10.1007/s00603-016-1137-3>
- Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2018) Active porosity in swelling shales: insight from the Callovo-Oxfordian claystone. *Géotechnique Letters* 8:226–230. <https://doi.org/10.1680/jgele.18.00010>
- Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017b) Thermal Volume Changes and Creep in the Callovo-Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 50:2297–2309. <https://doi.org/10.1007/s00603-017-1238-7>
- Blaise T, Barbarand J, Kars M, et al (2014) Reconstruction of low temperature (<math>100\text{ }^{\circ}\text{C}</math>) burial in sedimentary basins: A comparison of geothermometer in the intracontinental Paris Basin. *Marine and Petroleum Geology* 53:71–87. <https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2013.08.019>
- Braun P, Ghabezloo S, Delage P, et al (2021a) Thermo-Poro-Elastic Behaviour of a Transversely Isotropic Shale: Thermal Expansion and Pressurization. *Rock Mech Rock Eng* 54:359–375. <https://doi.org/10.1007/s00603-020-02269-y>
- Braun P, Ghabezloo S, Delage P, et al (2019) Determination of Multiple Thermo-Hydro-Mechanical Rock Properties in a Single Transient Experiment: Application to Shales. *Rock Mech Rock Eng* 52:2023–2038. <https://doi.org/10.1007/s00603-018-1692-x>
- Braun P, Ghabezloo S, Delage P, et al (2021b) Transversely Isotropic Poroelastic Behaviour of the Callovo-Oxfordian Claystone: A Set of Stress-Dependent Parameters. *Rock Mech Rock Eng* 54:377–396. <https://doi.org/10.1007/s00603-020-02268-z>
- Brochard L, Honório T, Vandamme M, et al (2017) Nanoscale origin of the thermo-mechanical behavior of clays. *Acta Geotech* 12:1261–1279. <https://doi.org/10.1007/s11440-017-0596-3>
- Conil N, Talandier J, Djizanne H, et al (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* 10:613–623. <https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2018.02.004>
- Cui YJ, Nguyen XP, Tang AM, Li XL (2013) An insight into the unloading/reloading loops on the compression curve of natural stiff clays. *Applied Clay Science* 83–84:343–348. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.08.003>
- Delage P, Menaceur H, Tang AM, Talandier J (2014) Suction effects in deep Callovo-Oxfordian claystone. *Géotechnique Letters* 4:267–271. <https://doi.org/10.1680/geolett.14.00062>
- Delay J, Lebon P, Rebours H (2010) Meuse/Haute-Marne centre: next steps towards a deep disposal facility. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 2:52–70. <https://doi.org/10.3724/SP.J.1235.2010.00052>
- Ewy RT (2015) Shale/claystone response to air and liquid exposure, and implications for handling, sampling and testing. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 80:388–401. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2015.10.009>
- Menaceur H, Delage P, Tang A-M, Conil N (2015) The thermo-mechanical behaviour of the Callovo-Oxfordian claystone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 78:290–303. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2015.07.002>
- Mohajerani M, Delage P, Sulem J, et al (2012) A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian claystone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 52:112–121. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2012.02.012>
- Mohajerani M, Delage P, Sulem J, et al (2014) The Thermal Volume Changes of the Callovo-Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 47:131–142. <https://doi.org/10.1007/s00603-013-0369-8>
- Monfared M, Delage P, Sulem J, et al (2011a) A new hollow cylinder triaxial cell to study the behavior of geo-materials with low permeability. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 48:637–649. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2011.02.017>
- Monfared M, Sulem J, Delage P, Mohajerani M (2011b) A Laboratory Investigation on Thermal Properties of the Opalinus Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 44:735–747. <https://doi.org/10.1007/s00603-011-0171-4>
- Plúa C, Vu MN, de La Vaissière R, Armand G (2024) In Situ Thermal Hydrofracturing Behavior of the Callovo-Oxfordian Claystone within the Context of the Deep Geological Disposal of Radioactive Waste in France. *Rock Mech Rock Eng* 57:4265–4283. <https://doi.org/10.1007/s00603-023-03618-3>
- Ren J, Braun P, Ghabezloo S, et al (2024) Étude en laboratoire des propriétés thermo-poro-élastiques de l'argillite du Callovo-Oxfordien chauffée in-situ. In: 12es Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur (JNGG 2024). Poitiers, France, pp 559–566
- Wileveau Y, Cornet FH, Desroches J, Blumling P (2007) Complete in situ stress determination in an argillite sedimentary formation. *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C* 32:866–878. <https://doi.org/10.1016/j.pce.2006.03.018>