



**HAL**  
open science

# Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline. Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation

Fanny Benoit Grennerat

► **To cite this version:**

Fanny Benoit Grennerat. Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline. Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation. Autre. Université de Grenoble, 2011. Français. NNT: 2011GRENI091 . tel-00728174

**HAL Id: tel-00728174**

**<https://theses.hal.science/tel-00728174>**

Submitted on 5 Sep 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

### DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Fanny GRENNERAT**

Thèse dirigée par **Olivier CASTELNAU**  
et codirigée par **Maurine MONTAGNAT**

préparée au sein **Laboratoire de Glaciologie et Géophysique de l'Environnement**  
et de **IMEP2 : Ingénierie - Matériaux Mécanique - Energétique Environnement Procédés Production**

## Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline.

Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation.

Thèse soutenue publiquement le **14 décembre 2011**,  
devant le jury composé de :

**Mr, Stéphane, ROUX**

Directeur de recherche au LMT Cachan, Rapporteur

**Mr, Claude, FRESSENGEAS**

Professeur à l'Université Paul Verlaine, Metz, Rapporteur

**Mme, Muriel, VERON**

Professeur d'Université, INP Grenoble, Examinatrice

**Mme, Andréa, TOMMASI**

Directrice de recherche, CNRS Géosciences Montpellier, Examinatrice

**Mr, Pierre, SUQUET**

Directeur de recherche, CNRS LMA Marseille, Examineur

**Mr, Pierre, VACHER**

Professeur d'Université, POLYTECH Annecy, Examineur

**Mr, Olivier, CASTELNAU**

Directeur de recherche, CNRS laboratoire PIMM, Paris, Directeur de thèse

**Mme, Maurine, MONTAGNAT**

Chargée de recherche, CNRS LGGE, Saint-Martin-d'Hères, Co-Directeur de thèse





## Remerciements

Je remercie l'ensemble des personnes que j'ai pu côtoyer durant ces années de thèse et qui ont plus ou moins contribué à l'aboutissement de ce projet. Je remercie tout d'abord mon conjoint Vincent, pour son soutien et son aide sur tous les plans durant ces trois années de thèse. Je remercie également mes amis, Ma Ying, Souazig, Isabelle, Lionel, et tous les autres, ainsi que mes "petites" cousines Laure et Emilie, qui m'ont accueillie à Paris.

Un immense merci à Maurine Montagnat et à Olivier Castelnau pour leur encadrement rigoureux. Merci à Maurine pour sa présence, sa disponibilité et son soutien. J'ai aussi beaucoup apprécié son enthousiasme toujours au rendez-vous quand il le fallait. Merci à Olivier, qui a su compenser la distance géographique par sa disponibilité et son efficacité. Il m'a beaucoup apporté, tant sur le plan scientifique que humain. Comme Maurine, il a su m'aider à progresser en compétence et à gagner en confiance dans mon travail. Je remercie également beaucoup Paul Duval pour toute l'aide qu'il a su m'apporter, ses encouragements, et aussi sa bonne humeur et son humour. Je remercie aussi très chaleureusement toute l'équipe de l'ANR ELVIS, avec qui nous avons pu travailler efficacement. Un merci tout particulier à Hervé Moulinec, auteur principal du code CraFT, qui ma beaucoup aidé dans son exploitation. Sans oublier Pierre Vacher, qui nous a beaucoup facilité la prise en main de son logiciel 7D, et sans qui la partie corrélation d'images aurait été plus complexe à mettre en oeuvre. Je le remercie aussi aussi pour s'être rendu disponible, notamment lors de notre essai de stéréocorrélation.

Je remercie aussi François Louchet, Jérôme Weiss, Catherine Ritz, Gaël Durand, Olivier Gagliardini et toute l'équipe EDGE (Dynamique de l'Écoulement et Physique de la déformation du Matériau Glace) du LGGE qui ont aussi contribué à mon épanouissement au sein du LGGE. Un petit clin d'oeil à Jean-Luc Jaffrezo avec qui j'ai partagé mon bureau pendant près de deux ans, et à Hans Werner pour cette dernière année, avec qui j'ai bien souvent partagé le thé!

Je remercie bien sûr également tous les membres du jury, qui ont su se rendre disponibles pour évaluer mon travail et s'y intéresser.



# Résumé

Une technique de corrélation d'images numériques (DIC) a été adaptée à l'étude d'échantillons de glace polycristalline colonnaire, afin de caractériser le développement des hétérogénéités de déformation à une échelle intragranulaire au cours du fluage transitoire en compression. Ces hétérogénéités sont dues à la grande anisotropie viscoplastique du cristal de glace (avec un seul plan de glissement facile pour les dislocations), qui est responsable d'interactions fortes entre les grains voisins lorsque l'échantillon se déforme, et de la mise en place de fortes contraintes internes. L'orientation particulière des plans de glissement et la structure colonnaire des échantillons, sans gradient de microstructure dans l'épaisseur, permet de considérer la déformation plastique essentiellement dans le plan. Les champs de déformation mesurés en surface peuvent donc être considérés en première approximation comme représentatifs de tout le volume de l'échantillon. Les orientations cristallographiques, et désorientations locales à l'échelle intragranulaire, ont également été mesurées avec un analyseur optique de texture, avant et après déformation.

De très fortes localisations de la déformation sont mises en évidence par la DIC ; les déformations équivalentes locales peuvent atteindre plus de dix fois la valeur macroscopique. La structure des motifs de localisation évolue peu durant le régime de fluage transitoire et elle est caractérisée par des bandes de localisation qui traversent l'échantillon obliquement, sur des distances allant jusqu'à dix fois la taille des grains. La corrélation entre le facteur de Schmid du plan de glissement d'un grain et sa déformation locale est très faible : l'agencement local des grains et les interactions intergranulaires jouent donc un rôle primordial dans la distribution spatiale des déformations. A l'échelle du grain, les fortes désorientations de réseau ont été associées aux composantes locales du déplacement. On a montré en particulier que les distorsions sous forme de "bandes en genou" (ou kink bands) étaient corrélées à un déplacement le long de l'axe  $c$  du grain, mesuré par DIC.

Les microstructures expérimentales ont été implémentées dans un modèle plein champ FFT qui simule le comportement élasto-viscoplastique des polycristaux (code CraFT). Les champs de déformation simulés présentent globalement les mêmes caractéristiques que les champs expérimentaux. En particulier, la majorité des zones de localisation de la déformation sont bien reproduites, spatialement et en intensité. Cependant, il n'a pas été possible de reproduire le comportement macroscopique des échantillons à la décharge. La déformation retardée effective est d'un ordre de grandeur inférieure à celle mesurée expérimentalement. Il est probable que cette limitation soit liée à l'effet du champ des contraintes internes, généré par la structure des champs de dislocations, et qui n'a pas été pris en compte dans la loi de comportement.



# Abstract

A Digital Image Correlation (DIC) technique has been adapted to polycrystalline ice specimens in order to characterize the development of strain heterogeneities at an intragranular scale during transient creep deformation. These heterogeneities are due to the strong viscoplastic anisotropy of the ice single crystal (with only one easy glide plane for dislocations), inducing strong mechanical interactions between adjacent grains during deformation, and the establishment of strong internal stresses. Specimens exhibit a columnar microstructure so that plastic deformation is essentially 2-D with few in-depth gradients, and therefore surface DIC analyses are representative for the whole specimen volume. Local misorientations at the intragranular scale were also extracted from microstructure analyses carried out with an automatic texture analyzer before and after deformation. Highly localized strain patterns are evidenced by the DIC technique. Local equivalent strain can reach values as high as one order of magnitude larger than the macroscopic average. The structure of the strain pattern does not evolve significantly with strain during the transient creep regime. Almost no correlation was measured between the local strain and the Schmid factor of the slip plane of the underlying grain; this highlights the importance of the mechanical interactions between neighboring grains. At the grain scale, the strong lattice misorientations have been associated to the local components of the displacement. In particular, kink band distortions could be correlated to a displacement along the  $c$ -axis measured by DIC.

The experimental microstructures were introduced into a full-field FFT model that simulates the behaviour of elasto-viscoplastic polycrystals (CraFT code). The simulated deformation fields present globally the same characteristics as the experimental ones. Most of the localization bands are well reproduced, spatially and quantitatively. However, we could not reproduce the macroscopic behaviour of the specimens upon unloading. The predicted recovery effective strain is one order of magnitude lower than the measured one. This limitation might be linked with the internal stress field induced by the dislocation structure, which is not explicitly taken into account in the local constitutive relation.



# Table des matières

Résumé . . . . .	5
Abstract . . . . .	7
<b>Introduction</b>	<b>13</b>
<b>1 Revue bibliographique</b>	<b>15</b>
1.1 Hétérogénéités de la déformation plastique . . . . .	15
1.1.1 Pourquoi mesurer les hétérogénéités de déformation dans les matériaux ?	15
1.1.2 Mécanismes de plasticité cristalline . . . . .	17
1.1.3 Dislocations et lois de comportement . . . . .	18
1.1.4 Comportement collectif des dislocations . . . . .	19
1.2 Méthodes expérimentales de mesures de champs pour caractériser les hétérogénéités de déformation dans les matériaux . . . . .	21
1.2.1 Méthodes expérimentales de mesures de champs . . . . .	21
1.2.2 La corrélation d'images numériques . . . . .	23
1.2.2.1 Introduction et principe de base . . . . .	23
1.2.2.2 Résolution en corrélation d'images . . . . .	25
1.2.3 Quelques résultats expérimentaux en corrélation d'images . . . . .	27
1.3 Méthodes numériques et théoriques pour caractériser les hétérogénéités de déformation . . . . .	28
1.3.1 Introduction . . . . .	28
1.3.2 Approches numériques (EF et FFT) . . . . .	30
1.3.2.1 Sur la détermination du Volume Élémentaire Représentatif	32
1.3.2.2 La méthode numérique FFT . . . . .	33
1.3.3 Approches théoriques en homogénéisation . . . . .	35
1.3.4 Quelques résultats de modélisation . . . . .	37
1.4 Le matériau glace . . . . .	41
1.4.1 Le monocristal de glace . . . . .	42
1.4.1.1 Le monocristal de glace : structure cristalline . . . . .	42
1.4.1.2 Élasticité du monocristal de glace . . . . .	42
1.4.1.3 Déformation viscoplastique du monocristal : géométrie et systèmes de glissement . . . . .	44
1.4.1.4 Observations de dislocations dans le monocristal de glace	44
1.4.1.5 Comportement mécanique du monocristal . . . . .	47
1.4.1.6 Lois de comportement proposées pour le monocristal de glace . . . . .	48

1.4.1.7	Comportement collectif des dislocations - cas du monocristal de glace . . . . .	49
1.4.2	Glace polycristalline . . . . .	51
1.4.2.1	Microstructure et texture d'un polycristal . . . . .	51
1.4.2.2	Modes de déformation . . . . .	53
1.4.2.3	Description du fluage de la glace polycristalline . . . . .	54
1.4.3	Localisation de la déformation dans le polycristal de glace . . . . .	60
1.4.4	Modélisation du comportement du polycristal de glace . . . . .	63
1.4.4.1	Quelques applications en homogénéisation . . . . .	63
1.4.4.2	Quelques applications de modèles champs complets . . . . .	65
1.5	Conclusion . . . . .	67
<b>2</b>	<b>Dispositif expérimental - mesures de champs</b>	<b>71</b>
2.1	Objectifs . . . . .	71
2.2	Caractéristiques des échantillons et microstructures . . . . .	73
2.2.1	Glace colonnaire S2 : élaboration . . . . .	73
2.2.2	Glace granulaire . . . . .	74
2.2.3	Usinage des échantillons . . . . .	74
2.2.4	Mesure des défauts de géométrie . . . . .	75
2.2.5	Réalisation des lames minces . . . . .	75
2.2.6	Marquage des échantillons pour la superposition des champs . . . . .	78
2.2.7	Analyseur optique : mesure de l'orientation des axes $\mathbf{c}$ . . . . .	78
2.2.8	Extraction des contours des grains . . . . .	80
2.2.9	Calcul d'une orientation moyenne par grain . . . . .	80
2.3	Essai mécanique : compression uniaxiale . . . . .	82
2.4	Corrélation d'images : points techniques . . . . .	84
2.4.1	Fonctions de forme et calcul des champs de déplacement . . . . .	85
2.4.2	Interpolation des niveaux de gris et résolution subpixel . . . . .	86
2.4.3	Résolution en déplacement et résolution spatiale du champ de déplacement . . . . .	87
2.4.4	Choix du coefficient de corrélation . . . . .	88
2.4.5	Du déplacement aux déformations - résolution en déformation . . . . .	89
2.5	Application de la DIC à la glace . . . . .	91
2.5.1	Acquisition des images, système optique . . . . .	91
2.5.2	Réalisation du mouchetis sur la glace . . . . .	93
2.5.3	Caractérisation du mouchetis . . . . .	94
2.5.4	Définition de la déformation équivalente et des valeurs moyennes . . . . .	98
2.5.5	Champs de déplacement et de déformation . . . . .	99
2.5.6	Un résultat en approximation diffuse . . . . .	101
2.5.7	Influence du choix des paramètres de corrélation sur les champs de déformation . . . . .	102
2.5.8	Estimation des résolutions obtenues . . . . .	104
2.5.8.1	Résolution spatiale . . . . .	104
2.5.8.2	Incertitude liée au bruit et à la DIC . . . . .	104
2.5.8.3	Mesures de l'erreur d'interpolation subpixel . . . . .	105
2.5.8.4	Mesure de l'erreur hors-plan . . . . .	106
2.6	Conclusion . . . . .	109

<b>3</b>	<b>Analyse globale et locale des champs obtenus par DIC, et comparaison à la microstructure</b>	<b>113</b>
3.1	Introduction . . . . .	113
3.2	Caractérisation des microstructures . . . . .	114
3.2.1	Taille de grains . . . . .	114
3.2.2	Distribution des orientations . . . . .	115
3.2.3	Facteur de Schmid . . . . .	117
3.2.4	Calcul des rotations de réseau durant l'essai . . . . .	120
3.3	Analyse des déformations macroscopiques . . . . .	122
3.3.1	Analyse des données issues du capteur LVDT . . . . .	122
3.3.2	Comparaisons entre mesures LVDT et DIC . . . . .	125
3.4	Evolution des champs cinématiques . . . . .	126
3.5	Analyse statistique des champs cinématiques . . . . .	129
3.5.1	Evolution des champs de déplacement . . . . .	129
3.5.2	Répartition et évolution des déformations . . . . .	130
3.5.3	Caractérisation de la localisation de la déformation . . . . .	133
3.5.3.1	Fonction d'autocorrélation . . . . .	134
3.5.3.2	Autocorrélation des champs de déformation . . . . .	135
3.5.3.3	Profils d'autocorrélation : évolution avec la déformation	137
3.5.3.4	Mesures de portée intégrale . . . . .	137
3.6	Relation avec la microstructure . . . . .	139
3.6.1	Localisation aux joints de grains . . . . .	139
3.6.2	Relation entre facteur de Schmid et déformation locale . . . . .	140
3.7	Analyse locale des champs de déformation et des désorientations cristallines	144
3.7.1	Interprétation des composantes du gradient de déplacement dans le repère cristallographique . . . . .	144
3.7.2	Calcul des gradients de déplacement dans le repère cristallographique	147
3.7.3	Résultats d'analyse locale . . . . .	149
3.7.3.1	Analyse locale grain #1, échantillon #11 . . . . .	149
3.7.3.2	Analyse locale grain #2, échantillon #18 . . . . .	150
3.7.3.3	Analyse locale grain #3, échantillon #27 . . . . .	150
3.7.3.4	Analyse locale grain #4, échantillon #27 . . . . .	150
3.7.4	Conclusion sur l'analyse locale . . . . .	155
3.8	Discussion des résultats expérimentaux . . . . .	155
3.9	Conclusion sur les résultats expérimentaux . . . . .	158
<b>4</b>	<b>Comparaison des résultats expérimentaux avec un modèle FFT en élasto-viscoplasticité</b>	<b>161</b>
4.1	Introduction . . . . .	161
4.2	Loi de comportement locale . . . . .	161
4.2.1	Loi d'écoulement viscoplastique de base avec écrouissage isotrope	162
4.2.2	Loi d'écoulement viscoplastique améliorée avec écrouissage cinématique	163
4.2.3	Bilan des équations implémentées . . . . .	164
4.3	Méthode numérique . . . . .	164
4.3.1	Intégration en temps de la loi de comportement . . . . .	165
4.3.2	Algorithme FFT . . . . .	165

4.4	Identification de la loi de comportement locale . . . . .	167
4.5	Application du modèle CraFT élasto-viscoplastique et comparaisons expérimentales	169
4.5.1	Implémentation des microstructures dans le modèle . . . . .	169
4.5.2	Conditions aux limites . . . . .	170
4.5.3	Résolution spatiale et temps de calcul . . . . .	171
4.5.4	Comparaisons macroscopiques . . . . .	172
4.5.5	Comparaisons des champs de déformation . . . . .	175
4.5.6	Champs de contraintes . . . . .	177
4.5.7	Évolution de l'hétérogénéité des déformations : comparaisons avec l'expérience . . . . .	182
4.5.8	Localisation de la déformation aux joints de grain . . . . .	182
4.5.9	Déformation locale et orientation . . . . .	184
4.5.10	Analyse à l'échelle d'un grain . . . . .	186
4.6	Application à un essai de recouvrance . . . . .	187
4.6.1	Confrontation expérimentale . . . . .	187
4.6.2	Discussion . . . . .	188
4.6.3	Influence des paramètres du comportement local . . . . .	188
4.6.3.1	Rôle des systèmes prismatiques et pyramidaux . . . . .	188
4.6.3.2	Rôle du paramètre $c$ de l'écroissage cinématique . . . . .	191
4.6.4	Effet possible des conditions aux limites . . . . .	191
4.7	Conclusion . . . . .	192
<b>Conclusion et perspectives</b>		<b>195</b>
<b>A Repères : définitions et matrices de passage</b>		<b>199</b>
A.1	Définitions des repères . . . . .	199
A.1.1	Repère de l'échantillon . . . . .	199
A.1.2	Repère de l'analyseur . . . . .	199
A.1.3	Repère des lames minces . . . . .	200
A.1.4	Repère local . . . . .	200
A.2	Angles d'Euler et passage au repère local d'un grain . . . . .	201
A.2.1	Matrices de rotation . . . . .	201
A.2.2	Angles d'Euler . . . . .	201
A.2.3	Passage du repère de l'échantillon à un repère local . . . . .	202
<b>B Inventaire des essais et résultats expérimentaux</b>		<b>205</b>
B.1	Essai 18 . . . . .	205
B.2	Essai 19 (petits grains) . . . . .	207
B.3	Essai 20 . . . . .	209
B.4	Essai 22 . . . . .	211
B.5	Essai 26 . . . . .	213
B.6	Essai 27 . . . . .	215

# Introduction

La déformation de la glace polycristalline conduit à des champs de contraintes et de déformations très hétérogènes entre les différents grains (échelle *intergranulaire*), mais aussi à l'intérieur de chaque grain (échelle *intragranulaire*). Ces hétérogénéités ont pour origine la très forte anisotropie viscoplastique du cristal de glace (à l'échelle du monocristal), qui est responsable d'interactions fortes et complexes entre les grains adjacents lors du chargement. Ces hétérogénéités jouent un rôle important dans le comportement macroscopique du polycristal.

L'étude du régime de fluage transitoire est importante car c'est lors de ce premier stade de la déformation que se mettent en place les phénomènes de localisation des champs de contraintes et de déformations. L'étude des mécanismes à l'origine des hétérogénéités de déformation dans les matériaux polycristallins est fondamentale, notamment pour mieux comprendre l'initiation de la recristallisation ainsi que le comportement sous des chargements cycliques ou variables dans le temps. Au niveau des applications géophysiques, l'étude du fluage transitoire de la glace permet la compréhension du comportement mécanique de la glace sous très faibles contraintes, comme dans les calottes polaires [Duval et al., 2000, Montagnat and Duval, 2000, Duval et al., 2010], ou les glaciers qui se jettent dans la mer, soumis à un chargement cyclique lié aux marées [Jenkins et al., 2006, King et al., 2011]. Sur des horizons plus lointains, le fluage transitoire de la glace, lié là encore à l'influence des marées, semble important pour la compréhension de la structure des satellites glacés de Jupiter [Sotin C., 2009, Han and Showman, 2011].

Au niveau expérimental, la localisation de la déformation peut être caractérisée au moyen de la technique de corrélation d'images numériques (DIC). Cette méthode est basée sur l'acquisition d'images de la surface de l'échantillon tout au long du chargement. La corrélation de deux images permet d'identifier le champ de déplacement à la surface de l'échantillon, et d'en déduire le champ de déformation associé par dérivation. De nombreuses études sur des matériaux métalliques ont été effectuées par corrélation d'images, par exemple sur des alliages de zirconium ou de titane [Heripre et al., 2007], mais aussi sur des matériaux géologiques comme l'argile [Bornert et al., 2010], un tuf volcanique [Nguyen et al., 2010] ou du marbre [Xu and Evans, 2010]. La taille des grains de ces matériaux étant de l'ordre du micron, ces techniques requièrent l'utilisation de la microscopie électronique et de techniques de diffraction afin de caractériser les microstructures.

Le développement d'hétérogénéités des champs de déformation ou de contrainte a été étudié à l'aide d'approches numériques basées sur les éléments finis [Dawson and Beau-doin, 1998, Mika and Dawson, 1999, Barbe et al., 2001b], les modèles utilisant la transformée de Fourier [Moulinec and Suquet, 1994, 1998, Lebensohn, 2001, Lebensohn et al., 2005a], ou encore des méthodes d'homogénéisation en champs moyens [Lebensohn et al., 2005b]. Ces hétérogénéités augmentent avec la non linéarité du comportement, comme

montré dans [Idiart et al., 2006] sur un matériau composite à deux phases isotropes. Elles augmentent aussi avec l'anisotropie du matériau.

Ce travail est centré sur l'évolution de la localisation de la déformation pendant le régime de fluage transitoire dans des échantillons de glace de structure colonnaire, qui correspond à une déformation axiale macroscopique inférieure à 1%. Durant ce régime, un champ de contraintes internes fort se développe, conduisant à une diminution de la vitesse de déformation pouvant atteindre plusieurs ordres de grandeur [Duval et al., 1983]. Outre l'intérêt de mieux comprendre le comportement de la glace, l'utilisation d'échantillons de glace est liée à différents avantages spécifiques du matériau :

- Les tailles de grains de l'ordre du cm permettent une analyse de la microstructure en lumière optique, sans microscopie électronique.
- Les microstructures colonnaires à structure contrôlée sont relativement faciles à fabriquer en laboratoire.
- L'anisotropie viscoplastique du cristal de glace est très grande, ce qui amplifie les hétérogénéités de déformation. De plus, il n'y a pas de mûchage comme dans la plupart des cristaux de structure hexagonale, ce qui simplifie l'analyse expérimentale, et la loi de comportement à mettre en oeuvre dans les modèles.

En particulier, les mesures de surfaces sont ici représentatives de la déformation de l'échantillon global, étant donné le caractère bidimensionnel des microstructures colonnaires avec de faibles gradients dans l'épaisseur. De plus, le fait qu'il y ait un seul plan de glissement facile, qui peut être considéré comme isotrope, permet de caractériser les orientations cristallographiques par un seul facteur de Schmid, contrairement au cas des métaux cubiques ou hexagonaux. Nous montrerons comment les hétérogénéités de la déformation se développent lors du fluage primaire, en relation avec la microstructure.

Les microstructures seront ensuite implémentées dans un modèle plein champ basé sur l'utilisation des transformées de Fourier (CraFT), développé au LMA, dans une formulation élasto-viscoplastique. Là encore le lien entre microstructure et hétérogénéités de la déformation sera caractérisé. L'accent est mis sur les comparaisons avec les données expérimentales.

Le manuscrit est structuré comme suit.

Nous commencerons en chapitre 1 par une revue sur les travaux réalisés au sujet des hétérogénéités de déformation dans les matériaux polycristallins, la corrélation d'images numérique qui permet la mesure de ces champs, la modélisation des matériaux polycristallins (approches micromécaniques en champs moyens et plein champs), et enfin le matériau glace. Nous poursuivrons en chapitre 2 par la description du dispositif expérimental : les microstructures utilisées, les tests mécaniques entrepris, puis les caractéristiques des mesures de champs réalisées, avec notamment les résolutions obtenues. L'analyse des résultats sera présentée en chapitre 3, en terme d'analyse globale et locale des champs obtenus par DIC. Un accent particulier sera porté sur le lien entre les champs mesurés et la microstructure de l'échantillon. Nous terminerons en chapitre 4 par la présentation du modèle CraFT utilisé et les résultats de simulations, en comparaison avec les mesures expérimentales.

# Chapitre 1

## Revue bibliographique

Après avoir exposé les objectifs de ce travail - pourquoi mesurer les hétérogénéités de déformation dans les matériaux - et les mécanismes de plasticité conduisant à ces hétérogénéités ainsi que leur caractéristique invariante d'échelle (section 1.1), nous présentons (section 1.2) les méthodes expérimentales pour la caractérisation de ces hétérogénéités de déformations (essentiellement la technique de corrélation d'images), puis nous décrivons les différentes approches numériques et théoriques (section 1.3) visant à prendre en compte ces hétérogénéités de déformation dans la modélisation, et à les évaluer ou même les représenter (cas des modèles plein champs).

Nous poursuivrons (section 1.4) par le cas particulier du matériau glace, ses spécificités, et un bilan des travaux réalisés dans ce domaine, tant d'un point de vue expérimental que numérique ou théorique.

### 1.1 Hétérogénéités de la déformation plastique

Les hétérogénéités de la déformation dans un matériau peuvent provenir son anisotropie élastique ou viscoplastique. On se place ici dans le contexte de la déformation plastique des polycristaux, où l'anisotropie viscoplastique est liée au glissement des dislocations sur les plans cristallins. Il en résulte des lois de comportement non linéaires à l'échelle du cristal et un comportement mécanique anisotrope, qui résulte à la fois de l'anisotropie locale et de la complexité des microstructures mises en jeu.

#### 1.1.1 Pourquoi mesurer les hétérogénéités de déformation dans les matériaux ?

L'étude des hétérogénéités de déformation dans les premiers stades de déformation d'un matériau polycristallin est fondamentale sur le plan industriel pour prédire l'évolution de sa microstructure au cours de son usage, l'évolution de ses paramètres rhéologiques (comportement ductile), son endommagement ou encore sa rupture.

D'un point de vue plus fondamental, l'étude des hétérogénéités de la déformation d'un matériau devrait permettre une meilleure compréhension des phénomènes physiques ayant lieu lors de la déformation des matériaux, tels que l'établissement des champs de dislocations hétérogènes et le rôle des contraintes internes associées sur les mécanismes de

déformation et de recristallisation.

De nombreux travaux de recherches sont donc consacrés aux techniques de mesures de champs cinématiques (déplacements et déformations). On prendra comme exemples des travaux sur le zirconium [Dexet, 2006, Heripre, 2006], l'aluminium [Dumoulin, 2001], des alliages TiAl [Heripre, 2006], des alliages Al-Mg [Chapelle, 2002], sur des aciers inoxydables [Rupin, 2007, El Bartali, 2007].

Les travaux de [Doumalin, 2000] permettent une étude du zirconium par la technique de microextensométrie. La technique a été améliorée par l'utilisation d'une caméra CCD de  $4000 \times 4000$  pixels et par un travail sur les images MEB (Microscope Electronique à Balayage) et la corrélation d'images. Par ce procédé, la zone analysée en une seule image est d'environ  $0.4 \text{ mm}^2$  avec une précision locale de l'ordre de 1% de déformation sur une base de mesure de  $10 \text{ }\mu\text{m}$ . Le polycristal de zirconium est obtenu par laminage, d'où un matériau texturé (non isotrope). La taille moyenne des grains est de  $25 \text{ }\mu\text{m}$ . L'échantillon est soumis à un essai de traction uniaxiale. La déformation est essentiellement plastique. Elle est liée dans le cas du zirconium au glissement des dislocations sur les plans prismatiques et pyramidaux, ainsi qu'à du maclage. Il s'agit ici de déformation à froid. On présente sur la figure 1.1 la microstructure et une carte des déformations équivalentes obtenue après 3,57% de déformation. On voit que la déformation est localisée en bandes. L'auteur décrit l'évolution de ce motif d'hétérogénéité en concluant qu'il est indépendant du chargement. Il semblerait que ces bandes s'établissent dès l'entrée du matériau en plasticité, avant 1% de déformation macroscopique, stade pour lequel la résolution de la méthode expérimentale ne permet pas de distinguer la localisation de la déformation du bruit.

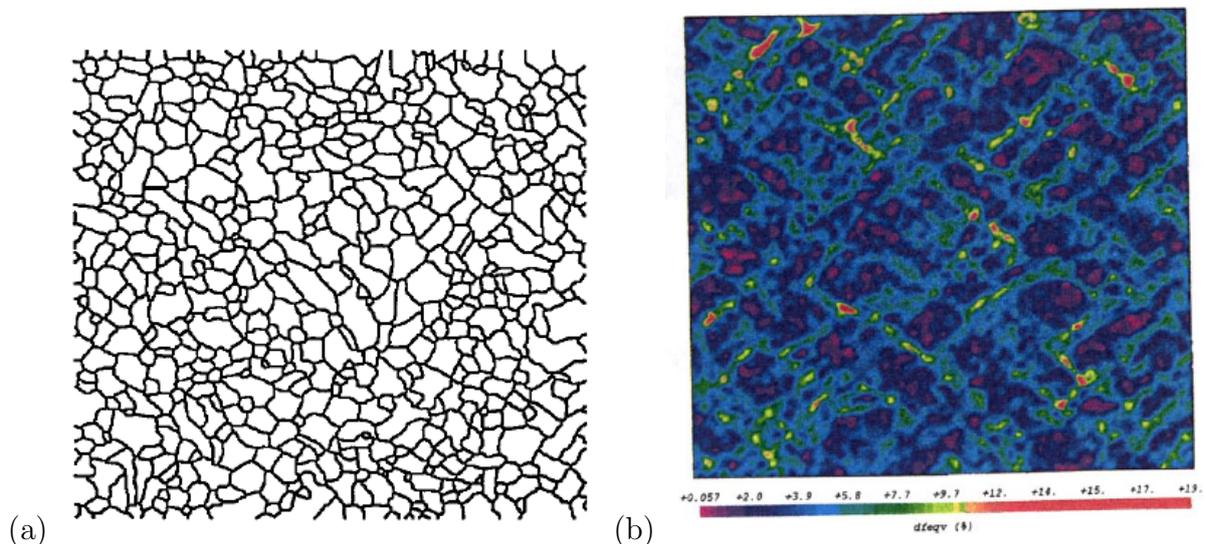


FIGURE 1.1 – (a) Microstructure (contour des grains déterminé manuellement) et (b) carte des déformations équivalentes pour un polycristal de zirconium déformé à 3,57%, d'après Doumalin [2000]. La taille de la zone est  $225 \text{ }\mu\text{m} \times 220 \text{ }\mu\text{m}$ .

L'anisotropie plastique des matériaux est souvent importante. Les fortes interactions intergranulaires qui apparaissent avec la déformation sont à l'origine des localisations de

la déformation. Ces localisations rendent le comportement effectif du matériau difficile à évaluer sans une étude à l'échelle du grain ; elles sont à l'origine d'une entrée en plasticité différente selon le grain considéré, de phénomènes de recristallisation ou d'endommagement.

### 1.1.2 Mécanismes de plasticité cristalline

On décrit maintenant certaines caractéristiques du comportement mécanique d'un matériau en plasticité ou viscoplasticité [Lemaître and Chaboche, 2004].

Dans un matériau cristallin, l'*écrouissage* (augmentation de la contrainte, ou diminution de la vitesse de déformation en fluage) est lié à la multiplication des dislocations immobiles dans le matériau, et à leurs interactions élastiques. Par exemple, pour des matériaux cristallins à plusieurs systèmes de glissement, les dislocations forment une "forêt" qui gêne la progression des dislocations mobiles (écrouissage isotrope) ou des empilements aux sous-joints et joints de grains (écrouissage directionnel). Or la déformation est directement liée au *mouvement* des dislocations dans les cristaux. L'écrouissage augmente la contrainte d'écoulement. Il est lié aux contraintes internes (élastiques, associées aux dislocations) qui s'établissent dans le matériau lors de sa déformation.

On modélise l'écrouissage par l'intermédiaire de la notion de contraintes internes  $\sigma_i$ , sachant que la contrainte effective  $\sigma_e$  est :

$$\sigma_e = \sigma - \sigma_i \quad (1.1)$$

et que les contraintes internes se composent des composantes cinématique  $\mathbf{S}$  et isotrope  $\sigma^*$  de l'écrouissage tel que :

$$\sigma_e = |\sigma - \mathbf{S}| - \sigma^* \mathbf{I} \quad (1.2)$$

où  $\mathbf{I}$  désigne le tenseur identité d'ordre 2.

On distingue ici le caractère directionnel de  $\mathbf{S}$  et le caractère isotrope de  $\sigma^*$  : si  $\mathbf{S} = 0$  (pas d'écrouissage cinématique), le signe de la contrainte  $\sigma$  n'a pas d'influence sur la valeur absolue de la contrainte effective.

L'écrouissage cinématique est à l'origine de l'effet Baushinger dans certains matériaux : le seuil de plasticité peut s'abaisser en valeur absolue pour des contraintes du signe opposé à la sollicitation primaire. Il peut être modélisé par une translation du domaine d'élasticité, fonction de charge ou surface seuil, alors que l'écrouissage isotrope correspond à une homothétie (cf. figure 1.2).

Pour les matériaux viscoplastiques, l'évolution de l'écrouissage est une question essentielle pour être en mesure de prévoir la déformation. Les relations sont souvent phénoménologiques et l'identification des paramètres est l'une des difficultés. Une autre difficulté est que l'écrouissage des différents systèmes de glissement est lié et qu'il est souvent difficile de bien représenter ces interactions (on parle d'écrouissage latent lorsqu'il résulte de l'interaction entre plusieurs systèmes de glissement, et d'auto-écrouissage au sein d'un seul système de glissement). C'est l'objet de la DDD (Dynamique des Dislocations Discrètes), ou des approches en champs de dislocations [Acharya and Beaudoin, 2000, Acharya, 2001, Fressengeas, 2011].

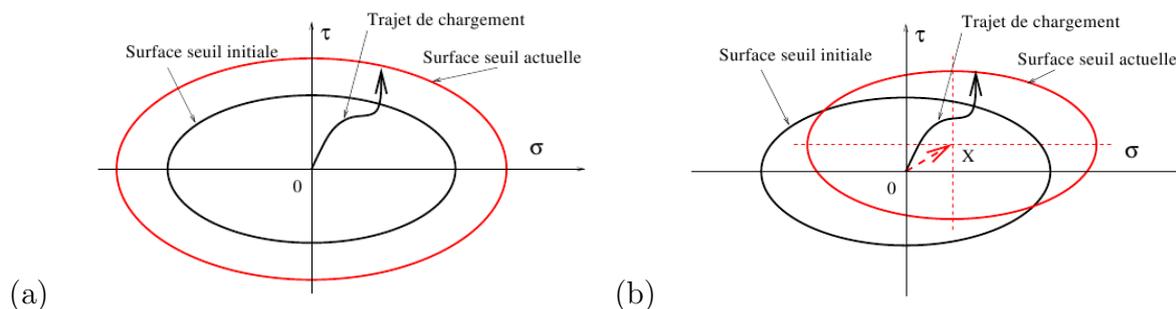


FIGURE 1.2 – (a) Écrouissage isotrope, (b) écrouissage cinématique

Ces différents modèles visent à prendre en compte la physique à l'échelle des dislocations ; ils ont l'avantage d'avoir une longueur caractéristique physique (à l'échelle de la maille atomique), ce qui n'est pas le cas des modèles de micromécanique que l'on présentera en section 1.3.

Dans les essais de déformation à chaud, comme c'est le cas avec la glace dans ce travail, des processus d'adoucissement peuvent venir contrebalancer l'écrouissage, et conduire à un comportement mécanique stationnaire. Deux types de mécanismes sont prépondérants [Poirier, 1985] :

*La restauration* : il s'agit de l'annihilation des dislocations de signes opposés et de la réorganisation des dislocations en sous-grains faiblement désorientés (polygonisation). Une grande mobilité des dislocations favorise ce phénomène, qui peut donc s'accroître avec la déformation.

*La recristallisation* : lorsque les dislocations s'accumulent en certaines zones, des germes de recristallisation peuvent donner naissance à un nouveau grain, pauvre en dislocations et fortement désorienté par rapport à ses voisins. Une faible mobilité des dislocations peut favoriser ce mécanisme [Poirier, 1985, Lemaître and Chaboche, 2004].

### 1.1.3 Dislocations et lois de comportement

On trouve dans la littérature de nombreux travaux visant à établir des lois de comportement pour les matériaux cristallins à l'échelle des dislocations (Dynamique des Dislocations Discrètes ou DDD) [Devincre et al., 2008], ou des champs de dislocations (Field Dislocation Mechanics ou FDM) [Fressengeas, 2011, Acharya and Beaudoin, 2000, Acharya, 2001]. Nous n'utiliserons pas directement ces modèles mais une brève description est présentée ici, et quelques exemples d'application seront présentés plus loin.

Lorsqu'une dislocation glisse d'une maille atomique élémentaire dans un cristal, elle le cisaille localement dans une direction et avec une amplitude qui définissent son vecteur de Burgers. Un tel mécanisme, discret, contraste avec l'élasticité, qui déforme le réseau cristallin de manière continue et réversible. La théorie des dislocations comprend une analyse des interactions élastiques induites par ces dislocations, mais il faut aussi tenir compte de la structure du cœur de la dislocation, qui s'étale souvent sur quelques distances interatomiques. La déformation plastique est donc un mécanisme complexe faisant intervenir différentes échelles de longueurs.

Les modèles basés sur l'évolution de la population des dislocations dans le matériau font intervenir, pour les plus simples, la densité de dislocation totale comme variable interne. La densité de dislocation  $\rho$  est alors décomposée en une partie mobile et une partie immobile ( $\rho = \rho_m + \rho_i$ ). Les dislocations mobiles contribuent à la déformation, et les dislocations immobiles sont des obstacles au mouvement des dislocations mobiles. Une description statistique des phénomènes est nécessaire. Il faut décrire l'évolution des densités de dislocations mobiles et immobiles : prendre en compte la création des dislocations mobiles, la conversion de dislocations mobiles en dislocations fixes (immobilisation), l'annihilation des dislocations entre elles. Les équations générales relient la vitesse de glissement le long des plans cristallographiques et la cission  $\tau$  sur le système aux densités de dislocations. La loi d'interaction avec les dislocations immobiles s'écrit :

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho_i} \quad (1.3)$$

avec  $\alpha$  un facteur,  $\mu$  le module de cisaillement du polycristal, et  $b$  la norme du vecteur de Burgers.

La *relation d'Orowan* donne le taux de cisaillement en fonction de la vitesse moyenne  $v$  des dislocations mobiles et de leur densité :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v. \quad (1.4)$$

Dans la littérature, il est en général admis que la densité des dislocations mobiles est très faible devant la densité des dislocations immobiles. Le modèle de [Kocks, 1976] aboutit ainsi à une loi régissant l'évolution des cissions du type loi de Voce, qui sont d'ailleurs souvent utilisées dans les modèles à l'échelle du grain qui ne considèrent pas directement les densités de dislocations.

Les modèles continus de dynamique des dislocations ne décrivent pas individuellement le comportement de chaque dislocation, mais statistiquement.

Dans cette catégorie, la théorie des champs continus de dislocations, ou FDM [Fressengeas, 2011, Acharya and Beaudoin, 2000, Acharya, 2001] a pour spécificité de distinguer deux populations de dislocations : les dislocations géométriquement nécessaires (ou dislocations polaires), qui sont à l'origine de l'incompatibilité de réseau, et les dislocations statistiques, qui sont distribuées aléatoirement dans le réseau. La détermination de ces populations dépend d'une échelle caractéristique choisie. L'évolution de la densité des dislocations géométriquement nécessaires, leur transport et les contraintes internes qu'elles engendrent sont les composantes principales utilisées pour définir les lois de comportement dans ce modèle.

Ces modèles ont permis notamment de reproduire le comportement collectif des dislocations observé expérimentalement [Taupin et al., 2007, Chevy, 2008].

### 1.1.4 Comportement collectif des dislocations

De nombreuses études dans différents matériaux mono- ou poly-cristallins ont permis de mettre en évidence un comportement collectif des dislocations à l'origine du caractère hétérogène de la plasticité, comportement qui est caractérisé par une invariance d'échelle.

Il y a invariance d'échelle dans un ensemble ou un processus physique lorsqu'aucune échelle ne peut le caractériser. C'est le cas par exemple d'un ensemble fractal, dont les propriétés sont les mêmes quelle que soit l'échelle d'observation. Une fonction  $g$  est dite invariante d'échelle s'il existe une fonction  $\phi$  telle que pour tout  $x$  et  $y$  :

$$\frac{g(x)}{g(y)} = \phi\left(\frac{x}{y}\right)$$

Alors la fonction  $g$  suit une loi puissance : il existe une constante  $C$  et un exposant  $\gamma$ , tels que :

$$g(x) = Cx^\gamma.$$

Dans les cas présentés ci-après, la variable  $x$  est le temps, c'est une invariance d'échelle temporelle. En physique, l'invariance d'échelle par rapport à une variable d'espace n'est valable que dans un domaine de taille limité ; par exemple, pour un ensemble fractal, on ne peut pas se placer à une échelle plus petite que celle des molécules, ni plus grande que la taille du système.

Des travaux récents [Weiss et al., 2000, 2007, Richeton, 2006] ont permis de comprendre le phénomène d'avalanches de dislocations, par des techniques d'émission acoustique, et de conclure à une intermittence de la déformation plastique dans le monocristal de glace. On y reviendra en section 1.4.1.7. L'émission acoustique est une technique d'étude des avalanches de dislocations, en termes d'énergie, de temps et d'espace. Lors d'essais de fluage sur des monocristaux de glace, cette technique a révélé une très forte intermittence du processus de déformation plastique, associée à des distributions en loi de puissance de la taille des avalanches de dislocations [Richeton, 2006].

Des monocristaux métalliques ont aussi été testés [Richeton et al., 2006] : cadmium, zinc, et cuivre. Les expériences ont montré une grande robustesse de la dynamique invariante d'échelle associée à la plasticité monocristalline : des distributions en loi puissance des énergies acoustiques mesurées similaires à celles mesurées dans les monocristaux de glace. On sait pourtant que les mécanismes de déformation dans ces différents matériaux sont variés (mâclage, présence de "forêt" de dislocations, glissement simple ou multiple). Ces travaux ont donc montré le caractère universel de cette invariance d'échelle lors de la déformation plastique des matériaux.

Dans le cas des *polycristaux*, cette dynamique invariante d'échelle est perturbée, à cause d'un effet de taille finie lié à la taille des grains [Richeton et al., 2005b].

Puis, des analyses de surface (figure 1.3(a)) ont permis de se rendre compte du caractère intermittent de la déformation. Dans Zaiser [2006], il a été montré que la cinétique de croissance des marches de surface est invariante d'échelle : la vitesse de croissance décroît quand le temps augmente selon une loi puissance (figure 1.3(b)).

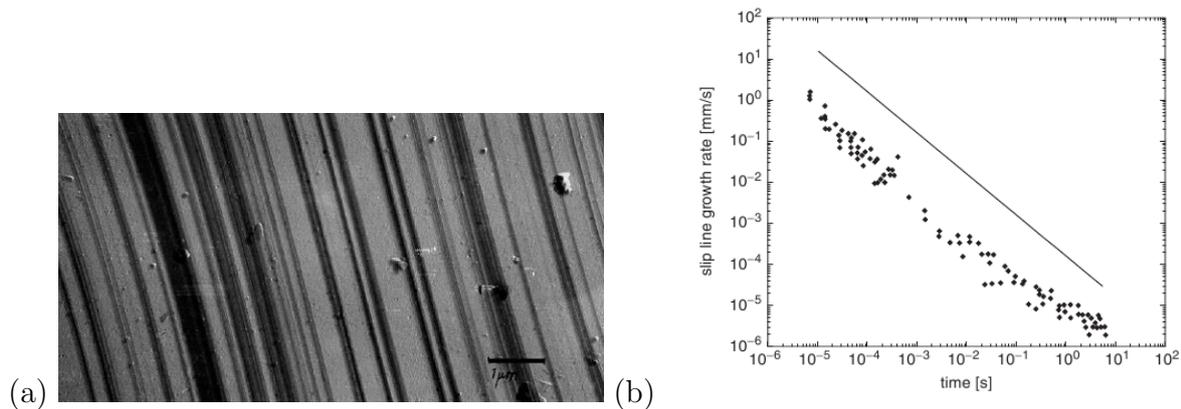


FIGURE 1.3 – (a) Lignes de glissement dans un alliage Cu-30%Zn déformé en traction à une déformation de 19.4% à 77 K (b) Vitesse de grossissement des marches sur la surface fonction du temps écoulé depuis la formation de la marche ; la droite est une loi puissance d'exposant -1 [Zaiser, 2006].

## 1.2 Méthodes expérimentales de mesures de champs pour caractériser les hétérogénéités de déformation dans les matériaux

### 1.2.1 Méthodes expérimentales de mesures de champs

Les techniques de mesures de champs de déplacement ont connu un essor important ces dernières années, notamment grâce à une recherche abondante dans les domaines de l'interférométrie, la corrélation d'images, ou la microextensométrie.

La question est de bien choisir la technique adaptée à l'objectif et à la résolution recherchée.

Dans les familles de techniques de mesures optiques, on peut distinguer les méthodes de mesure en lumière blanche et les méthode d'interférométrie, où l'onde incidente est monochromatique [Chrysochoos and Surrel, 2011].

Les méthodes d'interférométrie [Jacquot et al., 2011] utilisent la mesure de la longueur des trajets parcourus par une onde monochromatique de la lumière visible, qui se réfléchit sur la surface de l'échantillon analysé. Les longueurs d'onde, qui servent d'unité de mesure, sont de l'ordre de 0.5 μm. On peut donc mesurer des champs de déplacements à l'échelle du micromètre. Les trajets lumineux ne peuvent pas être mesurés directement, mais on compare deux trajets voisins. Tout comme pour les méthodes de grille, les surfaces étudiées doivent être parfaitement planes et polies dans l'interférométrie classique. L'interférométrie "speckle" concerne les objets rugueux à l'échelle de la longueur d'onde et permet aussi de déterminer des déplacements hors plan [Jacquot et al., 2011], mais cette technique de mesure n'a pas été envisagée dans ce travail, à cause de l'évolution non maîtrisable de l'état de surface de la glace dû à la sublimation.

Les *méthodes en lumière blanche*, aussi appelées méthodes géométriques, peuvent être classées suivant le type d'encodage de l'information :

- *encodage par un signal aléatoire* : corrélation d’images, stéréocorrélation, corrélation de “speckle”,
- *encodage par un signal périodique* : méthodes de grille, moiré, défectométrie.

Un codage par un signal périodique a l’avantage de pouvoir être caractérisé par une fréquence, une phase locale, un niveau moyen et un contraste, alors qu’un codage par un signal aléatoire est difficile à caractériser quantitativement, mais la périodicité a l’inconvénient de mener à des ambiguïtés : un dépliage de phase est alors nécessaire (numérotation des franges).

Toutes ces méthodes se ramènent à la mesure d’une position ou d’un déplacement sur une image. Nous décrivons brièvement ici quelques exemples de techniques pour la mesure des *déplacements plans* (non exhaustif) :

- *les méthodes de grille* : une grille [Allais et al., 1994, Molimard and Surrel, 2011] ou microgrille (pas de l’ordre du micron) est collée, déposée ou gravée (microélectrolithographie) sur l’objet à étudier, et l’analyse s’effectue sur la modulation de phase de la porteuse (qui est la grille). Une restriction de la méthode est la nécessité d’avoir une surface parfaitement plane. Le moiré fait partie des méthodes de grille, avec une fréquence du signal plus petite. Des résolutions en déplacement inférieures au micromètre sont accessibles avec des périodes de grilles de quelques centaines de  $\mu\text{m}$  (5 à 10 traits par millimètre).
- *la défectométrie* [Molimard and Surrel, 2011] : une grille, non solidaire de l’objet, est observée par réflexion sur une surface réfléchissante qui n’est pas parfaitement plane ; le déplacement plan de l’image est alors converti en champs de pentes. Cette technique, contrairement à la précédente, est simple à mettre en oeuvre. Elle est beaucoup utilisée dans l’industrie pour le contrôle de la qualité d’aspect de plaques par exemple. Cependant, elle reste inexploitable dans le cas de surface dont la texture évolue avec le temps.
- *la corrélation d’images* [Sutton et al., 2009, Bornert et al., 2011] : le marquage de la surface, si celle-ci ne présente pas une texture naturelle suffisamment contrastée, est effectué via un mouchetis ou encore une micro-grille. On parle alors souvent de microextensométrie.

Nous illustrons ici la méthode des grilles par un résultat issu de Bornert [1996] sur des biphasés Fer/Argent (figure 1.4). Les cartes mettent en évidence la complexité du champ local de déformation et son hétérogénéité. Pour une déformation macroscopique de 8.5%, l’auteur mesure des valeurs locales de la déformation équivalente variant de 0 à 20%.

Dans une étude plus récente, Moulart [2009] utilise cette même technique de micro-grille, avec le développement d’un algorithme pour l’analyse des phases, et conduit sur un acier en traction à des mesures locales avec une résolution en déformation de  $1 \text{ à } 2 \times 10^{-3}$  pour une résolution spatiale d’environ  $20 \mu\text{m}$ . Cette méthode s’avère bien adaptée à la mesure de faibles déformations très localisées.

La section suivante (1.2.2) présente le principe de la corrélation d’images ainsi que quelques exemples, et des aspects plus techniques seront présentés en section 2.4.

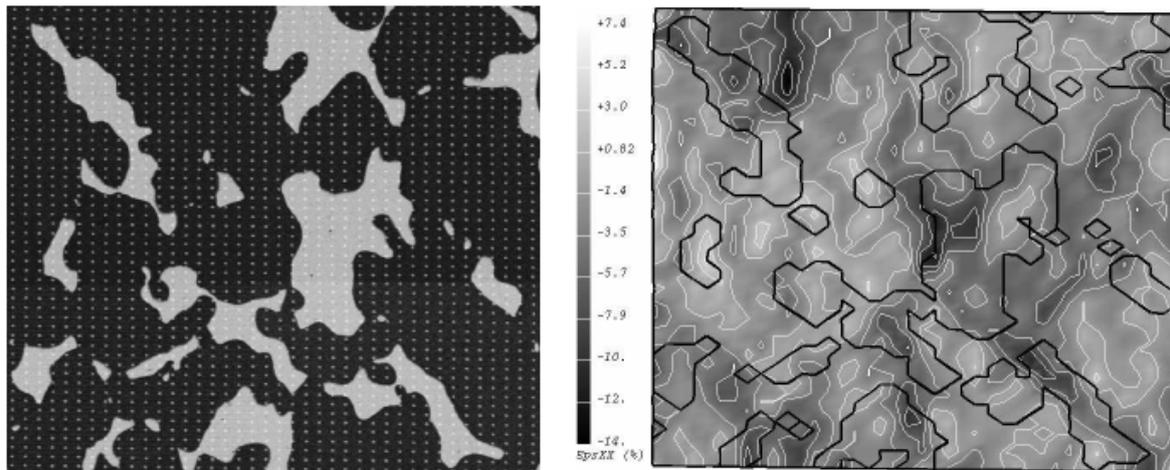


FIGURE 1.4 – Technique de microextensométrie, sur un biphase Fer(74%)/Argent, d’après Bornert [1996] p.95. (Gauche) Micrographie de la zone étudiée; (droite) composante de déformation  $\varepsilon_{xx}$ , après une déformation macroscopique de 8.5% en traction uniaxiale verticale. La taille de la zone est  $1.5\text{mm} \times 2.2\text{mm}$ .

## 1.2.2 La corrélation d’images numériques

Nous avons choisi l’utilisation de la corrélation d’images numériques pour l’étude réalisée sur la glace pour plusieurs raisons. En premier lieu, c’est un outil facilement accessible, et notre collaboration avec Pierre Vacher (Annecy) nous a permis l’acquisition du logiciel 7D permettant la mesure par corrélation de champs de déformations, avec une résolution adaptée à nos besoins. Ensuite, la forte sublimation de la glace en cours d’essai interdit l’utilisation de techniques interférométriques.

### 1.2.2.1 Introduction et principe de base

La corrélation d’images numériques (CIN, ou DIC pour *Digital Image Correlation*), technique apparue au début des années 80, connaît aujourd’hui un essor important [Pan et al., 2009]. Elle permet la mesure de champs de déplacements à la surface (ou même dans le volume) d’éprouvettes sous sollicitations mécaniques, à partir d’images numériques acquises à différents stades du chargement. Des ouvrages récents y sont donc consacrés : Sutton et al. [2009], Bornert et al. [2011]. Son essor est lié à celui des moyens optiques numériques, qui deviennent de plus en plus performants pour un coût qui diminue. L’intérêt de ces moyens est aussi lié à l’absence de contact avec l’éprouvette, et à la tolérance à des environnements agressifs (température, pression).

Cette technique peut s’appliquer à des images d’origines très diverses, selon une large gamme d’échelles d’espace et de temps : caméras rapides et ultra-rapides pour une période d’acquisition pouvant atteindre la micro-seconde, microscopie électronique à balayage (MEB) et à force atomique (AFM) pour atteindre des échelles spatiales nanométriques, images satellites en géophysique (figure 1.5) pour au contraire de larges échelles spatiales.

La possibilité d’accéder à un champ de déplacement tridimensionnel à la surface d’un objet se fait grâce à des systèmes multi-caméras (stéréocorrélation). On peut aussi me-

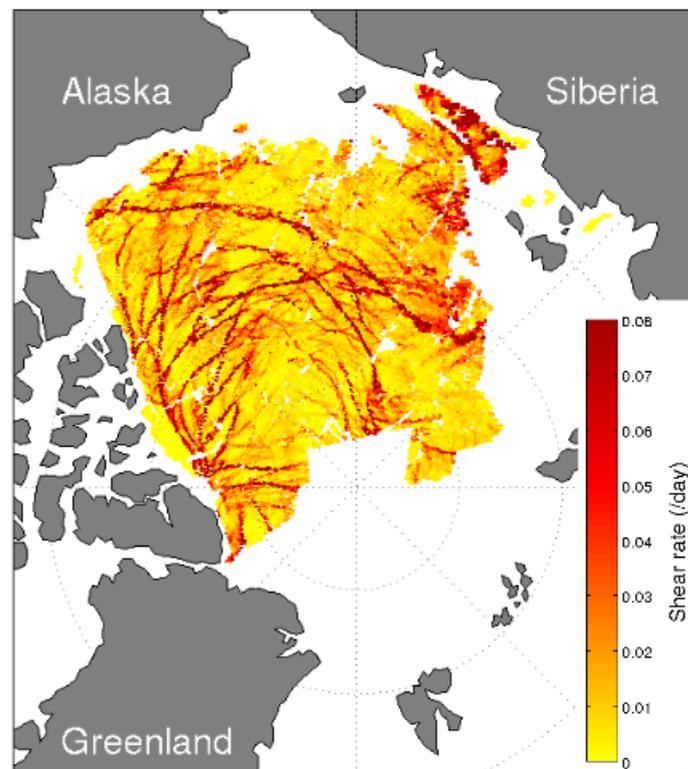


FIGURE 1.5 – Champ de vitesse de la déformation en cisaillement de la banquise arctique (vitesse moyenne/jour, sur une durée de 6 jours, entre le 24 et le 30 mars 2007), obtenu par corrélation d'images à partir d'observations satellite; la résolution spatiale est de 10km , Source : NImage RGPS (Radar Satellite), d'après Girard [2010]

surer des déplacements 3D dans un volume en utilisant la tomographie [Bornert et al., 2011]. L'accès aux champs dans un volume se fait grâce à des images tridimensionnelles de tomographie, micro-tomographie, ou résonance magnétique nucléaire (IRM).

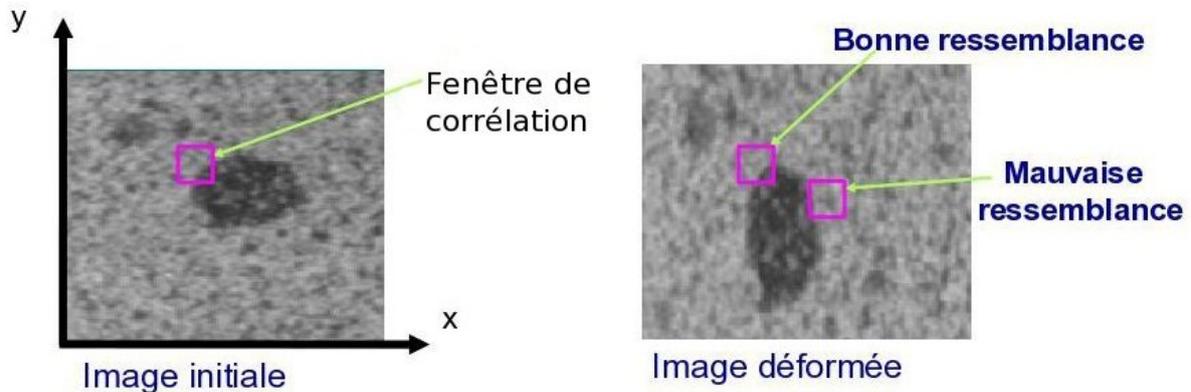


FIGURE 1.6 – Principe de la corrélation d'image.

Le principe de la méthode de corrélation d'images est d'optimiser la ressemblance entre deux motifs ou fenêtres de corrélation en comparant deux images entre un état de référence et un état déformé (figure 1.6). On estime ainsi localement un vecteur déplacement entre les deux états ; cette optimisation est effectuée sur toute l'image (avec un pas de grille choisi), ce qui aboutit à l'estimation d'un champ de déplacement. Le passage au champ de déformation s'effectue par différenciation.

### 1.2.2.2 Résolution en corrélation d'images

Dans le vocabulaire international de la métrologie, la résolution est définie comme la plus petite variation de la grandeur mesurée qui produit une variation perceptible de l'indication correspondante. Une définition plus pratique est proposée dans Chrysochoos and Surrel [2011] : la résolution est la variation de la grandeur mesurée qui produit une variation égale à un écart-type du bruit de mesure.

La notion de résolution spatiale, quant à elle, est définie dans le cadre des mesures optiques de champs par dualité dans l'espace de Fourier par l'intermédiaire de la fréquence spatiale de coupure  $f_c$  (fréquence spatiale au-delà de laquelle les images sont déformées par le système optique), et par convention la résolution spatiale est définie comme  $1/(2f_c)$  (Chrysochoos and Surrel [2011] p.42). Dans la pratique en corrélation d'images, nous utiliserons une définition plus simple (cf. section 2.4.3).

La corrélation d'images aboutit à des mesures quantitatives de champs de déplacements, il est donc primordial de pouvoir quantifier les incertitudes liées à ces mesures [Wang et al., 2009]. Il existe deux types de sources d'erreurs, les premières liées à l'acquisition des images, les secondes au procédé de corrélation.

Citons dans la première catégorie :

- Les erreurs liées à la projection 3D-2D : les mouvements hors-plan peuvent induire des déformations artificielles faussant la mesure [Yang et al., 2010].

- Les erreurs liées au mauvais positionnement des coordonnées des pixels : aberrations des objectifs, distorsion [Yang et al., 2010].
- Les erreurs liées au bruit des images : l’incertitude (ou l’écart type) sur le déplacement est proportionnel à l’écart-type du bruit des images  $\varepsilon$ , mais aussi inversement proportionnel au gradient de niveau de gris moyen sur la fenêtre de corrélation et à la largeur  $p$  de la fenêtre de corrélation [Roux and Hild, 2006] :

$$\sigma_u = \frac{\varepsilon}{p\sqrt{\langle \|\nabla f\|^2 \rangle}} \quad (1.5)$$

On cherchera à minimiser le bruit en ajustant le choix des instruments et des paramètres optiques (ouverture, temps d’exposition, sensibilité optique...) [Yang et al., 2010], mais aussi en travaillant sur la texture de l’image. On détaillera ces points en sections 2.4 et 2.5.

Dans la deuxième catégorie d’erreurs, qui relèvent de la DIC, citons :

- Les erreurs liées à l’interpolation des niveaux de gris : l’interpolation des niveaux de gris, nécessaire pour l’obtention d’une résolution subpixel des champs de déplacements (cf. section 2.4.2), est à l’origine d’un biais dans le champs de déplacement, qui dépend de l’erreur de phase de l’interpolation utilisée [Sutton et al., 2009]. Les types d’interpolation des niveaux de gris les plus classiques sont l’interpolation bilinéaire (le plus simple), bicubique, ou biquintique. L’usage de splines bicubiques est également courant. Lorsque l’erreur subpixel est trop grande devant la résolution requise, des techniques de corrections sont possibles, par exemple en appliquant des filtres d’interpolation optimisés pour les longueurs d’ondes présentes dans l’image des niveaux de gris [Sutton et al., 2009].
- Les erreurs liées à l’interpolation choisie pour décrire la transformation mécanique locale, appelée  $\Phi_0$ , ou plus généralement les erreurs liées aux fonctions de formes choisies [Bornert et al., 2009].

En 2007, une méthodologie d’évaluation des performances métrologiques des traitements d’images a été publiée [Bornert, 2007]. Elle repose sur la synthèse d’images représentatives de mouchetis réels, déformées selon un champ de déplacement sinusoïdal, d’amplitude et de période variables, et l’analyse statistique des écarts entre valeurs imposées et mesurées. Les résultats sont donc théoriques, ils sont obtenus sur des images dépourvues de bruit.

Divers types d’erreurs sont analysées, en fonction des paramètres des algorithmes, comme la taille de la fenêtre de corrélation, la forme de la transformation locale ou la nature de l’interpolation des déplacements réalisée. De précédents travaux avaient déjà étudié le cas de transformations plus simples (déplacement rigide, cf. Schreier et al. [2000]) ; l’avantage ici d’utiliser des sinusoides est de pouvoir faire le lien entre incertitudes et gradients de la déformation, et d’ainsi mieux évaluer les erreurs pour des essais à caractère hétérogène. Les résultats révèlent que le principal facteur gouvernant l’écart entre mesure et valeur exacte s’avère être la forme supposée de la transformation locale  $\Phi_0$ .

Dans le cas où  $\Phi_0$  est une transformation rigide (translation), l’erreur est fortement corrélée à la valeur du gradient de la transformation réelle.

Lorsque la fenêtre suit une transformation d’ordre 1 (6 ou 8 paramètres, transformation

bilinéaire), on observe deux régimes d'erreur principaux. Lorsque les déformations et les fenêtres de corrélation sont grandes, l'erreur est gouvernée par le second gradient du déplacement. Dans les autres cas, on retrouve la limitation associée aux mouvements rigides. Les résultats montrent que le recours à une forme de transformation plus complexe (bicubique par exemple) conduit à une erreur supplémentaire et n'est pas souhaitable en règle générale.

### 1.2.3 Quelques résultats expérimentaux en corrélation d'images

La technique de corrélation d'images est de plus en plus utilisée pour toutes sortes d'applications, que ce soit dans des matériaux géophysiques comme le sel ou l'argile, ou alors les métaux pour la prédiction des zones les plus fragiles susceptibles de s'endommager.

Un premier exemple, purement expérimental, a été présenté en section 1.1.1 sur les travaux de Doumalin [2000].

De nombreux travaux mènent aussi à des études comparatives avec des modèles de micromécanique (section 1.3). C'est le cas par exemple de [Dumoulin, 2001], où l'objectif est de proposer et valider une modélisation par éléments finis de la plasticité du polycristal de structure cubique faces centrées. Des mesures de champs ont été réalisées par corrélation d'images sur des mono- et multi-cristaux d'aluminium.

C'est aussi le cas dans [Dexet, 2006], dans le cadre d'un programme de recherche portant sur la Simulation des Métaux des Installations et Réacteurs Nucléaire (SMIRN). La déformation du zirconium grade 702 est étudiée par microextensométrie, puis simulée dans des modèles aux éléments finis. Le matériau est obtenu par laminage ; sa texture est donc très marquée. Plusieurs éprouvettes sont prélevées suivant différentes orientations par rapport à la direction de laminage. Les microstructures sont analysées par EBSD et les facteurs de Schmid  $FSp$  relatifs au glissement prismatique, qui est le glissement prédominant, sont cartographiés. Les éprouvettes sont soumises à des essais de traction uniaxiale en déformation imposée jusqu'à une déformation de 2.5%, à température ambiante (et à 280°C dans une deuxième série d'essais). Les champs de déformation sont mesurés grâce à une technique de microextensométrie (dépôt de micro-grilles et corrélation d'images), les images étant acquises sous MEB. L'auteur mesure des déformations locales pouvant atteindre cinq fois la déformation macroscopique moyenne, sur une base de mesure de 4  $\mu\text{m}$ . Les résultats obtenus en termes de champs de déformation équivalente normalisée superposés à la microstructure sont donnés en figure 1.7. L'auteur constate que, si la plus grande partie des zones déformées se situe bien dans les grains présentant un  $FSp$  supérieur au  $FSp$  moyen, des zones déformées sont aussi présentes dans les grains de  $FSp$  plus faible. Elle fait le lien avec le fait que les distances caractéristiques des bandes de déformation, qu'elle détermine par autocorrélation, sont plus longues que la distance entre grains "raides". De plus, les zones bien orientées en termes de  $FSp$  ne sont pas forcément très déformées. Elle conclue notamment que l'utilisation des facteurs de Schmid prismatiques, qui implique l'uniformité des contraintes et la prééminence du glissement prismatique, n'est pas suffisante pour déterminer les lieux d'apparition des bandes de localisation de la déformation. Pour les essais de traction uniaxiale à température ambiante, les bandes obtenues présentent une largeur de l'ordre de la taille de grain (taille moyenne de 15  $\mu\text{m}$ ) et une longueur six à sept fois supérieure à celle-ci, quelle que soit la

direction de prélèvement de l'éprouvette. Pour les essais à 280°C, cette longueur n'est que de cinq fois la taille du grain ; cette longueur diminue lorsque la température augmente.

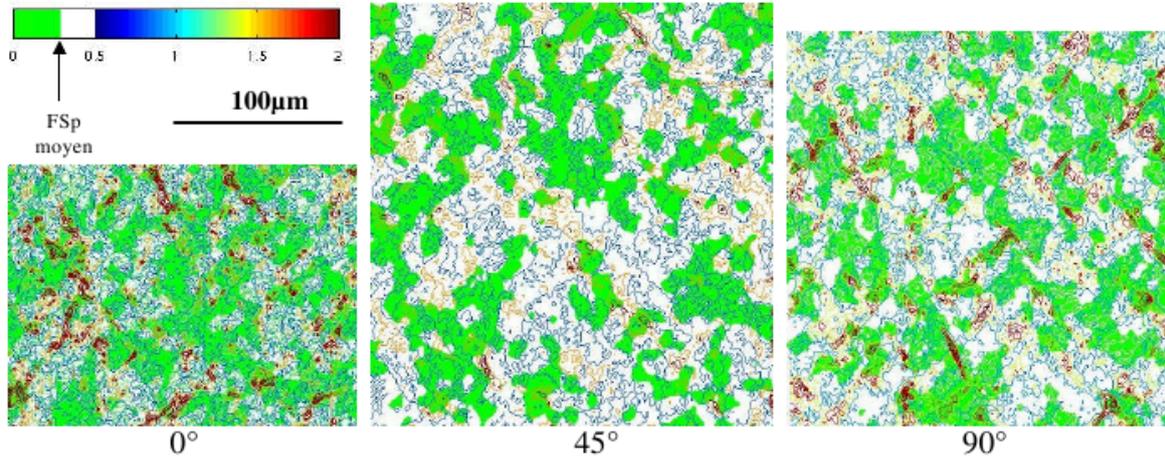


FIGURE 1.7 – Superposition des cartes de déformation équivalente normalisée et de la microstructure (vert :  $FSp < FSp_{moyen}$  ; blanc :  $FSp > FSp_{moyen}$ ) pour des éprouvettes prélevées à 0°, 45°, et 90° de la direction de laminage. D'après Dexet [2006], p. 81.

Les études par DIC permettent aussi, par des méthodes adaptées, de détecter l'apparition de fissures au sein des matériaux, par exemple dans le cas d'une roche dans [Nguyen et al., 2010]. La détection s'effectue en cherchant les discontinuités des champs de déplacement mesurés.

Les mesures peuvent être effectuées en 3D par des techniques de tomographie X associées à la corrélation d'images. Des analyses ont été effectuées par exemple sur des roches argileuses dans [Lenoir and Viggiani, 2007], dans le contexte du stockage des déchets nucléaires.

## 1.3 Méthodes numériques et théoriques pour caractériser les hétérogénéités de déformation

### 1.3.1 Introduction

On peut modéliser le comportement mécanique des matériaux avec deux approches très différentes : une approche phénoménologique ou une approche micromécanique.

L'approche phénoménologique est fondée sur l'expérience à l'échelle macroscopique. Elle n'est valable que pour un matériau donné dans des conditions expérimentales données. Un écart à la microstructure ou d'autres types de sollicitations nécessitent une nouvelle identification de paramètres.

L'*approche micromécanique*, adaptée à l'étude des matériaux hétérogènes, décrit le comportement global d'un matériau en partant de la connaissance de la microstructure et des lois de comportement à l'échelle des constituants élémentaires ou des hétérogénéités. On peut ainsi étudier par exemple la plasticité d'un polycristal en partant des lois de plasticité cristalline à l'échelle du cristal. Cette approche s'appuie donc sur des techniques de changement d'échelles.

Les approches de micromécanique pourraient jouer un rôle important dans l'industrie des matériaux, car les propriétés microscopiques résultent des procédés d'élaboration et de transformation des matériaux, et le comportement macroscopique calculé est responsable des propriétés d'usage du matériau [Bornert et al., 2001a].

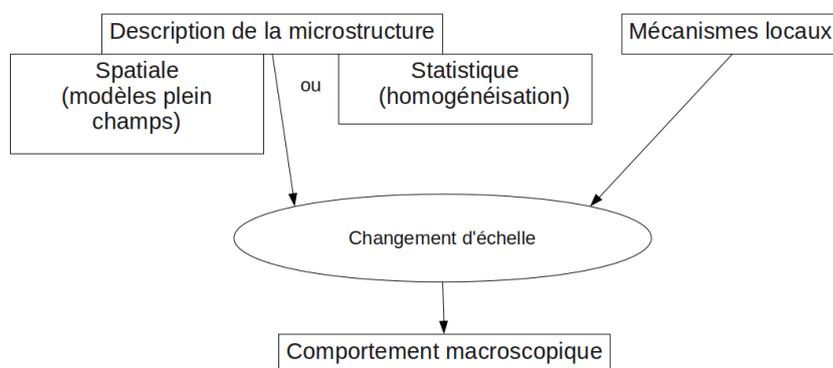


FIGURE 1.8 – Approche micromécanique

Dans les approches micromécaniques, on trouve deux grands types de modèles, selon la représentation adoptée de la microstructure :

- Modèles en *champs complets* (ou pleins champs) : représentation discrète de la microstructure.  
On trouve dans cette classe deux méthodes numériques pour la résolution des équations : les modèles aux éléments finis (EF), et les modèles basés sur la **Transformée de Fourier Rapide (TFR ou FFT)**. On obtient ainsi un champ de contraintes et de déformations sur toute la microstructure, avec la résolution spatiale souhaitée.
- Modèles en *champs moyens* (homogénéisation) : représentation statistique de la microstructure.  
On obtient avec ces approches uniquement des données statistiques sur les champs mécaniques dans les différentes phases du matériau.

Ces différents modèles permettent tous de déduire le comportement macroscopique d'un matériau hétérogène à partir de la connaissance des lois de comportement de chacun des constituants à l'échelle locale. Le matériau homogène fictif mécaniquement équivalent est appelé milieu homogène équivalent.

Dans le cas de la plasticité, le point délicat, commun à ces deux approches micromécaniques, est la difficulté à prendre en compte le comportement local du matériau,

la nécessité de bien connaître les mécanismes physiques en jeu. Par exemple, il est difficile de reproduire dans la loi de comportement le comportement collectif des dislocations, qui se situe à des échelles inférieures (de l'ordre du nm). On essaie de mieux comprendre les processus en jeu par l'analyse expérimentale locale (à petite échelle) de matériaux déformés.

Les deux types de modèles (champs complets/champs moyens) sont complémentaires : les modèles plein champs donnent accès à une information plus complète sur les champs mécaniques, mais sur des matériaux à microstructure complexe et aléatoire tels les polycristaux, les temps de calculs peuvent être très longs et les modèles d'homogénéisation permettent d'obtenir des informations statistiques avec des temps de calculs beaucoup plus raisonnables.

### 1.3.2 Approches numériques (EF et FFT)

Les récentes avancées dans les théories liant microstructure et propriétés, combinées avec la croissance de la capacité numérique des ordinateurs, ont permis le développement de nouveaux concepts et algorithmes pour la prédiction de la réponse des matériaux hétérogènes, notamment les polycristaux. Ces approches permettent de traiter des situations complexes tels que les non linéarités de comportement, ou l'anisotropie de la plasticité cristalline.

Dans ces approches, il n'y a pas de distance de coupure pour les interactions : chaque élément de la microstructure interagit avec la microstructure dans sa totalité. La solution du problème mécanique tend vers la solution exacte quand la discrétisation devient très fine.

Les réponses locales et macroscopiques de matériaux hétérogènes à comportement non linéaires sont de façon classique approchées avec des modèles basés sur la méthode des éléments finis. Les modèles aux éléments finis [Beaudoin et al., 1993, Dawson and Beaudoin, 1998] permettent le calcul des champs de déformations et de contraintes sur un matériau hétérogène, sur un maillage qui peut s'adapter aux hétérogénéités (maillage plus fin sur les bords d'une inclusion par exemple), et en imposant les conditions aux limites choisies. Ils ont été utilisés pour modéliser le comportement de microstructures hétérogènes complexes, par exemple sur des matériaux multiphasés avec de forts contrastes entre les phases [Prakash and Lebensohn, 2009], des matériaux contenant des inclusions de forme irrégulière, ou encore des polycristaux aux constituants anisotropes [Beaudoin et al., 1993, Barbe et al., 2001a,b]. Toutefois, la difficulté liée au maillage et au grand nombre de degrés de liberté dans un calcul aux éléments finis limite la complexité et la taille des microstructures qui peuvent être étudiées par cette méthode. On comprend qu'il est difficile de mailler pertinemment une microstructure aussi complexe que celle d'un biphasé Fer/Argent présentée en figure 1.4.

Une nouvelle approche numérique a été développée dans les années 90, basée sur l'algorithme de FFT. Cette méthode est initialement détaillée dans Moulinec and Suquet [1994, 1998, 2003] sur un matériau composite à deux phases pour un problème élastique, puis avec une extension élasto-plastique. Elle a par la suite été adaptée au cas des po-

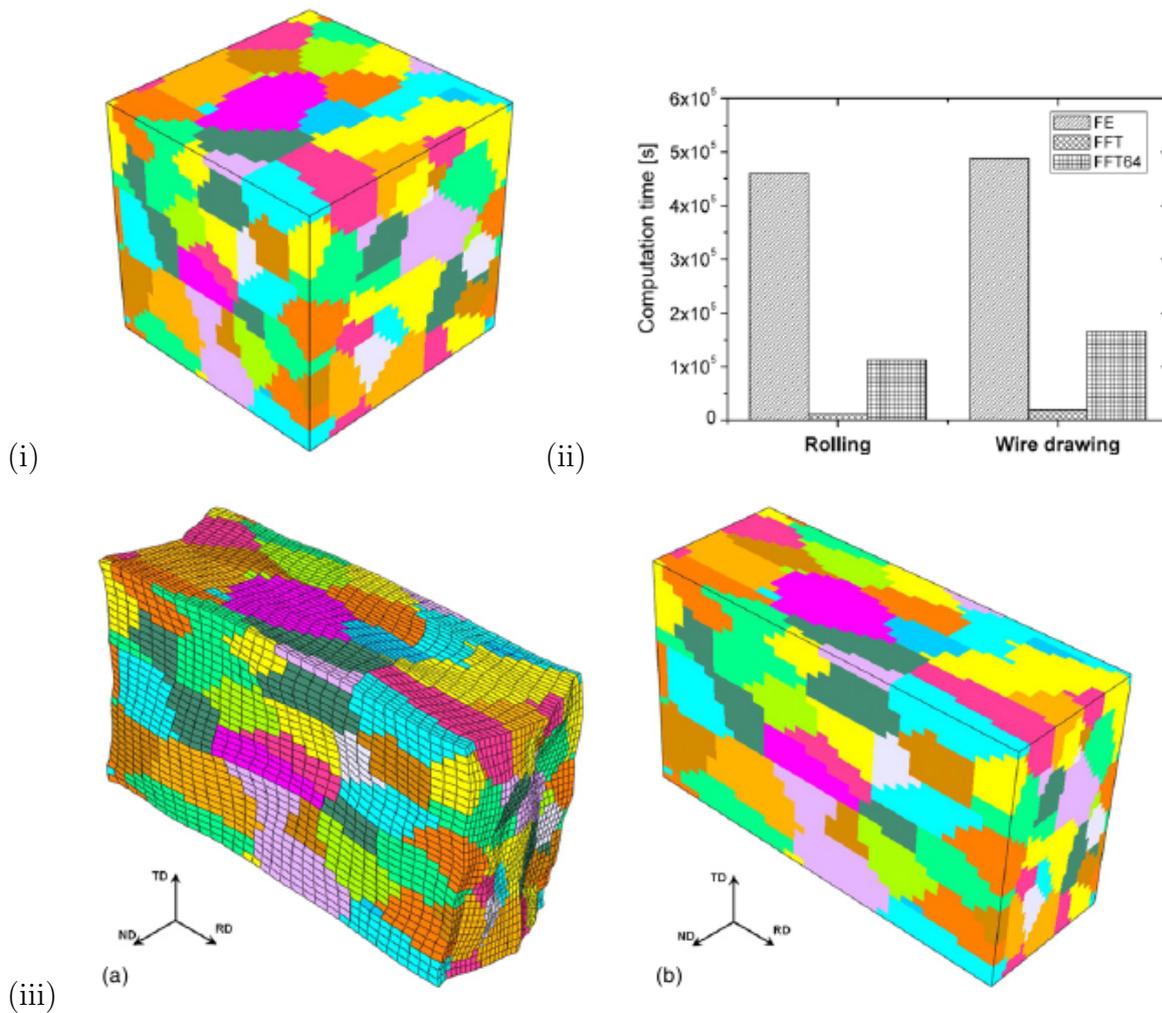


FIGURE 1.9 – (i) Microstructure non déformée. (ii) Comparaison de simulations EF et FFT de laminage (rolling) et tréfilage (wire drawing); temps de calcul obtenus pour les modèles FE (éléments finis  $32^3$  éléments), FFT ( $32^3$  voxels) et FFT64 ( $64^3$  voxels). (iii) Configuration déformée de la microstructure après les simulations de laminage : réduction d'épaisseur de 40% (a) EF et (b) FFT. D'après Prakash and Lebensohn [2009].

lycristaux anisotropes 3D viscoplastiques [Lebensohn, 2001]. Cependant, comme il a été montré dans Michel et al. [1999] et Lebensohn [2001], la résolution numérique par la méthode du point fixe (schéma de base) n'est pas bien adaptée au cas de matériaux à forts contrastes mécaniques entre les phases, comme par exemple les matériaux très anisotropes.

Pour surmonter cette limitation, une résolution numérique améliorée, basée sur la méthode du Lagrangien augmenté, a été proposée dans Michel et al. [2000]. La méthode est adaptée aux polycristaux 2D dans Lebensohn et al. [2004b], puis aux polycristaux 3D dans Lebensohn et al. [2004a].

L'approche FFT a récemment été étendue aux matériaux composites élasto-viscoplastiques en utilisant un schéma d'intégration pas à pas implicite en temps [Idiart et al., 2006], et aux polycristaux élasto-viscoplastiques avec un schéma d'intégration explicite en temps [Suquet et al., 2011].

La méthode FFT est basée sur la résolution des équations de la mécanique sur une cellule de base avec des conditions aux limites périodiques, en utilisant les transformées de Fourier rapides. Dans le cas d'un polycristal, l'estimation de la réponse macroscopique peut être obtenue à partir d'une cellule de base plus petite que le polycristal entier, à condition que cette cellule soit représentative du polycristal : la taille des grains doit être petite devant les dimensions de la cellule. Pour des microstructures périodiques, le calcul est fait sur la cellule de base de la microstructure. Pour des microstructures aléatoires, la cellule de base doit être choisie de façon à être statistiquement représentative du matériau.

Le principal avantage des modèles FFT est lié à l'efficacité de l'algorithme, qui permet de résoudre les problèmes plus rapidement et donc de pouvoir faire des calculs avec une résolution plus fine.

Des comparaisons entre résolutions FFT et EF ont été réalisées dans Prakash and Lebensohn [2009], sur des polycristaux 3D. Les comparaisons des temps de calcul sont présentées en figure 1.9(ii). Les auteurs concluent à la grande efficacité des modèles FFT. Les travaux cités montrent que les champs mécaniques obtenus par FFT et EF sont très proches.

### 1.3.2.1 Sur la détermination du Volume Élémentaire Représentatif

Dans le cas des polycristaux, les microstructures présentent un caractère aléatoire. La recherche du comportement effectif de ces microstructures nécessite la prise en compte d'un volume suffisamment grand et statistiquement représentatif du matériau, appelé VER (Volume Élémentaire Représentatif).

Si l'on utilise les approches de micromécanique pour la comparaison avec l'expérience (comme dans ce travail cf. chapitre 4), la microstructure expérimentale peut être utilisée dans son ensemble et il n'est pas nécessaire de déterminer un VER.

Par contre, pour la recherche du comportement effectif d'une microstructure aléatoire, générée artificiellement, il faut décider quelle sera la taille critique du volume représentatif de cette microstructure (VER). Une procédure de détermination de la taille d'un VER est explicitée dans Kanit et al. [2003]. Il est montré qu'elle dépend des paramètres physiques recherchés ainsi que de l'hétérogénéité du matériau, des fractions volumiques des

différentes phases, et de la précision recherchée. Des microstructures de Voronoï 3D spécifiques sont générées par un processus de Poisson. La méthode des éléments finis est ensuite appliquée, en utilisant la propriété d'ergodicité : on réalise un grand nombre de réalisations sur des microstructures plus petites, qui ne sont donc pas des VER, et on cherche à obtenir le comportement du VER par des moyennes d'ensemble. On ne peut cependant pas diminuer la taille de la microstructure élémentaire en deçà d'une certaine limite (taille critique), car l'utilisation de l'ergodicité conduit à un biais lié aux conditions aux limites. Par exemple, si chaque microstructure est un monocristal, des calculs en déformation homogène au contour conduisent à la borne de Voigt, et des calculs en contrainte homogène conduisent à la borne de Reuss (cf. section 1.3.3).

### 1.3.2.2 La méthode numérique FFT

Le comportement global d'un matériau composite est dicté par le comportement individuel de chacun de ses constituants, par leurs interactions, et par sa microstructure. La réponse résulte de la résolution du problème dit local ou cellulaire sur un volume  $V$ . L'image contient  $n$  pixels, et à chaque pixel sont assignées des propriétés mécaniques qui peuvent être différentes. Le problème local comprend l'équation d'équilibre, l'équation constitutive (relation contraintes-déformations), et les conditions aux limites sur  $V$ , nécessaires pour la fermeture du problème.

Dans le modèle FFT élastique linéaire [Moulinec and Suquet, 1998], on décompose le problème inhomogène en introduisant la notion de précontrainte et en utilisant le principe de superposition. Le problème élastique inhomogène est décomposé en deux sous-problèmes : un problème élastique homogène qui possède une solution évidente, et un problème élastique linéaire avec précontrainte, que l'on résoud dans l'espace de Fourier [Moulinec and Suquet, 1998].

En notant  $\boldsymbol{\sigma}$  le tenseur des contraintes,  $\boldsymbol{\varepsilon}$  le tenseur des déformations, et  $\mathbf{C}$  le tenseur des modules du matériau, l'équation constitutive locale s'écrit :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{C}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})). \quad (1.6)$$

Un milieu homogène de référence est introduit, avec un tenseur de raideur  $\mathbf{C}^0$ , et on définit un tenseur de polarisation (ou précontrainte)  $\boldsymbol{\tau}(\mathbf{x})$ , correspondant aux fluctuations associées au milieu hétérogène, par :

$$\boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) = (\mathbf{C}(\mathbf{x}) - \mathbf{C}^0) : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})). \quad (1.7)$$

L'équation constitutive se réécrit alors :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) + \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}). \quad (1.8)$$

Dans ce problème, le tenseur de polarisation est inconnu a priori.

Le problème linéaire élastique dans la cellule ou volume  $V$  est donc le suivant [Moulinec

and Suquet, 1998] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) + \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) \text{ dans } V \\ \text{div}(\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})) = \mathbf{0} \text{ dans } V \\ \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \mathbf{E} \\ \mathbf{u} - \mathbf{E} \cdot \mathbf{x} \quad \text{périodique sur } \partial V \\ \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{n} \quad \text{antipériodique sur } \partial V \end{array} \right. \quad (1.9)$$

La résolution de ce problème s'effectue en utilisant le noyau de Green  $\Gamma^0$  associé à  $\mathbf{C}^0$  :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) = -\Gamma^0 * \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) + \mathbf{E}. \quad (1.10)$$

Cette équation (appelée équation de Lippmann-Schwinger) se résoud plus facilement dans l'espace de Fourier, le produit de convolution se réduisant en un produit tensoriel :

$$\hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\boldsymbol{\xi}) = -\hat{\Gamma}^0(\boldsymbol{\xi}) : \hat{\boldsymbol{\tau}}(\boldsymbol{\xi}) \quad \forall \boldsymbol{\xi} \neq \mathbf{0} \quad (1.11)$$

$$\hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{0}) = \mathbf{E}. \quad (1.12)$$

Le noyau de Green (explicité ci-dessous) étant connu dans l'espace de Fourier, on comprend alors l'intérêt de passer dans cet espace. Le prix à payer est le calcul des transformées de Fourier, mais numériquement ce calcul est largement optimisé, en terme de temps de calcul et aussi de place mémoire, alors que les EF se ramènent à l'inversion d'une matrice, bien moins optimal numériquement.

Les champs de déformations (et de contraintes) sont obtenus numériquement par un algorithme de point fixe [Moulinec and Suquet, 1998]. Le même algorithme peut être utilisé dans le cas de lois de comportement non linéaires. Les lois constitutives du milieu (traitées dans l'espace réel) et la représentation de la solution par opérateur de Green (traité dans l'espace de Fourier) sont itérés jusqu'à convergence des champs.

Un **noyau de Green**  $G$  est la solution élémentaire d'une équation différentielle (ou aux dérivées partielles) linéaire à coefficients constants : Soit  $\mathfrak{D}$  un opérateur différentiel linéaire. On cherche la solution  $\varphi(x)$  de l'équation aux dérivées partielles linéaire :

$$\mathfrak{D} \varphi(x) = j(x) \quad (1.13)$$

où  $j(x)$  est une fonction donnée. Le noyau de Green de l'équation (1.13) est la distribution  $\Gamma$  solution de :

$$\mathfrak{D} \Gamma(x) = \delta(x) \quad (1.14)$$

en notant  $\delta(x)$  la distribution de Dirac, qui est l'élément neutre du produit de convolution. La solution de l'équation (1.13) est alors donnée par :

$$\varphi(x) = (\Gamma * j)(x). \quad (1.15)$$

Le calcul du noyau de Green dans le cas d'un matériau élastique isotrope est explicité dans l'espace de Fourier dans l'appendice de Moulinec and Suquet [1998]. Dans un cadre plus général, voir Mura [1982].

Le modèle FFT viscoplastique, développé dans Lebensohn [2001], considère un polycristal anisotrope qui se déforme par glissement des dislocations. Comme dans le cas élastique, la contrainte et de la vitesse de déformation locale sont calculées en terme de perturbation par rapport à un comportement moyen qui est celui d'un milieu homogène de référence. La résolution du problème conduit d'abord à un champ de vitesses de déformation, puis à un champs de contraintes. La texture est actualisée en calculant la rotation plastique en chaque point du VER. La formulation FFT prévoit pour les matériaux anisotropes viscoplastiques la localisation de la déformation (vitesses) ainsi que les désorientations intergranulaires. L'approche FFT viscoplastique a été appliquée à divers matériaux métalliques (cuivre dans [Lebensohn, 2001]), mais aussi à la glace pour caractériser les champs locaux de contrainte et de vitesses de déformation par rapport à des observations expérimentales de désorientations de réseau [Montagnat, 2001, Lebensohn et al., 2009, Montagnat et al., 2011].

Le programme CraFT utilisé dans ce travail (cf. chapitre 4) est une version élasto-viscoplastique de ce problème : l'algorithme comporte une boucle supplémentaire pour les différents pas de temps, et on applique la procédure décrite ci-dessus à chaque pas de temps [Suquet et al., 2011].

### 1.3.3 Approches théoriques en homogénéisation

Les méthodes d'homogénéisation sont utiles dans l'étude des matériaux hétérogènes, composites, matériaux multiphasés, ou polycristaux. Leur finalité est de déduire du comportement local de ces matériaux leur comportement macroscopique. Les premiers travaux d'homogénéisation dans des milieux hétérogènes non linéaires datent de 1938, quand Taylor essaya de déterminer le comportement effectif d'un polycristal viscoplastique. Les problèmes traités en homogénéisation sont souvent des situations décrites de manière incomplètes, car trop complexes ou avec des données inaccessibles dans les détails : pour les polycristaux, on n'utilise que des informations statistiques sur la microstructure (fraction volumique de chaque phase à l'ordre 1, covariance des phases à l'ordre 2). Une *phase* regroupe l'ensemble des grains du polycristal de même orientation cristallographique, à une précision donnée (dans la littérature, les termes de grain et phase sont souvent confondus). Tout comme pour les approches numériques, le concept de VER est important. Les méthodes d'homogénéisation permettent de fournir des limites, ou bornes pour le comportement macroscopique du matériau. Les bornes extrêmes les plus simples sont les modèles de Taylor-Voigt et de Reuss.

Le *modèle de Taylor ou approximation de Voigt*, a pour hypothèse une déformation uniforme dans le polycristal. Dans ce modèle limite, l'équilibre des contraintes n'est pas assuré aux joints de grains. La compatibilité des déformations est assurée et cela nécessite l'activation de 5 systèmes de glissement au minimum. Ce modèle n'est pas bien adapté aux matériaux très anisotropes et notamment à la glace à cause du manque de systèmes de glissement [Castelnau et al., 1996].

Le *modèle de Reuss ou Sachs* a pour hypothèse une contrainte uniforme dans le polycristal [Sachs, 1928]. La contrainte dans chaque grain est donc égale à la contrainte

macroscopique. Ce modèle est une estimation par excès de la souplesse effective (borne inférieure pour l'énergie potentielle effective) [Michel, 2001]. L'équation d'équilibre est ici assurée dans tout le polycristal et seuls les systèmes de glissement les plus souples sont activés. Dans cet autre cas extrême, c'est la compatibilité des déformations qui n'est pas assurée aux joints de grains; les grains "mal orientés" se déforment très peu.

Ces deux modèles (Taylor ou Reuss) ne prennent en compte qu'une information d'ordre 1 sur la microstructure : uniquement la fraction volumique de chaque phase. Les bornes de Hashin et Shtrikman, décrites dans Bornert et al. [2001b], prennent également en compte la covariance des phases (information d'ordre 2), ce qui amène à un meilleur encadrement du comportement du polycristal.

Le *modèle auto-cohérent*, initialement proposé pour les comportements élastiques linéaires [Hershey, 1954, Kröner, 1958] permet de décrire un comportement intermédiaire entre les deux bornes de Taylor-Voigt (déformations homogènes) et Reuss-Sachs (contraintes homogènes). Il fait appel à une microstructure particulière ayant certaines similarités avec les microstructures aléatoires des polycristaux [Kröner, 1978], notamment par l'aspect aléatoire de ces microstructures avec un spectre de tailles de grains étalé. Chaque phase est traitée comme une inclusion ellipsoïdale dans un milieu homogène équivalent [Eshelby, 1957], ou milieu effectif dont le module est solution d'une équation implicite dite équation d'autocohérence. Chaque phase se déforme alors en moyenne comme une inclusion noyée dans un milieu infini ayant les propriétés du milieu effectif et soumis au chargement macroscopique à l'infini [Bornert et al., 2001a]. Le modèle auto-cohérent reproduit particulièrement bien le comportement effectif et les hétérogénéités de champs des microstructures de Voronoï calculés par FFT [Brenner et al., 2009].

Ce modèle a été étendu au cas des comportements non linéaires, en particulier le modèle viscoplastique auto-cohérent, ou VPSC (Visco Plastic Self Consistent)[Molinari et al., 1987]. Il a été adapté au cas d'un polycristal anisotrope dans Lebensohn and Tomé [1993]. C'est une approche aujourd'hui classique en science des matériaux, particulièrement bien adaptée à l'étude du comportement macroscopique des polycristaux.

Pour les matériaux à *loi de comportement non linéaire* (viscoplasticité non newtonienne), la réponse du polycristal est approchée en utilisant une procédure de linéarisation. On définit des modules de comportement locaux linéarisés homogènes par phase. Le milieu linéaire de comparaison hétérogène présente une distribution des phases (ou constituants) identique à celle du matériau réel. Les contraintes et déformations moyennes par phase ne sont plus reliées de façon exacte comme c'est le cas pour une loi de comportement linéaire. Les extensions du schéma autocohérent se distinguent principalement par la méthode de linéarisation retenue.

On distingue :

- les méthodes de linéarisation ne tenant compte que des déformations ou des contraintes moyennes par phase (premiers moments) : approches sécante [Hutchinson, 1976], tangente [Molinari et al., 1987] et affine [Masson et al., 2000]. Pour les polycristaux, ces approches donnent de bons résultats tant que le comportement local n'est pas trop non linéaire ni trop anisotrope, voir par exemple [Lebensohn et al., 2007], car le rôle de l'hétérogénéité intraphase est négligé dans l'étape de

linéarisation ;

- les méthodes tenant compte également des moments intraphases d'ordre deux des contraintes et des déformations, et donc incluant une information sur l'hétérogénéité intraphase de champ pour définir le milieu linéaire de comparaison : approche variationnelle [Ponte Castañeda, 1991], et approche du second ordre [Ponte Castañeda, 1996, Liu and Castañeda, 2004]. L'approche variationnelle présente l'avantage d'être une borne supérieure pour le comportement effectif. L'approche du second ordre [Liu and Castañeda, 2004] prédit de très bons résultats, proches des modèles en champs pleins, dans le cas de polycristaux fortement anisotropes [Castelnau et al., 2008d].

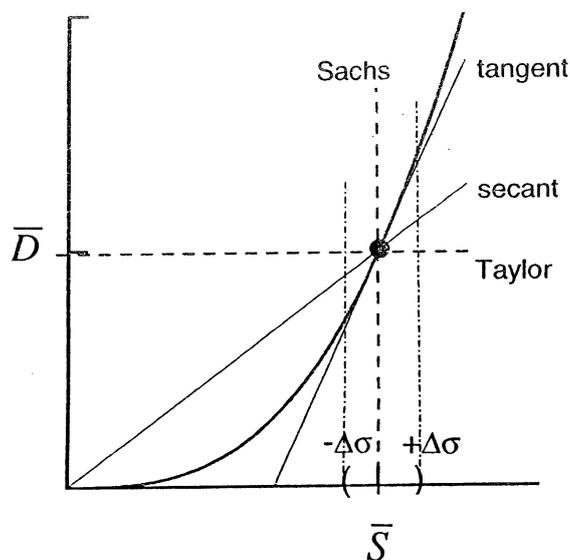


FIGURE 1.10 – Représentation schématique unidimensionnelle de la linéarisation de la vitesse de déformation  $D$  en fonction de la contrainte  $S$ , pour les différents modèles

On trouve une comparaison de plusieurs de ces modèles dans [Lebensohn et al., 2004a]. L'extension tangente, bien qu'adaptée pour des faibles valeurs d'anisotropie ( $\tau_c < 20$ ), sous-estime la contrainte macroscopique pour une anisotropie plus grande et tend vers un comportement de type "Reuss" (figure 1.11). Cela montre les limitations de cette extension, et la pertinence de l'approche du second ordre, qui reproduit presque parfaitement les points de simulations en champs complet FFT.

### 1.3.4 Quelques résultats de modélisation

De multiples études ont été réalisées avec les approches micromécaniques décrites ici. Les objectifs peuvent être variés :

- comparer différents modèles, en général en se basant sur les solutions de référence qui proviennent des modèles plein champs,
- comparer les résultats du modèle aux résultats expérimentaux, afin de valider un modèle ou d'ajuster ses paramètres,
- étudier le comportement d'un matériau sous charge.

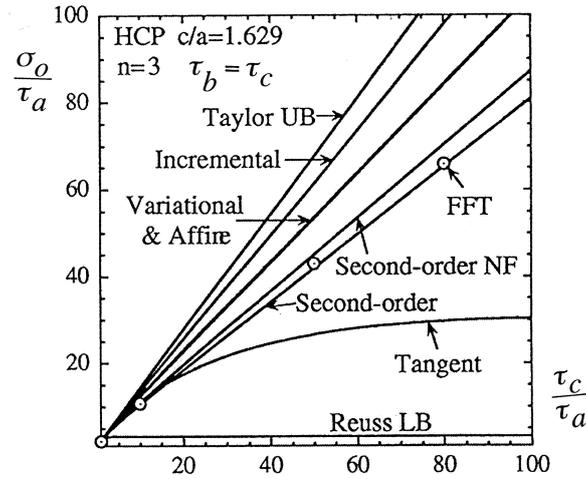


FIGURE 1.11 – Estimations de la contrainte équivalente  $\sigma_0$  (normalisée par la cission résolue de référence sur le plan basal  $\tau_a$  d'un polycristal de glace isotrope), en fonction de l'anisotropie du grain hexagonal  $\tau_c/\tau_a$ , par les différents modèles d'homogénéisation, et comparaison avec une simulation FFT [Lebensohn et al., 2004a]

Les modélisations concernant le polycristal de glace seront traitées en section 1.4.4, après avoir exposé les spécificités du matériau glace.

Une étude sur des composites viscoplastiques, qui compare les résultats d'homogénéisation à l'approche en champs complets type FFT a été menée dans Idiart et al. [2006]. Elle permet, par des méthodes de second ordre en homogénéisation, d'analyser l'évolution de l'hétérogénéité de la vitesse de déformation en fonction de la *non linéarité du composite isotrope*. Il est établi que cette hétérogénéité est croissante avec la non linéarité, sans limite lorsque l'on s'approche d'un composite purement plastique. La localisation de la déformation en bandes, traversant le composite en passant de façon préférentielle à travers les fibres plus molles, a été montrée par un modèle FFT. L'étude permet aussi de montrer la performance des méthodes du second ordre, qui permettent d'obtenir des informations justes, non seulement sur la déformation macroscopique, mais aussi sur les fluctuations des déformations locales dans les phases. Elle montre surtout le rôle de la non linéarité dans l'apparition des hétérogénéités de déformation (figure 1.12).

Dans Lebensohn et al. [2005a], des simulations FFT ont été réalisées sur des polycristaux 2D (microstructures de Voronoi et microstructure réelle de cuivre recristallisé) en viscosité linéaire sous une contrainte de cisaillement antiplan. Pour ce type de chargement simple et des microstructures isotropes, le comportement effectif analytique peut être calculé, et les résultats du modèle ont pu être validés. Les prédictions FFT deviennent moins précises lorsque le *contraste entre les différentes phases* augmente. L'hypothèse d'ergodicité permet d'obtenir des résultats plus précis en moyennant les résultats obtenus sur un grand nombre de simulations (100 différentes microstructures de Voronoi). L'asymétrie des distributions des contraintes par phase a été observée. Il a donc été montré que les distributions de contraintes et de déformations ne sont pas gaussiennes, hypothèse parfois

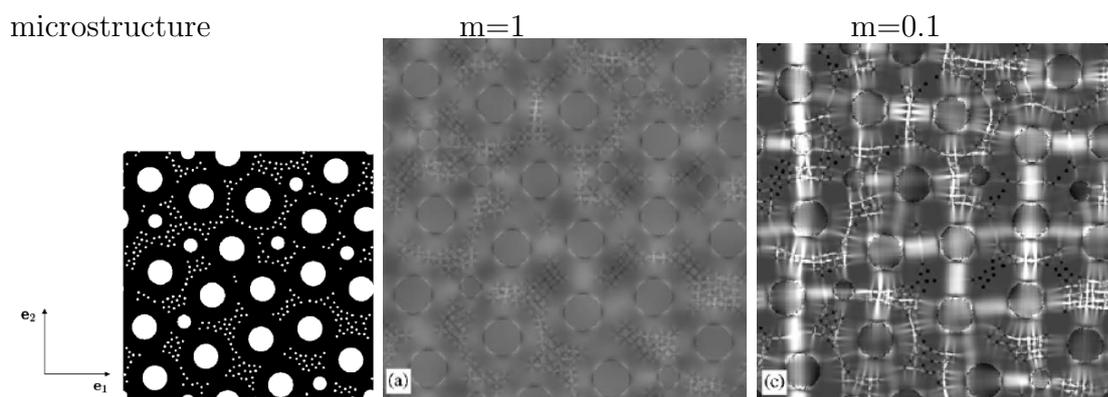


FIGURE 1.12 – Composite 2D biphasé avec fibres molles ( $\sigma^{(2)}/\sigma^{(1)} = 0.2$ ) soumis à une contrainte plane de cisaillement antiplan. Composante de déformation  $\varepsilon_{12} - \bar{\varepsilon}_{12}^{(r)}$ , cas  $m = 1$  (phases linéaires) puis  $m = 0.1$  (phases fortement non linéaires, loi puissance isotrope), d’après Idiart et al. [2006].

émise dans la littérature.

Dans le domaine de la géophysique, des études ont été menées sur des **polycristaux d’olivine**, qui est le composant principal du manteau supérieur sur Terre [Wenk and Tomé, 1999, Tommasi et al., 2000, Castelnau et al., 2008a,d].

Les efforts de couplage des modèles d’écoulement avec les théories rhéologiques de la déformation minérale ne prennent généralement pas en compte les effets du développement des textures. Or les cristaux d’olivine ne possèdent que trois systèmes de glissement faciles pour le glissement des dislocations, ce qui mène à de fortes interactions mécaniques entre les grains lors de la déformation, et au développement de contraintes internes. Les simulations FFT ont montré l’apparition d’une très grande hétérogénéité intragranulaire de déformation et de contrainte, d’autant plus grande que l’anisotropie est forte (figure 1.13) [Castelnau et al., 2008d]. La vitesse de déformation locale peut être d’un ordre de grandeur supérieure à la vitesse moyenne. En comparaison avec les autres méthodes d’homogénéisation, la méthode du second ordre a été la seule à bien estimer ces hétérogénéités, aussi bien au niveau macroscopique qu’au niveau local. En particulier, cette approche prédit correctement que les polycristaux d’olivine peuvent se déformer avec seulement quatre systèmes de glissement indépendants. C’est la résistance du quatrième système (ou mécanisme d’accommodation), probablement liée à la montée des dislocations ou à des processus aux joints de grain, qui détermine la contrainte d’écoulement effective. On remarque aussi qu’il n’y a globalement pas de corrélation entre la contrainte équivalente locale en un point de la microstructure et la vitesse de déformation équivalente locale au même point (figure 1.13(ii)). Ceci exprime le rôle fondamental des interactions intergranulaires : les champs mécaniques ne sont pas guidés uniquement par l’orientation cristallographique des grains, mais ils sont aussi fortement *influencés par le voisinage*.

Des méthodes de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs ont également été décrites dans [Heripre et al., 2007], pour l’*identification des paramètres* de lois de comportement de fissuration des matériaux métalliques, avec une application à l’étude des alliages TiAl [Heripre, 2006]. Une fonc-

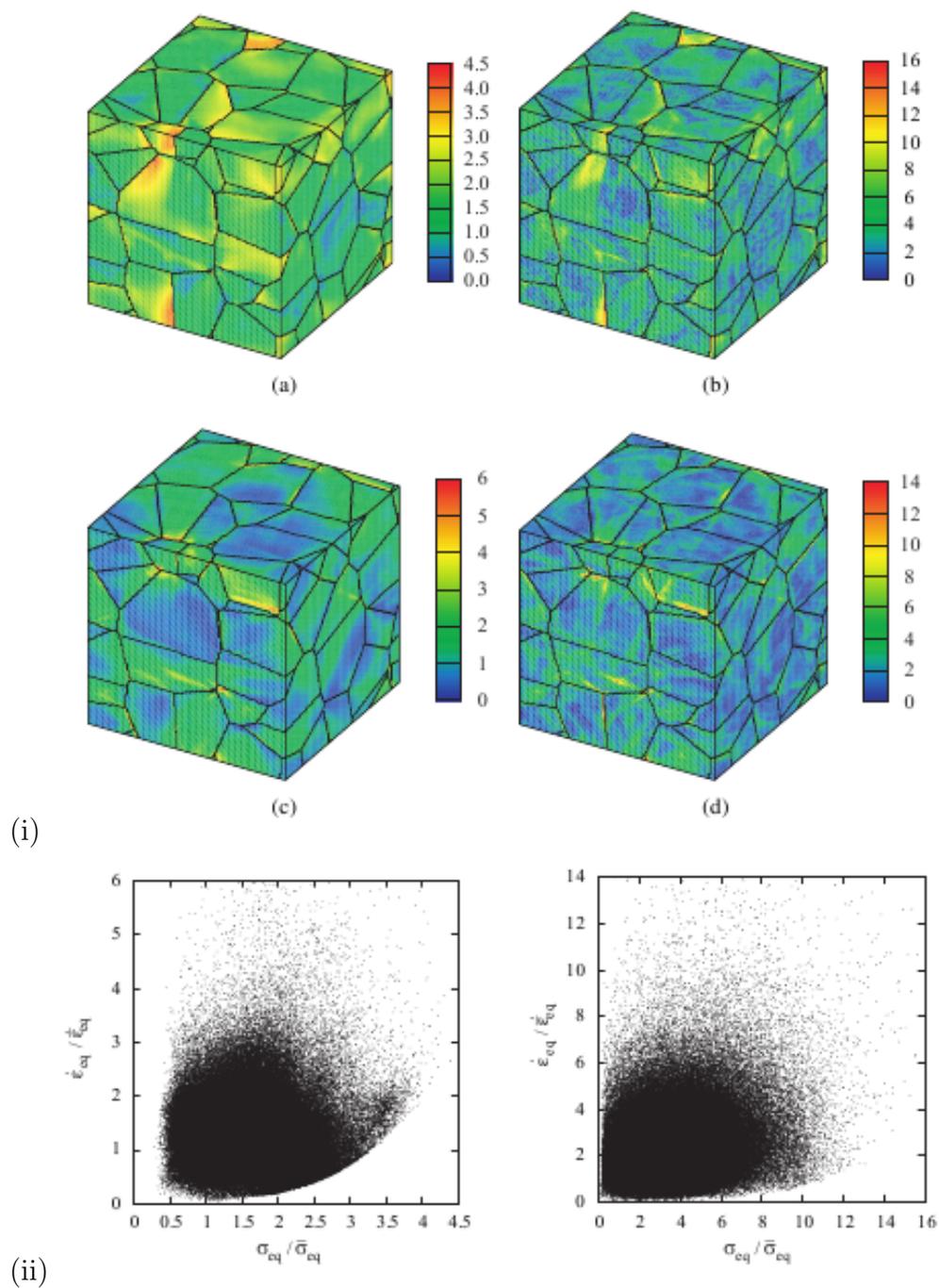


FIGURE 1.13 – (i) Distribution spatiale des contraintes équivalentes normalisées (a,b) et des déformations équivalentes normalisées (c,d) calculées par FFT avec  $M = 10$  (a,c : à gauche) et  $M = 100$  (b,d : à droite),  $M$  donnant la résistance du 4e système additionnel de glissement implémenté dans le modèle. (ii) Relation entre vitesses de déformation et contraintes équivalentes, avec  $M = 10$  à gauche et  $M = 100$  à droite; noter les échelles différentes. D'après Castelnau et al. [2008d].

tion coût, basée sur la différence entre résultats expérimentaux (corrélation d'images) et résultats simulés par éléments finis a été définie à la même échelle et minimisée pour l'identification des paramètres.

Sur les résultats de simulations, l'influence de la *microstructure 3D* a été analysée. La microstructure sous la surface est inconnue dans cette étude, et des tests numériques ont permis d'analyser l'influence de l'épaisseur du maillage et du choix des conditions aux limites dans la direction de l'épaisseur (figure 1.14). Ils montrent une influence de ces paramètres tout particulièrement sur l'hétérogénéité du champ de déformation. On voit aussi que pour une déformation axiale moyenne de 2.5%, l'amplitude des hétérogénéités mesurées par microextensométrie va jusqu'à trois fois la déformation axiale moyenne, et seulement deux fois dans le cas des simulations.

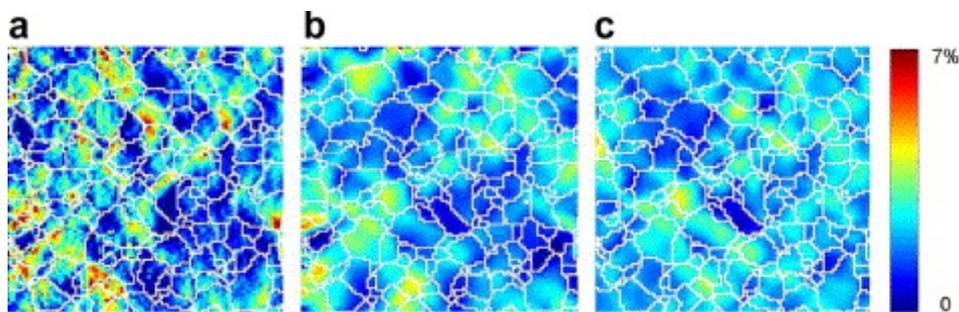


FIGURE 1.14 – Comparaison de la composante de déformation horizontale (a) mesurée par microextensométrie, (b) simulée par EF avec les conditions aux limites expérimentales, (c) avec des conditions aux limites de déformation homogène. La déformation axiale moyenne est de 2.5%. D'après [Heripre et al., 2007].

De très nombreuses études ont été effectuées sur des métaux ou alliages mécaniques, afin de mieux appréhender et *comprendre* les phénomènes de *localisation de la déformation*. L'influence des orientations cristallines sur la formation des bandes de cisaillement intragranulaires a été mise en évidence dans des alliages Al-Mg [Chapelle, 2002]. Cette influence a été plus particulièrement montrée par l'analyse théorique, ici la mécanique de la bifurcation : un critère de bifurcation a été implanté dans un code aux éléments finis. L'étude de la localisation se base sur une analyse de stabilité par perturbation linéaire, et la stratégie consiste à rechercher les conditions de croissance d'une perturbation [Fressengeas, 1992]. Les résultats du modèle sont en bon accord avec les observations expérimentales (EBSD, DIC) [Chapelle, 2002]. Une analyse multi-échelles a permis de conclure qu'à chaque échelle d'observation on peut trouver une forme de localisation.

## 1.4 Le matériau glace

La glace *polycristalline*  $I_h$ , composée de cristaux de structure hexagonale de différentes orientations, est le type de glace présente dans les calottes polaires ou les glaciers sur Terre, mais aussi dans l'espace, par exemple sur les satellites glacés de Jupiter. Les calottes de glace contiennent des informations sur le climat présent et passé et la

composition de l'atmosphère depuis plus de 800000 ans. Leur interprétation est fortement dépendante des modèles d'écoulement utilisés pour la datation des carottes de glace, et la connaissance des propriétés rhéologiques de la glace dans des conditions de faibles contraintes (contraintes présentes au sein des glaciers ou calottes polaires) est donc essentielle pour améliorer les lois constitutives implémentées dans les modèles d'écoulements en géophysique.

Nous commencerons par nous intéresser aux caractéristiques mécaniques du monocristal de glace, avant de passer au cas plus complexe du polycristal.

## 1.4.1 Le monocristal de glace

### 1.4.1.1 Le monocristal de glace : structure cristalline

Il existe 12 formes cristallines différentes de glace (assemblage de molécules  $H_2O$  à l'état solide). L'unique forme naturelle présente sur Terre a une structure hexagonale (glace  $I_h$ , figure 1.15), mais il existe aussi une forme cubique (glace  $I_c$ ), que l'on peut obtenir par dépôt de vapeur d'eau à des températures de l'ordre de  $-130^\circ\text{C}$ . Les autres phases de la glace correspondent à des conditions de pression (hautes pression) et de température non présentes sur Terre à l'état naturel [Petrenko and Whitworth, 1999].

Dans la glace  $I_h$ , le plan de base est le plan de plus forte densité d'atomes d'oxygène ; son axe de symétrie, perpendiculaire à ce plan, est appelé axe  $c$  [Petrenko and Whitworth, 1999].

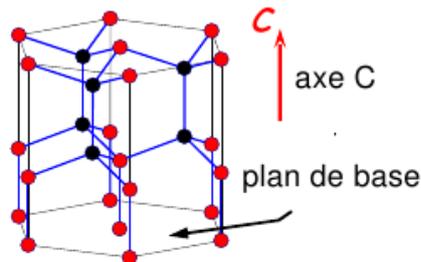


FIGURE 1.15 – Structure hexagonale de la glace  $I_h$  ; les atomes représentés sont uniquement les atomes d'oxygène de  $H_2O$

Le cristal de glace est un matériau biréfringent : son axe optique est confondu avec l'axe  $c$ , ce qui permet, à l'aide de polariseurs croisés, de repérer l'orientation de l'axe  $c$ .

### 1.4.1.2 Élasticité du monocristal de glace

Une partie de la déformation de la glace est recouvrable et directement proportionnelle à la valeur de la contrainte. C'est la déformation élastique. Le module élastique du cristal de glace dépend peu de la direction considérée :  $E =$

11.8 GPa pour une sollicitation le long de l'axe  $\mathbf{c}$  (valeur maximale) et  $E = 8.4$  GPa au minimum (à environ  $50^\circ$  par rapport à l'axe  $\mathbf{c}$ , voir figure 1.16).

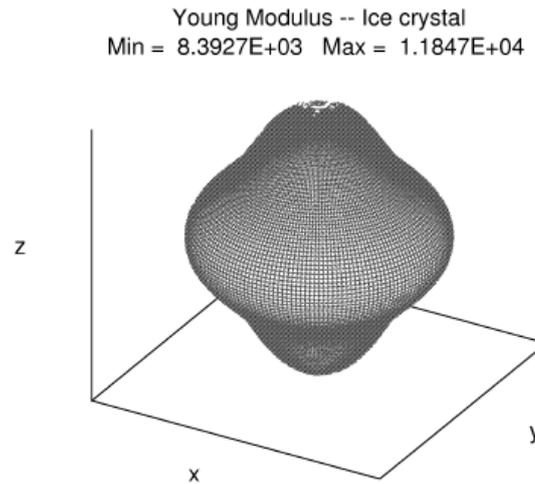


FIGURE 1.16 – Anisotropie élastique du cristal de glace.

Pour une contrainte de 0.5 MPa, qui sera la valeur typique de la contrainte appliquée dans cette étude, on obtient une déformation élastique :

$$\varepsilon = \sigma/E \approx 0.5 \cdot 10^{-4} \quad (1.16)$$

La déformation plastique atteinte à la fin du fluage transitoire est d'environ 1%, soit environ 200 fois la déformation élastique.

Les coefficients d'élasticité du monocristal de glace ont été mesurés par la méthode de spectroscopie Brillouin [Gammon et al., 1983]. Pour une température de  $-10^\circ\text{C}$ , ils obtiennent :

$$\begin{aligned} K &= 10506 \text{ MPa (module de compressibilité isostatique)} \\ \mu_t &= 3424 \text{ MPa (module de cisaillement transversal)} \\ \mu_l &= 3014 \text{ MPa (module de cisaillement longitudinal)} \\ E_l &= 11847 \text{ MPa (module d'Young longitudinal)} \\ \nu_l &= 0.274 \text{ (coefficient de Poisson)} \end{aligned}$$

où le terme transversal désigne une composante dans le plan de base du cristal, et le terme longitudinal une composante orthogonale aux plans de base.

La connaissance de ces coefficients permet de définir un tenseur de raideur  $C$  du monocristal de glace, donné ici en notation de Kelvin :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} = C_{ij} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{23} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{13} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{pmatrix}.$$

Le comportement élastique du monocristal de glace est isotrope transverse. Le tenseur  $\mathbf{C}$  a alors la forme suivante, où l'axe 3 correspond à l'axe  $\mathbf{c}$  du grain :

$$\begin{pmatrix} K + \mu_t & K - \mu_t & 2\nu_l K & 0 & 0 & 0 \\ K - \mu_t & K + \mu_t & 2\nu_l K & 0 & 0 & 0 \\ 2\nu_l K & 2\nu_l K & E_l + 4\nu_l^2 K & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2\mu_l & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu_l & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu_t \end{pmatrix} \quad (1.17)$$

L'évolution de chacun de ces paramètres  $X$  en fonction de la température suit approximativement l'équation :

$$X(T) = X(T_0)(1 \pm a\Delta T) \quad (1.18)$$

avec  $a = 1,42 \times 10^{-3} K^{-1}$  [Petrenko and Whitworth, 1999]. La sensibilité à la température est donc faible, de l'ordre de 0,7% d'écart pour une différence de température de 5°.

### 1.4.1.3 Déformation viscoplastique du monocristal : géométrie et systèmes de glissement

La déformation viscoplastique d'un cristal est liée au mouvement des dislocations, qui sont des défauts linéaires dans les réseaux cristallins. En lien avec la nature des cristaux, différents systèmes de glissement sont géométriquement possibles, chacun étant défini par un plan de glissement ou sa normale, et un vecteur de Burgers, qui est le défaut de fermeture associé à une dislocation [Cottrell, 1953].

Le cristal de glace comprend trois familles de systèmes de glissement, lié aux plans basal, prismatiques, et pyramidaux (figure 1.17 et tableau 1.1). Le glissement se réalise plus facilement sur les plans cristallographiques les plus denses, correspondant aux *plans de base* (figure 1.18) du cristal de glace. Son comportement viscoplastique est donc anisotrope. En première approximation, il n'y a pas de direction privilégiée dans le plan de base, car le glissement peut se décomposer selon les trois axes du plan [Kamb, 1961]. Le plan de base du cristal de glace peut donc être considéré comme isotrope.

### 1.4.1.4 Observations de dislocations dans le monocristal de glace

Les dislocations dans la glace ont été observées essentiellement par diffraction de rayons X [Higashi et al., 1985, Higashi, 1988, Ahmad and Withworth, 1988]. Pour des échantillons non déformés, la densité de dislocations présentes est faible ( $< 10^8 m^{-2}$ ), et il est alors possible de distinguer les dislocations (figure 1.19). Les analyses ont montré

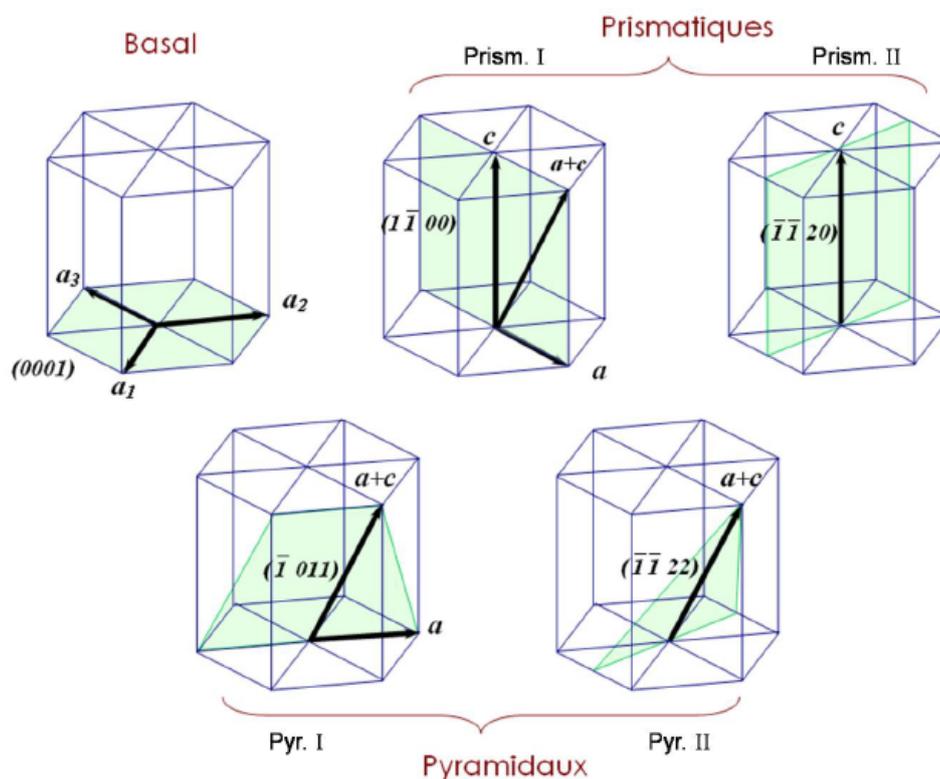


FIGURE 1.17 – Systèmes de glissement envisageables dans le monocristal de glace

	Systèmes de glissement	Nb.Sys.	Nb.Sys.Ind.
Basal	$\{0001\} \langle 1120 \rangle$	3	2
Prismatique	$\{01\bar{1}0\} \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	3	2
Pyramidal	$\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$	6	5

TABLE 1.1 – Familles de systèmes de glissement de la glace, plan de glissement et vecteur de Burgers, nombre de systèmes (Nb.Sys.), et nombre de systèmes indépendants (Nb.Sys.Ind.)

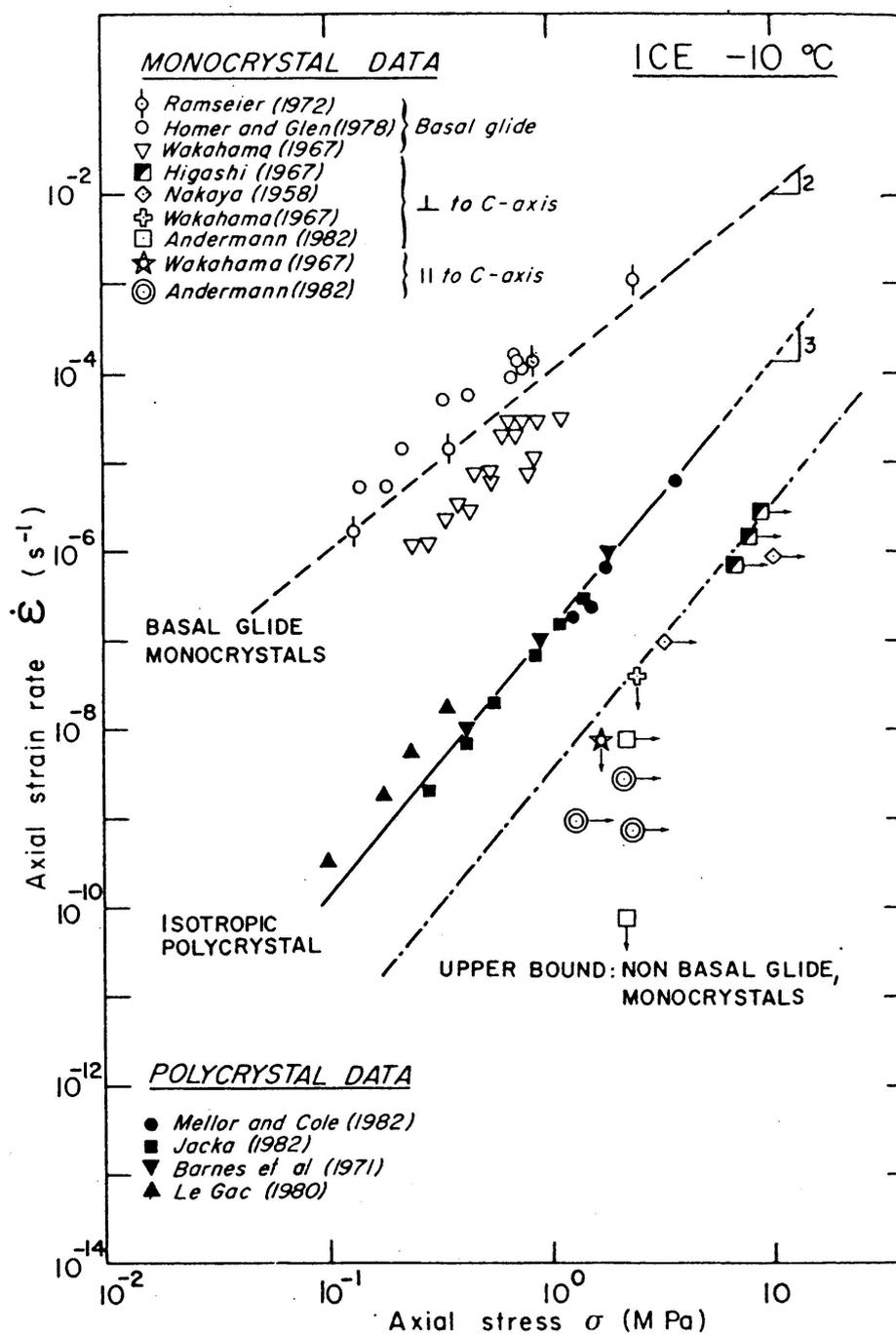


FIGURE 1.18 – Résultats d'essais sur mono et poly-cristaux [Duval et al., 1983], en fluage stationnaire à une température de  $-10^{\circ}\text{C}$ .

la présence de dislocations basales, mais aussi de segments dans des plans prismatiques, provenant de dislocations du basal (1.19(b)) [Higashi et al., 1985] ; ce processus est appelé double glissement dévié : une dislocation du plan basal traverse un plan prismatique et se prolonge dans le plan de base voisin. Dans les plans pyramidaux, aucune dislocation n'a pu être observée.

Contrairement à la plupart des matériaux de structure cristalline hexagonale, aucune présence de mûlage n'a été observée dans le cristal de glace déformé.

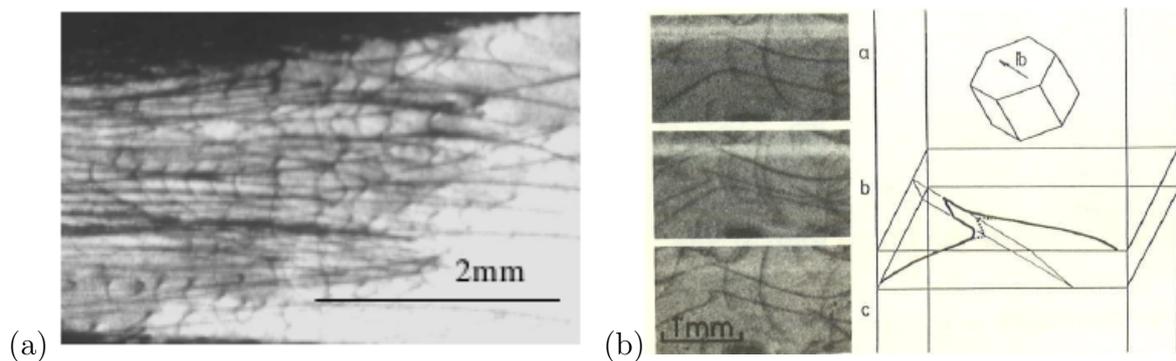


FIGURE 1.19 – (a) Dislocations observées par diffraction X à l'ESRF, Grenoble, dans un échantillon de glace de regel non déformée du lac sous-glaciaire de Vostok [Montagnat, 2001], (b) visualisation par diffraction X de segments de dislocations sur des plans prismatiques [Higashi et al., 1985]

#### 1.4.1.5 Comportement mécanique du monocristal

Les courbes contrainte/déformation (figure 1.20(a)) obtenues en tension uniaxiale à  $-15^{\circ}\text{C}$  montrent des pics de contrainte suivis d'une forte diminution de la contrainte au cours des essais (adoucissement). Les résultats sont similaires en compression [Weertman, 1973]. Jusqu'à 4% de déformation pour une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-7}\text{s}^{-1}$ , la multiplication des dislocations mobiles serait responsable de cet adoucissement. Pour expliquer une multiplication aussi importante, il faut invoquer d'autres mécanismes que le seul glissement basal : un glissement dévié (non basal) ou une montée des dislocations est nécessaire [Higashi et al., 1964].

L'atteinte d'un régime quasi-stationnaire correspondrait à un équilibre entre la multiplication des dislocations mobiles et des processus d'interaction entre dislocations conduisant à leur annihilation ou immobilisation.

Le fluage du monocristal [Jones and Glen, 1969, Chevy, 2008] est caractérisé par une vitesse de déformation qui ne cesse d'augmenter (jusqu'à la rupture finale) : voir figure 1.20(b). La constante multiplication des dislocations explique cette augmentation, qui ralentit au cours de l'essai. Il semble donc que les mécanismes d'écrouissage ne soient pas prépondérants.

Des essais de fluage ont également été réalisés en fonction de l'orientation des cristaux. Les résultats provenant de différents essais en fluage stationnaire (fluage secondaire), ou considérés comme tels, sont recensés sur la figure 1.18 [Duval et al., 1983].

La ligne supérieure montre des résultats pour les monocristaux bien orientés pour l'activation du glissement basal (plan de base orienté à  $45^\circ$  de la direction de sollicitation). La ligne inférieure donne une limite supérieure pour la vitesse de déformation de monocristaux mal orientés, *i.e.* tels que la cission résolue sur le plan de base soit nulle (plan de base orthogonal ou parallèle à la direction de compression). Il est cependant très difficile d'orienter le cristal "parfaitement", la plus petite désorientation initiale provoquant l'activation du glissement basal. On voit que les vitesses de déformation pour un monocristal bien orienté sont entre 100 et 1000 fois plus grandes que celles d'un monocristal mal orienté. Le cristal de glace a donc une très forte anisotropie viscoplastique.

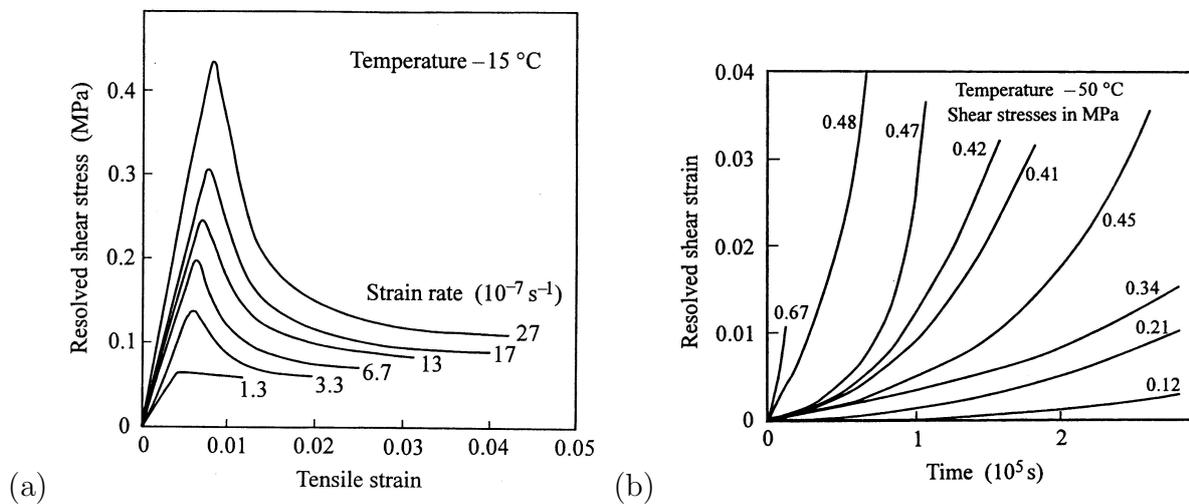


FIGURE 1.20 – Résultats d'essais de traction uniaxiale réalisés sur des monocristaux de glace orientés avec un axe  $c$  formant un angle de  $45^\circ$  avec la direction de sollicitation : (a) vitesse de déformation imposée [Higashi et al., 1964], (b) contrainte imposée [Jones and Glen, 1969].

#### 1.4.1.6 Lois de comportement proposées pour le monocristal de glace

Nous présentons ici un exemple de loi de comportement élasto-viscoplastique proposée pour le monocristal de glace par Mansuy [2001], sachant que la quasi-totalité des travaux de simulation ne s'intéresse qu'au comportement viscoplastique.

Un premier modèle tenant compte de la dynamique des dislocations pour simuler le comportement du monocristal de glace, uniquement en glissement basal, a été testé dans Mansuy [2001]. Cependant, il n'a pas été possible de définir un jeu de paramètres unique fonctionnant avec les différentes valeurs de vitesses de déformation.

Le modèle est basé sur les travaux théoriques de Teodosiu and Sidoroff [1976] sur le comportement élasto-viscoplastique des monocristaux. Il s'appuie sur une description des dislocations. Le taux de déformation macroscopique est exprimé à partir de la densité de dislocations mobiles en utilisant la loi d'Orowan (équation 1.4), la vitesse des dislocations étant exprimée en considérant le temps mis par une dislocation pour franchir un obstacle

et le temps mis pour parcourir la distance entre deux obstacles.

Concernant la contrainte limite d'écoulement  $\tau_\mu$ , ils expriment cette contrainte à partir des densités de dislocations dans les différents systèmes de glissement et d'une matrice d'écrouissage  $A$  représentant les interactions entre les différents systèmes. Cette équation est simplifiée en considérant que les dislocations vis basales sont essentiellement produites par le mouvement de segments coins non basaux.

La loi d'évolution des densités de dislocations choisie est celle de Teodosiu et al. [1993], utilisée au départ pour les métaux.

Les courbes contrainte-déformation d'un monocristal de glace déformé à vitesse imposée de Ramseier [1972] ont été utilisées par Mansuy pour déterminer les paramètres de son modèle. Mansuy a conclu que, bien que les formes de courbes soient bien reproduites, un jeu de paramètres unique ne permettait pas de reproduire les essais effectués à vitesses de déformation différentes (figure 1.21).

Pour conclure, le modèle pose bien les bases des phénomènes à prendre en compte pour la modélisation du monocristal de glace. Son amélioration repose, d'après Mansuy, sur une meilleure description du lien entre densité de dislocations immobiles et densité totale, ainsi que de son évolution au cours de la déformation. L'écrouissage ne jouerait pas un rôle important dans le cas du monocristal de glace en glissement basal. L'adoucissement est obtenu en raison de l'augmentation de la densité des dislocations mobiles. Les mécanismes de base seraient peut-être plus éloignés qu'on ne le pense des mécanismes en jeu dans les métaux, utilisés comme base dans ce modèle.

Dans le cadre des modèles à champs de dislocation (cf. section 1.1.3), permettant de représenter fidèlement les mécanismes d'interactions entre les dislocations dans les matériaux cristallins, Taupin et al. [2007] propose une loi de comportement permettant d'interpréter la dépendance à la taille de la dynamique des dislocations dans les monocristaux de glace. La densité de dislocations mobiles  $\dot{\rho}_m$  est solution de l'équation différentielle :

$$\dot{\rho}_m = (C_1/b^2 - C_2\rho_m)|\alpha_{xx}v + \rho_m bv| \quad (1.19)$$

où  $b$  est la longueur du vecteur de Burgers,  $\alpha_{xx}$  la densité de dislocations vis en excès (ou géométriquement nécessaires), et  $v$  est la vitesse moyenne des dislocations statistiques.  $C_1$  et  $C_2$  sont des paramètres à identifier.  $v$  est supposé suivre une loi puissance avec un exposant des contraintes égal à 2 [Duval et al., 1983]. Le modèle reproduit très bien les effets de taille des échantillons sur la réponse en déformation observée expérimentalement. De plus faibles rayons favoriseraient la nucléation des dislocations vis en excès, qui favorisent la distorsion plastique et donc l'adoucissement. D'autre part, le modèle a permis de clarifier le rôle des contraintes internes à longue distance dans la structure invariante d'échelle des dislocations dans le monocristal de glace. Il a également permis de reproduire les effets du vieillissement sur la déformation [Taupin et al., 2008].

#### 1.4.1.7 Comportement collectif des dislocations - cas du monocristal de glace

Comme décrit en section 1.1.3, la déformation viscoplastique des matériaux cristallins, et notamment celle du monocristal de glace, est liée au déplacement des dislocations

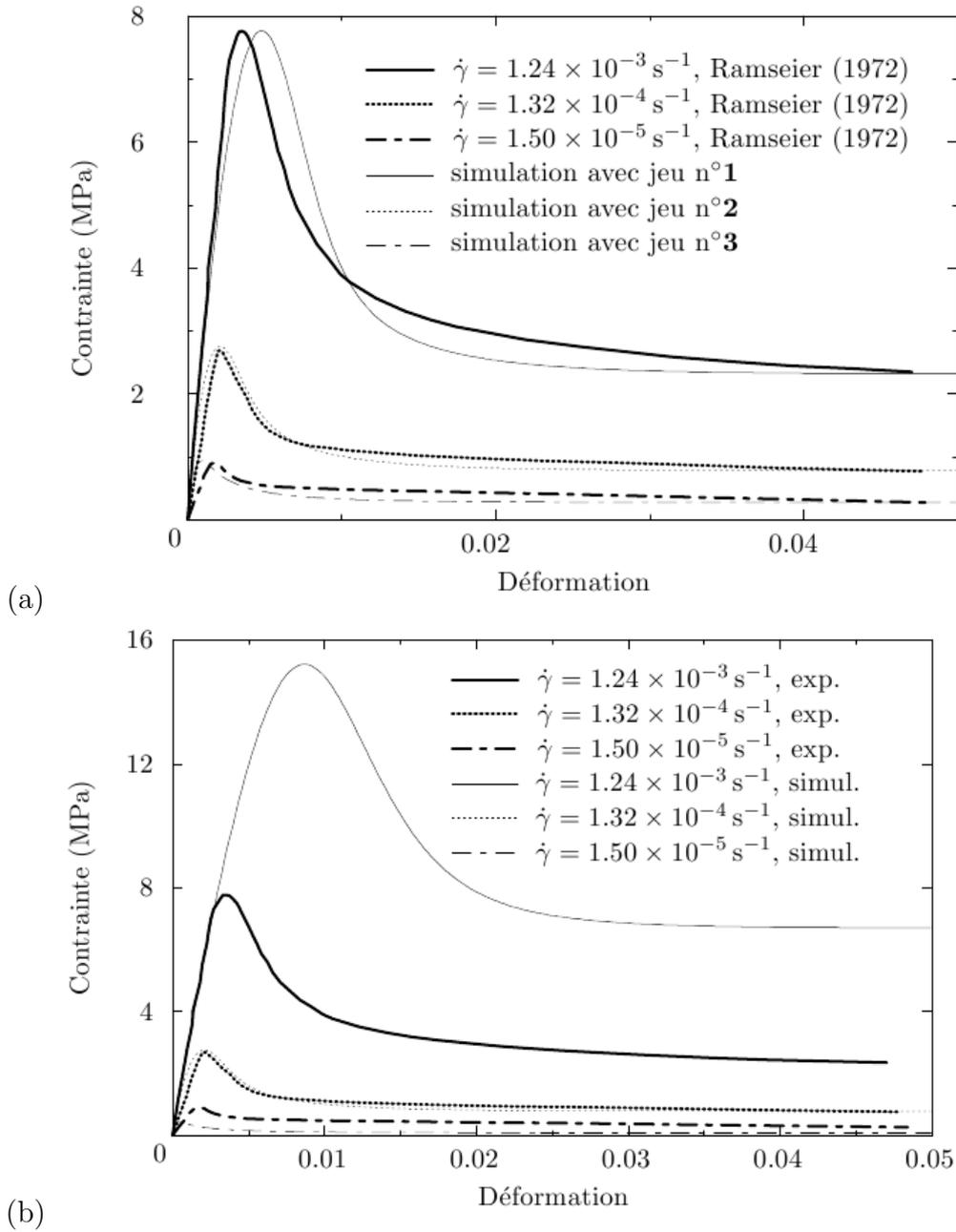


FIGURE 1.21 – Courbes contrainte-déformation pour le modèle élasto-viscoplastique de Mansuy [2001], en comparaison avec les courbes expérimentales de Ramseier [1972], pour une orientation de l’axe  $\mathbf{c}$  du cristal à  $45^\circ$  de la direction de contrainte uniaxiale. (a) 3 jeux de paramètres distincts, (b) un seul jeu de paramètre ”moyen”

en grand nombre et à leurs interactions. Une première description générale du comportement collectif des dislocations établit le caractère général de ces résultats (section 1.1.4). Nous décrivons ici des travaux plus spécifiques à la glace, qui sont les premiers travaux établissant des résultats d'invariance d'échelle au coeur du matériau, et non plus seulement en surface.

Afin d'étudier la nature hétérogène du glissement, des monocristaux de glace ont été déformés en torsion, et des analyses ont été ensuite réalisées par topographie X à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) et par diffraction des rayons X durs (ILL), sur les échantillons déformés [Montagnat et al., 2006]. Des mesures indirectes de densité de dislocations ont permis de révéler la nature invariante d'échelle de l'arrangement des dislocations, avec des corrélations à grande distance, jusqu'à l'échelle de l'échantillon.

L'étude s'est poursuivie avec les travaux [Chevy, 2008, Chevy et al., 2010], qui ont permis de mettre en évidence, que lorsque la déformation augmente, la distance de corrélation diminue. Les corrélations à longue distance seraient le reflet de la distorsion de réseau et des champs de contrainte élastiques associés aux dislocations vis qui accommodent la torsion. Les corrélations à courte distance seraient liées aux obstacles pour les dislocations (sous-joints de torsion) et peut-être au glissement dévié des dislocations à travers les plans prismatiques, qui masqueraient progressivement les corrélations à longue distance lorsque la déformation augmente. Le caractère mixte des interactions entre dislocations (à courte distance et à longue distance) et l'évolution des corrélations spatiales dans la distribution des dislocations est bien reproduit par le modèle de plasticité du monocristal basé sur la théorie des champs continus de dislocations. Les résultats suggèrent la prédominance des interactions à courte distance dans l'organisation des dislocations sous fortes déformations, ce qui a aussi été illustré dans le cas du cuivre par des simulations via des modèles de DDD. Cependant, ces interactions à courte distance restent limitées et n'empêchent pas l'accélération du fluage pour le monocristal de glace.

Des simulations en DDD [Chevy, 2008] ont permis de retrouver l'organisation invariante d'échelle des dislocations, sous certaines hypothèses : par exemple, il est montré que la prise en compte du glissement dévié est essentielle (figure 1.22).

## 1.4.2 Glace polycristalline

### 1.4.2.1 Microstructure et texture d'un polycristal

Les éléments de la structure interne du polycristal forment sa microstructure, qui décrit l'organisation des cristaux : l'orientation des grains, leur forme, leur taille, ou aussi la désorientation entre grains voisins.

La distribution des axes  $\mathbf{c}$  des grains peut être aléatoire (polycristal isotrope) mais peut aussi présenter des directions privilégiées. On parle alors de texture cristallographique (ou fabrique en glaciologie). Combinée à l'anisotropie viscoplastique du monocristal, il en résulte une anisotropie viscoplastique du polycristal.

Dans des conditions de déformation à faible vitesse de déformation et contrainte, comme dans les calottes polaires dans les zones de forage profond, il apparaît, à cause de l'activation dominante du glissement basal, une rotation des axes  $\mathbf{c}$  vers la direction de compression. Les schémas de la figure 1.23, issus de Durand et al. [2009], expliquent l'évolution de texture d'un polycristal de glace le long d'une carotte de glace dans une

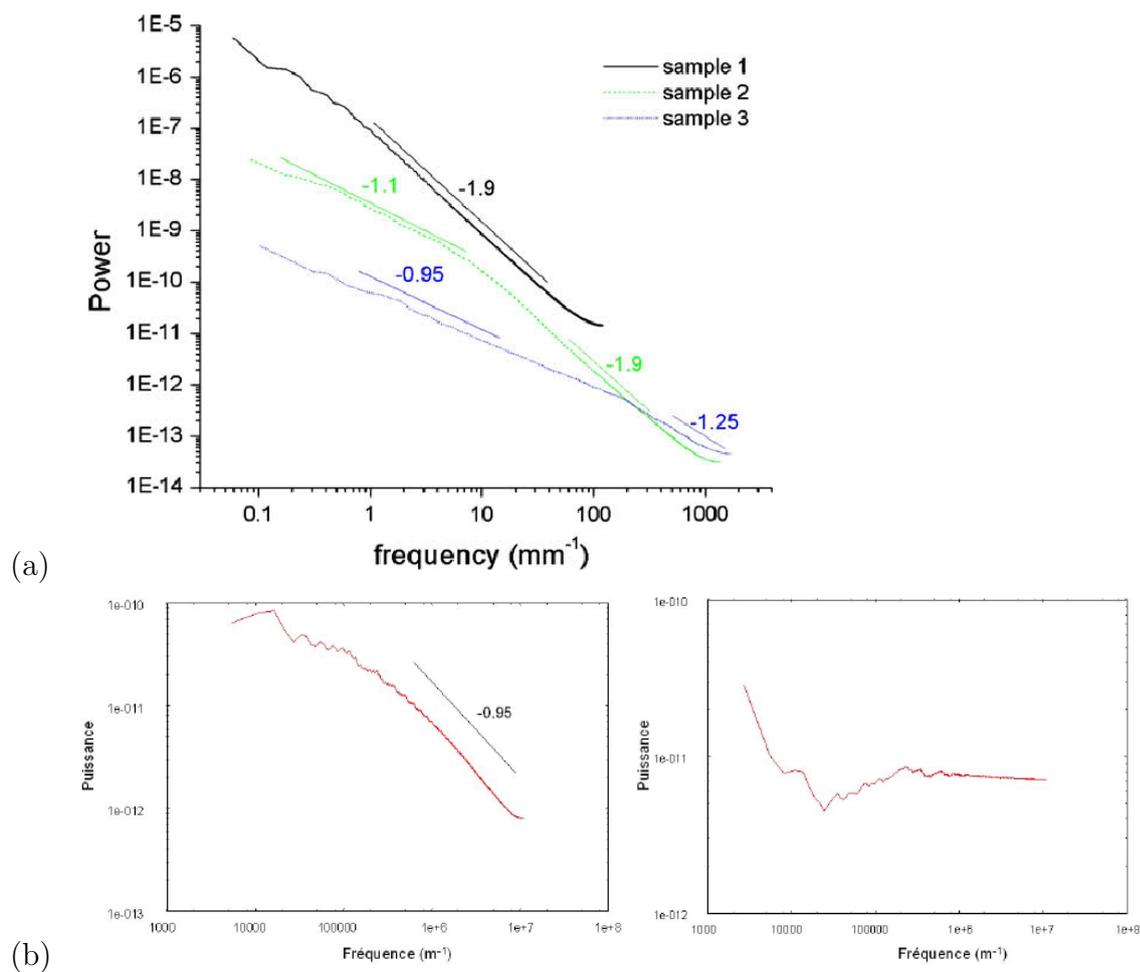


FIGURE 1.22 – Spectres de puissances obtenus par transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation des profils de densités de dislocation, (a) mesurés par diffraction X (b) obtenus par des modèles en DDD : à gauche simulation avec glissement dévié et à droite sans glissement dévié ; la répartition initiale des dislocations est aléatoire. D'après Chevy [2008]

zone de forage où la déformation principale est une compression uniaxiale. Dans le cas de la glace de dôme C, la direction de compression correspond à la verticale in-situ. L'analyse d'échantillons issus de glace en profondeur révèle une texture très prononcée où les axes  $\mathbf{c}$  sont orientés proches de la verticale. Les grains sont également plus allongés dans le sens de l'extension. Plus la glace analysée est profonde, plus la texture est prononcée, sauf dans les couches proches du lit rocheux où la recristallisation dynamique est souvent initiée.

Dans le cas des essais de laboratoire pour lesquels on ne peut pas atteindre les conditions des calottes polaires, la cause principale de l'évolution des microstructures (texture et taille de grain) est liée aux mécanismes de recristallisation dynamique, qui apparaît dès la fin du régime transitoire [Jacka and Maccagnan, 1984].

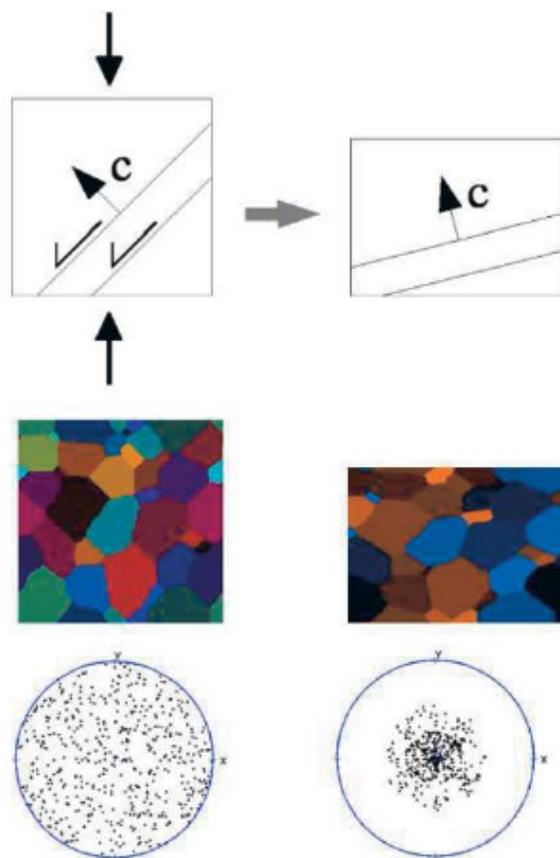


FIGURE 1.23 – Effet d'une compression uniaxiale sur un polycristal de glace pour des faibles vitesses de déformation et contraintes : carotte de glace de dôme C, où la direction de compression correspond à la verticale in-situ [Durand et al., 2009]. En bas, diagrammes de Schmidt des axes  $\mathbf{c}$ . Le centre des diagrammes correspond à la direction de compression.

#### 1.4.2.2 Modes de déformation

Lors du fluage de la glace polycristalline, la déformation peut résulter de plusieurs mécanismes différents : la diffusion, le glissement des dislocations (plasticité), le glisse-

ment aux joints de grain, ou l'endommagement [Duval et al., 1983].

La glace polycristalline diffère de la plupart des autres matériaux par un faible coefficient de diffusion [Duval et al., 1983] : le coefficient de diffusivité au point de fusion est beaucoup plus faible (2 ordres de grandeur) pour la glace que pour la plupart des métaux. De plus, la taille des grains d'une glace polycristalline naturelle est aussi beaucoup plus grande que pour les autres matériaux : de l'ordre du millimètre ou du centimètre au lieu de 1 à 100  $\mu\text{m}$  pour les métaux. Le fluage diffusion dans la glace polycristalline est donc faible, alors qu'il est généralement, pour les minéraux et les métaux, le mécanisme prépondérant pour des faibles contraintes et de petites tailles de grain.

Dans la glace polycristalline de certains glaciers (sur pentes faibles, loin du socle rocheux), soumise à de faibles contraintes de l'ordre de 0.01 MPa, on peut observer de très fortes déformations plastiques (de plus de 1 [Schulson and Duval, 2009]). La formation de textures marquées démontre (par contraposée) que le glissement aux joints de grains est faible dans le polycristal de glace. Le mécanisme prépondérant semble être le glissement des dislocations [Montagnat and Duval, 2000].

### 1.4.2.3 Description du fluage de la glace polycristalline

Lorsqu'une contrainte constante (fluage) est appliquée à une glace polycristalline initialement isotrope (granulaire en 3D ou colonnaire en 2D), on obtient une courbe typique de la déformation en fonction du temps, donnée en figure 1.24 ([Schulson and Duval, 2009]).

Après la déformation élastique, une période de fluage primaire ou transitoire est caractérisée par une forte décélération de la vitesse de déformation, jusqu'à une déformation d'environ 1%. Une vitesse de déformation minimum est alors atteinte, et le fluage secondaire correspond à la transition entre le fluage primaire et le tertiaire (point d'inflexion sur la courbe  $\varepsilon(t)$ ). La vitesse de déformation accélère à nouveau à partir du stade tertiaire.

Le *fluage primaire ou transitoire* est généralement décrit par une loi d'Andrade [Glen, 1955, Duval, 1976] :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \beta t^{1/3} + \dot{\varepsilon}_{min} t \quad (1.20)$$

où  $\varepsilon_0$  est la déformation élastique instantanée,  $\beta t^{1/3}$  est la composante transitoire, constituée d'une partie recouvrable "anélastique" et d'une partie irréversible visqueuse, prépondérante pour de petites valeurs de  $t$ , et  $\dot{\varepsilon}_{min} t$  est la composante stationnaire, qui devient prépondérante en s'approchant du fluage secondaire.

On rappelle sur la figure 1.25 le schéma de base de la déformation en fluage d'un matériau élasto-viscoplastique.

Lors de la déformation plastique, les grains favorablement orientés se déforment par glissement basal, ce qui induit une relaxation de leurs contraintes et donc un transfert de la contrainte appliquée aux grains voisins [Duval et al., 1983]. L'anisotropie du monocristal est à l'origine d'une incompatibilité de déformation entre les grains voisins, qui induit une redistribution des contraintes. Un champ de contraintes internes à longue distance

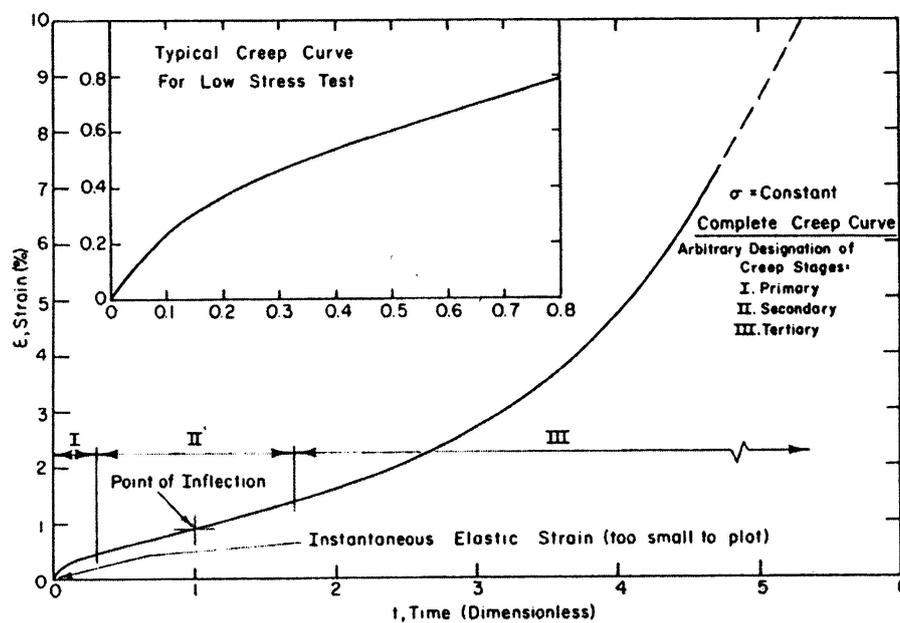


FIGURE 1.24 – Courbe schématique de fluage sur une glace polycristalline isotrope granulaire, d’après Schulson and Duval [2009]

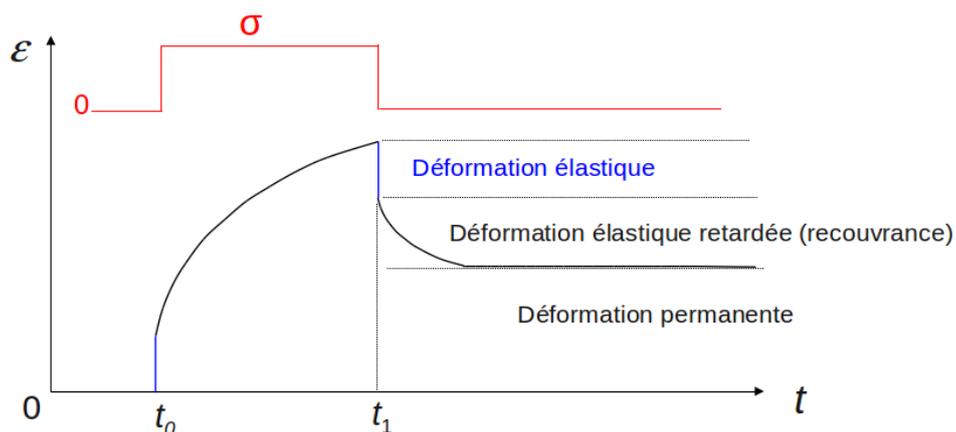


FIGURE 1.25 – Essai de recouvrance pour un matériau élasto-viscoplastique; distinction des différentes composantes de la déformation. D’après Mandel [1966].

s'établit, qui est associé à un écoulement cinématique ou directionnel.

Cet écoulement est à l'origine d'une décroissance de la vitesse de déformation d'environ deux ordres de grandeur (figure 1.26).

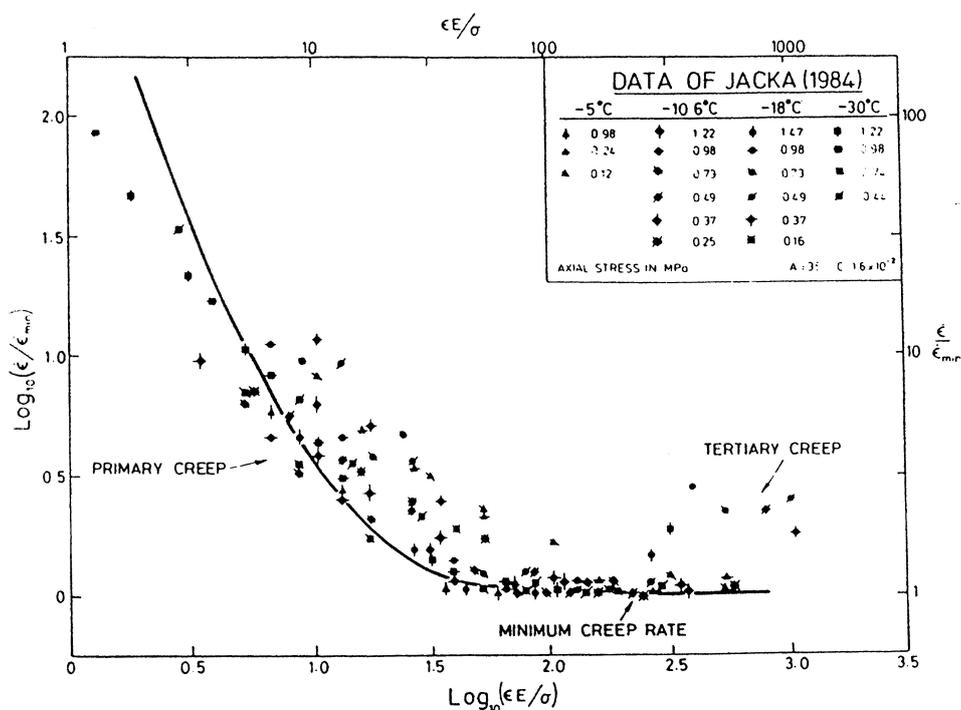


FIGURE 1.26 – Fluage du polycristal : vitesse de déformation vs. déformation; variables réduites, sous diverses conditions de contraintes et de températures, d'après Ashby and Duval [1985].

On peut observer sur la figure 1.27(a) la réponse d'un polycristal de glace à un essai de *recouvrance* (fluage uniaxial, puis suppression de la contrainte appliquée). La déformation maximale atteinte est de l'ordre de 0.1 % et on observe que presque la moitié de la déformation est recouverte à la décharge, cela après plusieurs heures. Cette recouvrance -appelée déformation anélastique- de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-4}$ , est donc environ dix fois plus forte que la recouvrance élastique pure (équation 1.16). Elle correspond à une relaxation des contraintes internes dans le polycristal.

On peut également observer en figure 1.27(b) la réponse à de petites variations de la contrainte appliquée en compression. On note que le saut de déformation lors d'un incrément de contrainte est beaucoup plus grand que pour une diminution de la contrainte de même amplitude. Cela montre la contribution importante des contraintes internes liées à l'écoulement cinématique, ou directionnel. L'écoulement isotrope permet d'expliquer les plateaux pour lesquels  $\dot{\epsilon} = 0$  sur les courbes supérieures de la figure 1.27(b), et montre que les contraintes internes totales diffèrent peu de la contrainte appliquée pendant cette phase stationnaire [Duval et al., 1983].

Le *fluage secondaire* démarre lorsque la vitesse de déformation cesse de décélérer, et correspond à une zone où la vitesse de déformation est proche de son minimum. Il est atteint pour une déformation moyenne entre 1 et 2%.

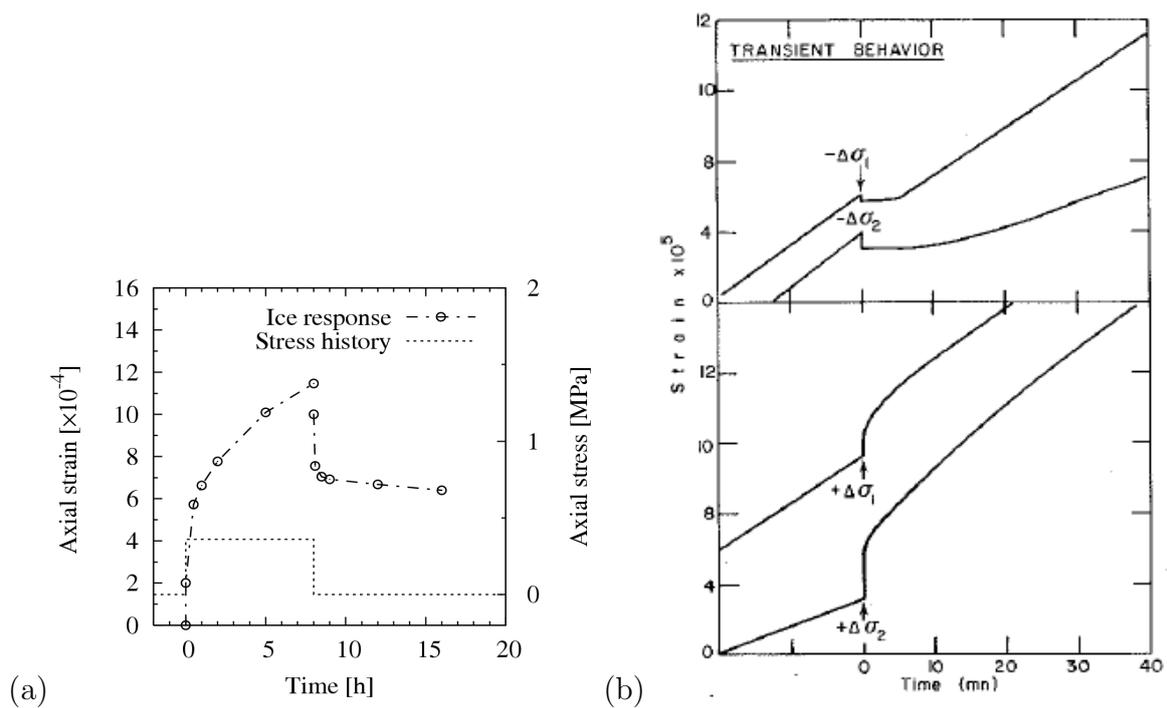


FIGURE 1.27 – (a) Réponse d'un échantillon de glace isotrope déformée en compression uniaxiale, sous une contrainte de 0.36 MPa à  $-1.5^\circ\text{C}$  (taille de grains 5mm) [Castelneau et al., 2008b]. (b) Comportement en fluage suivant des petites variations de la contrainte sur un spécimen déformé à 1MPa en compression à  $-10^\circ\text{C}$ ;  $\Delta\sigma_1 = \pm 0.06\text{MPa}$ ;  $\Delta\sigma_2 = \pm 0.13\text{MPa}$  [Duval et al., 1983].

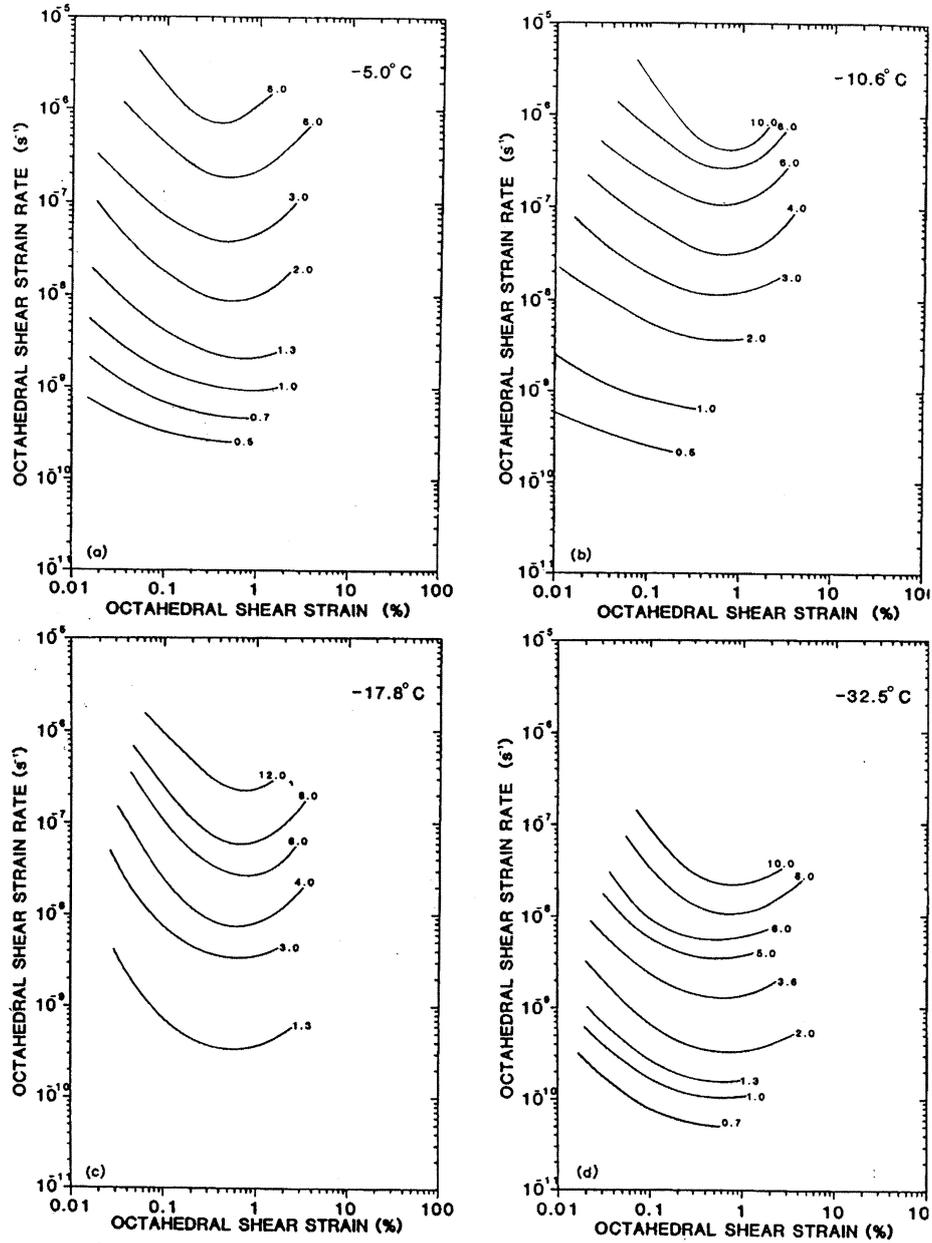


FIGURE 1.28 – Fluage du polycristal isotrope : vitesse de déformation vs. déformation en compression uniaxiale [Jacka, 1984]. Les valeurs données sur les courbes correspondent à la contrainte octaédrale appliquée :  $\sqrt{2}/3\sigma_{zz}$  ( $z$  axe de compression), et la vitesse de déformation octaédrale est :  $\dot{\epsilon}_{zz}/\sqrt{2}$

Une description détaillée du fluage de la glace polycristalline isotrope [Jacka, 1984] donne les points de vitesse de déformation minimum pour des échantillons de taille de grain moyenne d'environ 1.7mm, testées à des températures comprises entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $-5^{\circ}\text{C}$ , sous une contrainte axiale de compression entre 0.1 et 1.3 MPa. Les vitesses de déformation minimum sont atteintes pour les mêmes valeurs de déformation : entre 1 et 2 %, quelque soient les conditions de contraintes et de température (figure 1.28). D'après Duval and Lorius [1980], cette vitesse minimum ne semble pas dépendre de la taille des grains dans la gamme 0.8 – 1mm. Par contre, la taille des grains a une influence sur le fluage transitoire, et sur la recouvrance, qui est plus grande pour des grains plus gros [Duval and Le Gac, 1982].

Si l'endommagement n'intervient pas, ce qui est le cas pour des contraintes inférieures à 1 MPa, la vitesse de déformation minimum suit une loi puissance de type Norton-Hoff, dite loi de "Glen". Pour un chargement multiaxial, la vitesse de déformation est reliée aux contraintes déviatoriques  $\sigma'_{ij}$  par la relation [Schulson and Duval, 2009] :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{min} = \frac{B(T)}{2} \tau^{n-1} \sigma'_{ij} \quad (1.21)$$

où  $\tau$  est la contrainte effective définie par  $\tau^2 = 1/2 \sum_{i,j} (\sigma'_{ij})^2$ , et  $B(T)$  une fonction croissante de la température, de l'ordre de  $10^{-6}$  ou  $10^{-7} \text{MPa}^{-3} \text{s}^{-1}$  à  $-10^{\circ}\text{C}$  [Schulson and Duval, 2009]. Pour un essai uniaxial dans la direction  $y$  par exemple, on en déduit :

$$\dot{\varepsilon}_{yy}^{min} = \frac{B(T)}{9} \sigma_{yy}^n \quad (1.22)$$

L'exposant des contraintes  $n$  dépend de la valeur de la contrainte mais est généralement compris entre 2 et 4. Pour des valeurs de contraintes comprises entre 0.2 et 2 MPa, l'exposant déterminé expérimentalement est proche de 3 (figure 1.18). Les résultats sur polycristaux isotropes (courbe intermédiaire sur 1.18) donnent la vitesse de déformation minimum (fluage secondaire) des différents essais. Le comportement du polycristal est intermédiaire entre les monocristaux "bien orientés" et les monocristaux "mal orientés". Les orientations des différents grains, les joints de grains et les interactions entre ces grains, ainsi que l'établissement des contraintes internes lié à l'écroutissage directionnel, jouent un rôle essentiel dans le comportement du polycristal.

Le *fluage tertiaire*, caractérisé par l'augmentation de la vitesse de déformation, commence après une déformation d'environ 1% à 2%. Cette augmentation reste très modérée, au maximum un facteur 2, en comparaison à la décroissance du stade primaire de plusieurs ordres de grandeur. Ce comportement peut être expliqué soit par l'apparition de fissures, pour des contraintes macroscopiques supérieures à 1MPa, soit par l'apparition de recristallisation dynamique (pour des contraintes plus faibles), ou les deux phénomènes couplés. Ces phénomènes sont là encore liés aux fortes contraintes internes résultantes du fluage transitoire. A haute température (supérieure à environ  $-15^{\circ}\text{C}$ ) et à faible contrainte, l'augmentation de la vitesse de déformation est directement associée aux processus de recristallisation dynamique et à la formation de "textures de recristallisation" [Duval, 1981, Alley, 1992].

On peut distinguer deux types de **recristallisation dynamique** :

- **par rotation ou continue** : processus d'accumulation des dislocations pour former des sous-joints de grains, dont la rotation progressive provoque la formation de joints de grains [Poirier, 1985]. Les nouveaux grains héritent de la structure interne des grains "parents" (défauts, dislocations...) et leur orientation est donc proche de celle du grain parent.
- **par migration ou discontinue** : les joints de grains migrent, préférentiellement entre les grains peu déformés et les grains plus déformés [Poirier, 1985]. Cette migration provoque la germination de nouveaux grains aux abords des joints de grains, qui vont grossir très vite. On explique encore mal le processus de germination. Les vitesses de migration des joints de grains sont relativement rapides, de l'ordre de  $10^{-12}$  à  $10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s [Duval and Castelnau, 1995].

A haute température, la recristallisation par migration est prépondérante ; elle n'a lieu cependant qu'à partir d'un certain seuil de vitesse de déformation [Montagnat et al., 2009]. Par conséquent elle n'est pas prépondérante dans les conditions classiques de déformation des calottes polaires, en particulier dans les zones de forage profond, où les vitesses de déformation mises en jeu sont trop faibles ( $\dot{\epsilon} < 10^{-10}$  s<sup>-1</sup>) et les températures souvent inférieures à  $-10^{\circ}\text{C}$ . Dans ce cas, l'accommodation de la déformation a lieu essentiellement par le processus continu de recristallisation par rotation [Durand et al., 2008], même pour les grandes déformations [Pimienta, 1987].

En conclusion, la distribution des contraintes internes lors du premier stade de la déformation a une influence considérable sur presque tous les aspects de la déformation. D'où l'importance accordée à l'étude du fluage transitoire dans les travaux qui suivent.

### 1.4.3 Localisation de la déformation dans le polycristal de glace

Un certain nombre de travaux portent sur l'analyse locale de la déformation dans le polycristal de glace. Nous décrivons les études suivantes en avançant vers des échelles de plus en plus petites : analyse de photographies, microscope optique, puis pour finir techniques EBSD.

Des analyses locales qualitatives ont été réalisées dans Mansuy [2001], et aussi quantitatives dans Piazzolo et al. [2008] et Montagnat et al. [2011].

Pour étudier les mécanismes conduisant à la localisation de la déformation, Mansuy a réalisé des expériences de fluage sur des multicristaux en inclusion dans une matrice de glace macroscopiquement isotrope [Mansuy, 2001]. La déformation a été suivie au moyen de photographies des éprouvettes sous lumière polarisée prises au cours de l'essai, et en fin d'essai sous microscope optique pour une caractérisation plus fine. Différentes configurations ont permis l'obtention d'une déformation quasi-homogène (cas de l'inclusion d'un monocristal cylindrique dans une glace isotrope) ou au contraire hétérogène : cas d'une inclusion aux contours irréguliers ou multicristalline dans une glace colonnaire. On a alors l'apparition/disparition de bandes (de différentes natures voir points ci-dessous) au cours du temps, avec une répartition irrégulière, certaines lignes étant très marquées dès le début de la déformation. La localisation a été observée sous différentes formes :

- des *lignes de glissement*, puis *bandes de cisaillement* (figure 1.29b grains 5 et 6),

- qui correspondent à un glissement des plans de base sur eux-mêmes sans rotation des axes  $c$ . Les lignes ou bandes sont donc perpendiculaires à l'axe  $c$  du grain.
- des *bandes de flexion* (figure 1.29b grain 3) : elles correspondent à une désorientation plus ou moins progressive du réseau à l'intérieur d'un grain. La largeur de la zone de flexion peut varier d'un millimètre à tout le grain.
  - des *bandes en genou* (figure 1.29a) : bandes de déformation parallèles à l'axe  $c$  du grain, telle que les orientations des plans de base de part et d'autre de la bande sont identiques. La désorientation de la bande augmente au cours de la déformation, et peut dépasser les  $60^\circ$  [Mansuy, 2001]. Ces bandes permettent un degré de liberté supplémentaire pour la déformation du grain, et une rotation "par morceaux" dans le cas d'une inclusion entourée de quelques grains "durs" qui bloquent le glissement basal en certains points de la frontière ; c'est là que s'initient les bandes. Une bande en genou peut aussi agir comme un joint de grain, les zones de part et d'autres évoluant alors indépendamment. Elles peuvent se transmettre d'un grain à l'autre en bifurquant suivant la désorientation des grains (figure 1.29(b) entre grains 2 et 7).

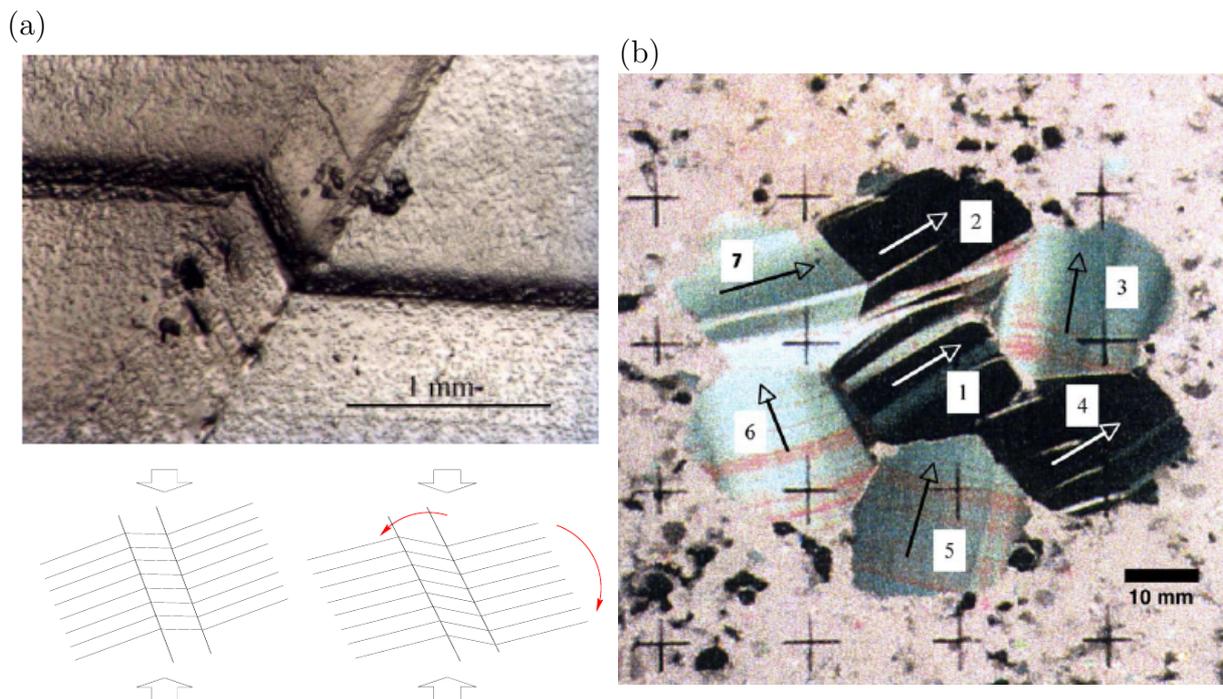


FIGURE 1.29 – (a) Photographie d'un échantillon de glace avec bande en genou, puis représentation schématisée d'une bande en genou, avec son évolution au cours de la déformation : rotation des plans de base et de la bande en genou en sens opposé. (b) Photographie d'un échantillon déformé en compression, d'après Mansuy [2001], après une déformation de  $6.6 \times 10^{-2}$  à  $-10^\circ\text{C}$ . Les flèches indiquent les orientations initiales des axes  $c$ . D'après Mansuy [2001]

Les premiers résultats d'analyse EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) sur la glace [Piazolo et al., 2008], avec une résolution spatiale de  $0.25 \mu\text{m}$ , portent sur deux échantillons polycristallins : un échantillon naturel d'une carotte de glace de Vostok (Antarctique), et un échantillon de glace colonnaire fabriqué en laboratoire et déformé

expérimentalement. Sur les deux échantillons, des distorsions de réseau ont été analysées, observées principalement aux joints de grain et aux points triples (intersection entre trois grains). Ces distorsions peuvent être continues (sur les deux échantillons), ou peuvent former des sous-joints de grains ou des sous-grains de taille entre 10 et 50  $\mu\text{m}$  (sur la glace de laboratoire). Ceux-ci se forment par réarrangement des dislocations coins des plans de base en des configurations à plus basse énergie sur les plans prismatiques. Les distorsions continues proviendraient de dislocations coins ou mixtes du plan de base.

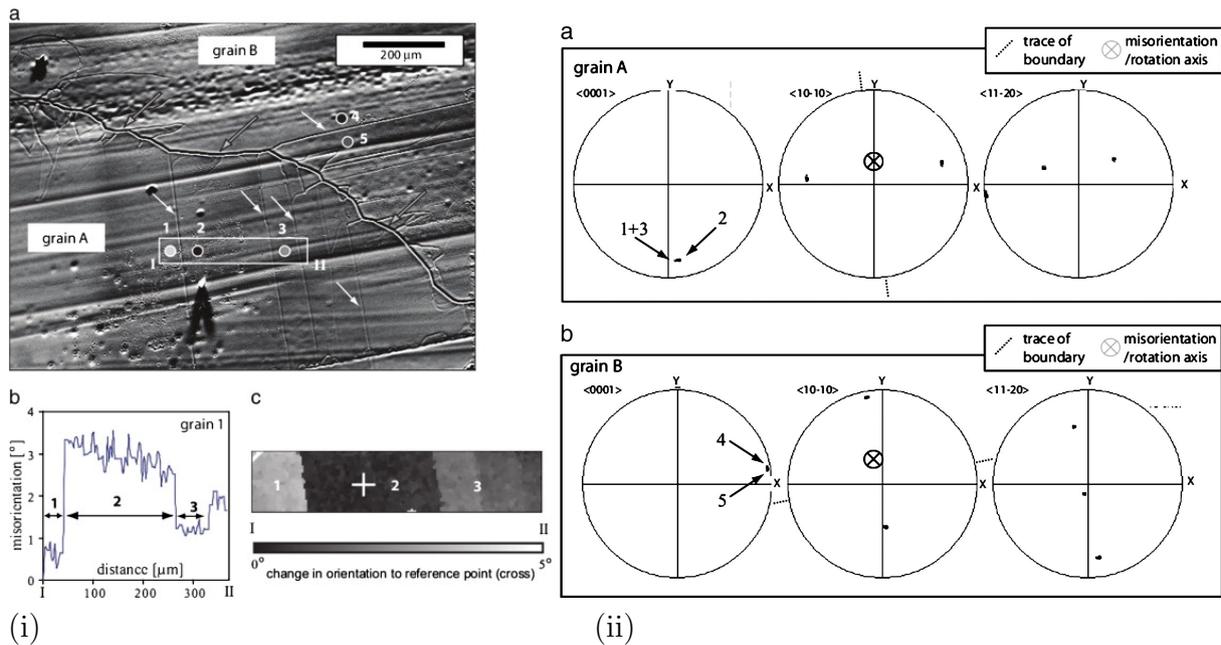


FIGURE 1.30 – (i) Analyse de glace déformée expérimentalement par EBSD (MEB). (a) Image d'un joint de grain (flèche grise), les lignes droites traversant l'échantillon sont des marques de lame de rasoir, les flèches blanches indiquent des sous-joints de grains. (b) profil des orientations correspondant à la zone rectangulaire marquée sur (a). (c) Carte des désorientations sur la même zone, par rapport à la référence indiquée par la croix. (ii) Figures de pôle pour la caractérisation des sous-grains. Les croix donnent les axes de rotation dans chacun des grains. D'après Montagnat et al. [2011].

Dans Montagnat et al. [2011], les désorientations intragranulaires sont caractérisées au moyen de l'analyseur AITA (Automatic Ice Texture Analyser) à l'échelle centimétrique, mais aussi à l'échelle du micron par EBSD (figure 1.30). On peut observer sur la figure 1.30(i) dans la zone 2 une bande en genou presque parfaite, comme le montre le tracé des désorientations en (b) : la bande centrale est désorientée de  $\approx 2^\circ$  avec deux grains adjacents d'orientations très proches. Des mesures EBSD ont permis d'obtenir les figures de pôle pour chacun des plans de glissement, et d'en déduire l'axe de rotation à l'origine des désorientations de réseau dans chacun des grains (figure 1.30ii). Les analyses ont permis de conclure que les désorientations associées aux sous-joints de grains ou aux bandes en genou sont associées principalement à des dislocations coins, qui s'organisent en lignes sur les plans prismatiques, ce qui a confirmé les précédentes observations de Piazzolo et al. [2008].

Tous ces travaux permettent la compréhension des mécanismes physiques de base à l'origine de l'hétérogénéité de déformation dans le polycristal de glace, et sont d'une aide précieuse pour pouvoir modéliser de façon plus juste le comportement du polycristal de glace, notamment pour les modèles prenant en compte les dislocations.

#### 1.4.4 Modélisation du comportement du polycristal de glace

En profondeur sous les calottes de glace, la glace - quasi isotrope en surface- devient anisotrope avec le développement de textures cristallographiques, induites par la déformation. Pour construire les modèles d'écoulement de la glace, l'évolution de l'anisotropie viscoplastique doit être prise en compte. Une relation constitutive adéquate doit également être incorporée dans les modèles d'écoulement à grande échelle permettant de simuler les variations d'épaisseur des calottes polaires avec le climat. Le comportement à grande échelle repose sur les lois de comportement à l'échelle du cristal. De nombreux modèles ont été proposés pour simuler l'écoulement des calottes polaires ou des glaciers. Le développement des capacités numériques des ordinateurs et les avancées théoriques ont permis le développement des modèles multi-échelles : les modèles d'homogénéisation, les modèles éléments finis, et plus récemment les modèles plein champs type FFT.

##### 1.4.4.1 Quelques applications en homogénéisation

L'approche par *homogénéisation* est aujourd'hui un standard pour l'étude de la glace comme pour les autres matériaux polycristallins. Le modèle viscoplastique auto-cohérent a permis notamment l'estimation du développement des textures des glaces de Vostok ou de GRIP (Groenland) [Castelnau, 1996, Castelnau et al., 1996, Montagnat, 2001]. De nombreux paramètres propres à la glace ont ainsi été estimés pour cette modélisation : les valeurs des cisssions de référence ont été déterminées par comparaison des résultats du modèle auto-cohérent tangent à des résultats expérimentaux sur des glaces fortement anisotropes. Le rapport des cisssions de référence entre le système basal et les autres systèmes de glissement a été estimé à environ 70 dans le cas de ce modèle tangent. Ce rapport aboutit à une activité basale proche de 90% pour une glace isotrope, ce qui semble réaliste pour la déformation de la glace sans recristallisation.

Le comportement mécanique des glaces isotropes et anisotropes a pu être modélisé avec succès [Castelnau, 1996]. Les limites sont apparues lors de l'étude du développement de textures, les textures simulées étant systématiquement trop prononcées, cela étant probablement lié à la non considération des désorientations intragranulaires associées à l'hétérogénéité des déformations plastiques dans les grains, et à la non représentation des mécanismes de recristallisation.

Certaines limitations de l'approximation tangente ont été identifiées [Masson and Zaoui, 1999] et corrigées dans l'extension affine [Masson et al., 2000]. Le modèle "variable" [Tomé, 1999], qui s'inscrit entre les approximations tangente et sécante du modèle autocohérent, utilisé dans Montagnat [2001], permet d'ajuster le comportement des phases. Il donne des résultats satisfaisants en terme de réponse mécanique

et de développement des textures, mais en impliquant une trop forte activité des systèmes non basaux.

Plus récemment, les modèles d'homogénéisation ont été étendus aux matériaux élasto-viscoplastiques, avec l'approximation affine [Masson and Zaoui, 1999]. L'application à la glace d'une version simplifiée de ce modèle [Brenner, 2001] a néanmoins permis de bien reproduire le fluage secondaire de spécimens de glace fortement anisotropes du Groenland, et d'ajuster une *loi de comportement* de la glace [Castelnau et al., 2008b]. Il a aussi permis de reproduire le comportement de la glace polycristalline isotrope lors du fluage primaire. Dans cette approche, la déformation est décomposée en une partie élastique et une partie viscoplastique  $\boldsymbol{\varepsilon}^{\text{vp}}$ , que l'on exprime en fonction des vitesses de glissement  $\dot{\gamma}_{(k)}$  sur chacun des systèmes de glissement  $k$  :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{vp}}(\mathbf{x}, t) = \sum_{k=1}^K \boldsymbol{\mu}_{(k)}^{(r)} \dot{\gamma}_{(k)}(\mathbf{x}, t) \quad (1.23)$$

où  $\boldsymbol{\mu}_{(k)}^{(r)}$  est le tenseur de Schmid associé au grain d'orientation  $(r)$  pour le système de glissement  $(k)$ . Les vitesses de glissement  $\dot{\gamma}_{(k)}$  sur chaque système s'expriment selon une loi puissance (équation 1.25), où la cission résolue  $\tau_{(k)}$  est la projection du tenseur des contraintes déviatoriques appliquées  $\boldsymbol{\sigma}'(\mathbf{x}, t)$  sur le plan de glissement considéré :

$$\tau_{(k)}(\mathbf{x}, t) = \boldsymbol{\mu}_{(k)}^{(r)} : \boldsymbol{\sigma}'(\mathbf{x}, t) \quad (1.24)$$

$$\dot{\gamma}_{(k)}(\mathbf{x}, t) = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau_{(k)}(\mathbf{x}, t)}{\tau_{(k)}^{0(r)}(t)} \right|^{n_{(k)}-1} \frac{\tau_{(k)}(\mathbf{x}, t)}{\tau_{(k)}^{0(r)}(t)} \quad (1.25)$$

Les cissions de référence  $\tau_{(k)}^{0(r)}$  évoluent avec le temps suivant une loi d'écrouissage isotrope standard [Bronkhorst et al., 1992, Castelnau et al., 2001] :

$$\dot{\tau}_{(k)}^{0(r)} = \sum_l H_{(k)} \frac{\tau_{(l)}^{\text{sta}} - \tau_{(l)}^{0(r)}}{\tau_{(l)}^{\text{sta}} - \tau_{(l)}^{\text{init}}} | \langle \dot{\gamma}_{(l)} \rangle^{(r)} | \quad (1.26)$$

avec  $\langle . \rangle^{(r)}$  la moyenne sur le volume des grains de phase  $(r)$ .  $H_{(k)}$  est une matrice d'écrouissage isotrope constante. Partant de la valeur initiale  $\tau_{(k)}^{\text{init}}$  avant chargement, la cission de référence sur le système  $(k)$  évolue avec la déformation pour atteindre la valeur finale  $\tau_{(k)}^{\text{sta}}$  au régime stationnaire.

L'identification des paramètres (tableau 1.2) est décrite dans Castelnau et al. [2008b]. Les paramètres liés au régime secondaire sont identifiés dans un premier temps, puis ensuite une comparaison durant tout le fluage transitoire est réalisée. Les exposants de contraintes sur chacun des systèmes de glissement sont différents de celui du polycristal ( $n = 3$ ). Pour le système basal,  $n_{ba}$  et  $\tau_{ba}^{\text{sta}}$  sont déterminés par comparaison avec les données expérimentales de la figure 1.18 [Duval et al., 1983]. On trouve  $n_{ba} = 2$ . La valeur initiale  $\tau_{ba}^{\text{ini}}$  est identifiée à partir de courbes contrainte-déformation provenant d'essais sur monocristaux [Weertman, 1973]. Les paramètres  $n_{(k)}$  et  $\tau_{(k)}^{\text{sta}}$  des systèmes prismatiques et pyramidaux sont ajustés pour reproduire la réponse en fluage stationnaire d'un polycristal

isotrope et celle d'échantillons plus ou moins texturés d'une carotte du Groënland (GRIP) déformés en compression selon différentes directions [Castelnau et al., 1998]. Les valeurs  $n_{prism} = 2,85$  et  $n_{pyr} = 4$ , obtenues avec l'approche affine viscoplastique, conduisent à une sensibilité à la contrainte macroscopique  $n = 3$ , qui correspond bien aux données sur polycristal de la figure 1.18. On montre que le système pyramidal est très peu activé (moins de 2% de la déformation totale); cependant, il a une influence significative sur la sensibilité à la contrainte effective. Les paramètres restants sont identifiés à partir de comparaisons avec les données de [Jacka, 1984] (figure 1.28).

	Systèmes de glissement	$n$	$\tau^{ini}$	$\tau^{sta}$	$H$
Basal	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	0.125	0.035	-25
Prismatique	$\{01\bar{1}0\} \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	2.85	2.85	0.21	120
Pyramidal	$\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$	4	4	3	120

TABLE 1.2 – Systèmes de glissement de la glace, exposants des contraintes  $n$ , cissons de référence initiales et finales et coefficients de  $H$  donnés en MPa, pour une température de  $-10^\circ\text{C}$ . Estimations dans le cadre du modèle autocohérent affine [Masson and Zaoui, 1999], d'après Castelnau et al. [2008b].

#### 1.4.4.2 Quelques applications de modèles champs complets

Les modèles d'homogénéisation en champ moyen ne pouvant pas prédire les zones de localisation des déformations et des contraintes, les modèles en champs complets sont une approche complémentaire.

Dans Mansuy [2001], une loi constitutive du comportement de la glace a été implémentée dans un code aux éléments finis pour simuler les expériences de fluage réalisées (cf. section 1.4.3). Le traitement expérimental a permis de visualiser dans la glace des bandes de localisation, selon différentes configurations, et les modèles permettent dans certains cas de bien prévoir les zones de localisation (figure 1.31). Les zones de changement de signe de la cission basale sont des zones d'accumulation des dislocations correspondant à des zones de flexion. Selon Mansuy, lorsque la cission basale change de signe sur une bande en gardant le même signe de part et d'autre, cela correspond expérimentalement à des bandes en genou. Les bandes en flexion sont en général bien simulées avec ce modèle, mais les bandes en genou de désorientations trop faibles n'apparaissent pas, en partie en raison du maillage trop grossier, mais aussi parce que la cission basale n'est probablement pas la seule responsable de l'apparition des bandes de localisation. Mansuy conclut qu'une amélioration du modèle pourrait passer par l'intégration des densités de dislocations comme variables internes du modèle.

Les modèles de type FFT viscoplastique ont montré une bonne efficacité qualitative pour décrire les champs de déformation dans la glace. Le modèle a d'abord été adapté à la glace colonnaire 2D [Lebensohn et al., 2009], pour des essais de compression. La simulation est effectuée sur une microstructure de 200 grains colonnaires générés par une procédure de Voronoï. Au niveau local, on observe le même type de bandes (figure 1.32)

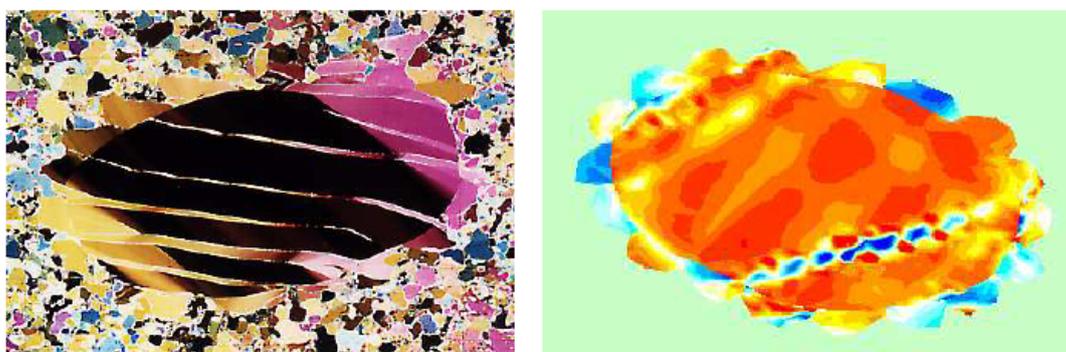


FIGURE 1.31 – (Gauche) Photographie d’une inclusion multicristalline au sein d’une glace isotrope, avec multiples bandes en genou. (Droite) Isovaleurs de la cission basale, obtenues par simulation EF. Le rouge désigne les valeurs positives, le bleu les valeurs négatives. D’après Mansuy [2001].

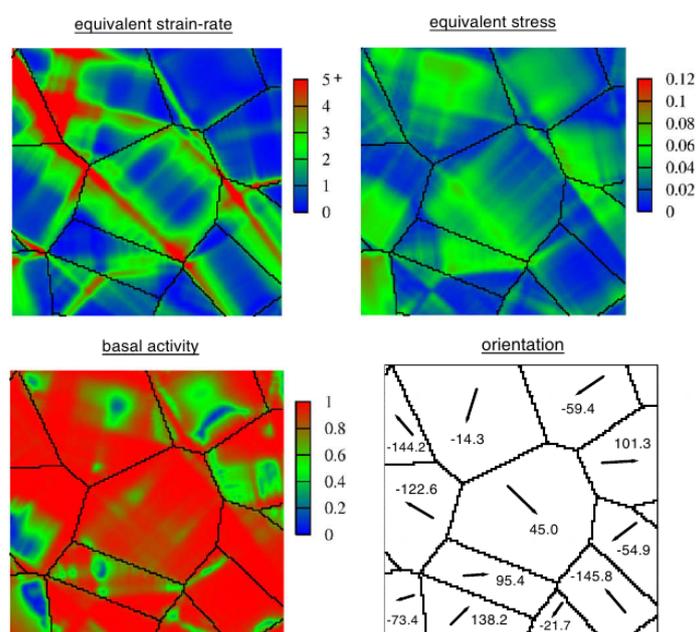


FIGURE 1.32 – Prédiction des champs de vitesse de la déformation équivalente normalisée, contrainte équivalente, activité basale relative, et carte des orientations de la zone considérée, d’après [Lebensohn et al., 2009]. On observe deux bandes parallèles sur le grain orienté à  $45^\circ$ , qualitativement similaires aux bandes en genou observés par Mansuy, connectées par plusieurs bandes orthogonales s’apparentant à des bandes de cisaillement.

que celles observées expérimentalement par Mansuy (figure 1.29).

L'approche viscoplastique ne donne accès qu'aux champs de vitesses de déformation au fluage stationnaire. Les fortes vitesses de déformation sont concentrées dans des bandes qui traversent l'échantillon. On remarque de fortes hétérogénéités de ces champs, et une influence importante du voisinage.

Dans [Montagnat et al., 2011], des expériences de fluage en compression ont été réalisées sur de la glace colonnaire de laboratoire, et des simulations FFT viscoplastique ont été menées sur la microstructure expérimentale. Le modèle permet de mettre en évidence que des contraintes locales de l'ordre de cinq fois la contrainte macroscopique apparaissent près des joints de grains et joints triples, et qu'elles correspondent à des zones où il est nécessaire d'activer fortement les systèmes non basaux (prismatiques dans cette configuration 2D) pour accommoder les déformations locales. Le modèle prédit correctement les zones de désorientations de réseau mesurées expérimentalement, avec toutefois des valeurs de désorientation trop fortes. Cela pourrait s'expliquer par le fait que les mécanismes de restauration et de recristallisation ne sont pas pris en compte dans le modèle.

## 1.5 Conclusion

L'hétérogénéité de la déformation plastique des polycristaux provient à la fois de la complexité des microstructures et de l'anisotropie du comportement à l'échelle du monocristal. Les mécanismes de la déformation peuvent être observés et analysés à plusieurs échelles. La compréhension des mécanismes de base est encore loin d'être complète. Grâce aux techniques de mesures de champs et notamment à la corrélation d'images numériques, de nombreuses études ont pu montrer une forte localisation de la déformation plastique dans les polycristaux : zirconium, cuivre, alliages, ou encore matériaux géophysiques comme l'olivine ou le sel.

Pour de faibles déformations de l'ordre de 2% en traction uniaxiale, on trouve des déformations équivalentes locales (résolution spatiale de quelques  $\mu\text{m}$ ) allant jusqu'à cinq fois la valeur moyenne dans le polycristal de zirconium [Dexet, 2006]. On observe en particulier la formation de bandes de localisation, dont la longueur peut aller jusqu'à sept fois la taille moyenne du grain. Il est montré que la relation entre les orientations des grains de la microstructure et le chemin suivi par les bandes de localisation n'est pas évidente.

Le polycristal de glace est un matériau hétérogène intéressant du fait de la forte anisotropie viscoplastique du monocristal. Le glissement des dislocations se fait essentiellement sur le plan basal, et il n'y a pas de mâclage. Au cours de la déformation en fluage du mono- et du polycristal de glace, les contraintes internes jouent un rôle prépondérant tant sur les cinétiques macroscopiques (fluage transitoire, recouvrance) que sur les hétérogénéités (comportement collectif, invariance d'échelle). Une autre particularité avantageuse est la fabrication relativement facile de glace colonnaire "2D" et la possibilité de réaliser des essais à "haute température" en chambre froide.

De nombreuses approches permettent de simuler le comportement des matériaux hétérogènes, et font un lien entre différentes échelles de l'échelle de la dislocation à

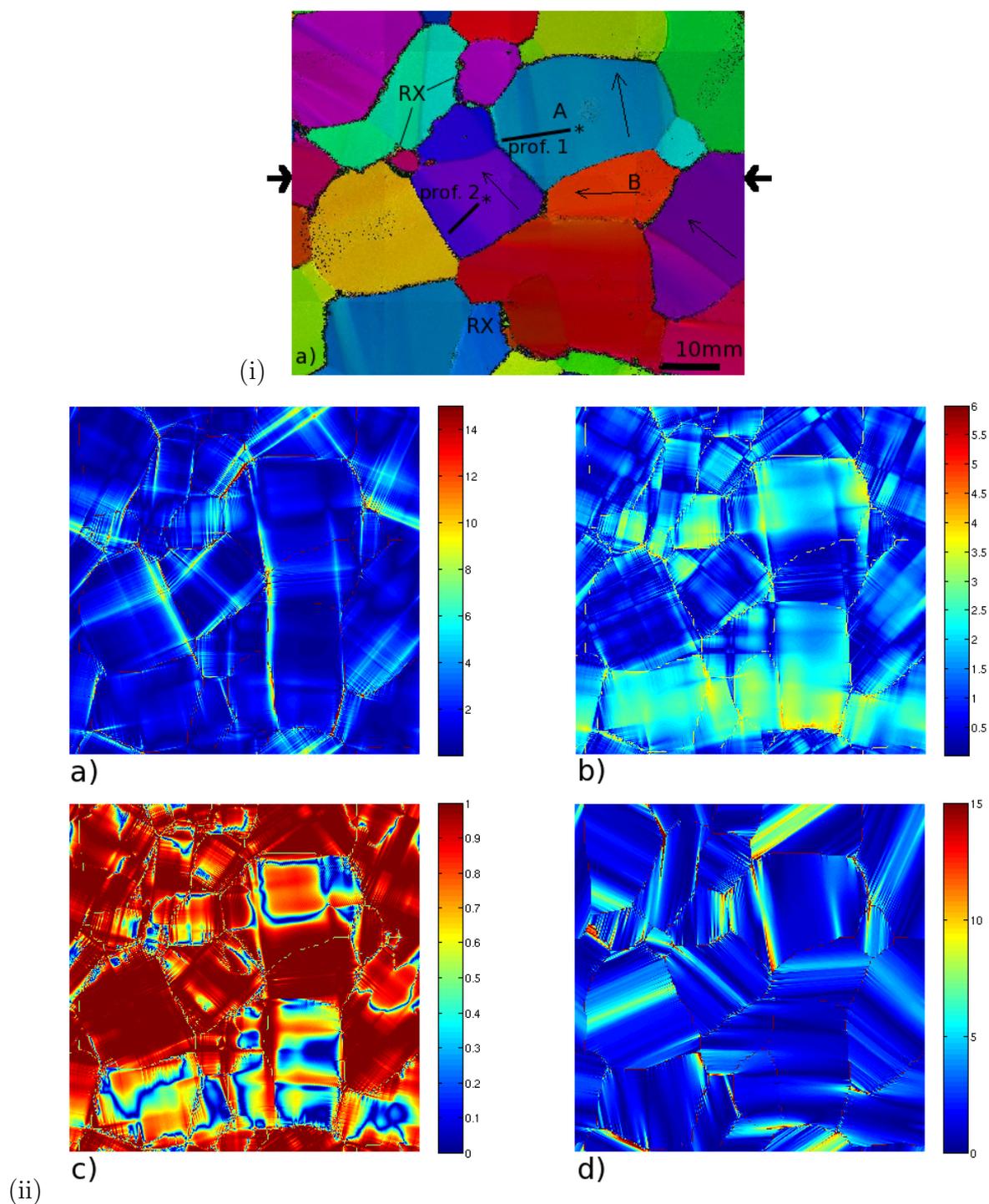


FIGURE 1.33 – (i) Image des orientations de l'échantillon déformé obtenu avec un analyseur optique (AITA). Les flèches externes indiquent la direction de compression, les flèches dans les grains la direction des axes  $c$ . (ii) a) Vitesse de déformation équivalente normalisée, b) contrainte équivalente normalisée, c) activité basale relative, d) désorientations en degrés de l'angle d'Euler  $\varphi_1$  par rapport à la valeur initiale. D'après Montagnat et al. [2011]

l'échelle macroscopique. Les modèles de dynamique des dislocations discrète, les modèles en champs continus de dislocations, les modèles en champs complets (EF et FFT) et les modèles d'homogénéisation sont autant d'approches différentes mais complémentaires. La prise en compte de l'hétérogénéité intraphase dans les modèles d'homogénéisation est indispensable pour bien représenter le comportement macroscopique d'un polycristal lorsque la déformation est très hétérogène. Les modèles en champs complets permettent de simuler les champs locaux de contraintes et de déformation, et d'étudier le lien entre la localisation de la déformation et la microstructure sous-jacente. Des comparaisons entre les résultats d'un modèle FFT visco-plastique et les distorsions de réseau mesurées sur des échantillons de glace déformés en fluage ont déjà été réalisées [Montagnat et al., 2011], mais aucune comparaison directe des champs de déformation n'a été réalisée jusqu'à présent. La prise en compte de toutes les composantes de la déformation (élastique et viscoplastique) est nécessaire pour pouvoir analyser l'évolution de la localisation de la déformation au cours de l'essai. Un modèle plein champs FFT (CraFT) a donc été développé au LMA ces dernières années afin de pouvoir simuler le comportement mécanique d'un matériau polycristallin ou multiphasé.



## Chapitre 2

# Dispositif expérimental - mesures de champs

### 2.1 Objectifs

L'objectif de ce travail expérimental est de caractériser les hétérogénéités de déformation et leur évolution, en relation avec la microstructure des échantillons. Les essais réalisés sont des essais de fluage en compression uniaxiale sur des microstructures de glace colonnaire (sauf un échantillon de glace granulaire pour comparaison).

Les avantages liés au matériau glace sont nombreux :

- Les essais à haute température (température proche de la température de fusion du matériau) ont lieu à une température acceptable pour un humain ; l'essai a lieu en chambre froide (température de  $-12^{\circ}\text{C}$ ) mais pas dans un four isolé comme nécessaire pour les métaux en général.
- La glace est très anisotrope et ne possède qu'un seul système de glissement facile, ce qui permet de caractériser l'orientation d'un grain avec un seul paramètre (facteur de Schmid), et donc de pouvoir comparer simplement la déformation d'un grain avec son orientation. De plus, il n'y a pas de mûlage (propriété rare pour les cristaux de structure hexagonale).
- Il est facile d'élaborer de la glace colonnaire en laboratoire, donc de se rapprocher d'une structure "2D".

La structure colonnaire permet de réaliser des essais proches d'essais "2D" ou bidimensionnels, idéalement sans gradient de microstructure dans l'épaisseur de l'échantillon. Cela permet d'interpréter plus facilement les mesures planes effectuées par corrélation d'images et de les relier à la microstructure de l'échantillon, sans les incertitudes liées à la microstructure sous-jacente 3D [Heripre, 2006]. La figure 2.1 donne une représentation schématique des essais réalisés.

Dans ce qui suit, nous décrirons dans un premier temps les microstructures utilisées, leur élaboration et leur caractérisation (section 2.2), nous précisons ensuite les caractéristiques des tests mécaniques (section 2.3), puis enfin nous décrirons la procédure de corrélation utilisée, les spécificités liées au matériau glace, et les résolutions obtenues (section 2.5).

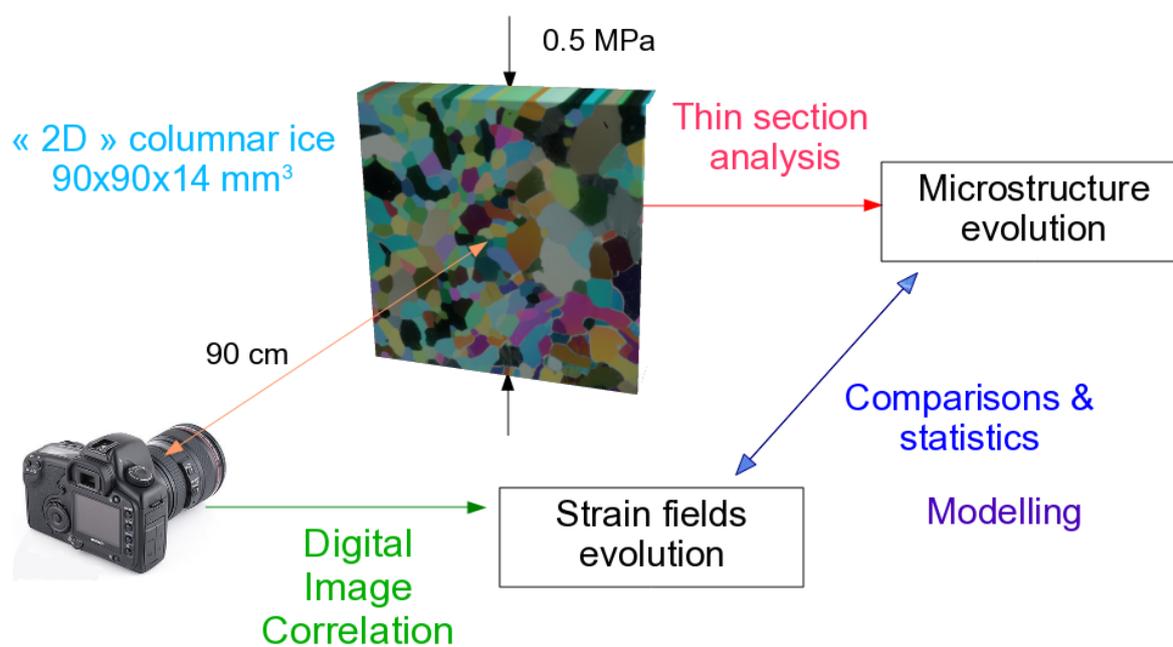


FIGURE 2.1 – Schéma du principe des essais.

## 2.2 Caractéristiques des échantillons et microstructures

La glace constituée de grains colonnaires dont les axes  $\mathbf{c}$  sont orientés aléatoirement dans le plan perpendiculaire à la direction des colonnes est appelée glace colonnaire S2. La glace constituant les glaciers ou les calottes polaires est granulaire, mais la glace S2 est aussi présente dans la nature : c'est la glace que l'on trouve sur les lacs en l'absence de courant, les grandes rivières du Nord, mais aussi le type de glace qui se forme sur l'Océan Arctique.

### 2.2.1 Glace colonnaire S2 : élaboration

La glace colonnaire est fabriquée dans une chambre froide dont la température ambiante est  $0^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , sous un gradient de température vertical : un bac d'eau pure est placée sur une table réfrigérante, et l'eau est agitée proche de la surface afin d'éviter la formation de bulles d'air durant la croissance de la glace.

Le bac, de dimensions  $35 \times 25 \times 40\text{cm}$  ( $L \times l \times h$ ), est constitué d'un fond métallique et de parois latérales isolées thermiquement. La croissance de la glace est alors verticale et plus ou moins colonnaire (figure 2.2). Les germes formés au fond par solidification de l'eau sont constitués de cristaux orientés aléatoirement. La croissance des cristaux de glace est anisotrope : plus rapide suivant les directions des axes  $\mathbf{a}$  que suivant l'axe  $\mathbf{c}$ . Il en résulte que les cristaux dont les axes  $\mathbf{a}$  sont dans un plan vertical ( $\mathbf{c}$  dans un plan horizontal) progressent plus vite vers le haut et sont prépondérant dans la microstructure formée. La structure résultante est formée de cristaux colonnaires dont le rayon augmente au cours du temps, au détriment de certaines colonnes qui disparaissent.

La température de la table réfrigérante est réglée en fonction de la vitesse de croissance désirée qui nous donne une taille de grains caractéristique. Si on fixe cette température, la vitesse de croissance diminue au fur et à mesure que l'épaisseur de glace augmente. Il faut donc baisser progressivement la température de la table pour stabiliser la vitesse de croissance [Plé, 1998]. Plus la croissance est rapide, plus les grains sont petits et les colonnes parallèles. On a donc généralement commencé par une croissance lente, pour former à la base des grains de taille suffisante, puis augmenté brutalement le gradient de température afin d'accélérer la croissance pour l'obtention de colonnes géométriquement plus satisfaisantes. Des lames minces sont découpées en plusieurs zones dans des plans verticaux afin de visualiser la qualité des colonnes (figure 2.2(b)) et de choisir au mieux la zone de découpe des échantillons.

Pour exemple, les réglages effectués sur l'un des derniers blocs réalisés sont les suivants (on note  $T_0$  la température de la table) :

1.  $T_0 = -3^{\circ}\text{C}$  durant 3 heures : première phase de croissance lente ( $3\text{mm}/h$ ) pour la formation d'une base avec des grains de taille moyenne  $5\text{mm}$
2.  $T_0 = -15^{\circ}\text{C}$  durant 17 heures : croissance plus rapide (en moyenne  $6\text{mm}/h$ )

pour une hauteur finale de bloc d'environ  $11\text{cm}$ , une taille de grain moyenne d'environ  $6\text{mm}$  en haut du bloc, et la production des échantillons #17 et #18, découpés dans la partie supérieure du bloc, plus régulière. On découpe les échantillons généralement à l'écart des

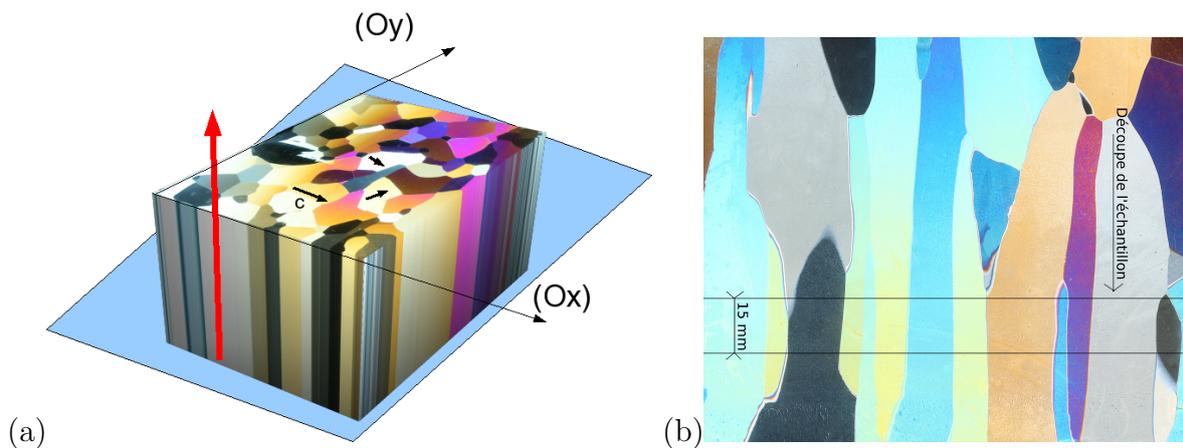


FIGURE 2.2 – (a) Croissance de la glace colonnaire : les axes  $c$  s'orientent majoritairement dans un plan perpendiculaire aux colonnes, (b) Colonnes obtenues au bord de l'échantillon #11 (photographie sous lumière polarisée) ; la direction de croissance est verticale sur l'image.

bords du bloc de glace (au moins 3cm), qui sont soumis à des variations de température brutales et à la fonte lors du démoulage du bloc de glace.

Des essais de croissance de bloc de glace à partir d'un germe ont également été effectués, mais non retenus. Cette technique, explicitée dans Capolo [2007], est utile lorsque l'on veut obtenir des échantillons avec de très gros grains (de largeur supérieure au centimètre), dont la qualité cristalline est très bonne.

### 2.2.2 Glace granulaire

Quelques blocs de glace granulaire ont également été fabriqués en laboratoire selon la procédure usuelle : de la glace broyée est introduite dans un récipient fermé dans lequel on fait le vide, puis on injecte de l'eau à  $0^{\circ}\text{C}$ . La solidification s'effectue ensuite sur la table réfrigérante de la même façon que pour la glace colonnaire. On obtient ainsi un cylindre de glace granulaire sans bulles d'air, avec des tailles de grains variables selon le ou les tamis utilisés après broyage pour sélectionner la taille des germes.

### 2.2.3 Usinage des échantillons

L'échantillon est un parallélépipède de glace colonnaire de dimensions moyennes  $\approx 90\text{ mm} \times 90\text{ mm} \times 14\text{ mm}$  (hauteur, largeur, épaisseur).

Des plaques d'une épaisseur initiale de 3 cm sont découpées perpendiculairement aux colonnes formées dans le bloc (figure 2.2(b)). La visualisation des colonnes sous lumière polarisée permet de sélectionner les parties du bloc de glace où le parallélisme des colonnes est le meilleur.

L'échantillon est fraisé afin que toutes les surfaces notamment les surfaces d'appui soient

bien parallèles et sans défauts géométriques (voir section 2.2.4).

Le choix de l'épaisseur résulte d'un compromis entre la volonté d'avoir des colonnes bien parallèles dans toute l'épaisseur et une microstructure idéalement bidimensionnelle, et la nécessité d'avoir une épaisseur suffisante pour limiter le flambage lors de l'essai de compression.

Le choix de la largeur est lié aux tailles de grains des échantillons et aux contraintes mécaniques de fraisage de ces faces. Sachant que la taille des grains des échantillons fabriqués est d'environ 5 mm, une largeur de 90 mm nous a paru suffisante pour avoir suffisamment de grains dans l'échantillon. On verra par la suite qu'il est néanmoins difficile d'obtenir dans ces conditions des échantillons statistiquement représentatifs.

La hauteur de l'échantillon a été choisie proche de la largeur afin d'avoir une surface observée suffisamment grande, mais de limiter le rapport d'élançement pour éviter le flambage. Le rapport d'élançement (hauteur/épaisseur) des échantillons est alors de l'ordre d'environ 6.4.

### 2.2.4 Mesure des défauts de géométrie

Les faces d'appui des échantillons doivent être le plus parallèles possibles afin que la charge soit bien répartie sur toute la largeur de l'échantillon. La géométrie des échantillons après fraisage a donc été mesurée par un comparateur attaché à la fraiseuse (en chambre froide), l'échantillon étant fixé dans l'étau de la fraiseuse.

Les défauts de parallélisme mesurés entre les deux faces d'appui sont de l'ordre de 0,01% :

$$0.01/80 = 0.000125 \quad (2.1)$$

Ce rapport correspond à un décalage de 0.01 mm (0.04 – 0.03) sur une longueur de 80 mm (figure 2.3).

### 2.2.5 Réalisation des lames minces

La réalisation de lames minces de mêmes dimensions que l'échantillon permet une analyse optique fine de la microstructure des échantillons fabriqués. C'est la seule technique permettant de visualiser (rapidement) la microstructure de l'ensemble de l'échantillon ainsi que l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  des grains.

Les techniques d'EBSA permettent une caractérisation plus fine (résolution de l'ordre de 0.5 $\mu\text{m}$ ) et plus complète (tous les axes cristallographiques), mais la taille des échantillons analysés est aussi beaucoup plus petite (de l'ordre du cm au lieu des 10 cm de longueur pour une lame mince).

L'analyse des lames permet de mesurer les désorientations des axes  $\mathbf{c}$  intra- et intergranulaires, et de faire des comparaisons entre plusieurs états. Nous avons fait des lames minces avant et après déformation pour analyser les évolutions de microstructure lors de la déformation. Une photographie des deux lames minces sous lumière polarisée permet d'avoir un premier aperçu de ces évolutions de microstructure (figure 2.4).

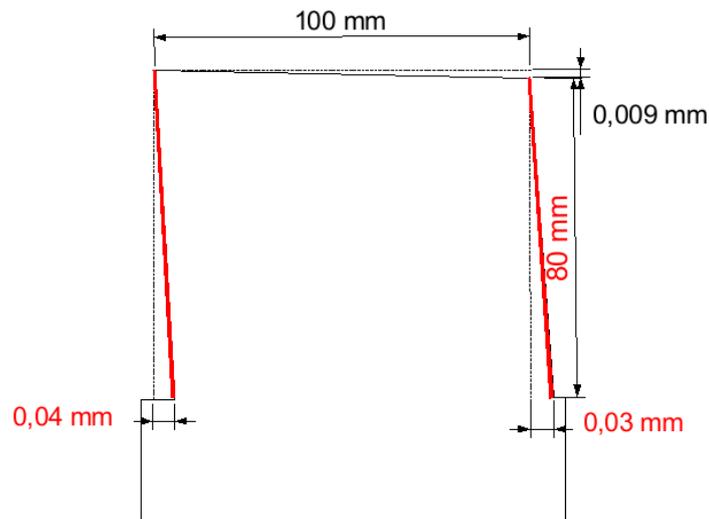


FIGURE 2.3 – Mesure du parallélisme des faces en appui (en rouge) ; les valeurs d'angles sont volontairement amplifiées

Une lame d'une épaisseur d'environ 5 mm (minimum pour éviter qu'elle se casse) est découpée au moyen d'une scie à ruban en chambre froide sur la face avant de chaque échantillon.

Elle est ensuite collée sur une mince plaque de verre à l'aide de quelques gouttes d'eau et affinée à l'aide d'un microtome, qui permet de racler finement (à l'échelle du micron) la surface de la lame afin d'obtenir une surface très lisse. Après avoir raclé la face supérieure, la lame est décollé précautionneusement, retournée, et collée sur sa face lisse sur une autre plaque de verre par un ruban d'eau déposé à l'aide d'une pipette tout autour de la lame. La nouvelle surface est alors à nouveau disposée sur le microtome et raclée jusqu'à obtenir une épaisseur de glace entre 0.2 et 0.3 mm. C'est dans cette deuxième phase qu'on enlève le plus de matière.

Sur chaque échantillon, on réalise une lame mince avant l'essai mécanique (lame A), puis une lame mince en fin d'essai (lame B)(figure 2.5).

Il faut prêter une attention particulière dans le maniement des lames minces lors du passage au microtome. En effet, les colonnes n'étant pas parfaitement parallèles, on veut analyser la microstructure au plus proche de la surface de l'échantillon, afin de pouvoir comparer les deux lames, qui se situent de part et d'autre de cette surface, avec le moins de biais possible. Sachant qu'après découpe à la scie, les deux faces doivent être raclées, et que c'est dans la deuxième phase qu'on enlève le plus de matière (2.2.5), il faut donc dans la première phase racler la face côté surface (traits bleus sur la figure 2.5), ce qui implique que la lame mince terminée sera collée du côté de ces traits bleus, et les deux lames se retrouvent donc dans un repère différent (voir aussi annexe A) pour la mesure des orientations.

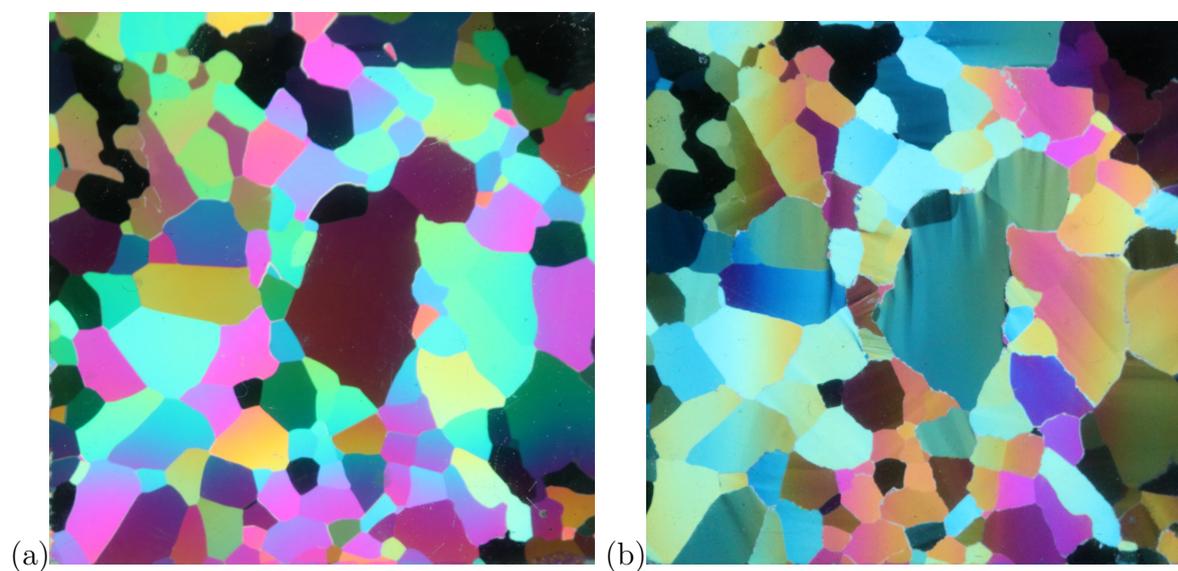


FIGURE 2.4 – Photographie sous lumière polarisée des lames minces avant (a) et après (b) déformation pour l'échantillon #26. L'image de la lame après déformation a été retournée dans le sens droite-gauche.

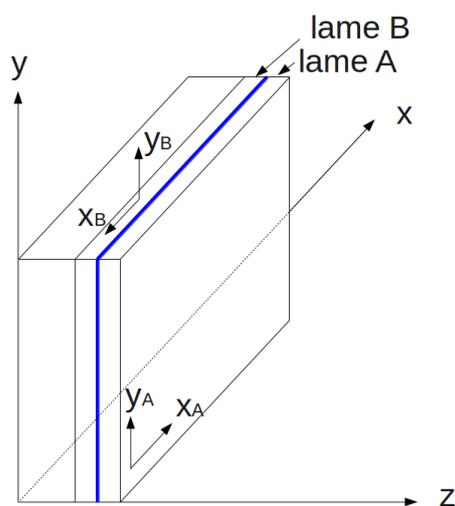


FIGURE 2.5 – Découpe des lames minces sur l'échantillon et repères des lames minces. On repère la surface de l'échantillon à l'aide des traits bleus.

### 2.2.6 Marquage des échantillons pour la superposition des champs

Des trous de diamètre 1 mm sont percés dans les coins haut-gauche et bas-droit de l'échantillon (voir figure 2.6) avant découpe de la lame mince, afin d'avoir des repères permettant la bonne superposition des données d'orientation AITA issues de la lame mince et des mesures de champs DIC effectuées à la surface de l'échantillon.

Ces trous sont donc présents à la fois sur les images DIC et sur les images de mesures d'orientations, ce qui permet un ajustement précis de ces deux images, avec une erreur maximale de quelques pixels, *i.e.*  $\approx 0.2\text{mm}$ . Cependant cette précision est limitée en pratique lorsque les joints de grains colonnaires sont inclinés et non parfaitement parallèles à la direction  $z$  (normale à la surface d'observation), puisque la surface analysée de la lame mince avant déformation est distante de quelques millimètres par rapport à la surface de l'échantillon. En nous basant sur ces incertitudes, nous estimons la précision de superposition à environ 0.5 mm.

Le perçage est effectué à l'aide d'une mini-perceuse sur 6 – 8 mm de profondeur et à environ 1 cm du bord. Le trou est percé dans le bloc [échantillon+lame mince A], avec une profondeur suffisante pour être visible sur l'échantillon après la découpe de la lame mince, mais limitée : il ne doit alors être que superficiel, afin de ne pas créer des points de faiblesse susceptibles de provoquer des fissures lors du chargement de l'échantillon.

Pour les mêmes raisons de fragilité de la glace, on ne perce pas trop près des coins de l'échantillon pour éviter qu'ils ne se cassent (et c'est surtout délicat pour la lame mince).

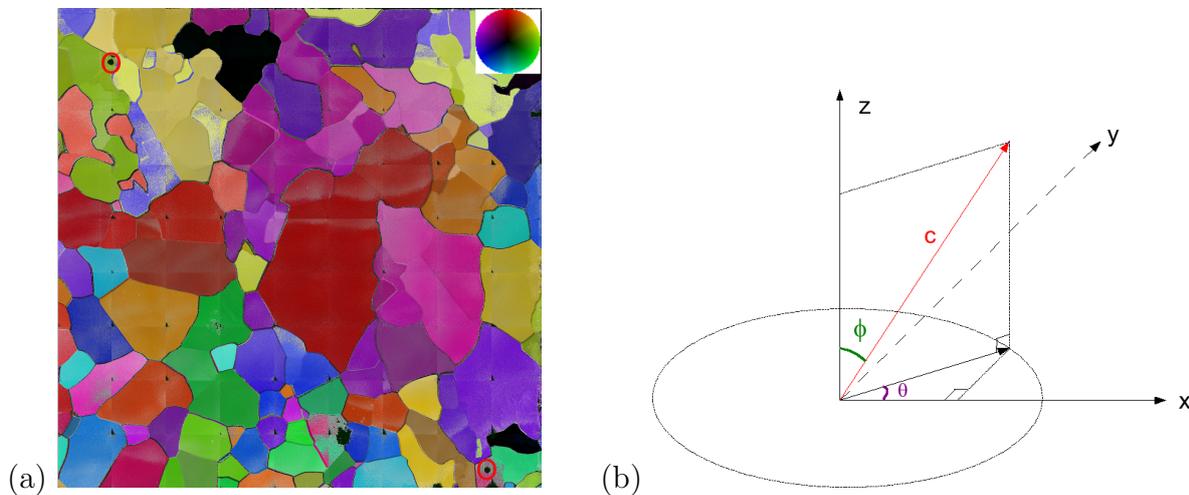


FIGURE 2.6 – (a) Figure d'orientation obtenue à l'aide de l'analyseur (échantillon 26), les couleurs correspondent à une projection stéréographique des axes  $\mathbf{c}$  dans le plan  $(Oxy)$  du repère de l'analyseur (légende en haut à droite); les deux trous de marquage sont entourés en rouge. (b) Définition de l'azimuth  $\theta$  et de la colatitude  $\phi$ .

### 2.2.7 Analyseur optique : mesure de l'orientation des axes $\mathbf{c}$

La mesure de l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  est possible sur la glace grâce à sa biréfringence : la lumière se propage de façon anisotrope dans le matériau glace, en raison de la structure hexagonale du cristal. Dans la glace comme dans la plupart des minéraux, suivant

la direction suivie, la lumière n'a pas la même vitesse. La disposition d'une lame mince entre deux polariseurs croisés permet indirectement de distinguer l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  des cristaux par l'observation des couleurs obtenues, qui sont liées aux caractéristiques des ondes lumineuses (directions de vibration et vitesses) ayant traversé le cristal.

L'outil utilisé pour l'analyse de lames minces est un analyseur optique nommé AITA (Automatic Ice Texture Analyser [Russell-Head and Wilson, 2001, Wilson et al., 2003, Peternell and Wilson, 2010]). Ce système optique permet d'obtenir les orientations des axes  $\mathbf{c}$  sur la lame mince (azimuth et colatitude) avec une résolution spatiale de  $43 \mu\text{m}$  et une précision angulaire de  $5^\circ$  pour la colatitude et de  $1^\circ$  pour l'azimuth.

L'instrument scanne la lame mince et collecte des images pas à pas dans trois directions obliques par rapport à la lame. L'analyseur permet alors, à partir de l'intersection des plans obtenus par les trois vues obliques, de déterminer la direction des axes  $\mathbf{c}$  [Wilson et al., 2003].

L'analyse est effectuée de façon discontinue par zones de  $1 \text{ cm}^2$ , ce qui aboutit à une trame (quadrillage de pas  $1 \text{ cm}$ ) correspondant à des mesures biaisées au passage d'une zone à l'autre.

Nous obtenons en sortie une carte des orientations (figure 2.6a) où chaque couleur correspond à une projection stéréographique de l'axe  $\mathbf{c}$  dans le plan de la lame mince, mais aussi une carte des azimuths et des colatitudes de la microstructure.

De plus, l'analyseur fournit en chaque pixel un facteur de qualité qui donne la "confiance" en une valeur d'orientation. Ce facteur est utilisé pour éliminer tous les pixels douteux (joints de grains et bords).

**L'azimuth  $\theta$  et la colatitude  $\phi$**  sont deux angles qui déterminent l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  des cristaux d'une lame mince dans un repère lié à l'analyseur défini en annexe A. Soit  $(Oz)$  l'axe perpendiculaire à la lame mince (normale sortante). Les axes  $(Ox)$  et  $(Oy)$  sont dans le plan de l'échantillon. La direction de l'axe  $\mathbf{c}$  dans ce repère est donnée en partant de la direction  $(Oz)$  en effectuant une rotation autour de  $(Oy)$  d'angle égal à la colatitude  $\phi$  suivie d'une rotation autour de  $(Oz)$  d'angle égal à l'azimuth  $\theta$ .

Nous obtenons les coordonnées de l'axe  $\mathbf{c}$  dans le repère associé à l'analyseur (figure 2.6b), en fonction de l'azimuth et de la colatitude mesurés :

$$\mathbf{c} = \begin{pmatrix} \sin \phi \cos \theta \\ \sin \phi \sin \theta \\ \cos \phi \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

Lors du traitement des lames B, un changement de repère est nécessaire, cf. annexe A.

Si l'axe  $\mathbf{c}$  est dans le plan de la lame, la colatitude est égale à  $\pi/2$  et l'azimuth nous donne la direction de l'axe ; c'est un angle entre  $0$  et  $\pi$ . L'espace irréductible des données en sortie de l'analyseur est :

$$0 \leq \phi \leq \pi/2 \quad \text{et} \quad 0 \leq \theta \leq 2\pi \quad (2.3)$$

Si on fait varier la mesure de colatitude entre  $0$  et  $\pi$ , on peut limiter alors les mesures

d'azimuth à l'intervalle  $[0; \pi]$ . L'espace irréductible utilisé est alors :

$$0 \leq \phi \leq \pi \quad \text{et} \quad 0 \leq \theta \leq \pi \quad (2.4)$$

Cela permet de modifier les points de discontinuité (sauts dans les valeurs d'azimuth et/ou de colatitude lors d'une faible modification de l'orientation de  $\mathbf{c}$ ) et s'avère préférable lorsque la majorité des grains ont l'axe  $\mathbf{c}$  proche du plan de l'échantillon, pour le calcul des orientations moyennes par grains décrit en section 2.2.9 (il n'y a alors plus de saut d'azimuth lors du passage d'une latitude de  $0^+$  à  $0^-$ ).

### 2.2.8 Extraction des contours des grains

L'analyseur AITA donne en sortie les champs d'azimuth et de colatitude, mais ne détermine pas les contours des grains.

Pour l'individualisation des grains et l'extraction des contours à partir des résultats de l'analyseur, nous utilisons un programme Matlab qui utilise des outils de morphologie mathématique. Le réglage de seuils sur les canaux de couleurs de l'image permet de délimiter plus ou moins de grains. Deux grains ne sont pas séparés à partir d'une certaine valeur de désorientation des axes  $\mathbf{c}$ , mais à partir d'une certaine différence sur chacun de ses canaux, qui correspondent à l'azimuth et à la colatitude des grains. En pratique, on ne peut pas régler les seuils trop bas sinon beaucoup trop de contours superflus apparaissent, qu'il faut ensuite retirer manuellement. À l'inverse, des seuils trop hauts ne permettent pas la détection de tous les grains. La reprise manuelle des contours est donc indispensable. À cet effet, un programme a été implémenté par Laurent Arnaud sous Image J (logiciel de traitement et d'analyse d'images, écrit en Java). Il facilite cette reprise manuelle des contours, qui était auparavant réalisée sous Matlab.

### 2.2.9 Calcul d'une orientation moyenne par grain

On sait que l'orientation d'un grain avant déformation est homogène, grâce à la croissance relativement lente des cristaux lors de la fabrication des échantillons [Capolo, 2007]. Or les mesures par AITA conduisent parfois à des variations factices des mesures d'orientation liées à un manque de précision, en particulier sur les bords du champ de la caméra qui acquiert les données (ce champ est de  $1 \text{ cm}^2$ , ce qui aboutit à un quadrillage de pas  $1 \text{ cm}$ ). De plus, les mesures sont bruitées et un certain nombre de pixels s'éloignent significativement de l'orientation réelle du grain.

Le calcul, à partir des résultats de l'analyseur, d'une orientation moyenne par grain sur les lames minces d'avant déformation, a donc été réalisé pour réduire les effets du bruit présent dans les mesures. Il est utile pour les études statistiques réalisées sur les résultats de mesures (cf. chapitre 3), mais aussi pour l'utilisation de ces données en entrée des modèles de simulation du comportement des matériaux hétérogènes (cf. chapitre 4).

Le calcul des orientations moyennes (azimuth moyen et colatitude moyenne) sur chaque grain est effectué selon la procédure suivante, non optimale, mais satisfaisante ici dans la mesure où les désorientations intragranulaires sont faibles (inférieures à la résolution de l'analyseur).

Les valeurs d'azimuth et de colatitude sont tout d'abord ramenées à l'espace irréductible

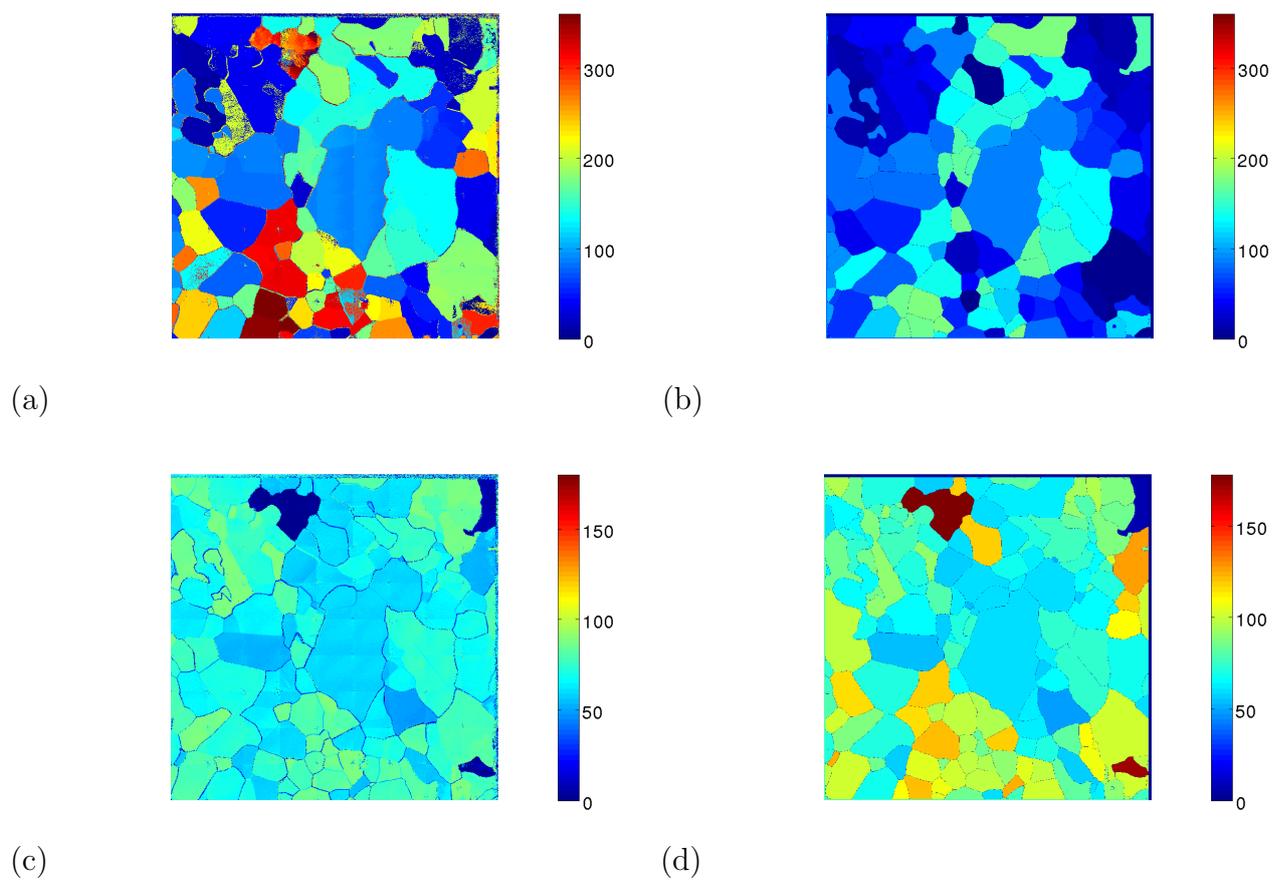


FIGURE 2.7 – (a) Azimuth brut  $\theta \in [0; 2\pi]$  (b) azimuth moyenné  $\theta_m \in [0; \pi]$  (c) colatitude brute  $\phi \in [0; \pi/2]$ , (d) colatitude moyennée  $\phi_m \in [0; \pi]$ . Echantillon #26.

$[0; \pi]$  (voir section 2.2.7). La plupart des grains ayant une colatitude proche de  $\pi/2$ , cela évite d'avoir dans un même grain des valeurs d'azimuth qui oscillent entre  $\theta$  et  $\theta + \pi$  lorsque l'axe  $\mathbf{c}$  passe dans les latitudes négatives, et subsidiairement d'avoir des grains de couleurs très différentes sur la carte des azimuths bien que d'orientation proche (voir figure 2.7).

En chaque pixel, on effectue donc la transformation suivante lorsque  $\theta > \pi$  :

$$\theta' = \theta - \pi \quad (2.5)$$

$$\phi' = \pi - \phi \quad (2.6)$$

Pour chaque grain défini précédemment (section 2.2.8), une première valeur d'azimuth (resp. de colatitude) est alors attribuée en prenant la médiane des  $\theta'$  (resp.  $\phi'$ ) de tous les pixels du grain. Un calcul de médiane semble plus judicieux qu'une moyenne lorsqu'un grain se situe sur une limite de l'espace irréductible (exemple du grain cité ci-dessus, avec  $\phi \approx \pi/2$ , où l'azimuth peut contenir deux groupes de valeurs). Cependant, ce cas est rare puisque la plupart des axes  $\mathbf{c}$  sont orientés dans le plan, et que nous avons effectué le changement d'espace irréductible correspondant.

Afin d'obtenir des valeurs plus proches de la réalité, une deuxième étape, d'élimination de pixels, consiste à retirer tous les pixels dont l'écart à la médiane calculée auparavant (pour l'azimuth, et pour la colatitude) est supérieur à  $10^\circ$ . On retire également les pixels ayant pour valeur  $\phi = \theta = 0$ , qui sont des points non déterminés par l'analyseur. Puis un nouveau calcul de médiane est effectué, sur les pixels retenus. Cela permet de retirer le bruit lié aux mesures erronées de l'analyseur.

La valeur moyenne obtenue après la procédure décrite est en générale précise au degré près, et il n'est pas nécessaire ici d'avoir recours à des méthodes plus complexes telles que l'utilisation de quaternions par exemple [Morawiec and Pospiech, 1989].

## 2.3 Essai mécanique : compression uniaxiale

Les essais réalisés sont des essais de compression uniaxiale. L'inconvénient des essais de compression est le flambage de l'éprouvette, qui n'a pas lieu en traction ; c'est pourquoi on réalise habituellement de préférence des essais de traction sur les autres matériaux. Cependant, un essai de traction nécessite une solide attache de l'éprouvette aux mors, ce qui est difficile à mettre en place dans le cas de la glace, en raison de son caractère fragile. Ici on rappelle que les dimensions de l'échantillon ont été choisies pour limiter le flambage, que le rapport d'élanement de l'échantillon est d'environ 6.4, et que les essais ne vont pas au-delà du fluage secondaire, correspondant à des déformations limitées, de l'ordre de 1%.

Le choix d'un essai à contrainte fixée (fluage) et non à déformation imposée est d'ordre pratique, sachant que les vitesses de déformation sont très faibles (de  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  entre le début et la fin de l'essai) et qu'il n'y a pas de presse adaptée au LGGE. Pour une plus grande simplicité de l'interprétation des résultats, nous avons opté pour des essais de compression uniaxiale.

L'échantillon est placé sous une presse mécanique, et on applique une charge correspondant à une contrainte axiale verticale d'environ 0.5 MPa. Une valeur de contrainte plus forte induirait plus de risques de fissuration, liés à la nature fragile de la glace. La déformation est donc très lente, et l'essai dure en général plusieurs jours pour atteindre 1% de déformation, valeur correspondant à la fin du fluage transitoire.

L'essai se déroule dans une chambre froide à une température de  $-12 \pm 0.5^\circ\text{C}$  (cf. tableau 3.3). La stabilité de la température est mesurée durant l'essai. Une température plus faible conduirait à des temps de déformation encore plus longs, mais limiterait la sublimation des éprouvettes. Une température plus élevée conduirait à l'apparition précoce de phénomènes de recristallisation, que l'on souhaite éviter. Une température de  $-12^\circ\text{C}$  correspond à un rapport  $T/T_f \approx 0.96$  ( $T_f$  température de fusion de la glace). Nous sommes donc dans le cadre d'essais à haute température. Par convention il est admis que la température est "haute" lorsqu'elle dépasse la moitié de la température de fusion [Poirier, 1985]. Cette limite correspond en général à la limite inférieure du domaine où la diffusion est assez rapide pour jouer un rôle important dans la déformation plastique (ce n'est cependant pas le cas pour la glace, où le coefficient de diffusion est très faible).

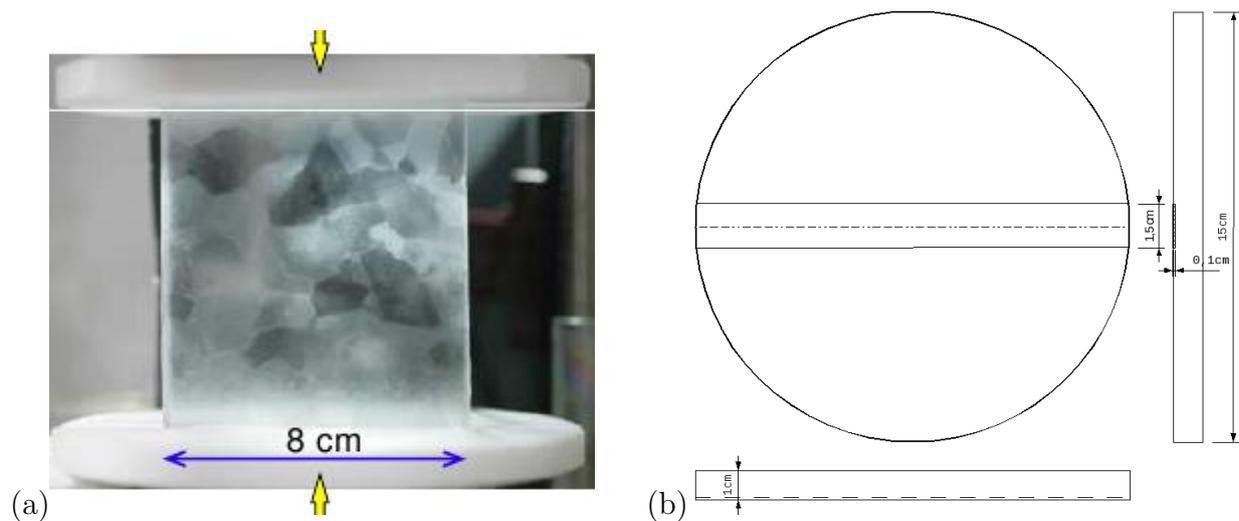


FIGURE 2.8 – (a) Essai de compression uniaxiale (les grains sont visibles car la photo a été prise avec des polariseurs croisés de part et d'autre de l'échantillon), l'échantillon est placé entre deux disques blancs en téflon ; (b) schéma technique des deux disques en téflon

Deux disques en téflon sont placés entre l'échantillon et la presse afin de limiter les frottements à l'interface (schéma figure 2.8).

Une mesure macroscopique du déplacement vertical est effectuée via un capteur LVDT (Low Voltage Displacement Transducer). Il est fixé sur le plateau métallique supérieur de la presse, et s'appuie sur le plateau téflon inférieur (figure 2.9).

Le capteur a été étalonné avant le premier essai.

Sa précision de mesure est théoriquement de l'ordre de  $15 \mu\text{m}$ . Nous avons vérifié cette précision en chambre froide sur un extrait de mesures en cours de chargement (figure 2.10).

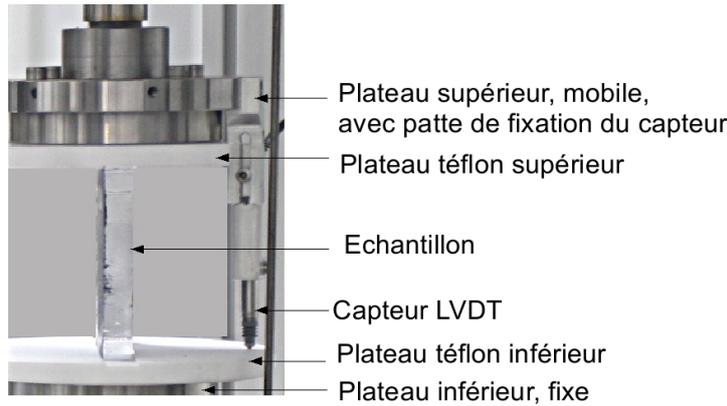


FIGURE 2.9 – Echantillon chargé, visualisation du capteur LVDT

Les mesures ont été réalisées durant chaque essai sur une durée de 20 à 50 heures avec un pas de temps de 1 minute.

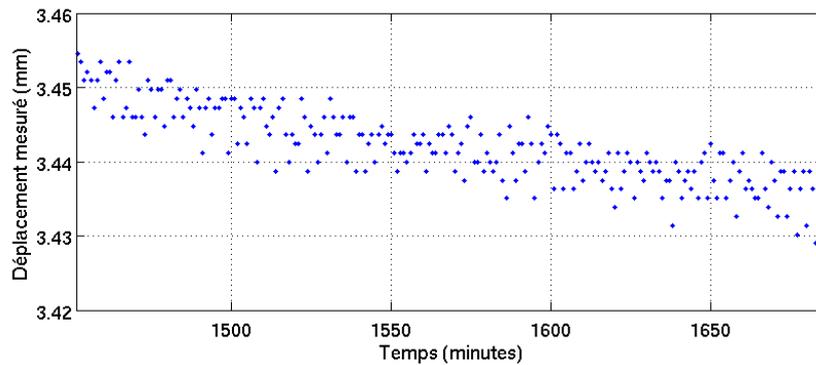


FIGURE 2.10 – Fluctuations des mesures par capteur LVDT. Un point représente une mesure ; la fréquence d'acquisition est de 1min. Le bruit de mesure est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ .

Les déformations macroscopiques sont ensuite calculées à partir du déplacement mesuré  $\Delta l_{LVDT}$ , par l'intermédiaire de la mesure de la hauteur initiale  $h$  de l'échantillon :

$$\varepsilon_{yy}^{LVDT} = \Delta l_{LVDT}/h \quad (2.7)$$

Cette hauteur est mesurée manuellement avec précision avant chaque essai.

## 2.4 Corrélation d'images : points techniques

Nous décrivons dans cette partie le principe de la technique de corrélation d'images utilisée, avec notamment les spécificités du logiciel 7D utilisé [Vacher et al., 1999]. Nous faisons aussi le lien entre interpolation des niveaux de gris et résolution subpixel, et apportons quelques éléments de base indispensables pour l'utilisation de la technique de DIC.

### 2.4.1 Fonctions de forme et calcul des champs de déplacement

Nous considérons deux images numériques d'une surface plane étudiée avant et après une déformation quelconque.

Pour un point  $(x, y)$  de l'image initiale, on cherche le point correspondant  $(x^*, y^*)$  sur l'image finale ou de façon équivalente son déplacement  $(u, v)$ . Les niveaux de gris de l'image initiale sont représentés par la fonction discrète  $f$  qui après déformation devient :

$$g(x^*, y^*) = g[x + u(x, y), y + v(x, y)] \quad (2.8)$$

On a donc :

$$x^* = x + u(x, y) \text{ et } y^* = y + v(x, y) \quad (2.9)$$

et on cherche  $(u, v)$  tel que :

$$g(x^*, y^*) = f(x, y) \quad (2.10)$$

Il y a ici plusieurs difficultés : tout d'abord le problème est mal posé (plusieurs solutions pour un seul point). Il est donc nécessaire de se baser sur une fenêtre de corrélation (et non sur un seul point) encadrant le point dont on recherche le déplacement et d'avoir recours à des fonctions de forme : famille particulière de transformations reliant les points de l'image initiale  $(x, y)$  à ceux de l'image déformée  $(x^*, y^*)$ . Ces fonctions de forme, notées  $\Phi_0$ , sont paramétrées par un nombre fini de scalaires. Le problème revient alors à minimiser l'écart entre  $f(x, y)$  et  $g(\Phi_0(x, y))$ .

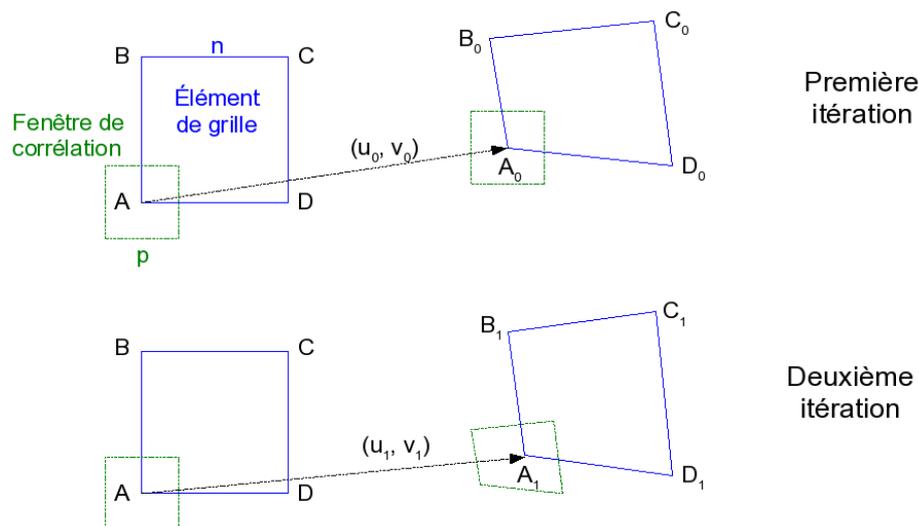


FIGURE 2.11 – Processus itératif utilisé dans le logiciel 7D pour l'obtention du champ de déplacement : après la première estimation du déplacement aux 4 points A, B, C et D, on affine la recherche en supposant que la fenêtre autour de chacun de ces points se déforme en suivant la forme du quadrilatère  $A_0B_0C_0D_0$

Une fonction de forme peut être une translation (2 paramètres), une transformation bilinéaire (8 paramètres ; cas présenté ci-dessous), ou encore bien d'autres transformations géométriques. Dans tout logiciel de corrélation, les déplacements sont calculés aux noeuds d'une grille. Dans tout ce qui suivra, on appellera  $n$  le pas de grille en pixels, et  $p$  la largeur de la fenêtre de corrélation ou motif (pattern en anglais).

Le calcul des déplacements de 4 points autour d'un élément de grille (figure 2.11) permet d'obtenir un champ de déplacement bilinéaire à l'intérieur de l'élément de grille avec les relations suivantes :

$$\begin{cases} u(x, y) = a_u x + b_u y + c_u xy + d_u \\ v(x, y) = a_v x + b_v y + c_v xy + d_v \end{cases} \quad (2.11)$$

Pour obtenir des déplacements plus précis, le logiciel 7D utilise un processus itératif. Au premier pas, le déplacement de chaque point de la grille est estimé sans modifier la forme (carrée) de la fenêtre de corrélation entre les deux images comparées (la transformation locale est une translation).

Lors des itérations suivantes, la fonction de forme est une transformation bilinéaire, qui utilise les paramètres associés à la forme du quadrilatère  $A_{i-1}B_{i-1}C_{i-1}D_{i-1}$  obtenu à l'issue de l'itération précédente (figure 2.11).

La méthode est réitérée jusqu'à obtenir une convergence du déplacement vers une valeur stable. Le critère d'arrêt porte sur la différence de déplacement mesurée entre deux pas. Le calcul du déplacement d'un noeud de la grille est ainsi effectué 4 fois (4 boucles), puisque un noeud est adjacent à 4 éléments de grille. La valeur relevée est la moyenne de ces 4 résultats. Le logiciel 7D permet aussi des mesures de discontinuité entre éléments, mais on n'utilisera pas cette fonctionnalité.

Ensuite la fonction des niveaux de gris doit être interpolée pour obtenir une résolution subpixel. Nous reviendrons sur ce point en section 2.4.2.

## 2.4.2 Interpolation des niveaux de gris et résolution subpixel

On rappelle que les images numériques sont des données discrètes (niveaux de gris par pixel), et la corrélation d'images repose sur l'identification de la transformation apparente  $\Phi_a$ <sup>1</sup> permettant de passer de l'image "de référence"  $[f]$  à l'image "déformée"  $[g]$ .

La transformation  $\Phi_a$  représente le champ de déplacements recherchés, qui est à valeurs continues (et non discrètes comme  $f$  ou  $g$ ).

Il y a donc un passage délicat nécessaire de la fonction des niveaux de gris discrète  $f$  à une fonction interpolée continue  $\tilde{f}$  (de même avec  $g$ ), afin de pouvoir déterminer avec une *précision subpixel* le champ de déplacement : on cherche  $\Phi_a$  tel que :

$$\tilde{g}(\Phi_a(x, y)) = \tilde{f}(x, y) \quad (2.12)$$

pour tout point  $(x, y)$  de l'image de référence tel que  $\Phi_a(x, y)$  soit dans l'image déformée. Dans le logiciel 7D, on peut effectuer une interpolation bilinéaire ou bicubique des niveaux de gris.

Nous avons retenu l'interpolation bilinéaire en raison de sa plus grande rapidité et du peu d'écart dans les résultats observés (figure 2.12).

---

1.  $\Phi_a \approx \Phi_0$  mais la fonction de forme  $\Phi_0$  suit une forme particulière; c'est une fonction approchant au mieux la transformation apparente  $\Phi_a$ .

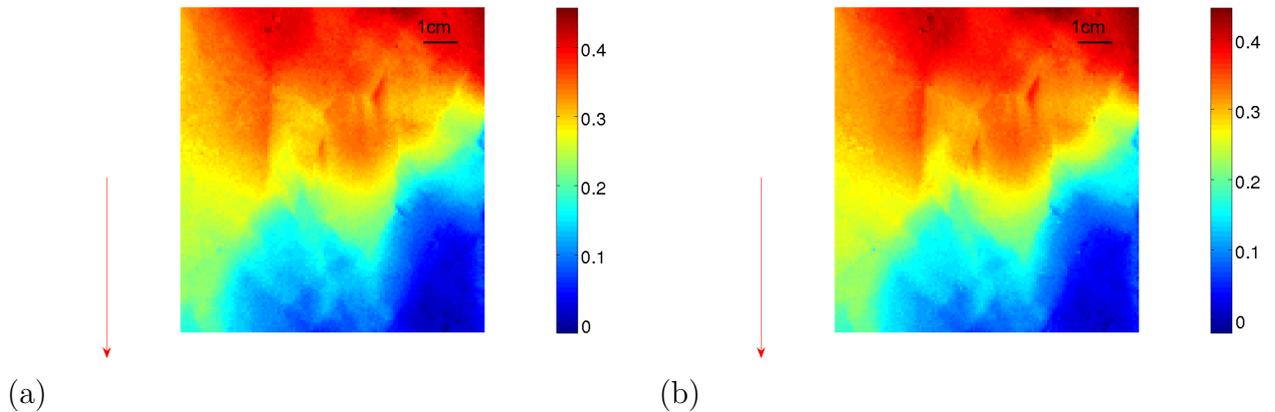


FIGURE 2.12 – Champ de déplacement vertical (a) avec interpolation bilinéaire des niveaux de gris, (b) avec interpolation bicubique des niveaux de gris. Echantillon #26, avec  $n = p = 10$ , pour une déformation macroscopique de 0.44%.

### 2.4.3 Résolution en déplacement et résolution spatiale du champ de déplacement

La *résolution spatiale* du champ de déplacement est définie ici comme la distance minimum au delà de laquelle deux mesures de déplacement sont indépendantes. Elle détermine la taille de la zone à partir de laquelle un phénomène local est "visible". Elle dépend donc du pas de grille, mais aussi de la largeur de la fenêtre de corrélation utilisée. La résolution spatiale pour le champ de déplacement est égale au pas de grille  $n$  tant que  $p < n$ ; sinon, elle est égale à la taille de la fenêtre de corrélation  $p$ .

En corrélation d'images, lorsqu'on améliore la résolution spatiale, la *résolution en déplacement* se détériore. On ne peut pas connaître précisément à la fois la position et le déplacement d'un point (similarité avec le principe d'incertitude d'Heisenberg) [Bornert et al., 2011]. La résolution en déplacement est usuellement définie comme l'écart-type des champs de déplacement  $\sigma_u$  lors d'une corrélation pour un déplacement rigide.

La résolution en déplacement décroît avec la taille de la fenêtre de corrélation  $p$  selon une loi puissance [Bornert et al., 2011] :

$$\sigma_u = Ap^{-\alpha}. \quad (2.13)$$

La résolution en déplacement est aussi directement dépendante de la valeur du gradient des niveaux de gris  $\nabla f(\mathbf{x})$  sur la zone considérée (une mesure de déplacement ne peut pas être effectuée si la zone analysée a un niveau de gris uniforme). En première approximation, pour de petits déplacements  $\mathbf{U}$ , le développement de Taylor de  $g$  au premier ordre donne [Triconnet et al., 2009] :

$$g(\mathbf{x}) \approx f(\mathbf{x}) - \mathbf{U} \cdot \nabla f(\mathbf{x}) \quad (2.14)$$

ce qui montre que le vecteur de sensibilité au déplacement est  $\nabla f$ . La résolution en déplacement varie alors d'une zone à l'autre en étant dépendante des valeurs locales des gradients des niveaux de gris .

Une image indexée sur 16 bits (65 536 niveaux de gris) donnera a priori de meilleurs résultats qu'une image sur 8 bits (256 niveaux de gris); en pratique travailler sur des images 8 bits est apparu suffisant pour nos analyses. Un écart-type local des niveaux de gris  $\sigma_p$  (sur une fenêtre de taille  $p \times p$ ) suffisamment grand assure une bonne résolution en déplacement.

En faisant l'hypothèse d'une distribution uniforme des niveaux de gris, cet écart-type est relié à l'étendue  $G_{max}$  des valeurs (différence entre le plus grand niveau de gris et le plus petit atteint dans la fenêtre) par la relation [Triconnet et al., 2009] :

$$\sigma_p = \frac{1}{\sqrt{12}} G_{max} \quad (2.15)$$

Une étendue locale (sur une fenêtre de corrélation)  $G_{max} = \Delta n$  niveaux de gris aboutit à une précision de  $1/\Delta n$  pixels sur la fenêtre considérée.

Pour atteindre une précision au vingtième de pixel par exemple, il faut donc avoir  $G_{max} \geq 20$  soit (d'après 2.15) [Triconnet et al., 2009] :

$$\sigma_p \geq \frac{1}{\sqrt{12}} \times 20 \approx 5.8 \quad (2.16)$$

Cette valeur nous donne une idée de l'ordre de grandeur de l'écart-type local nécessaire pour l'obtention théorique d'une résolution donnée en déplacement.

Nous avons mesuré les écart-types des mouchetis réalisés; les résultats sont analysés ultérieurement (section 2.5.3).

#### 2.4.4 Choix du coefficient de corrélation

On décrira ici une technique "locale" de corrélation d'images, sachant qu'il existe des techniques "globales" plus récentes [Bornert et al., 2011]. Dans les approches locales, les calculs effectués sur chacune des fenêtres de corrélation sont indépendants alors que dans les approches globales, on définit une base (commune à toutes les fenêtres de corrélation) sur laquelle la transformation  $\Phi_0(x, y)$  est décomposée.

Dans les approches locales, aucune particularité du champ de déplacement ne peut être exploitée [Bornert et al., 2011].

Le coefficient de corrélation est un scalaire qui mesure la "ressemblance" entre  $f(x, y)$  et  $g(\Phi_0(x, y))$  sur une fenêtre de corrélation  $D$ . Il existe plusieurs variantes dans le choix de calcul de ce coefficient, le plus simple étant de calculer l'écart quadratique des images  $C_1$ , défini par [Bornert et al., 2011] :

$$C_1(\Phi_0) = \int_D [f(\mathbf{x}) - g(\Phi_0(\mathbf{x}))]^2 d\mathbf{x}. \quad (2.17)$$

$C_1 \geq 0$  et  $C_1$  s'annule lorsque la transformation  $\Phi_0$  est égale à la transformation recherchée (ou apparente). Il faut donc minimiser  $C_1$ .

Lorsque le système optique ne garantit pas la stabilité du contraste et de la luminosité des images lors de la déformation, on utilise un coefficient de corrélation moins exigeant :

$$C_2(\Phi_0) = \min_{a,b} \int_D [f(x,y) - (a \cdot g(\Phi_0(x,y)) + b)]^2 dx \quad (2.18)$$

Ce critère consiste à rechercher la meilleure régression linéaire entre les niveaux de gris des deux images. On peut interpréter les coefficients  $a$  et  $b$  comme respectivement une variation de contraste et de luminosité entre les images.

Ce minimum est obtenu pour les valeurs  $a = \frac{|\int_D (f - \bar{f}) \cdot (g - \bar{g}) dx|}{\int_D (g - \bar{g})^2 dx}$  et  $b = \bar{f} - a\bar{g}$  où  $\bar{f}$  et  $\bar{g}$  sont les moyennes de  $f$  et  $g(\Phi_0)$  sur  $D$ . Minimiser  $C_2$  est alors équivalent à minimiser  $C_3$  :

$$C_3(\Phi_0) = 1 - \frac{|\int_D (f - \bar{f}) \cdot (g - \bar{g}) dx|}{\sqrt{\int_D (f - \bar{f})^2 dx} \sqrt{\int_D (g - \bar{g})^2 dx}} \quad (2.19)$$

$C_3$  s'annule si la ressemblance est parfaite et vaut 1 au maximum lorsqu'il n'y a pas de lien entre les deux images.

Dans le logiciel 7D, le coefficient calculé est un produit scalaire normé, mais non centré :

$$C(\Phi_0) = 1 - \frac{|\int_D f(\mathbf{x})g(\Phi_0(\mathbf{x}))d\mathbf{x}|}{\sqrt{\int_D f^2(\mathbf{x})d\mathbf{x}} \sqrt{\int_D g^2(\Phi_0(\mathbf{x}))d\mathbf{x}}} \quad (2.20)$$

Il est donc insensible à une variation de contraste (grâce à la normalisation) mais pas à une variation de brillance (il faudrait centrer les fonctions  $f$  et  $g$ ) ou de bruit. On prendra donc garde lors des essais à photographier l'échantillon sous une lumière stable et avec des paramètres de prise de vue fixes (ouverture, temps de pose).

### 2.4.5 Du déplacement aux déformations - résolution en déformation

La majorité des techniques de mesure de champs fournissent en premier lieu des champs de déplacement, qu'il convient de traiter au mieux afin d'obtenir les champs de déformations désirés. Cette étape est délicate car elle nécessite d'estimer des gradients de mesures bruitées, et la différentiation amplifie le bruit.

Les trois familles de méthodes pour la dérivation sont les suivantes [Feissel, 2011] :

- Schémas simples de dérivation par différences finies : une grille fine limite l'erreur d'approximation mais amplifie l'erreur liée au bruit dite erreur aléatoire. C'est la méthode utilisée par le logiciel 7D.
- Outils de traitement d'images : utilisation d'un filtrage par noyau de convolution. Grâce aux propriétés de la convolution, on retrouve la dérivée de la mesure à partir d'une convolution entre les mesures et la dérivée du noyau. Cette méthode est répandue en traitement du signal, avec un noyau gaussien, pour calculer des moyennes locales. Elle donne de bons résultats en comparaison avec les différences finies, mais là encore, l'erreur sur la dérivée reste plus importante que l'erreur sur la fonction non dérivée [Feissel, 2011].

- Méthodes d'interpolation/approximation : l'idée est de projeter les mesures sur une base fonctionnelle et de ne faire porter la dérivation que sur les fonctions de base régulières. On obtient ainsi un bon filtrage du bruit, mais la base doit être suffisamment riche pour rendre compte du champ mécanique (champ de déplacement) dont on cherche le gradient. La projection des mesures sur la base se fait par la minimisation d'un critère aux moindres carrés. Comme en différences finies, un compromis est nécessaire entre l'erreur aléatoire, qui augmente avec le degré de la base, et l'erreur d'approximation, qui augmente lorsqu'on diminue ce degré [Feissel, 2011].

L'approximation diffuse [Avril et al., 2008, 2010, Feissel, 2011] fait partie de cette dernière famille. Elle consiste en une approche locale avec base polynomiale et utilise une fonction poids. C'est une approche par moindres carrés locaux, dont le cadre théorique a été développé tout d'abord pour la résolution de problèmes aux dérivées partielles. Les paramètres de contrôle de l'approximation diffuse sont le degré de la base et le rayon  $R$  de la fonction poids. Un avantage de cette méthode est de pouvoir réaliser un choix pertinent des fonctions de bases en s'appuyant sur des considérations mécaniques (informations a priori). Nous avons testé cette approche dans le cadre de notre étude, cf. section 2.5.6.

Dans la procédure utilisée par le logiciel 7D, le champ de déformation est calculé classiquement par différences finies. Il est exprimé par le tenseur de Green-Lagrange (le logiciel 7D ne fait pas d'hypothèse de petites déformations), à partir de l'interpolation bilinéaire des champs de déplacement :

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2}(\mathbf{F}^t \otimes \mathbf{F} - \mathbf{I}) \quad (2.21)$$

où  $\mathbf{F}$  est le tenseur gradient de la transformation  $u_{i,j}$ . Sous forme condensée, cela donne (en petite déformation) :

$$E_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i}) + \frac{1}{2}u_{i,k}u_{j,k}. \quad (2.22)$$

En partant des champs de déplacement bilinéaires  $u$  et  $v$  dans chaque élément de la grille, le tenseur  $\mathbf{F}$  est obtenu ainsi :

$$\begin{cases} F_{11} = a_u + 1 + c_u y \\ F_{12} = b_u + c_u x \\ F_{21} = a_v + c_v y \\ F_{22} = b_v + 1 + c_v x \end{cases} \quad (2.23)$$

Cela revient à faire un calcul de différences finies puisque les coefficients  $a_u, b_u, \dots$  sont calculés à partir des déplacements des 4 sommets de l'élément de grille considéré (voir système d'équations 2.11). Les valeurs de déformation sont alors données aux nœuds de la grille en faisant la moyenne des valeurs sur les 4 éléments de grille adjacents.

Si on note  $\sigma_{dep}$  la résolution en déplacement, la résolution en déformation est donc égale à  $\sigma_{dep}/2n$  ( $n$  : pas de la grille).

On voit bien ici que plus on choisit un petit pas de grille (bonne résolution spatiale), plus la résolution en déformation sera mauvaise.

## 2.5 Application de la DIC à la glace

Nous décrivons maintenant le dispositif expérimental mis en place pour l'application de la corrélation d'images lors des essais de fluage réalisés sur des échantillons de glace : système optique utilisé, marquage de la surface et caractérisation, mesure des incertitudes. On rappelle que les échantillons sont des blocs de glace polycristalline de dimensions  $\approx 90 \text{ mm} \times 90 \text{ mm} \times 14 \text{ mm}$ , la contrainte appliquée est de 0.5 MPa, et les essais se déroulent en chambre froide sur des durées de 48 à une centaine d'heures (pour les essais avec plusieurs charges-décharges).

### 2.5.1 Acquisition des images, système optique

Nous travaillons avec un appareil photo reflex Canon 5D MarkII. Le capteur est un CMOS plein format ou "full frame" ( $24 \times 36 \text{ mm}^2$ ) de 21,1 Mégapixels ( $5616 \times 3744$  pixels). L'avantage d'un capteur plein format est d'avoir une plus grande surface de réception des photons, et donc il conduit, à nombre de pixels égal, à moins de bruit qu'un capteur plus petit, d'où une meilleure qualité d'image.

L'avantage des capteurs CMOS (Complementary metal oxide semi-conductor) est qu'ils sont moins sensibles à l'éblouissement, et moins chers que les capteurs CCD (Charge-Coupled Device, ou dispositif à transfert de charge). Ils sont plus complexes à fabriquer que les capteurs CCD mais sont produits selon des techniques classiques de micro-électronique et de ce fait peuvent avoir des dimensions importantes (jusqu'à 24 mégapixels). Les capteurs, CMOS ou CCD, ne sont sensibles qu'à une variation de luminance, et l'information primaire est donc en niveaux de gris. Du point de vue électronique, un capteur photosensible (CCD, CMOS ou Fovéon) convertit le rayonnement (les photons) en électricité grâce à des photodiodes. On appelle ces cellules photosensibles des photosites ou simplement des pixels (picture elements). Un système de filtrage est nécessaire pour pouvoir obtenir des images couleurs.

De la même façon que beaucoup de capteurs CCD, les capteurs CMOS pour image couleur sont associés à un filtre coloré : le filtre de Bayer. Il est constitué de pastilles colorées déposées directement sur le capteur. Chaque photosite ne voit qu'une seule couleur. Elles sont distribuées de la manière suivante : un rouge, un bleu, et deux verts (couleurs primaires), sur chaque groupe de 4 photosites (figure 2.13), à l'image de notre rétine : celle-ci est composée de cônes et bâtonnets, répartis suivant leur sensibilité aux différentes longueurs d'ondes de la lumière visible, et le nombre de cônes et bâtonnets sensibles au vert est plus important.

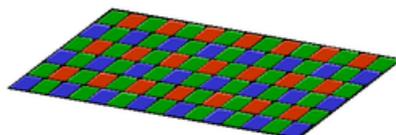


FIGURE 2.13 – Filtre de Bayer

Les images ainsi obtenues sont codées en format RAW. Elles sont inutilisables directement (comme le négatif de la photo argentique), et nécessitent donc un traitement

numérique afin de reconstituer des images couleurs, ou noir et blanc. Cette opération est appelée dématricage (demosaicing en anglais). Le logiciel utilisé est `dcraw`, logiciel libre accessible sur la page de Dave Coffin (<http://www.cybercom.net/~dcoffin/dcraw/>), fonctionnant en ligne de commande sous linux, ce qui permet facilement une conversion en masse, avec un choix d'options assez large. Le traitement classique consiste à interpoler les données afin d'obtenir une image tiff de même résolution que l'image raw de départ. Il est également possible de regrouper les pixels par groupe de 4 et donc d'obtenir une image tiff sans interpolation, mais de résolution moindre (4 fois moins de pixels). C'est l'option choisie ici, car une interpolation est susceptible de perturber les résultats de corrélation. La commande utilisée est donc : `dcraw -a -h -T` :

- `-T` renvoie en sortie une image en format tiff en 8bits (16 bits si on ajoute l'option `-4`)
- `-a` calcule la balance des blancs en moyennant toute l'image
- `-h` génère une image couleur de résolution réduite de moitié.

Les objectifs utilisés sont :

1. une focale fixe Canon 100mm (échantillons #11, 12)
2. une focale fixe Canon EF 180mm f/3.5 L USM Macro (échantillons #16, 18, 22, 26, 27) afin de pouvoir se placer plus loin de l'échantillon et donc de minimiser l'erreur hors-plan (voir section 2.5.8.4)

Les paramètres optiques (temps d'ouverture, durée d'exposition, sensibilité ISO) choisis lors de l'acquisition des images (tableau 2.1) ont été ajustés afin d'obtenir des images bien adaptées aux exigences de la corrélation d'images (voir section 2.5.3). Un temps de

Echantillon	Exposition	Ouverture	Sensibilité
#16	1/15s	F4	1000 ISO
#18	1s	F8	500 ISO
#22	0.5s	F9.9	400 ISO
#26	0.5s	F9.1	400 ISO
#27	0.5s	F9	400 ISO

TABLE 2.1 – Paramètres optiques des essais

pose relativement long de l'ordre d'une demi seconde n'est pas gênant étant donné la longueur des essais qui est de plusieurs jours. La sensibilité ISO a été réduite afin d'avoir un bruit plus faible, et l'ouverture a été ajustée afin que l'histogramme des niveaux de gris soit centré et non saturé. Nous avons évité les ouvertures trop petites, qui augmentent la diffraction et réduisent la lumière, mais aussi les ouvertures trop grandes, qui réduisent la profondeur de champ.

L'éclairage est réalisé avec un spot de LEDs (en rouge sur la photo 2.14) fixé sur la presse et un tube néon fixé en haut d'un mur de la chambre froide. Une bâche de plastique semi-transparente est glissée entre la presse et le système d'éclairage de façon à diffuser la lumière et éviter les points de brillance.

Le bon alignement de l'objectif (afin que l'axe optique soit orthogonal à la surface de l'échantillon) est ajusté grâce à un dispositif de fixation sur rail optique, avec l'utilisation

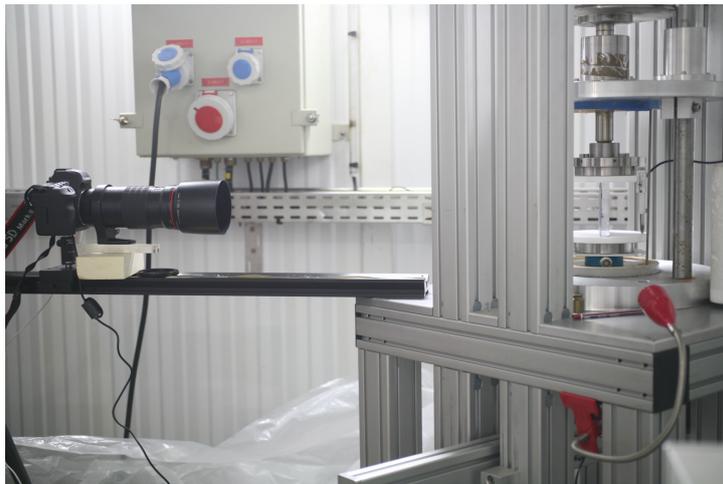


FIGURE 2.14 – Dispositif pour la prise de vue ; rail optique

d'un laser, et d'un miroir que l'on plaque contre la surface de l'échantillon. Le laser est fixé sur le rail devant l'appareil photo (puis retiré avant le début du chargement). Une rotation manuelle du rail permet de déterminer précisément l'angle pour lequel le rayon laser, réfléchi par le miroir, revient sur lui-même (visualisation à l'aide d'un disque de papier troué placé juste devant le laser). On vérifie ainsi ou on ajuste la perpendicularité du laser, et a fortiori du rail et de l'objectif par rapport à la surface du miroir et de l'échantillon.

## 2.5.2 Réalisation du mouchetis sur la glace

La corrélation d'images permet de déterminer un champ de déplacement sur une surface ou un volume, à condition que la surface ou le volume présente une texture non homogène. Le dépôt d'une texture artificielle est la plupart du temps utile. Elle doit être à même de définir sans ambiguïté chaque élément de surface ou de volume, pour une résolution spatiale donnée. Elle doit aussi *adhérer* parfaitement au matériau tout au long de la déformation.

La recherche de la transformation apparente repose sur cette texture. Les niveaux de gris doivent donc avoir une large étendue, sans atteindre la saturation, et être bien contrastés afin d'être sensibles à de faibles déplacements. Une texture idéale doit être isotrope et non périodique [Sutton et al., 2009]. Cela conduit naturellement à envisager une texture aléatoire. Sur les métaux, on utilise couramment des techniques d'électrolithographie, des poudres ou encore des peintures en aérosol, ce qui permet d'obtenir des mouchetis assez fins, avec des tâches moyennes de l'ordre de  $0.1 \mu\text{m}$  à  $1 \text{mm}$  [Sutton et al., 2009].

Nous avons essayé sur la glace l'utilisation de peinture en aérosol, mais celle-ci s'étale par diffusion sur la surface et ne forme donc pas un mouchetis comme souhaité. De plus, la toxicité de la peinture est un problème en chambre froide, où l'air circule en circuit fermé. Nous avons également essayé de projeter de l'encre pour éviter les problèmes de toxicité mais nous rencontrons le même problème d'étalement (diffusion en surface).

Nous avons finalement opté pour l'utilisation d'un corps gras, le cirage noir. Il est étalé sur la surface de l'échantillon au pinceau ou au chiffon. L'utilisation du chiffon a été finalement retenue car le cirage est ainsi mieux étalé et son relief est moins visible. Le problème rencontré a été la sublimation de la glace sous le cirage et le décollement de celui-ci au bout d'une dizaine d'heures d'essai. Le dépôt d'une fine couche d'eau au dessus du cirage a été testé pour remédier à ce problème, mais le résultat n'a pas été satisfaisant : décollement de la couche d'eau tout au long de l'essai, d'où des zones de brillance et de contrastes modifiés. Nous avons finalement déposé le cirage au chiffon en couche mince, sans ajout d'eau, mais avec un *ponçage* préalable de la surface de l'échantillon au papier de verre imperméable pour carrosserie (grain 120). Ce ponçage permet une meilleure adhésion du cirage à l'échantillon, et il s'est avéré indispensable. Un bon compromis dans l'épaisseur du cirage est obtenu lorsqu'il n'y a pas décollement ni fissuration du cirage durant l'essai (cas des couches trop épaisses) et lorsque la couche est suffisante pour obtenir un mouchetis suffisamment contrasté pour l'analyse par DIC.

Les résolutions spatiales obtenues sont de l'ordre de 0.5 mm. La caractérisation des mouchetis réalisés permettra peut-être d'entrevoir comment améliorer la technique.

### 2.5.3 Caractérisation du mouchetis

Nous étudions dans cette partie les caractéristiques des mouchetis déposés sur nos échantillons, afin de vérifier qu'ils sont adaptés à la technique de corrélation d'images, et s'il est possible de les améliorer, ce qui est important pour pouvoir obtenir une bonne résolution spatiale sur les champs DIC.

Un mouchetis correspond au départ à une image couleurs (format tiff), qui provient des images traitées par ddraw. Pour les analyses qui suivent, cette image est transformée en niveaux de gris en moyennant sur chacun des pixels les trois canaux de couleurs. Toutes les analyses faites ici sont effectuées sur les matrices de niveaux de gris.

Les paramètres de texture tels que l'histogramme, l'écart-type ou le rayon d'auto-corrélation des niveaux de gris permettront d'évaluer la qualité du mouchetis vis-à-vis d'une étude de déformation par corrélation d'images.

Pour obtenir un bon appariement des zones correspondantes en corrélation d'images, il est nécessaire de s'assurer que le contraste est suffisant. Si on traite des images 8 bits, il faut donc s'assurer qu'une bonne partie de la plage des 256 niveaux de gris est utilisée pour le codage des images. C'est en variant les paramètres de prise de vue que l'on peut améliorer l'étendue de l'histogramme (voir section 2.5.1). Celui-ci ne doit pas être concentré sur une petite plage, mais ne doit pas non plus atteindre une saturation dans le noir ou le blanc (limites 0 et 255). Les *histogrammes* de la figure 2.15 montrent quelques résultats obtenus sur divers échantillons. Le changement des paramètres d'ouverture ou de temps de pose permettent de décaler l'histogramme vers la gauche ou la droite (le sombre ou le clair) mais il n'est pas très facile d'augmenter l'étendue, qui dépend beaucoup du mouchetis réalisé.

L'étendue de l'histogramme obtenu sur l'échantillon #16 est plus grande donc a priori meilleure (figure 2.15). Cependant, on peut observer sur cet échantillon #16 les traits de scie derrière le mouchetis, car il n'a pas été fraisé sur cette face après la découpe comme

les autres échantillons (expérience visant à une meilleure tenue du mouchetis). Il nous a ensuite semblé préférable de fraiser la face avant pour éviter cette trame verticale présente sur le mouchetis #16, dont on voit l'effet sur la fonction d'autocorrélation des niveaux de gris du mouchetis.

La fonction d'autocorrélation sur chaque mouchetis (figure 2.15) est calculée au moyen d'une transformée de Fourier rapide. Les propriétés de la transformée de Fourier impliquent que la densité spectrale d'une fonction  $f$  est la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation  $\gamma$  (théorème de Wiener–Khintchine) :

$$\mathcal{F}[\gamma] = \mathcal{F}[f] \times \mathcal{F}[f^*(-)]^1 \quad (2.24)$$

$f$  désigne ici la fonction bidimensionnelle des niveaux de gris du mouchetis. Aucun padding (agrandissement artificiel de l'image) n'est effectué ici, la distance de corrélation étant largement inférieure à la taille des images.

Lorsque l'image d'autocorrélation du mouchetis présente une symétrie par rapport à son point central, alors le mouchetis a une texture homogène et toutes les directions sont semblables pour la corrélation. Si les contours sont étalés horizontalement comme dans le cas de l'échantillon #18, alors la corrélation dans le sens horizontal est plus forte, la texture moins aléatoire, et la fenêtre de corrélation aurait idéalement besoin d'être plus étalée dans cette direction pour contenir suffisamment d'information.

On observe à travers les différents exemples présentés qu'il est difficile de réaliser un mouchetis véritablement aléatoire, sans aucune direction privilégiée (ou pénalisée).

L'écart-type des niveaux de gris est aussi un paramètre intéressant, car il permet d'avoir une idée du contraste du mouchetis, que ce soit sur l'échantillon entier ou seulement sur une fenêtre de corrélation. Les valeurs d'écart-types calculées sur l'image entière de chaque mouchetis (tableau 2.2), sont d'ailleurs à rapprocher de l'allure des histogrammes. On voit que l'écart-type de l'échantillon #16 est beaucoup plus grand, ce qui correspond au fait que son histogramme des niveaux de gris est plus large ou étendu.

Plus important encore pour la corrélation d'images, est le calcul de l'écart-type local sur une fenêtre de corrélation. Nous avons donc calculé un écart-type "local" moyen  $\sigma_p$  sur les fenêtres de largeur  $p$ , en recouvrant l'image totalement. Cette moyenne permet de déterminer si la taille de fenêtre choisie est suffisante pour avoir un bon contraste lors de la corrélation. Les écart-types associés à ces moyennes sont en général entre 2 et 3 niveaux de gris, par exemple,  $std(\sigma_{10}) = 2.9$  et  $std(\sigma_{20}) = 2.5$  pour l'échantillon #18, avec  $\sigma_{10} = 12.5$  et  $\sigma_{20} = 13.7$ . Ces valeurs montrent un écart-type relativement faible, signifiant que le contraste est homogène sur la globalité du mouchetis.

On note une croissance de  $\sigma_p$  avec  $p$ , et des valeurs suffisantes dès  $p = 10$  (tableau 2.2) : un écart-type supérieur à 6 niveaux de gris permet théoriquement une résolution sub-pixel de  $1/20$  pixel (équation 2.16). En pratique, la résolution obtenue pour l'échantillon #26 est inférieure à  $1/20$  pixel pour  $p = 20$  mais supérieure pour  $p = 10$  (cf. figure 2.22), alors que  $\sigma_{10} = 13.4 > 6$ ; la précision théorique n'est bien qu'une valeur optimale que l'on

---

1. L'écriture  $[f^*(-)]$  signifie que l'on prend la fonction  $f(-x)$  au lieu de  $f(x)$  en raison du changement de signe dans la définition de la corrélation par rapport à la convolution.

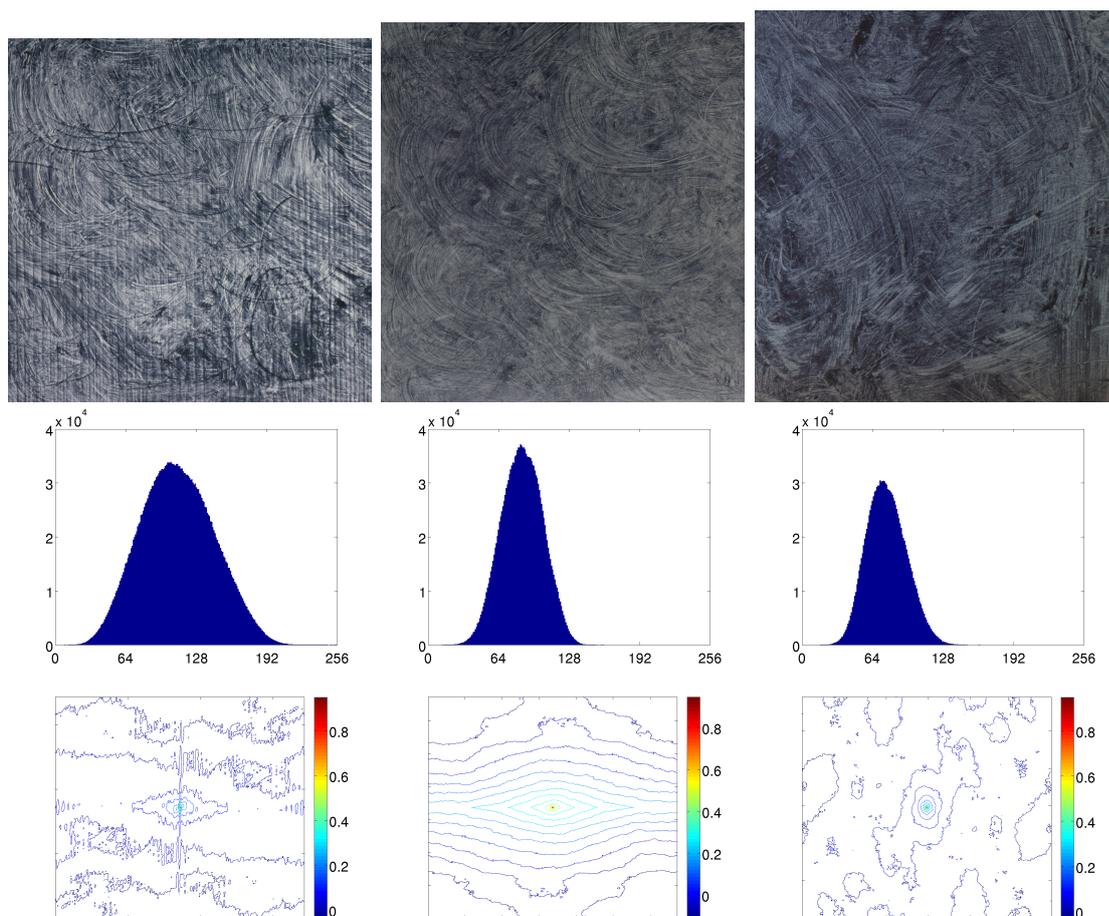


FIGURE 2.15 – Quelques images de mouchetis : échantillons #16, #18 et #26, les histogrammes des niveaux de gris associés, et les fonctions d'autocorrélation associées.

peut atteindre.

échantillon $\#$	12	16	18	19	20	26	27
$\sigma$ (global)	32.5	34.1	19.3	12.4	22.8	18.8	23.4
$\sigma_{20}$	25.9	29.6	13.7	8.4	15.9	14.9	17.8
$\sigma_{10}$	22.7	27.2	12.5	8.0	14.6	13.4	16.6
$R$ (global)	4.4	5.6	9	21.1	8.9	4.4	4.9
$R_{20}$	4.2	3.4	6	5.4	5.4	4.4	4.8
$R_{10}$	3.3	2.6	3.7	3.3	3.5	3.2	3.2

TABLE 2.2 – Ecart-type des niveaux de gris ( $\sigma$ ), et rayon d'autocorrélation  $R$  en pixels, pour différents échantillons, globaux et locaux avec taille de fenêtre  $p = 10$  ou  $p = 20$ .

Un autre paramètre influent est le *rayon d'autocorrélation* des niveaux de gris du mouchetis, global ( $R$ , sur tout l'échantillon) ou local ( $R_p$  calculé sur une fenêtre de taille  $p$ ). Ces rayons sont déterminés à partir de la fonction d'autocorrélation de l'image du mouchetis, entière ou en prenant la moyenne sur les fenêtres de taille  $p$ . Le rayon d'autocorrélation pour une fonction à une dimension est défini comme l'abscisse du point ayant pour ordonnée la moitié du maximum de corrélation [Sutton et al., 2009] (voir figure 2.16). Pour une fonction bidimensionnelle (comme c'est le cas ici), nous avons évalué la surface  $S$  de la zone au dessus de la moitié du maximum, et calculé son rayon moyen en la ramenant à un disque :  $R = \sqrt{S/\pi}$ . En suivant cette définition, nous obtenons pour les différents mouchetis réalisés les valeurs données dans le tableau 2.2.

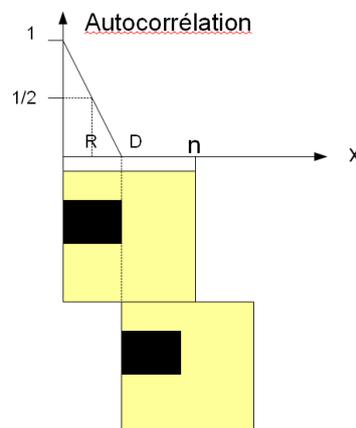


FIGURE 2.16 – Schéma illustrant le lien entre rayon d'autocorrélation des niveaux de gris du mouchetis et taille des motifs du mouchetis : le rayon  $R$  est défini lorsque la fonction d'autocorrélation centrée normée vaut  $1/2$ ;  $D = 2R$  correspond au côté du motif carré considéré ici

Le calcul du rayon d'autocorrélation des niveaux de gris d'un mouchetis permet d'estimer la taille moyenne des motifs du mouchetis (cf. figure 2.16), et de déterminer si l'échantillonnage correspondant à la résolution des images est adapté au mouchetis réalisé. Un rayon d'autocorrélation local compris entre 3 et 6 est souhaitable [Sutton et al., 2009]

afin d'avoir un échantillonnage optimal (théorème de Shannon). D'après Triconnet et al. [2009], cette valeur ne doit pas excéder un quart du côté de la fenêtre considérée. Pour un rayon  $R$  donné, il est donc conseillé de prendre une fenêtre de corrélation de taille  $p \geq R \times 4$ . En pratique,  $p$  peut descendre en-dessous de cette valeur limite pour atteindre une meilleure résolution spatiale, mais certaines zones rencontrent alors des problèmes de corrélation (certaines points du champ de déplacement ne sont pas déterminés, car il peut y avoir sur certaines fenêtres plusieurs extrema du coefficient de corrélation  $C$ , en particulier si elles sont petites).

Les moyennes locales des rayons d'autocorrélations diminuent avec  $p$ , plus ou moins selon les échantillons, par exemple pour l'échantillon #18, nous obtenons  $R_{20} = 6$  et  $R_{10} = 3.7$  avec des écart-types respectifs  $std(R_{20}) = 4.3$  et  $std(R_{10}) = 2.1$ . Les valeurs moyennes locale du rayon sont adaptées à l'échantillonnage, mais les écart-types sont un peu grand, ce qui reflète un manque d'homogénéité du mouchetis, avec certaines zones moins adaptées. Les valeurs locales de  $R$  mesurées sur les différents mouchetis (tableau 2.2) sont toutes comprises entre 3 et 6, pour  $10 \leq p \leq 20$ , ce qui correspond donc à une taille de mouchetis adaptée à l'échantillonnage [Sutton et al., 2009]. Les résolutions spatiales obtenues sont cependant au mieux de l'ordre de 0.5 mm.

En conclusion, les mouchetis réalisés sont bien adaptés à la résolution du système optique utilisé. Le dispositif permet d'atteindre des résolutions spatiales de l'ordre de 0.5mm pour la mesure des champs de déplacement de la plupart des échantillons. Une amélioration de cette résolution nécessiterait donc le dépôt d'un mouchetis plus fin sur la glace, mais aussi une augmentation de la résolution des images en parallèle (utiliser un grossissement plus important). Envisager à l'avenir un autre type de mouchetis sur la glace, ou simplement un autre moyen d'application, serait nécessaire pour des investigations à des échelles plus petites. On rappelle cependant les contraintes liées au matériau glace qui rendent cette étape de dépôt de mouchetis délicate : toxicité liée au travail en chambre froide, adhérence difficile, évolution de la surface, sublimation.

#### 2.5.4 Définition de la déformation équivalente et des valeurs moyennes

On note dans un premier temps :

- $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})$  le tenseur de déformation local en  $\mathbf{x}$  (symétrique),
- $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})^{DIC}$  le tenseur de déformation local moyen mesuré par DIC sur l'élément de grille  $\Omega$  (carré de longueur  $n$  pixels) correspondant au point  $\mathbf{x}$  :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})^{DIC} = \langle \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) \rangle_{\Omega} = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) d\mathbf{x}$$

Dans ce travail, la déformation équivalente est définie au sens de Von Mises. Localement, nous avons :

$$\varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) = \left( \frac{2}{3} \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) \right)^{1/2} = \left( \frac{2}{3} \varepsilon_{ij}(\mathbf{x}) \varepsilon_{ij}(\mathbf{x}) \right)^{1/2}. \quad (2.25)$$

Avec les mesures DIC, on définit localement :

$$\varepsilon_{eq}^{DIC}(\mathbf{x}) = \left( \frac{2}{3} \boldsymbol{\varepsilon}^{DIC}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\varepsilon}^{DIC}(\mathbf{x}) \right)^{1/2} = \left( \frac{2}{3} \varepsilon_{ij}^{DIC}(\mathbf{x}) \varepsilon_{ij}^{DIC}(\mathbf{x}) \right)^{1/2}. \quad (2.26)$$

Dans le cas des résultats DIC en 2D dans un plan  $(x, y)$ , on limitera la somme aux indices du plan, en négligeant les composantes  $\varepsilon_{zz}$ ,  $\varepsilon_{xz}$ , et  $\varepsilon_{yz}$  de la déformation hors-plan. Cette approximation est justifiée en section 2.5.8.4. Pour tout point :

$$\varepsilon_{eq}^{DIC}(\mathbf{x}) = \sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_{xx}^{2DIC}(\mathbf{x}) + \varepsilon_{yy}^{2DIC}(\mathbf{x}) + 2\varepsilon_{xy}^{2DIC}(\mathbf{x}))} \quad (2.27)$$

*Quantités équivalentes macroscopiques*

En notant  $\langle . \rangle$  la moyenne de la quantité désignée sur une surface  $S$ , et  $\bar{\varepsilon} = \langle \varepsilon \rangle$ , on définit la déformation équivalente moyenne par :

$$\bar{\varepsilon}_{eq} = \left( \frac{2}{3} \bar{\varepsilon} : \bar{\varepsilon} \right)^{1/2} \quad (2.28)$$

en remarquant que  $\langle \varepsilon \rangle = \langle \varepsilon^{DIC} \rangle$  (cours de M. Bornert CE2M10).

Cette quantité est différente de la moyenne des déformations équivalentes, notée  $\langle \varepsilon_{eq} \rangle$ , et on a l'inégalité :

$$\langle \varepsilon_{eq} \rangle \geq \bar{\varepsilon}_{eq} \quad (2.29)$$

Lors d'une compression uniaxiale selon  $y$ ,  $\bar{\varepsilon}_{eq}$  s'approche de la valeur  $-\bar{\varepsilon}_{yy}$ .

La variance de la déformation équivalente sur la zone considérée sera calculée suivant :

$$V(\varepsilon_{eq}) = \langle \varepsilon_{eq}^2 \rangle - \langle \varepsilon_{eq} \rangle^2 \quad (2.30)$$

$$= \frac{1}{V} \int_V \varepsilon_{eq}^2(\mathbf{x}) d\mathbf{x} - \left( \frac{1}{V} \int_V \varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) d\mathbf{x} \right)^2. \quad (2.31)$$

On omettra les notations <sup>DIC</sup> dans la suite de ce manuscrit lorsqu'il n'y aura aucune ambiguïté.

### 2.5.5 Champs de déplacement et de déformation

Les figures 2.17 resp. 2.19 donnent les champs de déplacements resp. de déformations sur l'échantillon #26 en fin de déformation (1% de déformation axiale). Le champ de déplacement n'est clairement pas linéaire en  $x$  et  $y$ , ce qui est une première indication de l'hétérogénéité de la déformation  $\boldsymbol{\varepsilon}^{DIC}$ . La zone observée est ici plus petite que l'échantillon d'environ 1 cm par rapport à chaque bord de l'échantillon, ce qui explique pourquoi les déplacements verticaux ne sont pas constants en haut de l'image et ne sont pas nuls en bas. On peut aussi remarquer la non symétrie de la composante horizontale du champ par rapport à l'axe vertical médian de l'échantillon ; les déplacements vers la gauche ont été ici plus forts.

Afin de vérifier que ce champs complexe n'est pas un artefact expérimental, nous avons réalisé des mesures similaires sur un échantillon à petits grains (longueur de l'ordre de 1 mm) équiauxes, et orientés aléatoirement (glace granulaire, échantillon #23), sa microstructure étant isotrope (figure 2.18). Contrairement à tous les autres, cet échantillon doit

avoir un comportement mécanique isotrope, et il contient un nombre de grains important (environ 20000), on peut donc le considérer comme un VER. On constate que les champs de déplacements  $u$  et  $v$  (figure 2.18) sont bien linéaires en  $x$  et  $y$ , et invariants selon  $y$  et  $x$ , respectivement. Ce résultat montre que les plateaux de la presse appuient uniformément sur les faces haut et bas de l'échantillon, et que le frottement au contact échantillon-presse est faible. Le champ très chahuté sur l'échantillon #26 est donc bien un effet de microstructure.

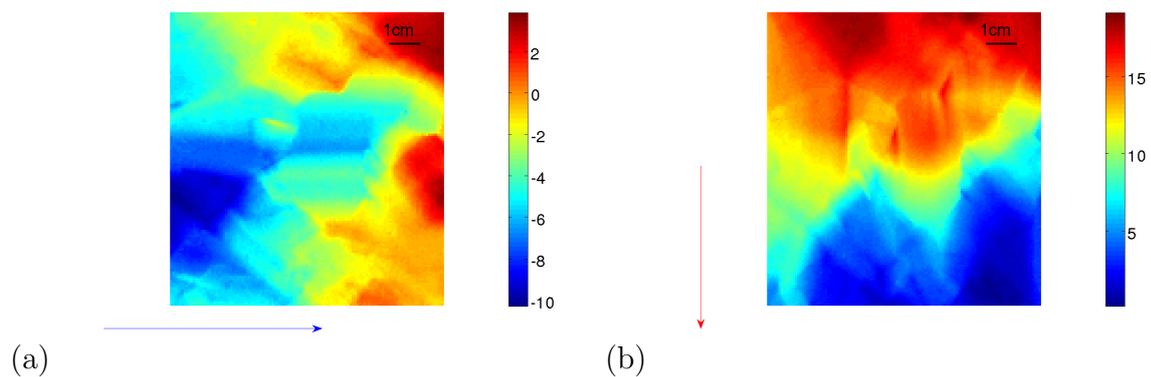


FIGURE 2.17 – Champs de déplacements en pixels (10 pixels = 0.57 mm) obtenus par corrélation d'images ; composante (a) horizontale et (b) verticale, après compression uniaxiale verticale de 1%, avec  $n = p = 10$  pixels. Les flèches indiquent l'axe de la composante visualisée. Echantillon #26.

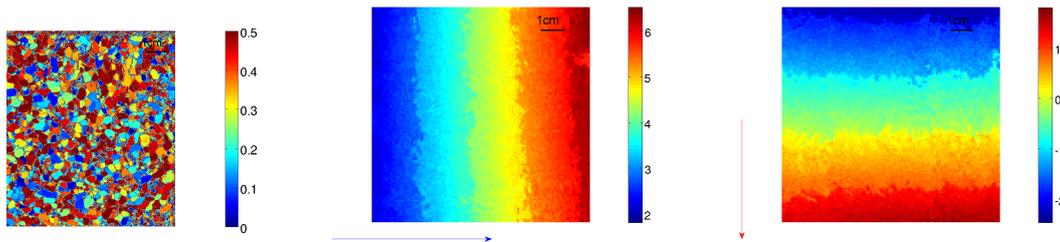


FIGURE 2.18 – Cartographie des facteurs de Schmid (gauche), déplacement  $u$  (milieu) et  $v$  (droite) pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -1.19\%$ , échantillon #23.

Nous avons accès aux trois composantes planes de la déformation  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$ . La déformation équivalente locale est calculée suivant la relation 2.27.

On obtient un champ de déformation hétérogène (quelque soit la composante), dont les bandes de forte intensité correspondent aux zones de fort gradient des champs de déplacement. On peut observer que les bandes de forte intensité pour  $\varepsilon_{xx}$  sont du signe opposé par rapport à  $\varepsilon_{yy}$  : une zone de traction horizontale correspond à une zone de compression verticale et inversement. On note aussi que malgré les conditions de compression uniaxiale verticale imposée aux contours de l'éprouvette, certaines zones sont localement déformées verticalement en traction.

On observe aussi des bandes de localisation sur la composante de cisaillement (c), parfois

localisée différemment par rapport aux autres composantes.

La visualisation des déformations équivalentes permet d'avoir sur une seule image toutes les bandes de localisation.

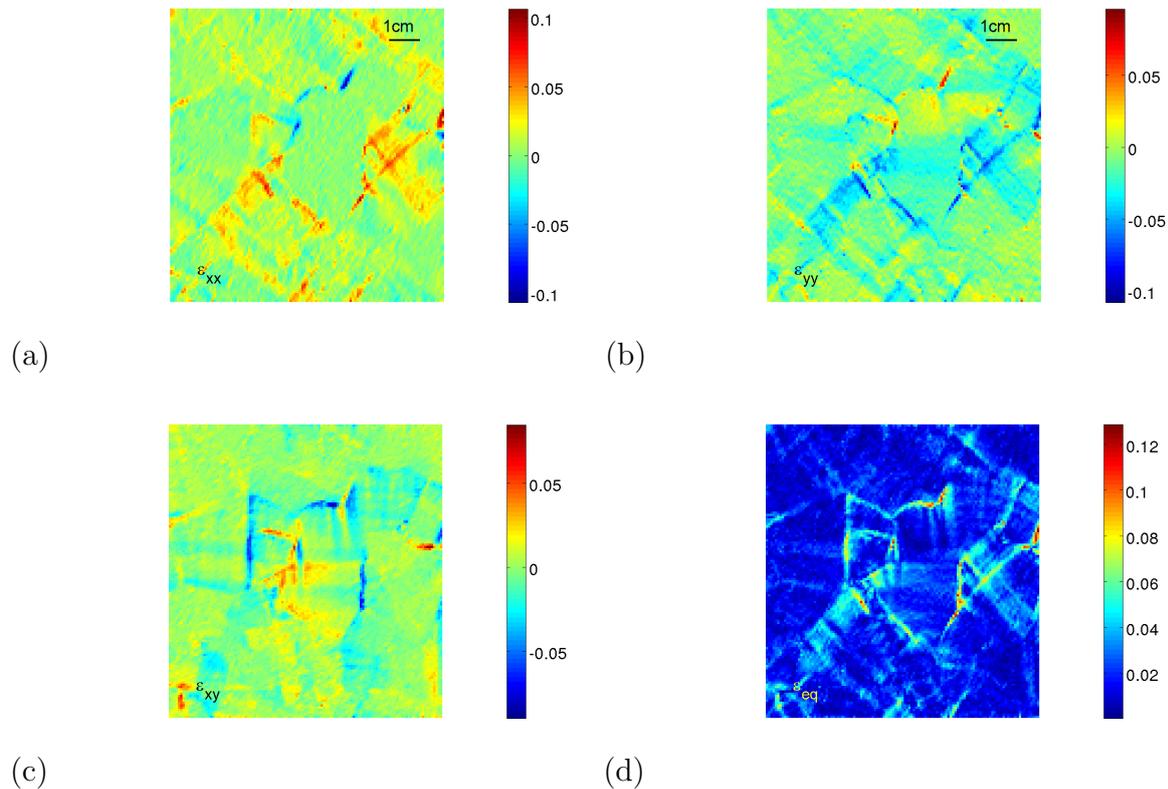


FIGURE 2.19 – Composantes (a) $\varepsilon_{xx}$ , (b) $\varepsilon_{yy}$ , (c) $\varepsilon_{xy}$  du champ de déformation, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -1.23\%$ , avec  $n = p = 10$  pixels ; (d) déformation équivalente. Echantillon #26.

### 2.5.6 Un résultat en approximation diffuse

La figure 2.20(b) est calculée par la méthode d'approximation diffuse (section 2.4.5) avec une base de fonctions polynômiales de degré 2, à partir des résultats de corrélation obtenus en figure 2.19, avec une fonction poids spline cubique, et un rayon  $R = 4$  pixels. Les résultats sont alors proches de ceux de la figure 2.20(a) obtenue avec  $p = 4n = 40$ . On observe des contours légèrement plus nets dans le cas de l'approximation diffuse, et des champs moins bruités dans les zones homogènes. Cependant, l'amélioration n'est pas significative dans notre cas, et nous ne sommes donc pas allés plus loin dans cette démarche, également en raison du temps de calcul plus long. Un filtrage adapté à ce que l'on cherche à visualiser serait nécessaire [communication personnelle avec P. Feissel]. La solution finalement retenue est de conserver les déformations calculées par le logiciel 7D (différences finies).

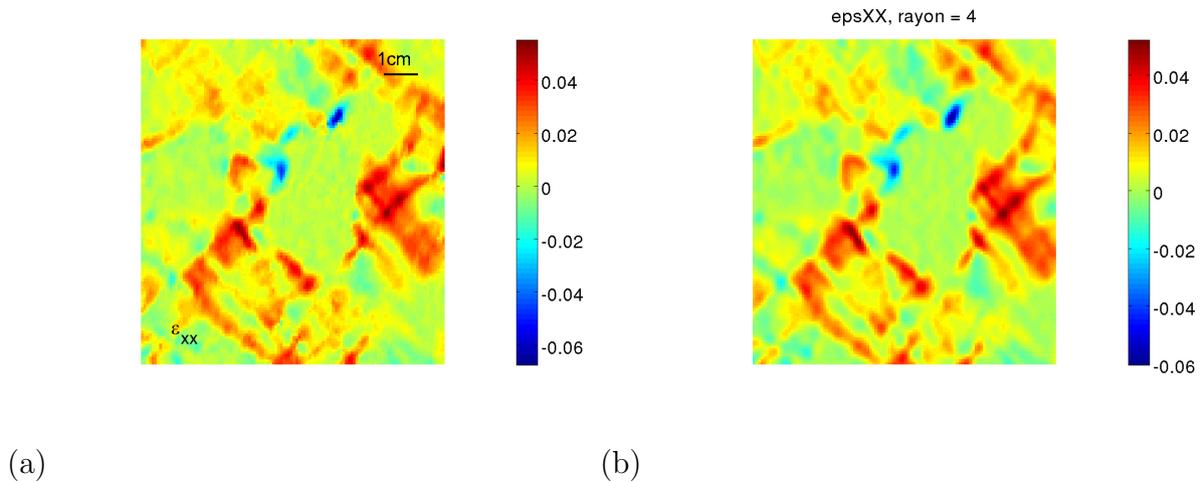


FIGURE 2.20 – Essai #26,  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -1.23\%$  : (a) déformations  $\varepsilon_{xx}$  calculées avec 7D avec  $n = 10$  et  $p = 40$  pixels au lieu 10 (cas de la figure 2.19); (b) déformations calculées à partir des résultats de 7D obtenus avec  $n = p = 10$  pixels, traités par approximation diffuse avec un rayon d’approximation diffuse de 4 pixels (résolution finale identique à celle de l’image (a))

### 2.5.7 Influence du choix des paramètres de corrélation sur les champs de déformation

Nous avons étudié l’influence des paramètres  $n$  (pas de grille) et  $p$  (largeur de fenêtre de corrélation) sur les champs de déformations issus de la corrélation d’images calculés par le logiciel 7D. Les premières comparaisons sont effectuées en modifiant ces paramètres, tout en gardant  $n = p$ . Sur l’échantillon #26, le champ de déplacement est déterminé sur 100% des points de la grille pour  $n = p = 10$ , 99%<sup>2</sup> pour  $n = p = 6$  : dans ce cas, le minimum de corrélation n’est pas déterminé pour 1% des pixels : sur ces zones, la fenêtre est trop petite pour pouvoir déterminer sans ambiguïté le déplacement local ; c’est le cas de zones fortement déformées par exemple, ou de zones mal contrastées au niveau du mouchetis.

Sur d’autres échantillons comme le #18 par exemple (figure 2.21), certaines zones restent indéterminées même avec  $n = p = 10$  (points rouges). Il faut alors augmenter la taille de la fenêtre de corrélation pour obtenir toutes les données. La résolution spatiale est alors moins bonne, mais on augmente parallèlement la résolution en déformation, ce qui réduit le bruit, ce qui est intéressant pour les images de début d’essai, où le rapport signal sur bruit est faible.

Les champs obtenus pour un même pas de grille  $n$  et deux tailles de fenêtres  $p$  différentes peuvent être comparés sur les figures 2.19 et 2.20(a) ; sur cette dernière, les champs de déformation sont calculés avec une fenêtre de corrélation  $p$  quatre fois plus large que sur la figure 2.19. Le bruit est réduit, mais les bandes de localisation sont élargies, ceci étant lié au fait que la résolution spatiale est moins bonne. En pratique, choisir un pas de grille inférieur à la taille de la fenêtre de corrélation présente peu d’intérêt, car la

2. Ces pourcentages sont donnés en sortie de la corrélation effectuée avec le logiciel 7D.

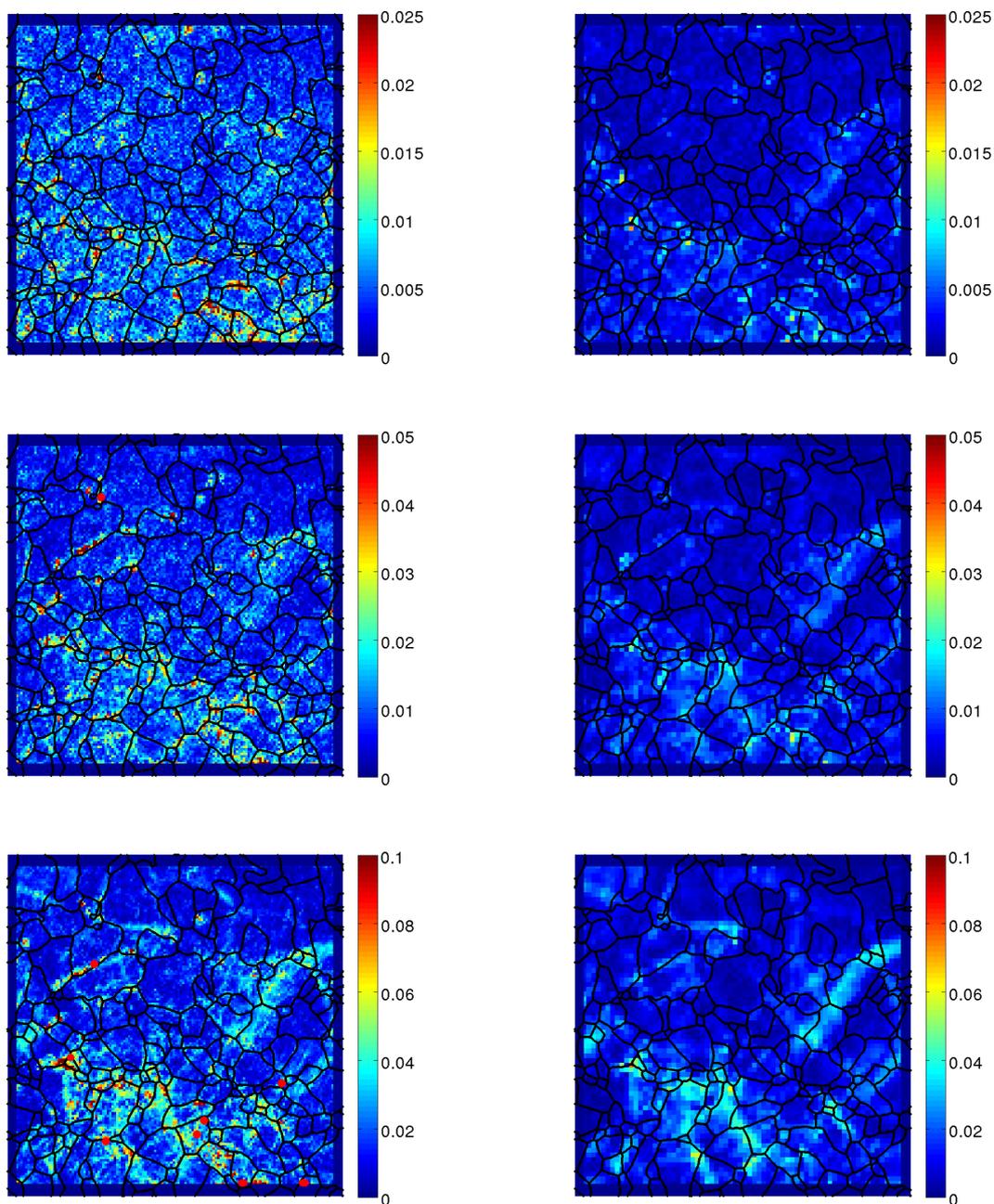


FIGURE 2.21 – Déformation équivalente pour une déformation macroscopique axiale de  $-0.13\%$  /  $-0.32\%$  /  $-0.86\%$ , avec une résolution en déformation / spatiale de  $0.41\%$  /  $0.6$  mm ( $n = p = 10$ ) colonne gauche, et  $0.16\%$  /  $1.2$  mm ( $n = p = 20$ ) colonne droite, échantillon #18

résolution spatiale est liée à la taille de la fenêtre de corrélation. Il est usuel en analyse par corrélation d'images de choisir  $n = p$ .

## 2.5.8 Estimation des résolutions obtenues

### 2.5.8.1 Résolution spatiale

La résolution spatiale est définie en section 2.4.3. La taille d'un pixel des images tiff considérées étant de l'ordre de 0.05 mm, on obtient une résolution spatiale d'environ 0.5 mm pour les paramètres de corrélation  $n = p = 10$ , ce qui est dans la plupart des cas réalisable avec moins de 5% de zones non calculées.

### 2.5.8.2 Incertitude liée au bruit et à la DIC

La résolution en déplacement dépend du choix de la taille de la fenêtre de corrélation (section 2.4.3), mais aussi des paramètres optiques (section 2.5.1), de la qualité du mouchetis (section 2.5.3), du bruit d'image, et de l'algorithme de corrélation.

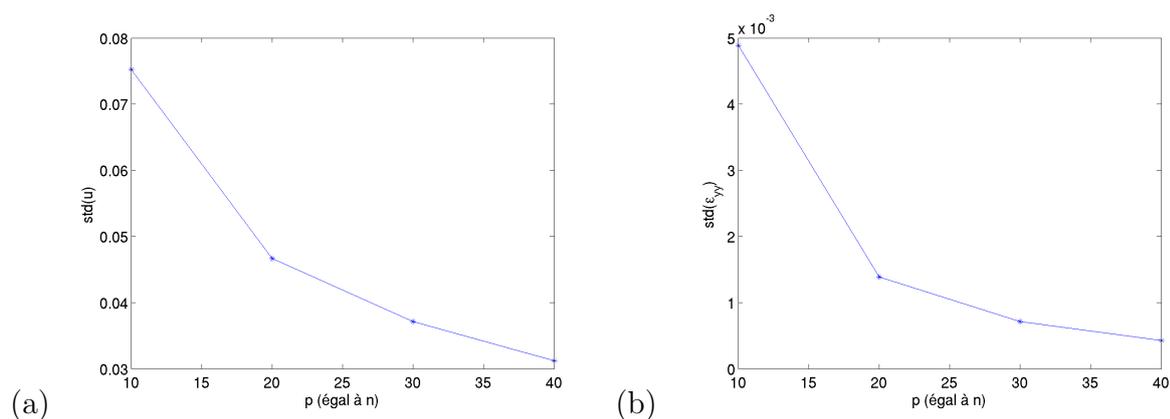


FIGURE 2.22 – Ecart-type des déplacements (a) et des déformations  $\varepsilon_{yy}$  (b) en fonction de  $n(=p)$  (échantillon #26).

Une première estimation de la résolution est obtenue en effectuant une série d'images de l'échantillon fixe dans un court espace de temps avant mise en charge. Toute mesure cinématique devrait rester nulle, sachant que le déplacement moyen obtenu peut être non nul si le système optique a bougé (mouvement du miroir de l'appareil photo, vibrations) ; dans ce cas, le déplacement est rigide et l'écart-type du déplacement doit rester nul. Nous mesurons donc l'écart-type des déplacements, qui englobe les divers bruits d'image, et aussi les erreurs liées au procédé de corrélation<sup>3</sup>.

Les résolutions obtenues dépendent de l'échantillon considéré. Pour l'échantillon #26 considéré ici, nous obtenons par cette méthode, en corrélant 10 couples d'images obtenues

3. Il est difficile de séparer expérimentalement ces deux types d'erreurs, comme souligné dans Bornert [2007]. Une méthode appropriée utilisée par ces auteurs pour s'affranchir du bruit est d'étudier des images simulées au moyen d'un logiciel [Orteu et al., 2006].

à 5 secondes d'écart sans charge ni mouvement, un écart-type de la norme du déplacement de 0.075 pixels pour  $p = n = 10$  pixels, et un écart-type sur la composante de déformation axiale  $\varepsilon_{yy}$  de 0.49% (de l'ordre de  $0.08/2n$ ). La résolution spatiale correspondante est de 0.5 mm.

On peut bien sûr améliorer la résolution en déformation si l'on accepte d'avoir une moins bonne résolution spatiale (figure 2.22). Tout est affaire de compromis. Les choix réalisés consistent à conserver les résultats avec une résolution spatiale aussi fine que possible afin de pouvoir visualiser en détails les hétérogénéités de déformation, qui sont en général très localisées, sachant que la valeur minimum est dictée par le logiciel de corrélation, qui aura des difficultés à résoudre le problème en un certain nombre de points en deça d'une certaine taille de fenêtre. Pour l'échantillon #26, les calculs de déplacement sont effectués avec 100% de réussite par le logiciel 7D même pour  $n = p = 10$ .

Pour l'échantillon #18, les résolutions obtenues sont moins bonnes, en lien certainement avec la fonction d'autocorrélation du mouchetis #18, qui présente une direction pénalisée et un rayon d'autocorrélation en limite supérieure par rapport à l'intervalle optimal (section 2.5.3). Nous avons gardé les résultats obtenus pour  $n = p = 20$ , correspondant à une résolution spatiale de 1.2 mm et à une résolution en déformation de 0.16% (écart-type de  $\varepsilon_{yy}$ ). La corrélation avec  $n = p = 10$  conduit dans ce cas à beaucoup de zones de déplacement non défini, et une résolution en déformation de 0.36%.

### 2.5.8.3 Mesures de l'erreur d'interpolation subpixel

Afin d'essayer de mesurer l'erreur systématique liée au déplacement subpixel (courbe dite "en S"), la méthode proposée dans Yang et al. [2010] a été appliquée.

Sur l'échantillon #18 à l'état initial non déformé, 11 images ont été réalisées pour un déplacement total de l'appareil photo le long de l'axe optique d'environ 3 mm. Les images successives ont été réalisées en déplaçant l'appareil photo sur le rail par petits pas. Nous avons donc un ensemble de 10 résultats de DIC correspondant chacun à un déplacement selon l'axe optique submillimétrique, qui n'a pas pu être déterminé expérimentalement.

Le cas idéal d'une géométrie parfaite correspondrait à une surface d'observation perpendiculaire à l'axe optique, et un déplacement de l'objectif parallèle à l'axe optique. Le déplacement obtenu serait alors nul au centre de l'image, et sa norme, appelée déplacement radial, serait croissante en s'éloignant du centre (figure 2.23(b)), avec des isovaleurs sur des cercles. En pratique, de petits défauts géométriques conduisent à des ellipses (figure 2.23(a)) et non pas à des cercles, car la géométrie du dispositif n'est pas parfaite. C'est le cas en particulier lorsque la surface de l'échantillon n'est pas perpendiculaire à l'axe optique.

De la même façon, on peut comparer la composante horizontale ( $x$ ) du déplacement réel avec la composante du déplacement correspondant théorique (figure 2.23(c-d)). Dans le cas d'une géométrie parfaite, celui-ci est constant pour  $x$  fixé (bandes verticales). De même la composante verticale ( $y$ ) est constante à  $y$  fixé. Si on place l'origine du repère sur l'axe optique, on peut montrer que dans ce cas parfait,  $u(x, y) = k \cdot y$  et  $v(x, y) = k \cdot x$ , où  $k$  est une constante qui dépend de l'ampleur du déplacement effectué.

Nous avons alors calculé pour chaque valeur discrète de déplacement subpixel (partie fractionnaire du déplacement), la valeur moyenne de l'écart entre le déplacement sub-

pixel mesuré et le déplacement subpixel théorique.

Il a été difficile de trouver des résultats cohérents entre eux sur l'ensemble des dix mesures de corrélations, à cause des erreurs de géométrie : on voit par exemple sur la figure 2.23(c) une inclinaison du motif obtenu, alors que ces bandes devraient être verticales (2.23(d)). Toutefois, une borne supérieure de 0.07 pixels a pu être déterminée pour l'erreur subpixel, dans le cas de l'échantillon #18.

Pour améliorer cette analyse, deux solutions sont possibles :

- enrichir la solution analytique en incluant les erreurs de géométrie. Cette solution a été tentée, sans être concluante,
- réaliser un mouvement mécanique plus propre (à prévoir pour l'avenir). Actuellement, le support de notre appareil photo est un rail optique simple, qui ne permet pas des déplacements précis de l'appareil.

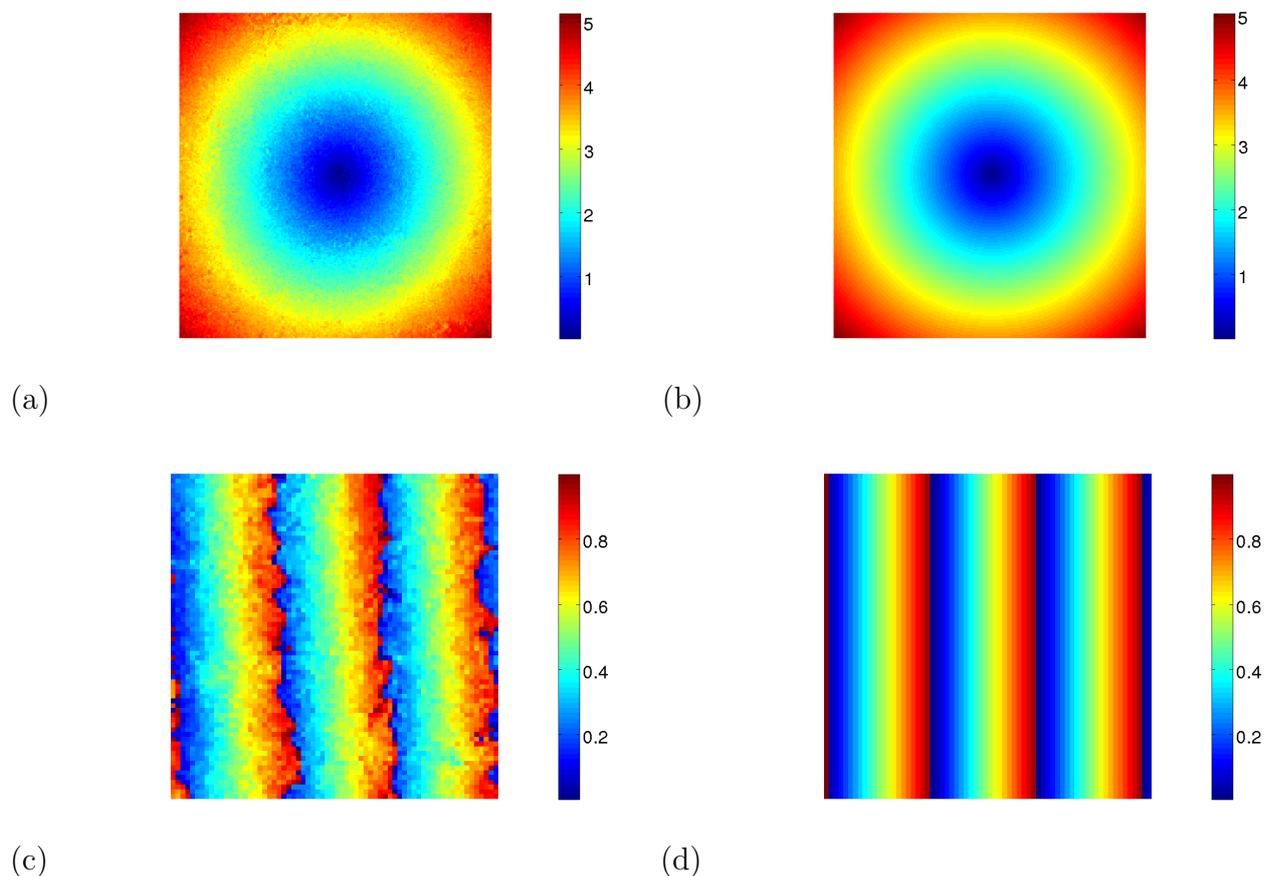


FIGURE 2.23 – Déplacement radial (a) mesuré et (b) théorique pour une géométrie parfaite ; en pixels. Déplacement subpixel  $u_x$  (c) mesuré et (d) théorique pour une géométrie parfaite.

#### 2.5.8.4 Mesure de l'erreur hors-plan

L'erreur hors-plan est une autre source d'erreur lorsque l'on utilise un seul appareil photo comme c'est le cas dans nos essais (sauf essai #17). En effet, nous ne mesurons que

deux composantes du champ de déplacement, alors que le champs réel est potentiellement tridimensionnel. Si le déplacement hors-plan est non nul, cela aboutit à des déformations 2D apparentes parasites [Sutton et al., 2009].

Le calcul suivant permet d'évaluer de façon théorique les erreurs liées au déplacement hors-plan (figure 2.24). En notant  $d$  la distance focale,  $D$  la distance entre l'échantillon et le centre optique (au niveau de l'objectif),  $H_c$  la projection de  $H$  dans le plan du capteur, et  $e$  l'erreur en déplacement résultant d'un déplacement hors-plan  $\delta z$ , nous avons :

$$\frac{H_c}{H} = \frac{d}{D} \quad (2.32)$$

$$\frac{H_c + e}{H} = \frac{d}{D - \delta z} \quad (2.33)$$

d'où

$$e = \frac{Hd}{D - \delta z} - H_c = H_c \left( \frac{D}{D - \delta z} - 1 \right)$$

$$e = H_c \left( \frac{1}{1 - \delta z/D} - 1 \right) \quad (2.34)$$

Dans le cas où  $\delta z \ll D$ , on obtient  $e \approx H_c \delta z / D$  ou  $e \approx \frac{d}{D^2} H \delta z$  (erreur en déplacement). L'erreur relative de déformation pour le segment  $AC$  est alors :

$$\frac{e}{H_c} \approx \delta z / D. \quad (2.35)$$

Si on a un déplacement hors-plan  $\delta z = 1$  mm et  $D = 100$  cm (ce qui est proche de notre dispositif), alors :

$$\frac{e}{H_c} \approx 1/1000 = 0.1\%$$

Ce calcul donne une mesure de l'erreur en déformation résultant d'un déplacement hors-plan donné, dans une configuration donnée, pour un segment partant du centre C de l'échantillon. Pour évaluer l'influence des déplacements hors-plan sur l'erreur en déformation dans une fenêtre de corrélation, il faut considérer deux points proches l'un de l'autre. Dans le cas de deux points  $A_1$  et  $A_2$  qui sont dans un voisinage du point A et de même déplacement hors-plan  $\delta z$ , l'erreur commise sur la déformation du segment  $A_1 A_2$  est :

$$\frac{e_1 - e_2}{H_1 - H_2} = \delta z \frac{d}{D^2} \quad (2.36)$$

Si le déplacement hors-plan de ces deux points proches n'est pas le même, l'erreur en déformation peut alors être plus importante :

$$\frac{e_1 - e_2}{H_1 - H_2} = [\delta z_1 + H_2 \frac{\delta z_1 - \delta z_2}{H_1 - H_2}] \frac{d}{D^2} \quad (2.37)$$

Cette erreur sera d'autant plus forte que  $\frac{\delta z_1 - \delta z_2}{H_1 - H_2}$  est grand, et que la zone est éloignée du centre optique. Un fort gradient dans le déplacement hors-plan conduit donc à plus

d'erreurs dans les mesures DIC de déplacements plans.

Nous avons donc réalisé un essai de *stéréocorrélation*, sur un échantillon de même type que les échantillons utilisés en corrélation 2D, afin de mesurer la composante hors-plan du champ de déplacement et d'estimer les incertitudes en résultant.

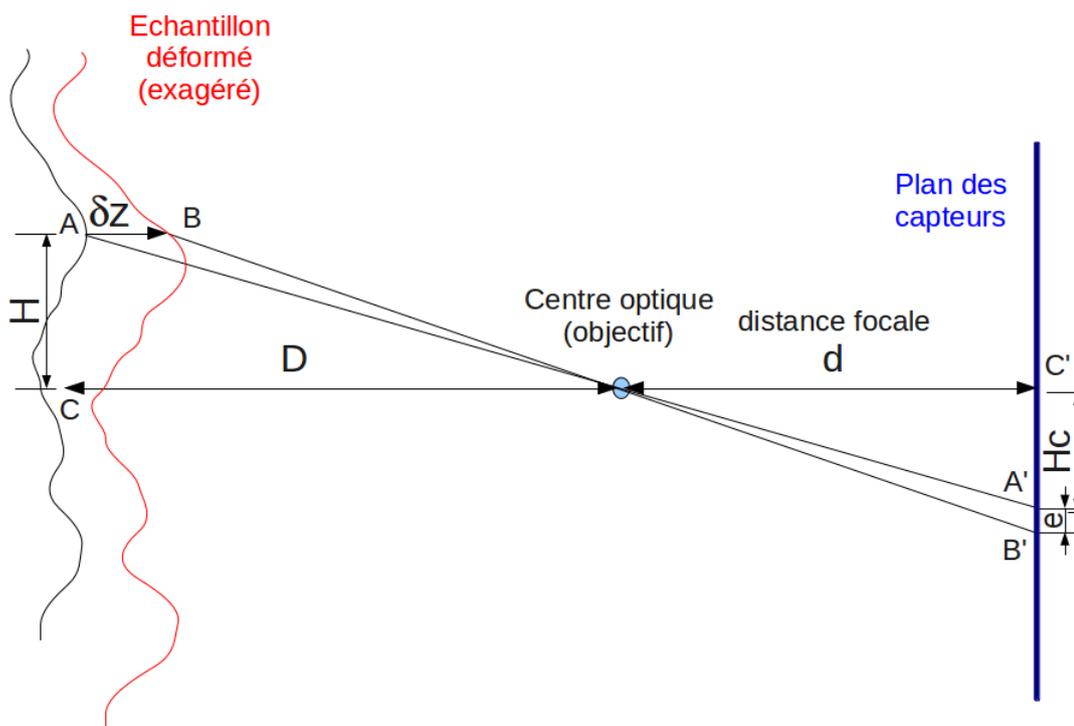


FIGURE 2.24 – Schéma pour le calcul d'erreur lié au déplacement hors-plan;  $D$  est la distance échantillon-objectif,  $\delta z$  le déplacement hors-plan du point A.

La technique de stéréocorrélation permet de mesurer les déplacements 3D, en combinant la corrélation d'images 2D et la stéréovision, dont le principe est basé sur le fait que l'information de profondeur peut être obtenue par triangulation à partir de deux images ayant une partie de champ commune [Bornert et al., 2011]. Elle nécessite donc l'utilisation d'un second appareil photo identique, placé avec un certain angle par rapport au premier. Les deux axes optiques forment ici un angle d'environ  $12^\circ$  (figure 2.25). Les deux appareils sont placés sur un pied surmonté d'un axe métallique de fixation, à une distance d'environ 15 cm l'un de l'autre, à 70 cm de l'échantillon. Une corrélation est effectuée indépendamment sur chacune images, prises simultanément sur chacun des appareils grâce à une télécommande, régulièrement durant près de 50 heures (fréquence d'acquisition de 30 minutes).

Nous avons pu vérifier qu'après une déformation totale de 0.9%, la surface de l'échantillon était légèrement ondulée, sans forts gradients (figure 2.26). L'écart-type du déplacement hors-plan mesuré sur la surface entière est relativement faible,  $\sigma_z = 0.15$  mm, ce qui correspond à une erreur en déformation d'environ 0.02%. Cette valeur est faible devant les résolutions en déformation obtenues, qui sont de l'ordre de 0.1% (voir section 2.5.8.2). Les résultats de corrélation 3D ont cependant été décevants comparativement à la corrélation 2D quant à la qualité des champs reconstruits. Localement certaines valeurs de déformation n'ont pas pu être déterminées (carrés noirs sur la figure 2.26). Cela serait sans doute lié à des problèmes d'éclairage, auxquels la stéréocorrélation est plus sensible. En effet, l'utilisation d'images prises sous deux angles différents rend l'appariement des points délicat si l'éclairage est anisotrope. L'acquisition d'un parapluie de photographe afin de travailler sous une lumière plus diffuse serait à envisager.



FIGURE 2.25 – Dispositif pour la prise de vue en stéréocorrélation.

## 2.6 Conclusion

Le dispositif expérimental mis en place permet l'analyse des hétérogénéités de déformation et de leur évolution, en relation avec la microstructure des échantillons.

La structure colonnaire des échantillons usinés permet d'obtenir des champs cinématiques 2D, en première approximation sans gradient de déformation dans l'épaisseur de l'échantillon. L'analyse d'une lame mince en surface de l'échantillon est alors suffisante pour avoir une bonne connaissance de la microstructure de l'échantillon dans sa totalité, ce qui n'est pas le cas des matériaux standard à microstructure granulaire (cf. chapitre 1). Cette analyse des microstructures est réalisée grâce à un analyseur optique (AITA) qui utilise la propriété de biréfringence de la glace pour mesurer l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  sur une lame

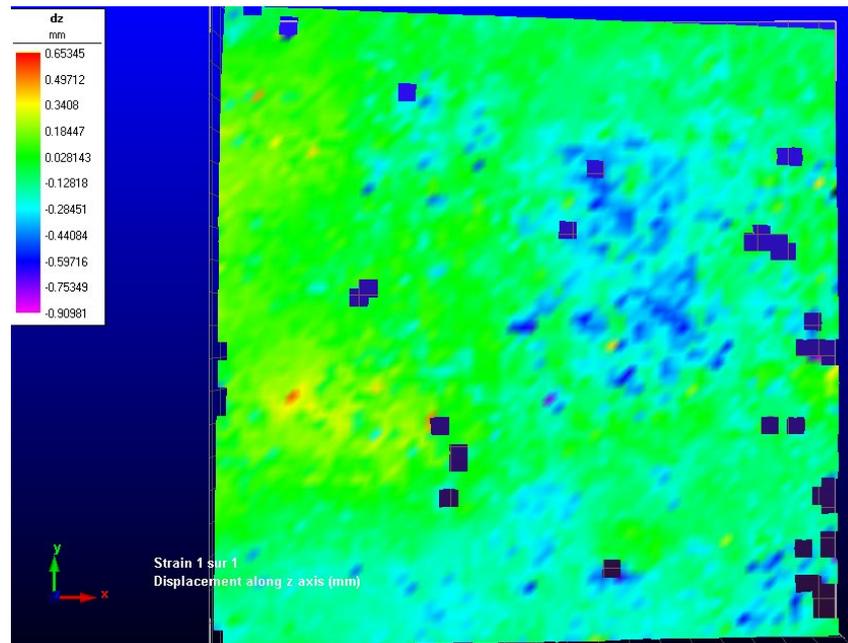


FIGURE 2.26 – Mesure du déplacement hors-plan  $u_z$ , pour une déformation macroscopique de 0.9%. Les carrés noirs sont des zones pour lesquelles le déplacement n'a pas pu être déterminé. Echantillon #17

mince, avec une résolution spatiale de  $43 \mu\text{m}$  et une résolution angulaire de  $2$  à  $5^\circ$  sur les mesures d'azimut et de colatitude. Les mesures des orientations ont été traitées pour réduire le bruit et les adapter à une utilisation dans les modèles micromécaniques.

L'utilisation de la corrélation d'images sur la glace suppose un certain nombre d'adaptations. Un travail sur le marquage de la surface a été réalisé, et les mouchetis ont été caractérisés. On a montré qu'ils sont généralement bien adaptés à la résolution du système optique utilisé. Le dispositif permet d'atteindre des résolutions spatiales de l'ordre de  $0.5 \text{ mm}$  pour la mesure des champs de déplacement. L'influence du choix des paramètres de corrélation sur les différentes résolutions (résolution spatiale, résolution en déplacement, et résolution en déformation) a été étudiée, et nous avons testé la technique de l'approximation diffuse sur les champs de déplacement mesurés. Les différents types d'erreur ont été évalués : erreur liée au bruit et à la corrélation, erreur liée au déplacement subpixel, et erreur hors-plan, mesurée par un essai de stéréocorrélation.

Nous avons évalué les diverses résolutions sur un échantillon typique (#26) pour un choix de paramètres de corrélation : une résolution en déformation de  $0.49\%$  est obtenue pour une résolution spatiale de  $0.5 \text{ mm}$  (avec  $n = p = 10$ ).

Les limites de la méthode résident probablement dans la difficulté à pouvoir améliorer la résolution spatiale tout en gardant une résolution en déformation suffisante, pour pouvoir faire des analyses locales plus fines. Il faudrait pour cela travailler à l'avenir sur l'amélioration du mouchetis, et/ou du système optique. Envisager un autre type de mouchetis sur la glace, ou simplement un autre moyen d'application, serait nécessaire pour des investigations à des échelles plus petites.

Nous sommes parvenus à une procédure de superposition entre microstructure et champs

DIC avec une précision de 0.2 mm, qui pourrait probablement être améliorée aussi à l'avenir.

L'analyse et la discussion sur les résultats expérimentaux seront menées au chapitre 3.



## Chapitre 3

# Analyse globale et locale des champs obtenus par DIC, et comparaison à la microstructure

### 3.1 Introduction

Le dispositif expérimental décrit dans le chapitre 2 permet l'analyse des hétérogénéités de déformation et de leur évolution au cours d'essais de fluage ou de recouvrance, en relation avec la microstructure des échantillons.

Nous avons vu que la structure colonnaire des échantillons permet d'obtenir des champs cinématiques 2D, idéalement sans gradient de déformation dans l'épaisseur de l'échantillon. L'influence du choix des paramètres de corrélation sur la résolution (spatiale / en déplacement ou déformation) a été étudiée, et les différents types d'erreur évalués (chapitre 2). Les résolutions obtenues sur l'échantillon #26 pour le choix de paramètres DIC  $n = p = 10$  : une résolution en déformation de 0.49% est obtenue pour une résolution spatiale de 0.5mm.

L'analyse et la discussion sur les résultats expérimentaux obtenus est menée principalement sur l'échantillon #26 dans ce chapitre 3, mais aussi parfois sur l'ensemble des échantillons, afin d'avoir des résultats statistiquement représentatifs.

Nous commençons par caractériser les microstructures (section 3.2), et dans un deuxième temps nous travaillons sur les résultats macroscopiques (LVDT et DIC)(section 3.3). Nous analysons ensuite les champs de déplacement et de déformation DIC ainsi que leur évolution (section 3.4), puis réalisons quelques statistiques sur ces champs : écart-types, fonctions de répartition, autocorrélation (section 3.5). Les relations entre ces champs et la microstructures sont analysées en section 3.6. Nous nous plaçons ensuite à l'échelle d'un grain pour mieux comprendre les mécanismes de déformation intragranulaires en projetant les champs dans le repère cristallographique du grain. Nous terminons par une discussion de tous ces résultats.

## 3.2 Caractérisation des microstructures

La caractérisation des microstructures des échantillons mis en charge est fondamentale pour pouvoir corrélérer les champs cinématiques mesurés aux caractéristiques de la microstructure sous-jacente.

On a vu que sur chaque échantillon nous découpons une lame mince avant essai (A) et une lame mince après déformation (B).

Nous avons déterminé pour chaque échantillon (le découpage des sous-sections qui suivent suit ces 4 points) :

1. la taille moyenne des grains (lame A),
2. les orientations locales des grains (lames A et B),
3. les facteurs de Schmid (lames A et B),
4. les rotations de réseau (entre la lame A et la lame B), sachant que seules les rotations des axes  $\mathbf{c}$  des cristaux sont mesurées par l'analyseur AITA.

### 3.2.1 Taille de grains

A partir des données d'orientation des cristaux obtenues avec l'analyseur (voir section 2.2.7), nous pouvons obtenir la distribution spatiale des grains, leur forme et leur taille. Une première estimation grossière de la taille moyenne des grains peut être effectuée en connaissant seulement le nombre de grains de l'échantillon  $n_g$  et sa surface  $S$  ; on définit alors une longueur moyenne  $l$  par :

$$l = \sqrt{\frac{S}{n_g}}. \quad (3.1)$$

Cela donne donc une estimation de taille moyenne  $l$  correspondant à une surface moyenne de grain de  $l^2$  (grain supposé de forme carré). Si l'on suppose les grains cylindriques, à volume égal, le rayon moyen des grains est alors  $r = \frac{l}{\sqrt{\pi}}$ . Cependant, si les tailles de grains sont hétérogènes, cette première estimation est fautive, à cause de non linéarité de la fonction racine carrée (convexe). Elle doit être calculée en passant par le calcul de la longueur  $l_k$  de chaque grain  $k$  de surface  $S_k$  :

$$\bar{l} = \frac{\sum_k l_k}{n_g} = \frac{\sum_k \sqrt{S_k}}{n_g} < \frac{\sqrt{n_g \sum_k S_k}}{n_g} = l. \quad (3.2)$$

La taille moyenne réelle  $\bar{l}$  est donc inférieure au  $l$  calculé initialement. Les mesures des surfaces  $S_k$  des grains sont obtenues à partir des mesures de l'analyseur sur les lames minces d'avant déformation, après la détection des contours (cf. section 2.2.8).

Le tableau 3.1 récapitule les tailles moyennes sur les différents échantillons analysés. Les tailles moyennes à prendre en compte sont donc les valeurs  $\bar{l}$ . La taille du plus gros grain, ainsi que l'écart-type de la taille des grains sont également indiqués. Les écart-types sont de l'ordre de 2/3 de la taille moyenne des grains, ce qui indique une dispersion de taille assez importante. Les tailles minimales dépendent de la procédure utilisée lors de

la reprise manuelle des microstructures pour l'image des joints de grains.

L'échantillon #19 a été spécifiquement élaboré avec des petits grains. Le nombre de grains par échantillon varie entre 100 et 250 selon les échantillons, sauf pour le #19 qui en contient plus de 1000.

On en déduit que les échantillons (sauf le #19) sont probablement trop petits pour former un VER, ce qui sera discuté plus loin.

La répartition de la taille des grains (histogramme et fonction de répartition) est montrée sur la figure 3.1 pour deux échantillons. Pour les deux échantillons, on remarque que mis à part la présence de quelques gros grains, la plupart des grains ont une longueur inférieure à 15  $\mu\text{m}$ . Le spectre de taille est relativement étalé (valeurs des écarts-types dans le tableau 3.1). On peut comparer ces résultats à la distribution des tailles de grain dans le polycristal de zirconium, où pour une taille moyenne des grains d'environ 15  $\mu\text{m}$ , un écart-type d'environ 14  $\mu\text{m}$  est obtenu dans [Dexet, 2006]. L'échelle n'est pas la même mais l'étalement du spectre est similaire.

Echantillon	16	18	19	20	22	26	27
$l$ (mm)	7.7	5.7	2.3	4.6	7.4	6.3	5.7
$\bar{l}$ (mm)	<b>6.6</b>	<b>4.8</b>	<b>1.7</b>	<b>3.9</b>	<b>6.1</b>	<b>5.1</b>	<b>4.6</b>
$l_{max}$ (mm)	20.6	16.5	13.5	14.8	17.1	23.3	19.8
écart-type (mm)	4.0	3.1	1.5	2.4	4.2	3.6	3.3

TABLE 3.1 – Longueur moyenne des grains (première approximation et vraie moyenne  $\bar{l}$ ), longueur maximale, puis écart-type de cette longueur sur tous les grains, pour les différents échantillons analysés.

### 3.2.2 Distribution des orientations

Les orientations des axes  $\mathbf{c}$  peuvent se visualiser sous la forme d'un diagramme de Schmidt appelé aussi figure de pôle de l'axe  $\mathbf{c}$ , correspondant à une projection stéréographique des axes  $\mathbf{c}$  dans le plan de la lame mince. Les grains dont les axes  $\mathbf{c}$  sont parfaitement dans le plan de l'échantillon ont une colatitude égale à  $90^\circ$  et se situent sur le cercle périphérique de la figure de pôle. On présente en figure 3.2 (a) la figure de pôle obtenue sur les mesures sans post-traitement et (b) une figure de pôle après post-traitement à partir des moyennes des orientations de chaque grain (cf. section 2.2.9) dans l'espace irréductible. Sur ce demi-disque, chaque grain est représenté par un petit disque de surface proportionnelle à sa surface mesurée. On observe que la majorité des grains ont un axe  $\mathbf{c}$  proche du plan de l'échantillon.

D'autre part, on peut évaluer l'isotropie transverse autour de  $z$  de l'échantillon, en vérifiant si les différentes orientations sont uniformément réparties sur la figure de pôle. Nous quantifions l'écart à l'isotropie transverse en calculant les fonctions de répartition de l'azimut et de la colatitude (figure 3.3). Par exemple, sur l'échantillon #26, la distribution des azimuts se rapproche de la loi uniforme, cependant, toutes les orientations ne sont pas représentées en général. La colatitude se rapproche d'une loi normale, centrée autour d'une valeur proche  $90^\circ$ ; le calcul de son écart-type permet d'évaluer si beaucoup d'axes  $\mathbf{c}$  s'éloignent de l'orientation dans le plan ( $Oxy$ ) (tableau 3.2). On peut retenir

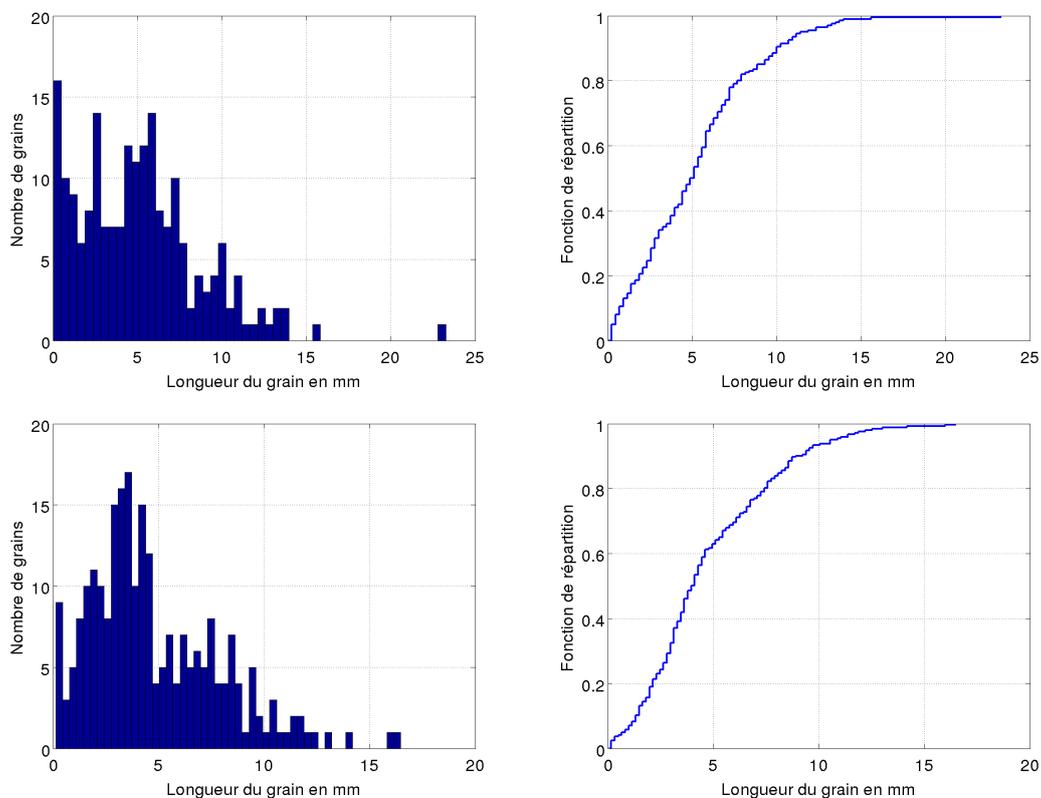


FIGURE 3.1 – Répartition de la taille des grains pour les échantillons (haut) #26 (bas) #18 : (gauche) histogramme, (droite) fonction de répartition (histogramme cumulé)

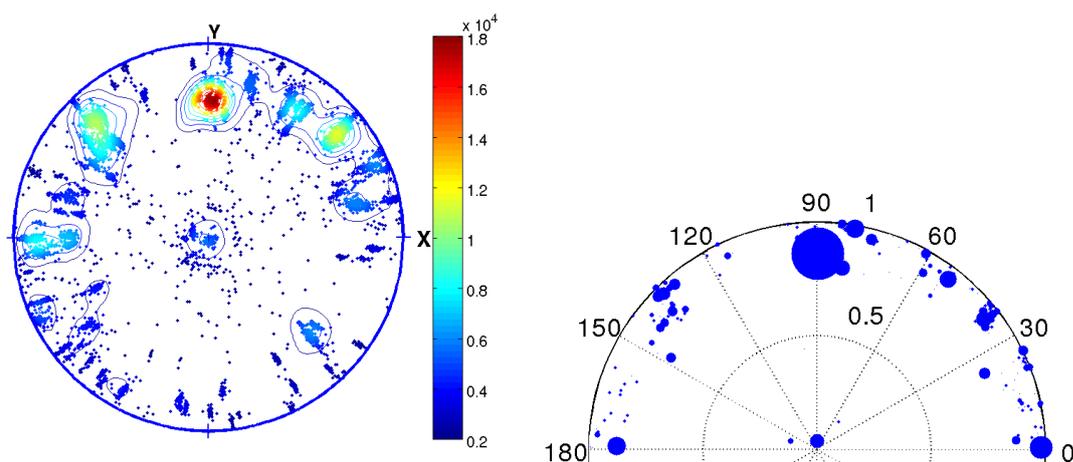


FIGURE 3.2 – Figures de pôle de l'axe de l'échantillon #26 ; la direction de compression uniaxiale correspond à  $90^\circ$  et le plan de projection est le plan de l'échantillon, (a) sans post-traitement, (b) à partir des moyennes des orientations de chaque grain, dans l'espace irréductible. Chaque grain est représenté par un disque, dont la surface est proportionnelle à sa surface réelle.

par exemple que pour un écart-type de  $30^\circ$  (cas de l'échantillon ) et une moyenne de  $90^\circ$ , 68% des valeurs de colatitude sont dans l'intervalle  $[60; 120]$  (en degrés), et 95% dans l'intervalle  $[30; 150]$ .

Pour limiter les erreurs dans les résultats DIC et dans les comparaisons avec les modèles, nous essayons autant que possible d'avoir des échantillons qui se déforment peu dans la direction hors-plan. Ceci est d'autant plus vrai que les axes  $\mathbf{c}$  de l'échantillon sont orientés au plus près du plan de l'échantillon. Un échantillon de qualité pour nos essais sera donc un échantillon dont la moyenne de la colatitude est proche de  $90^\circ$  et son écart-type aussi proche que possible de 0 (le #15 par exemple). On remarque que notre technique d'élaboration des échantillons ne nous permet pas d'atteindre cette configuration idéale.

Echantillon #	moyenne(colatitude)	écart-type(colatitude)
11	82,4	23,8
12	95,5	23,0
15	89,9	22,0
16	84,9	21,4
18	89,8	29,8
26	81,6	25,4
27	93,7	29,8

TABLE 3.2 – Tableau des valeurs moyennes et écart-types pour la colatitude sur les échantillons étudiés

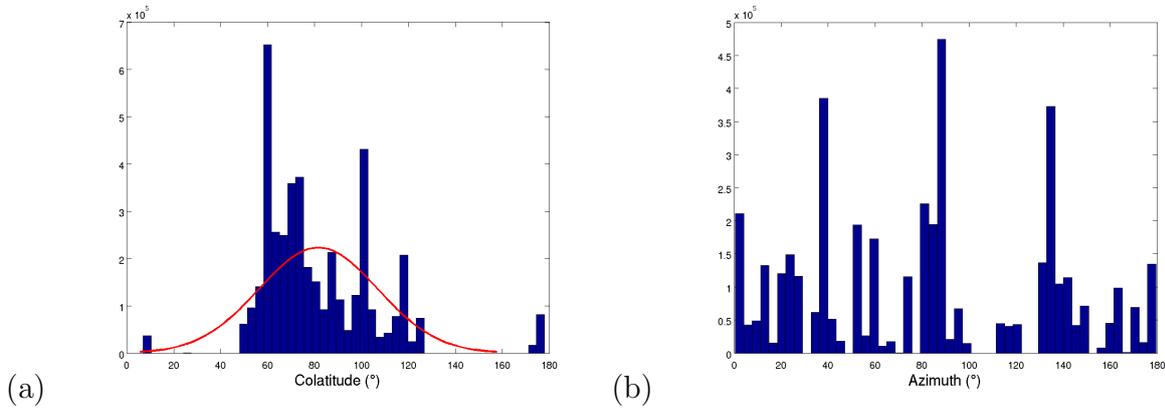


FIGURE 3.3 – Histogramme des (a) colatitudes et (b) azimuths, sur l'échantillon #26

### 3.2.3 Facteur de Schmid

La glace n'ayant qu'un seul système facile de glissement (le plan de base de normale  $\mathbf{c}$ ) et le glissement des dislocations dans ce plan étant presque isotrope (cf. section 1.4.1.1), nous pouvons définir l'orientation d'un grain avec un seul facteur de Schmid. Le facteur de Schmid défini ici  $f$  est un coefficient géométrique lié à l'angle entre l'axe  $\mathbf{c}$  et la direction de compression macroscopique (figure 3.4(a)). Sous l'hypothèse de contrainte homogène dans l'échantillon (non attendue ici), il permet de calculer la cission résolue dans le plan

de base, qui est égale au produit du facteur de Schmid par la contrainte macroscopique. Mais on ne fera pas cette hypothèse par la suite.

Si l'on note  $\alpha$  l'angle aigu entre la direction de compression et l'axe  $\mathbf{c}$  du grain, le facteur de Schmid est défini par :

$$f(\alpha) = |\cos(\alpha) \sin(\alpha)| = \left| \frac{1}{2} \sin(2\alpha) \right| \quad (3.3)$$

et on a  $0 \leq f \leq 0.5$ . Lorsque la compression s'effectue suivant l'axe (Oy), nous avons la relation suivante entre l'angle  $\alpha$  et l'orientation du cristal (azimuth, colatitude) par projection de l'axe  $\mathbf{c}$  sur (Oy) :

$$\cos(\alpha) = |\sin(\phi) \sin(\theta)| \quad (3.4)$$

et on obtient donc :

$$f(\phi, \theta) = |\sin(\phi) \sin(\theta)| \sqrt{1 - \sin^2(\phi) \sin^2(\theta)}. \quad (3.5)$$

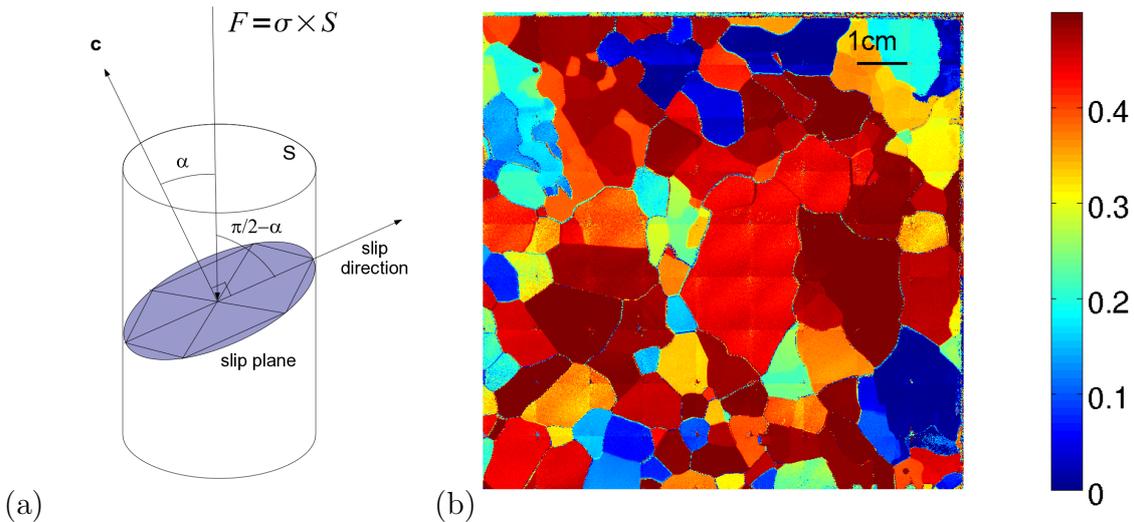


FIGURE 3.4 – (a) Cylindre de Schmid (b) Carte des facteurs de Schmid; échantillon #26

On présente sur la figure 3.4(b) la carte des facteurs de Schmid sur la microstructure #26. Les grains à forts facteurs de Schmid (en rouge) ont leur plan de base (ou axe  $\mathbf{c}$ ) proches de  $45^\circ$  par rapport à la direction de compression macroscopique; les grains à faible facteur de Schmid (en bleu) ont leur plan de base parallèle ou perpendiculaire à la direction de compression macroscopique.

On observe une prépondérance des grains à fort facteur de Schmid, que l'on explique dans ce qui suit.

*Distribution des facteurs de Schmid, dans l'hypothèse d'axes  $\mathbf{c}$  dans le plan de l'échantillon*

On montre ici pourquoi la répartition des facteurs de Schmid n'est pas uniforme sur l'intervalle  $[0; 0.5]$ . On regarde pour simplifier l'effet sur la distribution des facteurs de

Schmid d'une distribution des axes  $\mathbf{c}$  parfaitement dans le plan de l'échantillon ( $Oxy$ ) et isotrope transverse autour de l'axe  $z$ . Dans ce cas, nous avons partout  $\phi = \pi/2$  (colatitude) et  $\theta$  (azimuth) suit une loi uniforme sur l'intervalle  $[0; \pi]$ , ce qui donne :

$$f(\theta) = \frac{1}{2} |\sin(2\theta)|. \quad (3.6)$$

Cette fonction réalise une bijection de  $[0; \pi/4]$  sur  $[0; 0.5]$ ; on restreindra donc l'intervalle d'étude à  $[0; \pi/4]$ , et on considèrera  $\theta$  suivant la loi uniforme sur cet intervalle, c'est-à-dire

$$P(0 < \theta < \theta_1) = \theta_1 \times \frac{4}{\pi} \quad (3.7)$$

Calculons alors la densité de probabilité du facteur de Schmid :

$$P(0 < f < f_1) = P(0 < \theta < \theta_1) = \theta_1 \times \frac{4}{\pi} \quad (3.8)$$

avec

$$\theta_1 = \frac{1}{2} \arcsin(2f_1) \quad (3.9)$$

On obtient :

$$P(0 < f < f_1) = \frac{2}{\pi} \arcsin(2f_1) = F_r(f_1) \quad (3.10)$$

La densité de probabilité  $d(f)$  est la dérivée de cette fonction de répartition (figure 3.5) :

$$d(f) = F'_r(f) = \frac{4}{\pi \sqrt{(1 - 4f^2)}} \quad (3.11)$$

Cette fonction tend vers  $+\infty$  en  $f = 1/2$ . Cependant, on peut vérifier que son intégrale entre 0 et 0.5 est bien égale à 1.

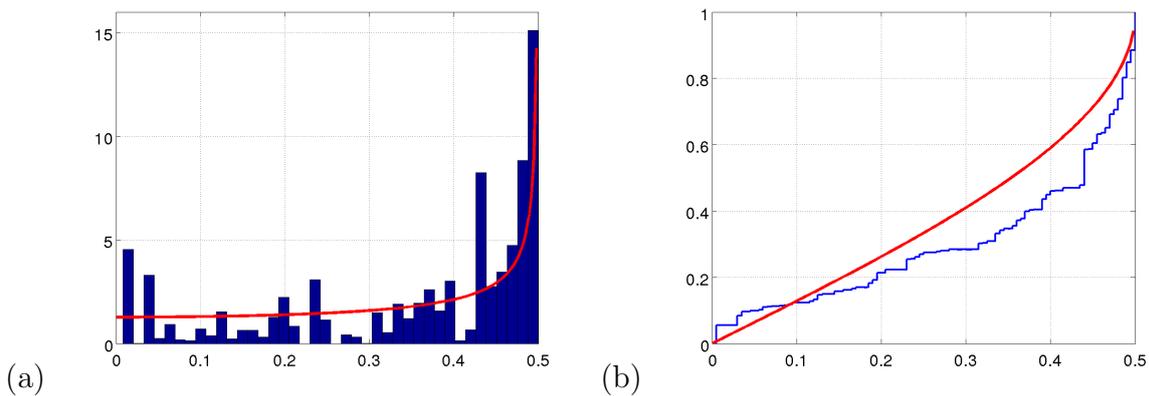


FIGURE 3.5 – (a) Histogramme des facteurs de Schmid de l'échantillon #26, superposé avec la courbe de densité de probabilité  $d(f)$  (en rouge) calculée selon l'équation (3.11); (b) Histogramme cumulé des facteurs de Schmid de l'échantillon #26, superposé avec la fonction de répartition  $F_r(f)$  (en rouge) calculée selon 3.10.

On observe sur la figure 3.5(a) que la fonction densité de probabilité  $d$  (en rouge) est fortement croissante avec le facteur de Schmid. De la même façon sur les histogrammes

expérimentaux, on observe toujours une plus forte densité des grains à fort facteur de Schmid (figure 3.5(a) pour l'échantillon #26). Sur la figure 3.5(b), la superposition des facteurs de Schmid cumulés (en bleu) et de la fonction de répartition  $F_r$  (résultat moins dépendant de la discrétisation choisie sur les facteurs de Schmid que l'histogramme), permet de visualiser l'écart des facteurs de Schmid entre l'échantillon #26 et un échantillon dont les axes  $\mathbf{c}$  seraient tous dans le plan de l'échantillon avec une distribution isotrope transverse dans ce plan. Autrement dit, cette figure permet de visualiser la qualité d'orientation "2D" d'un échantillon, et un calcul d'écart (calcul intégral de surfaces) entre les deux courbes pourrait donner un paramètre unique quantifiant cette caractéristique.

### 3.2.4 Calcul des rotations de réseau durant l'essai

L'analyse de microstructures permet de caractériser les désorientations de réseaux, les évolutions des joints de grains et éventuellement l'apparition de nouveaux grains par recristallisation dynamique durant la déformation. La comparaison des lames avant et après essai permet aussi d'estimer la qualité de la glace colonnaire fabriquée, non pas dans le sens *qualité d'orientation "2D"* vu précédemment, mais dans le sens -les colonnes sont-elles bien perpendiculaires à l'échantillon?- ce qui lui confère une *qualité géométrique "2D"*.

Sur la figure 3.6, les facteurs de Schmid sont calculés à partir des analyses des lames minces avant et après déformation. On observe un quadrillage sous-jacent de dimension  $1\text{cm} \times 1\text{cm}$  lié à la procédure d'analyse de l'analyseur (cf. section 2.2.7). Ce défaut est gommé lorsque l'on remplace l'orientation locale par l'orientation moyenne par grain, traitement réalisé sur la lame d'avant déformation, mais pas sur celle d'après déformation, car cela effacerait toutes les désorientations locales survenues à l'intérieur des grains, que l'on veut justement analyser.

Sur la figure 3.6(d), les contours des grains déterminés sur la lame d'avant déformation sont superposés aux facteurs de Schmid de la lame d'après déformation. On ajuste la superposition des microstructures d'avant et après déformation à l'aide de cette figure. La superposition est globalement bonne, et les écarts de microstructures peuvent avoir différentes origines :

- les erreurs de positionnement : superposition imparfaite entre les deux lames,
- les erreurs liées à une structure de grains non parfaitement colonnaire,
- les erreurs liées au champ de déplacement local : ce champ n'excède pas 1 mm (mesures DIC) pour une déformation macroscopique de l'ordre de 1%. Il faudrait appliquer le champ de déplacement local à la microstructure initiale pour estimer proprement cette erreur.

Sur la figure 3.6(e), le champ des désorientations  $\gamma$  entre les deux lames est présenté. On appelle  $\gamma$  l'angle aigu formé entre les directions des axes  $\mathbf{c}$  d'avant ( $\mathbf{c}_A$ ) et après ( $\mathbf{c}_B$ ) déformation :

$$\gamma = \arccos |\mathbf{c}_A \cdot \mathbf{c}_B| \quad (3.12)$$

$\gamma$  est calculé pixel par pixel, en considérant les données  $\mathbf{c}_A$  "moyennées" sur chaque grain, afin de réduire le bruit provenant de l'analyse de la lame A. Les coordonnées de  $\mathbf{c}_B$  sont

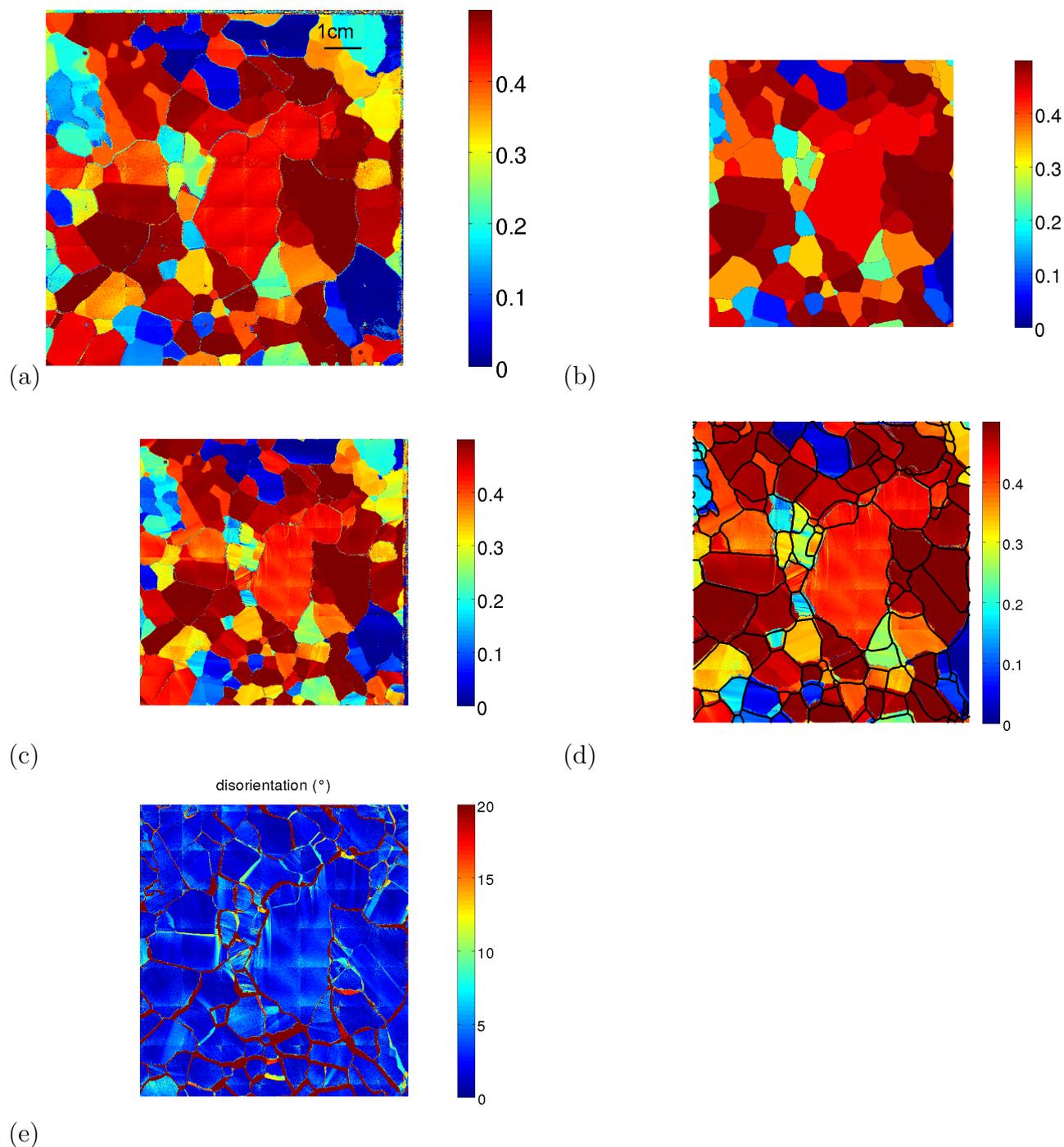


FIGURE 3.6 – Facteurs de Schmid de l'échantillon #26 (a) avant déformation, (b) avant déformation avec orientations moyennées, (c) après déformation, (d) après déformation avec superposition des contours des grains de la lame d'avant déformation, et (e) désorientations des axes  $c$  entre les deux lames (différence entre les images (c) et (b), après ajustement).

calculées dans le repère de la lame A, ce qui donne (après retournement, cf. annexe A) :

$$\mathbf{c}_B \begin{pmatrix} -\sin \phi_B \cos \theta_B \\ \sin \phi_B \sin \theta_B \\ -\cos \phi_B \end{pmatrix} \quad (3.13)$$

Sur cette figure (e), les valeurs de  $\gamma$  supérieures à  $20^\circ$  sont tronquées, car elles ne correspondent pas à des désorientations mais simplement à des zones de mauvaise superposition des deux lames. On réduit au mieux ces zones en ajustant la superposition des lames, mais de larges frontières de grains indiquent que certains grains ne sont pas parfaitement colonnaires. On rappelle ici que les lames minces ont au moins 2 mm d'écart (dans l'épaisseur) pour des raisons expérimentales de fabrication des lames minces (cf. section 2.2.5).

Nous sommes donc en mesure de calculer les désorientations locales sur presque toute la surface de l'échantillon, ce qui nous permettra dans la section 3.4 de comparer les bandes de distorsions aux mesures de champs de déformations DIC.

### 3.3 Analyse des déformations macroscopiques

Grâce au dispositif expérimental, le déplacement macroscopique  $\bar{u}_y$  et la déformation macroscopique  $\bar{\varepsilon}_{yy}$  peuvent être déterminés de plusieurs façons : à partir des mesures par corrélation d'images, et à partir des mesures du capteur (LVDT).

Les mesures par capteur LVDT permettent d'obtenir le déplacement et la déformation macroscopique verticale durant tout l'essai de compression uniaxiale et aussi à la décharge, avec une fréquence d'acquisition élevée et une bonne précision. La précision de la mesure de déplacement macroscopique calculée à partir des mesures DIC est en principe meilleure (résolution en déplacement de 0.05 pixels soit 2.5  $\mu\text{m}$ , pour une précision du capteur LVDT de 10  $\mu\text{m}$ , cf. chapitre 2) mais la fréquence de mesure est nécessairement plus faible : une fréquence de prises de vues de 1 minute conduirait à un espace mémoire nécessaire beaucoup trop lourd. Les données sont donc plus espacées ( $dt=30\text{min}$ ). D'autre part, le traitement est aussi plus long.

#### 3.3.1 Analyse des données issues du capteur LVDT

Nous présentons en figure 3.7 les déformations macroscopiques  $\bar{\varepsilon}_{yy}(t)$  déduites des mesures de déplacement LVDT sur une partie des échantillons testés. On se limite à un intervalle de temps entre 1 et 5 heures pour l'évaluation de la pente de ces courbes dans un domaine quasi-linéaire. Nous présentons en figure 3.8 les vitesses de déformation  $\dot{\varepsilon}_{yy}$  calculées par différences finies à partir des mesures LVDT, en fonction du temps (a) ou de la déformation (b). Les mesures LVDT de certains essais ont été supprimées car clairement mauvaises (notamment pour l'essai #26).

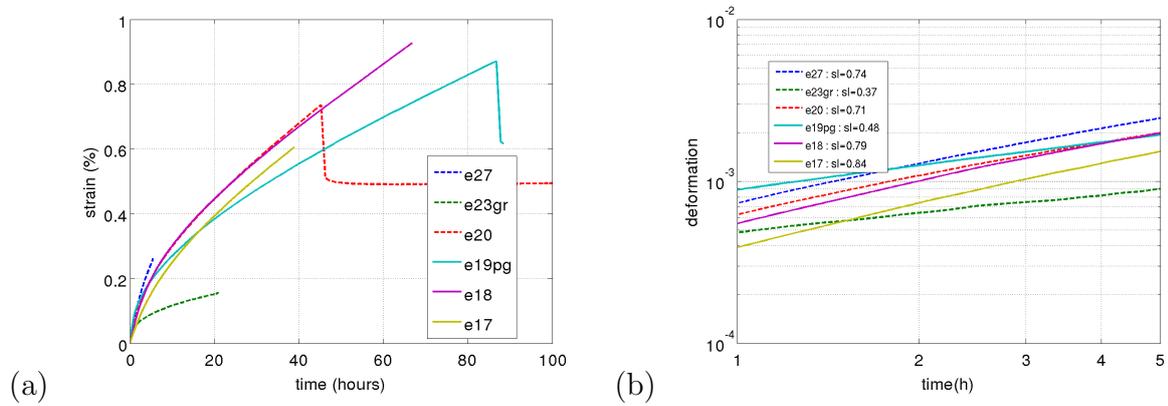


FIGURE 3.7 – (a) Bilan sur une partie des échantillons des mesures de déformation macroscopique issues du capteur LVDT, (b) zoom sur l'intervalle de temps [1h;5h], en valeur absolue et en échelle logarithmique, avec une estimation de paramètre de la loi d'Andrade.

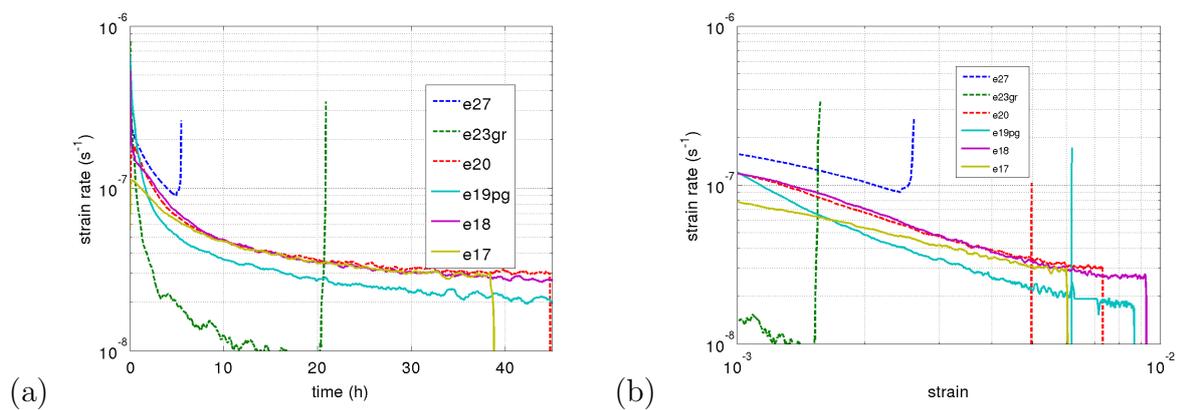


FIGURE 3.8 – Vitesses de déformation en fonction (a) du temps, (b) de la déformation. #23 est une glace granulaire, #19 est une glace colonnaire à petits grains.

La présence d'un bruit de mesure non négligeable nous a conduit à effectuer un lissage des données sur une durée de  $n_1$  minutes (lissage par moyennes mobiles). Ce lissage est surtout important pour le calcul des vitesses de déformation. Un second lissage par moyennes mobiles de longueur  $n_2$  est réalisé sur les courbes de vitesses. Cependant, ces lissages faussent les courbes de vitesse en début de chargement, car la vitesse décroît très rapidement. Il aurait été judicieux de choisir une fréquence d'acquisition plus élevée en début d'essai. Les paramètres de lissage choisis pour les figures 3.7 et 3.8 sont  $n_1 = n_2 = 60$ . Des valeurs plus petites aboutissent à trop de fluctuations. D'autre part, le repositionnement de l'échantillon lors du chargement conduit à un saut dans les mesures de déplacement en début d'essai. Ce saut est retranché sur les figures, sachant que le saut réel, qui correspond à l'élasticité instantanée de la glace, est petit et peut être calculé avec une bonne précision.

On rappelle que la vitesse de déformation de la glace polycristalline isotrope (granulaire) suit, lors du régime transitoire, une courbe décrite par la loi d'Andrade (cf. section 1.4.2) :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \beta t^{1/3} + \dot{\varepsilon}_{min} t \quad (3.14)$$

Dans un diagramme  $\log|\varepsilon|$  vs.  $\log(t)$ , le fluage transitoire de la glace polycristalline granulaire 3D est donc représenté par une droite de pente 1/3, perturbée par le dernier terme lorsqu'il commence à ne plus être négligeable devant le second (lorsqu'on s'approche du régime du fluage secondaire).

Pour les échantillons de glace colonnaire testés, la gamme des pentes moyennes (en valeur absolue) obtenues en diagramme  $\log|\varepsilon|$  vs.  $\log(t)$  (figure 3.7b) s'étend entre 0.48 et 0.84 en moyennant entre  $t_1 = 1$ h et  $t_2 = 5$ h (zone quasi-linéaire). Au-delà de  $t_2$ , on s'approche du fluage secondaire et la vitesse de déformation décroît. Si l'on exclue l'essai sur glace à petits grains (#19), les pentes pour les 4 autres échantillons de glace colonnaire sont comprises entre 0.71 et 0.84. L'échantillon colonnaire à petits grains (#19) se déforme moins vite (pente 0.48), l'échantillon granulaire (#23) encore moins vite (pente 0.37), et la pente calculée est alors proche du coefficient 1/3 de la loi d'Andrade pour une glace isotrope granulaire.

La vitesse de déformation du polycristal de glace subit une forte diminution lors du fluage primaire (cf. section 1.4). Les essais réalisés s'approchent du régime secondaire, où la vitesse de déformation atteint sa valeur minimum.

Les vitesses  $\dot{\varepsilon}_{min}$  mesurées (voir tableau 3.3) sont de  $3 \pm 1 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Elles sont du même ordre que celles de Plé [1998], qui trouve des valeurs entre 2 et  $4 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  sur des glaces colonnaires similaires, sous des conditions de contrainte et de température proches : ses essais sont réalisés sous une température de  $-10 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$  avec des contraintes de  $0.5 \pm 0.1 \text{ MPa}$  et des grains de diamètre moyen compris entre 5.1 et 21 mm. Notons que comme c'est le cas dans nos essais, les valeurs de Plé sont des valeurs supérieures de  $\dot{\varepsilon}_{min}$  car le fluage secondaire n'est pas toujours atteint, mais on s'en approche suffisamment pour obtenir une bonne approximation.

---

1. à l'exception de l'essai #27, pour lequel le régime secondaire n'est pas atteint en fin de première charge d'où un minimum de vitesse de déformation plus élevé.

#	17	18	19	20	27
$\sigma$ (MPa)	0.48	0.48	0.49	0.49	0.48
$T$ (°C)	-12	-12	-10.5	-10.6	-10.6
$\varepsilon_{max}$ (%)	0.6	1	0.8	0.7	0.2
$\dot{\varepsilon}_{min}$	$3.10^{-8}$	$3.10^{-8}$	$2.10^{-8}$	$3.10^{-8}$	$9.10^{-8}$
$\dot{\varepsilon}_{min}^{norm}$	$2, 6.10^{-8}$	$2, 6.10^{-8}$	$1, 9.10^{-8}$	$2, 9.10^{-8}$	$9, 2.10^{-8}$
$\bar{l}$ (mm)	-	4.8	1.7	3.9	4.6

TABLE 3.3 – Tableau des vitesses de déformations et déformations atteintes en première charge suivant les essais sur glace colonnaire,  $\dot{\varepsilon}_{min}^{norm}$  désigne la vitesse de déformation corrigée (normalisée) pour une contrainte de 0.5 MPa et une température de -10 °C.  $l$  est la taille moyenne des grains de chaque échantillon.

*Etude de l'influence des différences de température et de contrainte entre les différents essais*

On rappelle que le fluage secondaire de la glace isotrope est bien représenté par une loi puissance de type Norton-Hoff (cf. section 1.4.2, équation 1.22), avec un exposant des contraintes proche de 3 pour une contrainte de 0.5 MPa :

$$\dot{\varepsilon}_{min} = B(T)\sigma^3 \quad (3.15)$$

Le coefficient de fluidité  $B(T)$  est une fonction croissante de la température, suivant la loi d'Arrhénius ( $B$  correspond ici au  $B/9$  du chapitre 1) :

$$B(T) = B(T_0)exp\left(\frac{Q}{R}\left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right)\right) \quad (3.16)$$

avec [Le Gac, 1980] :

- $B(T) = 6.10^{-7} \text{ MPa}^{-3}\text{s}^{-1}$  pour  $T = 263^\circ\text{K}$ ,
- $Q = 78 \text{ kJmol}^{-1}$  Duval et al. [1983] (énergie d'activation),
- $R = 8, 314 \text{ Jmol}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (constante des gaz parfaits).

La fluidité obtenue est donc :

- $B(T) = 0.76B(T_0)$  pour une température  $T = 261^\circ\text{K}$ ,
- $B(T) = 0.93B(T_0)$  pour une température  $T = 262.5^\circ\text{K}$ .

On remarque que la sensibilité à la température est relativement forte. Ces coefficients sont utilisés pour normaliser les valeurs expérimentales de  $\dot{\varepsilon}_{min}$  obtenues à des températures variables afin de se ramener à une valeur de 263°K (-10°C). On normalise en même temps par rapport à la contrainte avec pour valeur de référence 0.5 MPa (facteur multiplicatif  $0.5^3/\sigma^3$ ). Nous estimons que les valeurs expérimentales  $\dot{\varepsilon}_{min}$  sont mesurées avec une précision de  $10^{-8}\text{s}^{-1}$ , et les valeurs normalisées sont notées  $\dot{\varepsilon}_{min}^{norm}$ .

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 3.3. Nous constatons, au vu de ces résultats, que l'influence de la normalisation est inférieure à la précision de mesure de  $\dot{\varepsilon}_{min}$ . Elle sera donc considérée comme négligeable.

### 3.3.2 Comparaisons entre mesures LVDT et DIC

Les comparaisons sont effectuées en calculant une mesure moyenne de déformation axiale par DIC en partant des champs de déplacement verticaux. On prend le déplacement

vertical moyen le long d'une ligne de pixels en haut de l'image (la 4e par exemple, pour éviter le bruit parfois lié aux effets de bords), et on lui soustrait le déplacement vertical moyen sur une ligne en bas de l'image (la 4e avant la dernière), puis on divise cette valeur par la distance entre les deux lignes, ce qui nous donne une déformation moyenne sur l'échantillon que l'on notera par la suite  $\bar{\varepsilon}_{yy}^l$  :

$$\bar{\varepsilon}_{yy}^l = (\langle v \rangle_{\text{ligne}\#4} - \langle v \rangle_{\text{ligne}\#(nbl-4)})/h \quad (3.17)$$

où  $nbl$  est le nombre de lignes de l'image, et  $h$  la hauteur entre les deux lignes considérées. On obtient un très bon accord entre les déformations calculées à partir des mesures du capteur LVDT et ces moyennes  $\bar{\varepsilon}_{yy}^l$ . On peut aussi moyenner  $\varepsilon_{yy}$  sur toute l'image, que l'on note alors  $\bar{\varepsilon}_{yy}$  ou  $\langle \varepsilon_{yy} \rangle$  mais les comparaisons sont alors en général moins bonnes (voir figure 3.9). Cela est probablement lié au fait qu'on utilise des données de déplacement dans le premier cas, que l'on divise par une longueur proche de la hauteur de l'échantillon, alors que les valeurs de déformations calculées localement sur la grille de corrélation ont une résolution plus faible.

Par simplicité, on notera dans toute la suite  $\bar{\varepsilon}_{yy}$  pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^l$ . La valeur de déformation macroscopique axiale  $\bar{\varepsilon}_{yy}$  sera donc calculée suivant l'équation (3.17).

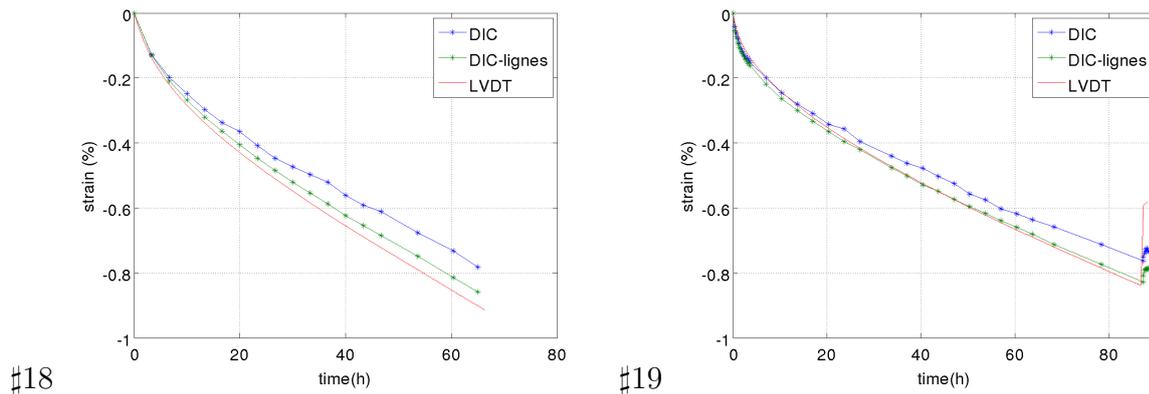


FIGURE 3.9 – Comparaison des déformations axiales issues des mesures LVDT et DIC. Les points bleus correspondent à  $\bar{\varepsilon}_{yy}$ , et les verts à  $\bar{\varepsilon}_{yy}^l$  (cf. équation (3.17)).

### 3.4 Evolution des champs cinématiques

Nous présentons ici les résultats obtenus pour l'échantillon #26, lors d'un essai de charge-décharge, avec une contrainte de 0.47 MPa lors de la charge, et de 0.05 MPa après décharge (la décharge n'est pas totale pour éviter que l'échantillon ne bascule).

Les paramètres de corrélation choisis sont  $p = n = 10$ , ce qui correspond à une résolution spatiale de 0.6 mm, une résolution en déformation d'environ 0.37%, et une résolution en déplacement de  $\approx 0.04$  pixels (cf. section 2.5.8).

Le champ d'observation visualisé en figure 3.10 est plus petit que la surface entière de l'échantillon, qui inclue le cadre de l'image. En effet, les champs DIC étant parfois mal mesurés sur les bords de l'échantillon, nous avons restreint la zone d'analyse, mais cette

restriction a surtout pour intérêt de faciliter la superposition des champs DIC avec la microstructure. On rappelle que cette superposition est réalisée au moyen d'un marquage par des trous (cf. section 2.2.6).

Nous observons sur la figure 3.10 l'évolution des champs de déplacement vertical (à gauche) et de déformation équivalente (à droite) lors de la charge pour 4 valeurs de déformation macroscopique  $\bar{\varepsilon}_{yy}$  : 0.18% ; 0.79% ; 1.23% (fin de charge) ; puis 1.05% (décharge). L'image de référence est l'image prise juste après la mise en charge, afin de ne pas inclure dans les mesures de déplacement le déplacement rigide lié au positionnement de l'échantillon lors de la mise en charge.

On remarque que l'aspect qualitatif des champs varie très peu durant les 21 heures de chargement ainsi qu'à la décharge, mais c'est en intensité que l'on observe des changements. Cela montre que les zones de localisation de la déformation se définissent très rapidement, et deviennent plus marquées au fur et à mesure de l'essai.

Les déplacements maximaux atteints en fin de charge (image c) sont de l'ordre du millimètre, et on mesure de forts gradients au niveau des joints de grain. On peut remarquer en particulier sur l'image (a) que le champs de déplacement n'est pas linéaire en  $x$  et  $y$  même sur le bas de l'image, où l'échantillon a subi un déplacement vertical vers le bas plus fort sur sa partie gauche (ce déplacement est nul en théorie au bord de l'échantillon). Cet effet est probablement lié à des conditions imparfaites de mesures (mouvement hors-plan, ou mouvement du plateau, de l'échantillon, ou de l'appareil photo). La recouvrance est visualisée sur l'image des déplacements (d) ; on peut mesurer un déplacement de l'échantillon vers le haut de l'ordre de 0.1 mm. Les déformations se localisent sur les zones de fort gradient de déplacement, notamment les joints de grains mais aussi certaines zones internes aux grains. Ces zones apparaissent dès la première image présentée, même si le bruit de mesure est important devant le signal sur cette image. Elles forment des bandes qui traversent l'échantillon en bifurquant en lien avec les désorientations intergranulaires. Elles sont beaucoup plus nettes à partir de l'image (b) correspondant à  $\bar{\varepsilon}_{yy} = 0.74\%$ .

Cette analyse a été réalisée sur l'ensemble des échantillons, et les résultats sont qualitativement similaires (cf. annexe B). Il est cependant difficile de visualiser aussi bien l'effet des joints de grains sur les champs de déplacement et de déformation dans le cas de petits grains comme c'est le cas pour l'échantillon #19. Les motifs de localisation sont cependant différents d'un échantillon à l'autre, puisque liés à sa microstructure, variable selon l'échantillon considéré. L'échantillon #26 a la particularité de présenter un très gros grain en son centre.

La figure 3.11 permet d'évaluer la composante axiale hors-plan de la déformation  $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$ .

Les déformations plastiques étant isochores, et les déformations élastiques étant très petites devant les déformations plastiques pour ce niveau de déformation total de la figure ( $\bar{\varepsilon}_{yy} = -1.23\%$ ), la trace du tenseur de déformation doit être très petite :

$$\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz} \approx 0$$

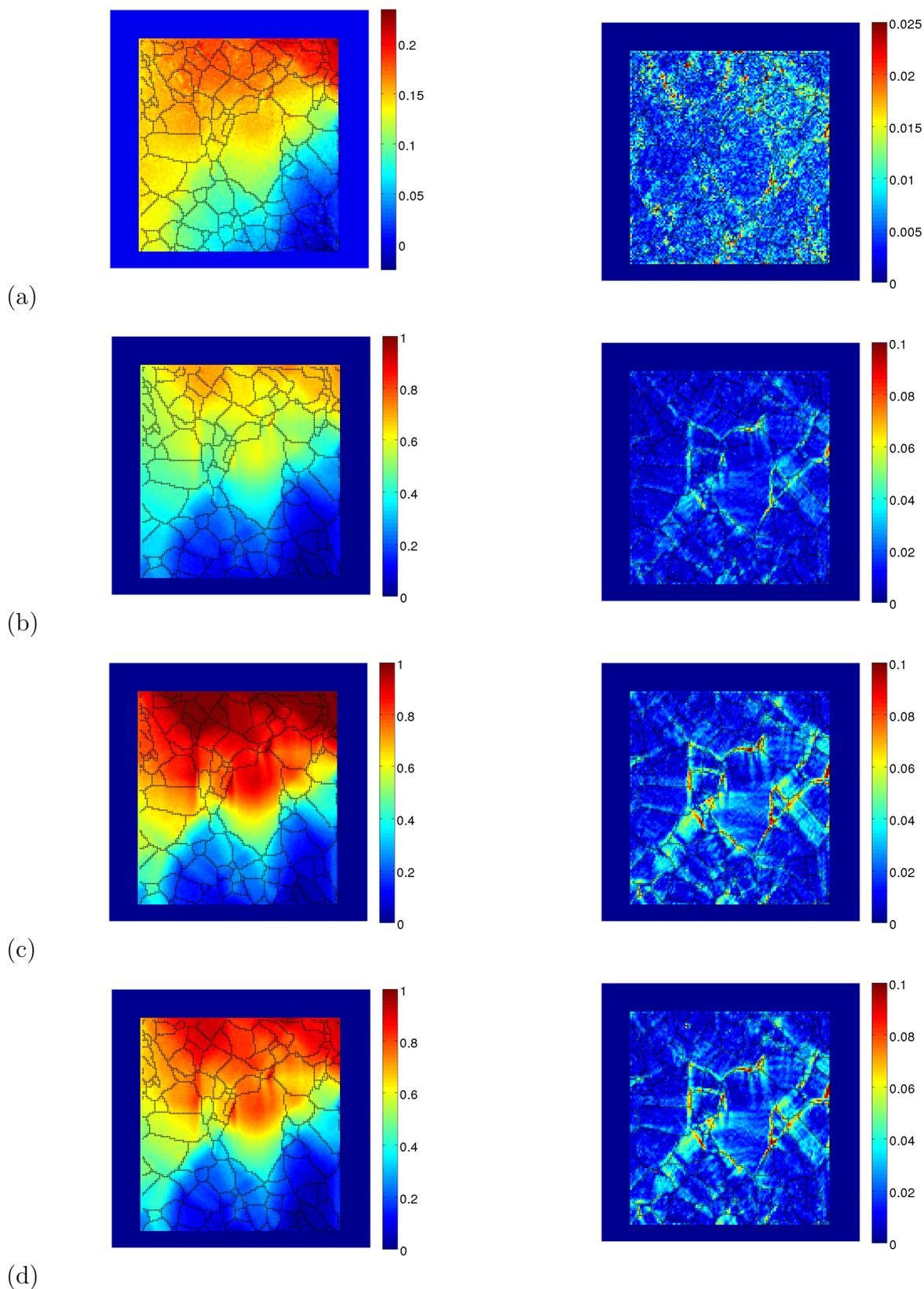


FIGURE 3.10 – A gauche, évolution des champs de déplacement verticaux en mm ; à droite, évolution des déformations équivalentes ; pour des valeurs  $\bar{\varepsilon}_{yy}$  de 0.18%, 0.79%, 1.23% (fin de charge), puis 1.05% (décharge). Attention au changement d'échelle entre (a) et (b). Echantillon #26.

ce qui équivaut à :

$$\varepsilon_{zz} \approx -(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}). \quad (3.18)$$

Par comparaison entre les figures 3.11 et 3.10(c-droite), on estime que la composante  $\varepsilon_{zz}$  est faible devant la déformation axiale  $\varepsilon_{yy}$ , et aussi bien moins hétérogène, mais non négligeable. En particulier on observe là encore un fort gradient sur certains joints de grain (au bord du gros grain central en particulier), qui peuvent donc induire des erreurs de mesure des déplacements plans (cf. section 2.5.8.4).

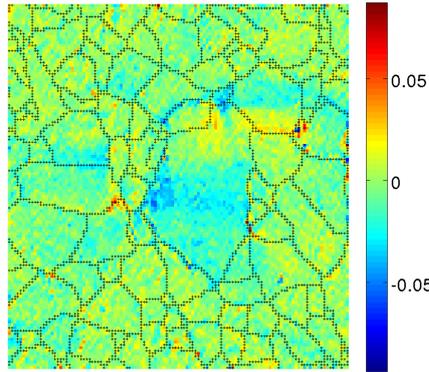


FIGURE 3.11 – Evaluation du champ de déformation  $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$ , pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = 1,23\%$ .

## 3.5 Analyse statistique des champs cinématiques

Dans cette section nous analysons les caractéristiques propres aux champs cinématiques obtenus par DIC. Les résultats statistiques liant ces champs avec la microstructure sous-jacente seront présentés dans la section suivante (3.6).

### 3.5.1 Evolution des champs de déplacement

Nous calculons tout d'abord les écart-types normalisés des champs de déplacement, toujours pour l'échantillon #26.

L'écart-type normalisé, représenté en figure 3.12, est défini par :

$$\sigma_n(X) = \frac{\sigma(X)}{\langle X \rangle} \quad (3.19)$$

avec  $\sigma$  l'écart-type,  $X = u$  ou  $X = v$ .

L'écart-type normalisé d'un champ de déplacement correspondant à une déformation uniforme serait  $\sigma_n(u) = k\bar{\varepsilon}_{xx}$ , avec  $k$  une constante.  $\sigma_n(v)$  serait alors une fonction linéaire de la déformation macroscopique.

Ici les écart-types normalisés de  $u$  et  $v$  augmentent avec la déformation de façon quasi linéaire, avec une pente plus forte pour la composante horizontale  $u$  du déplacement. Cela signifie que, pour cet échantillon, l'hétérogénéité de la composante horizontale du

déplacement croît plus rapidement que celle de la composante verticale. Cela est lié au fait que les conditions aux limites sur les bords droit et gauche (bords libres) ne sont pas les mêmes que les conditions aux limites sur les bords haut et bas (déplacements imposés). La plus grande liberté dans le sens horizontal permet le développement d'hétérogénéités de la composante horizontale  $u$  du champ de déplacement.

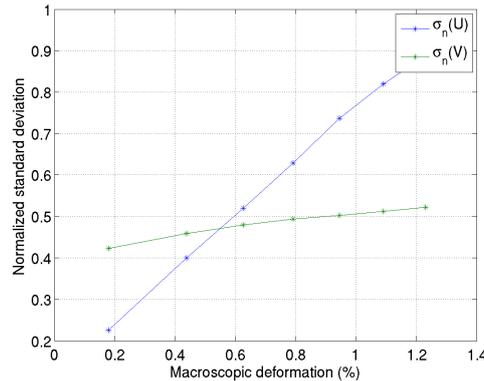


FIGURE 3.12 – Evolution de l'écart-type normalisé des champs de déplacement (composantes  $u$  et  $v$ ) ; échantillon #26.

### 3.5.2 Répartition et évolution des déformations

Nous nous intéressons maintenant à la distribution des champs de déformation, et à l'évolution de cette distribution au cours de l'essai (échantillon #26).

La répartition des différentes composantes de la déformation est donnée pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -1,2\%$  sur la figure 3.13). On observe des distributions non symétriques marquées pour les composantes  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ , et une allure gaussienne centrée pour la composante de cisaillement  $\varepsilon_{xy}$ . La présence de pixels ayant une déformation  $\varepsilon_{yy}$  positive indique que certaines zones, bien que soumises macroscopiquement à une compression dans cette direction, subissent localement une déformation de traction, en raison de fortes interactions intergranulaires.

La répartition de la déformation équivalente suit remarquablement bien une loi log-normale, comme on peut l'observer sur la figure 3.14(b). L'histogramme 3.14(a) présente les petites déformations obtenues par DIC à partir de deux images simultanées d'une éprouvette non déformée, et donc pour lesquelles on devrait obtenir une déformation nulle partout. Cet histogramme permet donc d'estimer la part du bruit dans l'histogramme (b), qui est donc non-négligeable, mais cependant faible. L'observation de ces distributions tout au long de l'essai (figure 3.14(c)) montre une répartition log-normale dont la queue vers les grandes déformations devient de plus en plus longue, ce qui signifie que les hétérogénéités de la déformation s'amplifient.

L'écart-type du champ de déformations équivalentes  $\sigma(\varepsilon_{eq})$  est croissant, comme mis en évidence sur la figure 3.15(a), qui indique que l'évolution de  $\sigma(\varepsilon_{eq})$  avec la déformation macroscopique est quasi-linéaire. La figure 3.15(b) représente l'écart-type normalisé des

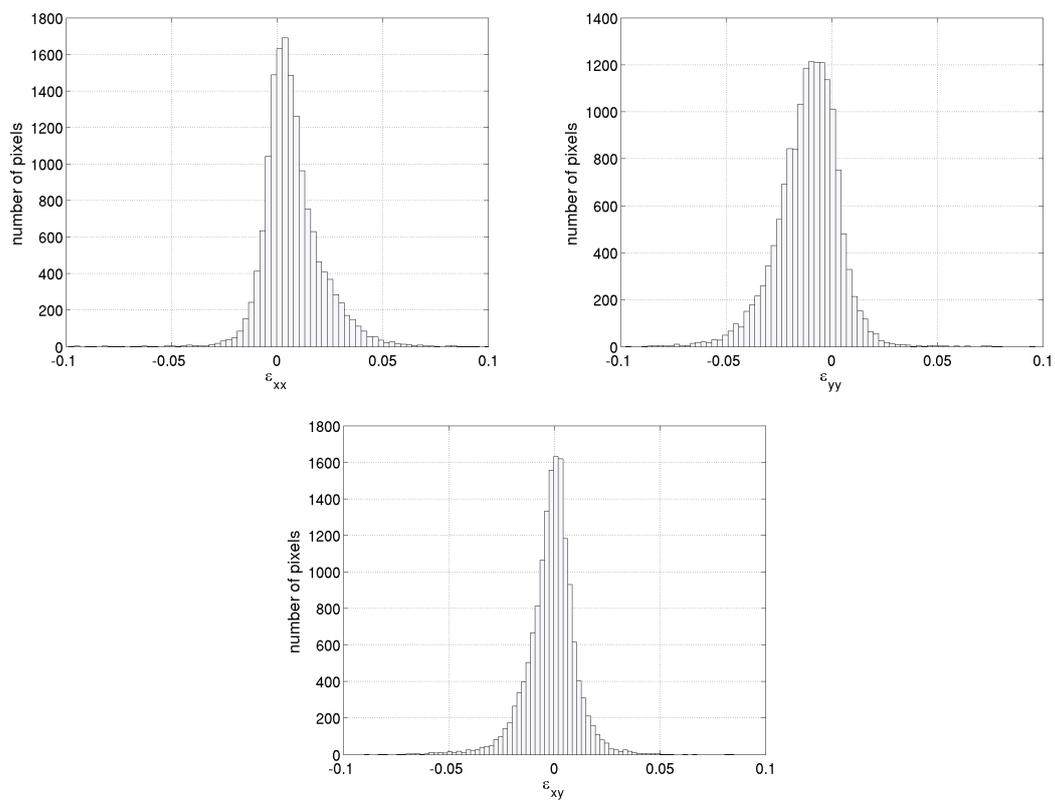


FIGURE 3.13 – Répartition des déformations : composantes individuelles pour une déformation macroscopique de 1,2% (échantillon #26)

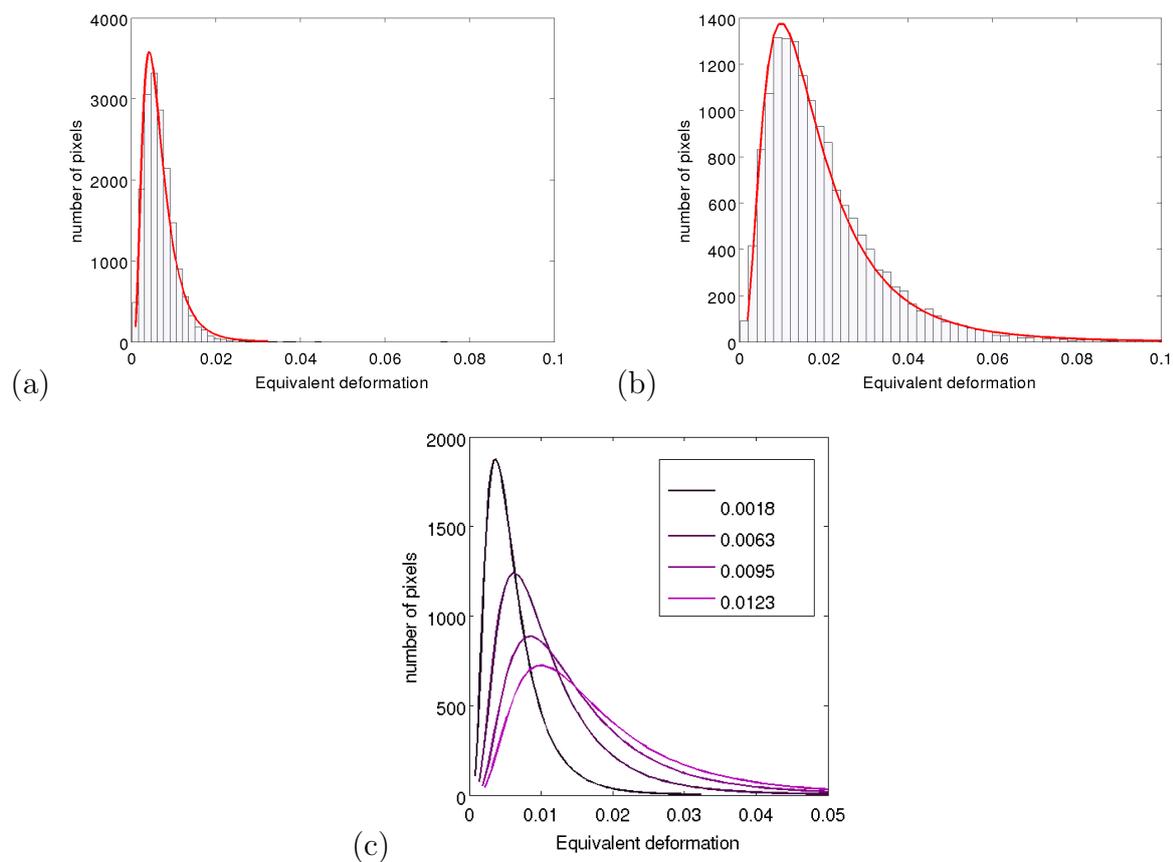


FIGURE 3.14 – Distribution des déformations équivalentes (histogramme sur mesures DIC, et fit par une loi log-normale) : (a) bruit de mesure, (b) pour une déformation macroscopique de 1,2%, (c) évolution de la répartition des déformations équivalentes : fit log-normal pour différentes valeurs de  $\bar{\epsilon}_{yy}$  (échantillon #26).

déformations équivalentes, défini par :

$$std_n(\varepsilon_{eq}) = \frac{\sigma(\varepsilon_{eq})}{\langle \varepsilon_{eq} \rangle} \quad (3.20)$$

où  $\sigma(\varepsilon_{eq})$  est l'écart-type des déformations équivalentes pour une déformation donnée, et  $\langle \varepsilon_{eq} \rangle$  la moyenne de la déformation équivalente ( $\neq \bar{\varepsilon}_{eq}$ , cf. section 2.5.4).

Le premier point correspondant à  $\bar{\varepsilon}_{yy} = 0.18\%$  est entaché d'une forte barre d'erreur du fait qu'à ce niveau de déformation, les champs de déformation sont très bruités et l'écart-type réel du champs de déformation est inférieur à l'écart-type lié au bruit de mesure, ce qui donne une sur-évaluation de l'écart-type normalisé.

On peut conclure que l'écart-type normalisé des déformations équivalentes augmente légèrement au cours de la déformation, jusqu'à 0.7 fois la déformation équivalente moyenne en fin de charge.

Là encore, cela permet de quantifier l'hétérogénéité du champs et son évolution, ici pour la déformation équivalente.

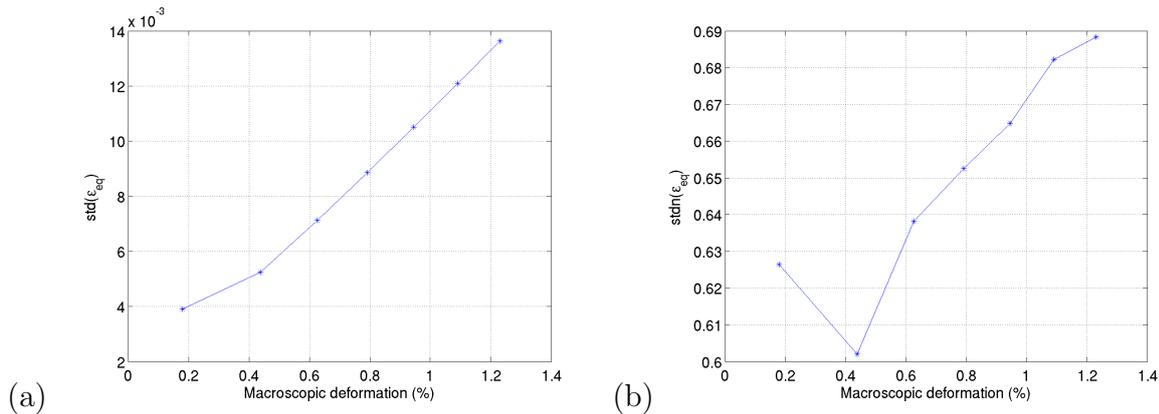


FIGURE 3.15 – (a) Evolution de l'écart-type des déformations équivalentes, (b) écart-type normalisé (échantillon #26).

### 3.5.3 Caractérisation de la localisation de la déformation

Afin de caractériser l'orientation statistique des bandes de localisation à l'échelle de l'échantillon, nous avons calculé la covariance du champs des déformations équivalentes, en suivant la méthode décrite dans [Doumalin et al., 2003]. L'étude en question porte sur un polycristal de zirconium et montre la localisation de la déformation sous forme de bandes de directions  $\pm 52^\circ$  par rapport à la direction de traction. Les travaux ultérieurs de [Dexet, 2006], sur un alliage de zirconium, aboutissent à des covariogrammes (images de la fonction d'autocorrélation) des déformations équivalentes qui présentent des motifs en croix, orientés à  $45^\circ$  pour les essais de traction,  $0^\circ$  pour les essais de torsion.

### 3.5.3.1 Fonction d'autocorrélation

La fonction d'autocorrélation, ou covariance normalisée est définie par :

$$C(\mathbf{h}) = \frac{\int_S \varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) \varepsilon_{eq}(\mathbf{x} + \mathbf{h}) dS}{\int_S \varepsilon_{eq}^2(\mathbf{x}) dS} \quad (3.21)$$

où  $S$  est la surface considérée, et  $\mathbf{x}$  et  $\mathbf{h}$  deux vecteurs position sur l'image. Cette fonction d'autocorrélation est calculée pour différentes directions du vecteur  $\mathbf{h}$ , l'angle par rapport à l'horizontale, noté  $\chi$ , variant entre  $-90^\circ$  et  $90^\circ$ , par pas de  $1^\circ$ . En notant  $C_\chi$  la fonction de corrélation d'une variable correspondant à une direction donnée du vecteur  $\mathbf{h}$ , le rayon d'autocorrélation  $r_\chi$  est défini pour une direction  $\chi$  par :

$$r_\chi = \text{Min}\{r \geq 0 \mid C_\chi(r) \leq C_\infty\} \quad (3.22)$$

où  $C_\infty$  est la valeur asymptotique de  $C_\chi$  pour de grandes valeurs de  $\|\mathbf{h}\|$ . Cette valeur  $C_\infty$  est indépendante de la direction  $\chi$ . Dans Doumalin et al. [2003], il est supposé que pour des valeurs de  $\|\mathbf{h}\|$  suffisamment grandes (supérieures aux dimensions de la surface considérée), les valeurs de déformation sur  $S$  et sur  $S_h$  (surface translatée de  $\mathbf{h}$ ) sont décorrélatées, ce qui entraîne que la moyenne du produit  $\varepsilon_{eq}(\mathbf{x})\varepsilon_{eq}(\mathbf{x} + \mathbf{h})$  sur  $S$  est égale au produit des moyennes sur  $S$  et  $S_h$  : pour  $\|\mathbf{h}\|$  grand,

$$\frac{1}{S} \int_S \varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) \varepsilon_{eq}(\mathbf{x} + \mathbf{h}) dS = \frac{1}{S} \int_S \varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) dS \cdot \frac{1}{S_h} \int_{S_h} \varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) dS.$$

Cette hypothèse implique, en partant de l'équation (3.21), l'expression suivante pour le calcul de  $C_\infty$  :

$$C_\infty = \frac{(1/S) \left( \int_S \varepsilon_{eq}(\mathbf{x}) dS \right)^2}{\int_S \varepsilon_{eq}^2(\mathbf{x}) dS}. \quad (3.23)$$

$C_\infty$  est donc égal au rapport du carré de la moyenne des déformations équivalentes sur la moyenne du carré sur la surface  $S$ , et représente une mesure de l'hétérogénéité de la déformation équivalente. Si la variance de la déformation équivalente est nulle, alors  $C_\infty = 1$ , et plus les hétérogénéités augmentent, plus  $C_\infty$  diminue.

En pratique, le calcul de la fonction d'autocorrélation 2D s'effectue par transformée de Fourier, puis transformée inverse du module au carré de la transformée (théorème de Wiener-Khintchine). L'utilisation de transformées de Fourier sous-entend une périodicité du champ des déformations. Ce problème est important dans le cas de nos images qui n'ont initialement qu'une centaine de pixels de longueur.

Nous avons donc effectué une opération de padding, avec différents paramètres. Le padding consiste à étendre le champ de déformation mesuré avec des marges de valeur constante égale au champ moyen. Si  $(d_1, d_2)$  sont les dimensions en pixels de la matrice des  $\varepsilon_{eq}$ , alors le padding de paramètre  $pad$  agrandit l'image initiale à la taille  $(pad \times d_1, pad \times d_2)$  (en pixels). Il n'y a donc pas de padding lorsque  $pad = 1$ . On fait l'hypothèse que l'on peut appliquer l'équation (3.23) sur nos champs de déformations agrandis par padding.

### 3.5.3.2 Autocorrélation des champs de déformation

Sur la figure 3.16, on visualise, pour trois échantillons, les déformations équivalentes à un stade de déformation donné (1ère colonne), la fonction d'autocorrélation calculée avec  $pad = 2$  (2e colonne), et les rayons d'autocorrélation correspondants avec ou sans padding (3e colonne), en fonction de l'angle du profil analysé. Cet angle orienté est mesuré par rapport à l'horizontale sur la moitié droite de l'image dans le sens trigonométrique. La plage angulaire considérée peut se limiter à un secteur de  $180^\circ$ , en raison de la symétrie de la fonction d'autocorrélation par rapport au point central. Des essais avec des padding plus larges ont été réalisés, mais les courbes obtenues pour  $pad = 3$  et  $pad = 2$  se superposent presque parfaitement, donc un padding plus large est ici inutile. On peut remarquer que certaines valeurs de rayons d'autocorrélation manquent sur les courbes sans padding (figure 3.16). Cela est le cas pour certaines valeurs de  $\chi$  ( $-60^\circ$  pour l'échantillon #27 par exemple) lorsque le profil d'autocorrélation ne coupe pas l'asymptote horizontale d'ordonnée  $C_\infty$ , ce qui signifie que le rayon d'autocorrélation serait supérieur à la taille de l'échantillon. En effectuant le calcul avec padding, grâce à l'augmentation artificielle des dimensions de la fonction d'autocorrélation qui en dérive, on parvient à une valeur pour ce rayon, qui est d'ailleurs inférieur au rayon calculé sans padding (tableau 3.4). On estime que les rayons calculés avec padding sont généralement plus proches de la longueur réelle des bandes que les rayons calculés sans padding. Les images présentées par la suite correspondent donc au paramètre de padding  $pad = 2$ , qui semble approprié à une bonne analyse qualitative.

Echantillon	16	18	19	22	26	27
$l$ (mm)	6.6	4.8	1.7	6.1	5.1	4.6
$\chi_m$	$-67^\circ$	$-35^\circ$	$-35^\circ$	$57^\circ$	$52^\circ$	$-63^\circ$
$R_1$		40	95		70	$> 90$
$R_2$	32	70	80	20	40	80

TABLE 3.4 – Pour différents échantillons, de longueur moyenne des grains  $\bar{l}$ , maxima des rayons d'autocorrélation calculés avec padding ( $R_2$ ) ou sans padding ( $R_1$ ) (certaines valeurs non calculées), en fin de charge. Les orientations correspondantes sont notées  $\chi_m$ .

Les champs de déformation présentent tous des hétérogénéités sous forme de bandes dans des directions plus ou moins rectilignes, et on retrouve les directions les plus nettes sur les images d'autocorrélation.

La carte de déformations #19 a un grand rayon d'autocorrélation pour des valeurs de  $\chi$  entre  $-45$  et  $-30^\circ$ , allant jusqu'à 90 mm, avec deux pics distincts correspondants à des orientations proches. La longueur très supérieure de ces bandes observée dans le cas de l'échantillon #19 semble liée à la configuration particulière de cette microstructure (voir figure B.6) où on peut observer une orientation particulière des grains favorisant un chemin de déformation dans la direction  $\chi = -35^\circ$ . Les autres microstructures ont également chacune leur particularité, permettant d'expliquer la formation des chemins de déformation.

La carte de déformations #26 montre aussi plusieurs directions privilégiées, et notamment une bande proche de  $52^\circ$ . Là encore on a un intervalle large sur lequel le rayon d'auto-

corrélation est fort : supérieur à 40 mm entre 0 et 25°. Cela s'explique par la présence de larges bandes de fortes déformations peu inclinées par rapport à l'horizontale.

La carte de déformations #27 présente une bande prépondérante inclinée à  $-60^\circ$ , que l'on retrouve bien sur les courbes de rayon. La longueur de cette bande est estimée à 80 mm, ce qui correspond effectivement à sa longueur réelle sur la carte des déformations.

Toutefois, ces courbes sont bruitées, certains pics sont sur- ou sous-évalués. L'observation des courbes de profils de la fonction d'autocorrélation (figure 3.17) permet de comprendre ces incertitudes.

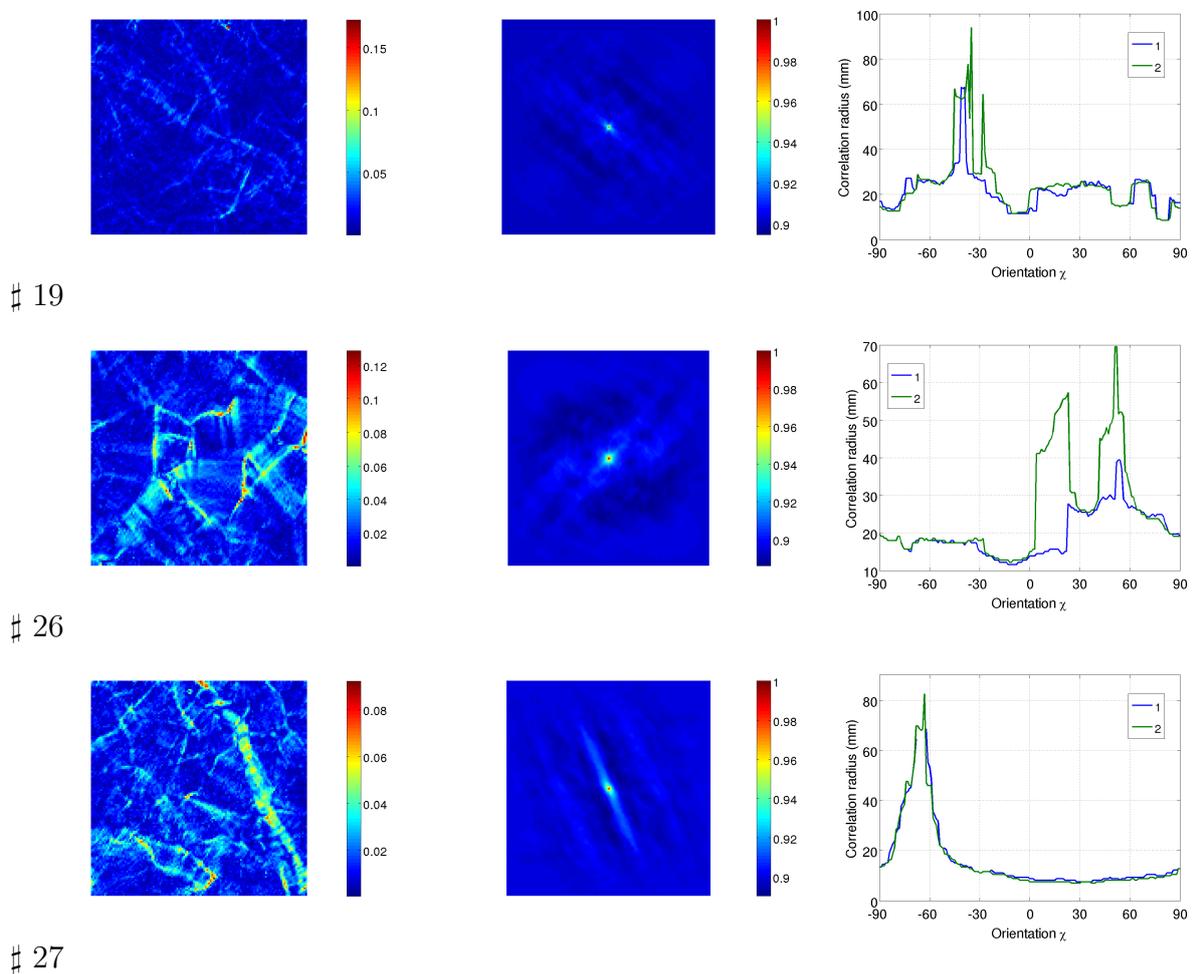


FIGURE 3.16 – (Gauche) Champ des déformations équivalentes observé; (milieu) fonction d'autocorrélation du champ avec padding ( $pad = 2$ ), attention ces images sont à l'échelle 1/2 par rapport aux champs de déformation; (droite) rayons d'autocorrélation correspondants en fonction de l'angle du profil, sans padding (1) ou avec  $pad = 2$  (2); échantillons # 19 pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = 0.71\%$ ; # 26 pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = 1.23\%$ ; # 27 pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = 0.85\%$

### 3.5.3.3 Profils d'autocorrélation : évolution avec la déformation

Les profils (figure 3.17) sont obtenus pour des directions particulières  $\chi$  correspondant au maximum du rayon d'autocorrélation (différents échantillons et différentes valeurs de déformation). Les asymptotes tracées ont pour équation  $y = C_\infty$ , sachant que la valeur de  $C_\infty$  diminue avec la déformation en raison de l'augmentation de l'hétérogénéité de la déformation. Ces profils permettent de comprendre comment le rayon d'autocorrélation est déterminé, ainsi que les incertitudes associées.

Les pics de corrélation sont observés pour des valeurs d'angles qui peuvent varier avec la déformation. Cela pourrait correspondre au fait que certaines bandes de localisation prennent plus d'importance que d'autre au cours de la déformation, ou alors la mesure effectuée manque de stabilité. Les rayons d'autocorrélation sont estimés à partir des intersections entre courbes et droites correspondantes  $y = C_\infty$ . On peut observer une forte décroissance de la fonction d'autocorrélation sur les profils présentés pour les faibles valeurs de  $\|\mathbf{h}\|$ , puis une valeur faiblement décroissante avec des fluctuations (figure 3.17). Il en résulte que le manque de précision dans les mesures des rayons d'autocorrélation. Comme on l'a vu précédemment, les rayons d'autocorrélation varient d'un échantillon à l'autre, mais on voit ici qu'ils varient aussi au cours de la déformation, avec une tendance à la hausse, correspondant à un allongement des bandes de localisation.

En conclusion, les directions des bandes de localisation sont donc assez variables selon la microstructure étudiée, mais on retrouve pour tous les échantillons une distance de corrélation de plusieurs fois - parfois jusqu'à 10 fois - la taille moyenne du grain. Cela implique l'existence de corrélation à grande distance dans le polycristal. On remarque également que ces distances de corrélations sont du même ordre de grandeur que la taille des échantillons.

Ces observations mettent en évidence le fait que nos échantillons ne forment pas de VER au regard des hétérogénéités de la déformation dans les conditions de nos essais.

### 3.5.3.4 Mesures de portée intégrale

La notion de portée intégrale, qui a attiré notre attention, est beaucoup utilisée dans les travaux de morphologie mathématique ou caractérisation de textures [Laurenge and Jeulin, 1995]. La portée intégrale d'un profil d'autocorrélation  $A_\chi(x)$  est définie selon l'équation suivante :

$$\frac{1}{2} \cdot p_{int}(\chi) = \int_0^{+\infty} (A_\chi(x) - C_\infty) dx. \quad (3.24)$$

Géométriquement, cette portée correspond à l'abscisse du point M sur la droite  $y = C_\infty$  tel que l'aire du triangle MOJ (O est l'origine du repère, J le point de coordonnées (0,1)) soit égale à l'aire entre la courbe et la droite  $y = C_\infty$  (comptée négativement quand la courbe est en dessous). La portée intégrale est donc un autre moyen de mesurer une valeur d'autocorrélation pour une fonction (profil), moins dépendante des fluctuations de cette fonction. On présente en figure 3.18 les courbes d'évolution du rayon d'autocorrélation et de la portée intégrale au cours de la déformation, pour l'échantillon #26. On remarque une plus grande stabilité, au cours de la déformation, des variations de la portée intégrale, par rapport aux variations du rayon d'autocorrélation. On remarque que cette portée intégrale présente des maxima locaux pour des orientations diverses ( $-60^\circ$ ,  $0^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $50^\circ$ ,  $90^\circ$ ), qui ne sont pas toujours identiques aux maxima du rayon d'autocorrélation. De plus, les valeurs

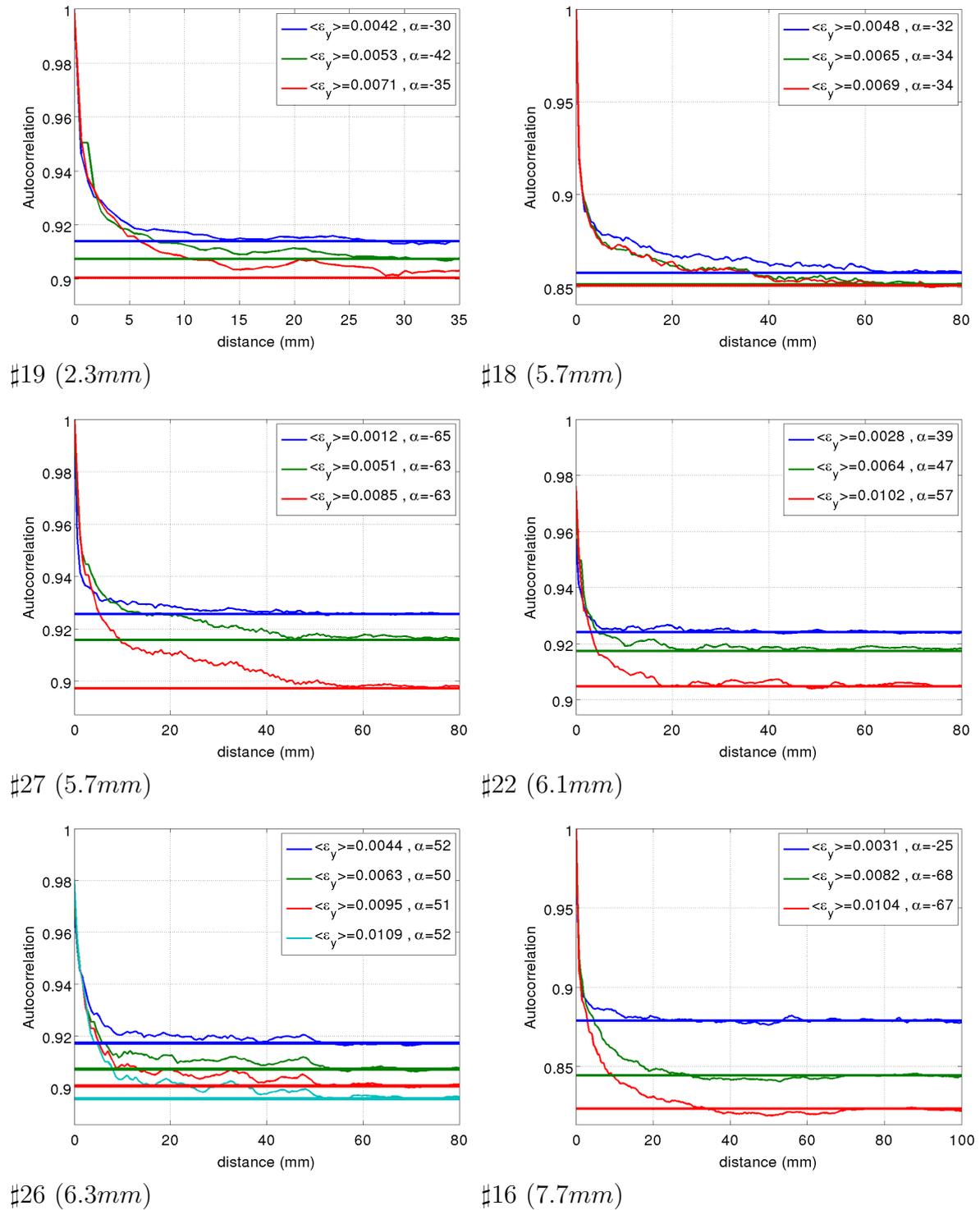


FIGURE 3.17 – Profils correspondants à la direction du maximum de l'autocorrélation (angle  $\chi = \alpha$ ), et leur évolution avec la déformation.

de portées intégrales sont beaucoup plus faible que les valeurs de rayons d'autocorrélation. La forte concavité des courbes de profils (figure 3.17) explique ce résultat.

Il semble donc que les mesures de portée intégrale permettent d'observer qualitativement l'évolution des distances de corrélation sur les champs de déformation, avec moins d'incertitudes que les mesures de rayons d'autocorrélation. Cependant, les valeurs de portée intégrale ne peuvent pas être directement comparées aux longueurs de bandes de localisation sur les champs de déformation équivalente.

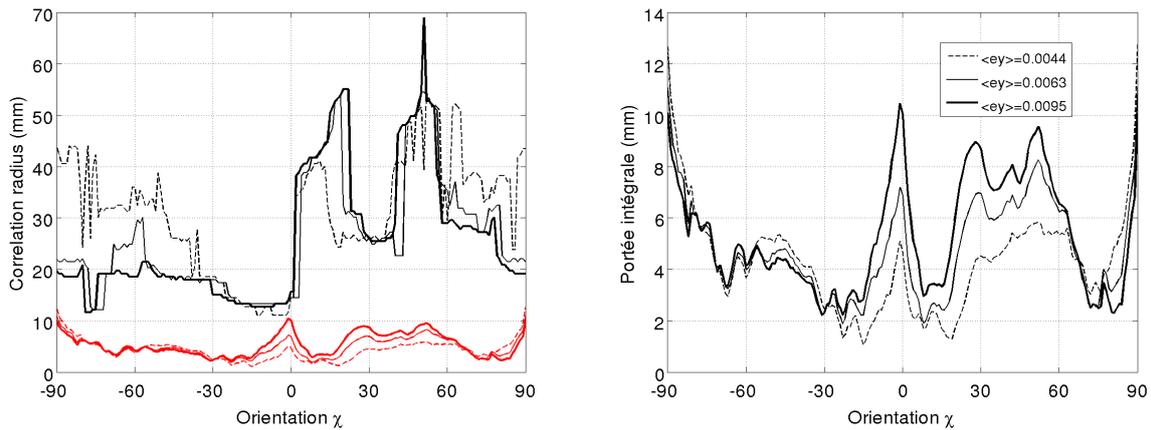


FIGURE 3.18 – Rayon d'autocorrélation (à gauche en noir) et portée intégrale (à gauche en rouge et à droite avec une échelle dilatée) en fonction de  $\chi$ . Echantillon #26, pour plusieurs valeurs de déformation :  $\bar{\epsilon}_{yy} = 0.44\%$ ,  $0.63\%$  et  $0.95\%$

## 3.6 Relation avec la microstructure

L'utilisation combinée des données de microstructure (morphologie et texture cristallographique) et des résultats issus de la corrélation d'images permet d'étudier le lien entre déformation et orientation cristalline. La superposition des cartes de déformations avec la microstructure est réalisée avec une précision d'environ 0,5mm (procédure explicitée en section 2.2.6). L'objectif ici est de faire le lien entre la localisation de la déformation et la microstructure.

### 3.6.1 Localisation aux joints de grains

On a vu qualitativement en section 3.4 que les zones de fortes déformations se concentraient souvent proche des joints de grain. Une analyse quantitative de la répartition des déformations locales est effectuée ici, en comparant le niveau de déformation d'un pixel avec sa distance aux joints de grains, définie comme la plus courte distance entre la position du pixel observé et l'ensemble des pixels situés sur un joint de grain (figure 3.19(a)). Cette analyse est possible sans ambiguïté grâce à la structure colonnaire des échantillons avec des joints perpendiculaires à la surface d'observation, ce qui permet le calcul de distances par une simple recherche de minimum en deux dimensions. Ce n'est pas le cas

pour des microstructures 3D.

Les résultats pour l'échantillon #26 sont indiqués figure 3.19, pour trois niveaux de déformation macroscopique. Comme on pouvait s'y attendre, les plus fortes déformations ont lieu près des joints de grains, et c'est aussi là que l'amplitude de variation des déformations est la plus grande. On remarque également que tous les joints de grains ne sont pas le lieu de fortes déformations. On observe sur cette figure un léger changement de forme du nuage de points au cours de la formation : l'amplitude des déformations pour les petites distances augmente légèrement avec la déformation. La tendance globale des nuages à tous les stades de la déformation est une légère diminution des valeurs moyennes de déformations équivalentes lorsque la distance aux joints de grains augmente. Les pentes des droites de régression linéaire croissent en valeur absolue de  $3 \times 10^{-4} \text{ mm}^{-1}$  à  $7 \times 10^{-4} \text{ mm}^{-1}$  entre les figures 3.19 (b) et (d), ce qui indique un lien grandissant entre distance aux joints de grains et déformation durant l'essai.

Nous avons mentionné dans ce qui précède le fait que l'échantillon n'était probablement pas de taille suffisante pour pouvoir être considéré comme un VER. Nous avons donc réalisé des moyennes d'ensemble. La figure 3.20, qui regroupe cinq échantillons ayant des tailles de grains variées, donne un aperçu plus statistique de la déformation en fonction de la distance aux joints de grains. On retrouve des résultats similaires à ceux de la figure 3.21. La pente de la droite de régression indique globalement sur les 5 échantillons traités, pour une déformation macroscopique proche de 1%, une décroissance moyenne de la déformation équivalente de  $-7 \times 10^{-4} \text{ mm}^{-1}$  par rapport à la distance aux joints de grains.

### 3.6.2 Relation entre facteur de Schmid et déformation locale

Toutes les cartes de déformation, sur lesquelles on superpose la microstructure (contours de grains) de la lame avant déformation, sont observées en parallèle avec la cartographie des facteurs de Schmid, ce qui permet de visualiser des corrélations éventuelles. Contrairement aux idées intuitives, on observe sur la figure 3.21 que les grains à fort facteur de Schmid ne se déforment pas nécessairement plus que certains grains à faible facteur de Schmid. Inversement, certains grains à faible facteur de Schmid présentent des déformations importantes. La localisation des fortes déformations semble être plus liée aux interactions entre grains d'orientations différentes.

Sur la figure 3.22(a), nous avons tracé, pixel par pixel, la correspondance entre le facteur de Schmid et la déformation équivalente locale. Les nuages de points sont obtenus en considérant tous les pixels de l'image des déformations équivalentes normalisées, superposée avec la cartographie des facteurs de Schmid moyennés par grain (cf. section 2.2.9). On a vu dans la section précédente que les joints de grains sont souvent le lieu de déformations équivalentes fortes. Or, l'incertitude associée à la superposition de la microstructure mesurée par l'AITA et le champ de déformation mesuré par DIC (cf. section 2.2.6) entraîne ici une difficulté : il n'est parfois pas possible de déterminer à quel grain appartient un pixel proche d'un joint. Dans l'étude statistique qui suit, aucune valeur d'orientation n'a donc été attribuée sur les zones à cheval sur un joint de grain. Cela évite d'obtenir des pixels "mauvais" dont on n'est pas certain de l'orientation. Cette procédure fausse un peu les résultats qui suivent, les fortes déformations proches des

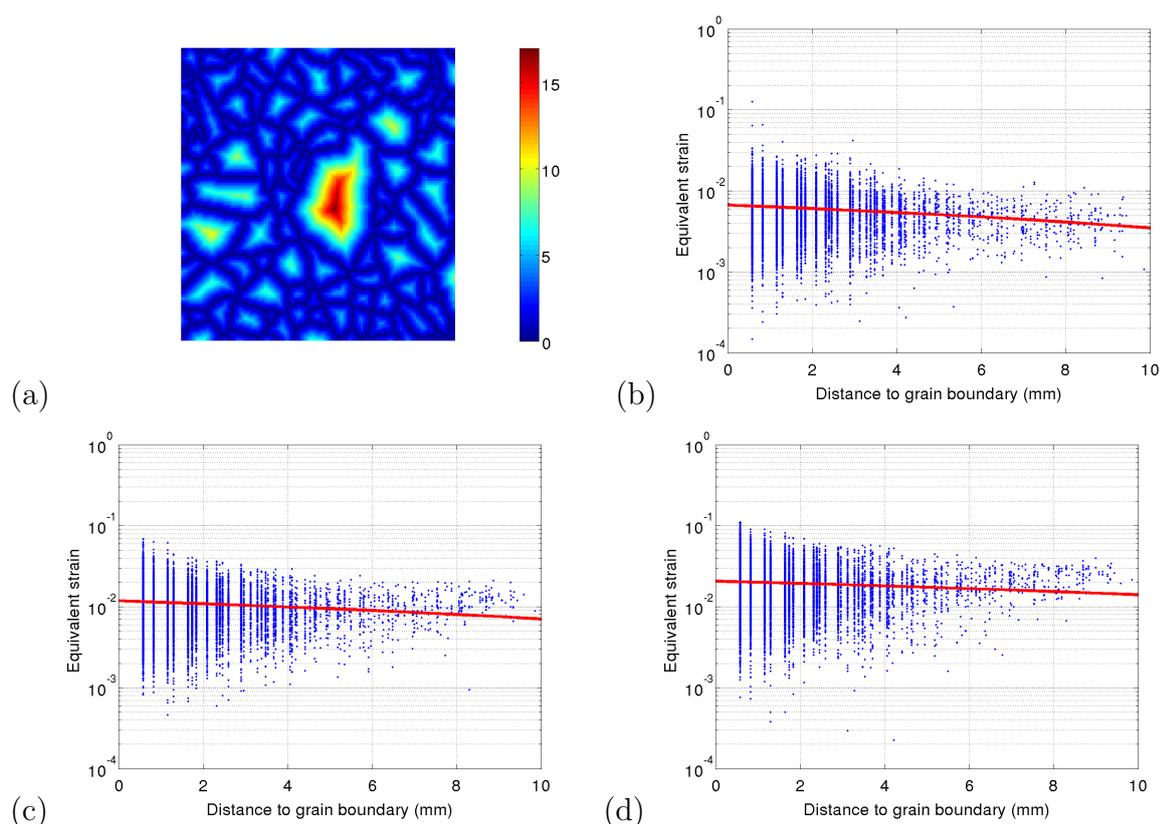


FIGURE 3.19 – Echantillon #26 : Cartographie des distances aux joints de grains en pixels ( $p = n = 10$  pixels, la taille du pixel est de 0.58 mm (a) ; déformations équivalentes en fonction de la distance aux joints de grains en pixels, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.17\%$  (b),  $-0.44\%$  (c),  $-1.23\%$  (d). La taille moyenne du grain est  $\bar{l} = 5.1$  mm. Chaque point représente un pixel de l'image. Les courbes rouges (droites en repère cartésien) sont obtenues par régression linéaire sur tous les points représentés.

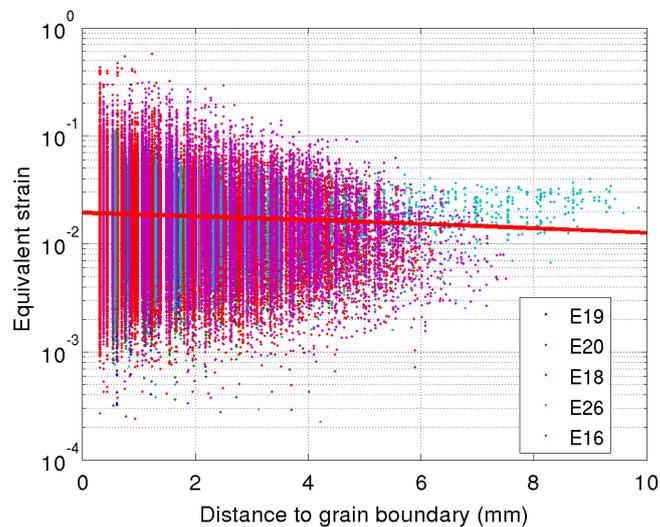


FIGURE 3.20 – Déformations équivalentes en fonction de la distance aux joints de grains, pour un ensemble de 5 échantillons. Les niveaux de déformation correspondants sont :  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.76\%$  (#19) /  $-0.70\%$  (#20) /  $-0.83\%$  (#18) /  $-1.14\%$  (#26) /  $-1.00\%$  (#16). La courbe est obtenue par régression linéaire sur tous les points représentés.

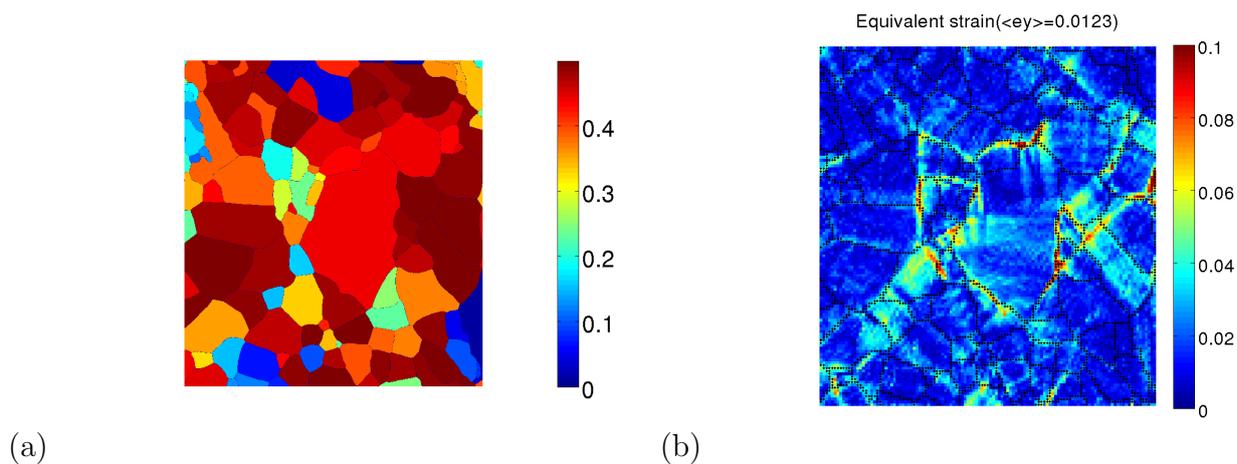


FIGURE 3.21 – Comparaison des déformations équivalentes (b) avec le facteur de Schmid (a), en fin de déformation :  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -1.23\%$ . Echantillon #26.

jointes de grains étant sous-représentées.

Tout comme dans la section précédente (localisation aux joints de grains), nous avons effectué des moyennes d'ensembles et calculé une tendance sur un ensemble d'échantillons de façon à vérifier ce résultat. La figure 3.22(b) donne un aperçu statistique des déformations locales en fonction du facteur de Schmid sur cet ensemble de cinq échantillons. On observe des "barres" verticales de pixels (pixels à facteur de Schmid constant) qui représentent chacune un grain de l'échantillon. Le repère semi-logarithmique permet de mieux visualiser la grande hétérogénéité des déformations présente au sein de chacun des grains. On voit qu'un grain à faible facteur de Schmid peut se déformer localement plus fortement qu'un grain à fort facteur de Schmid. Le coefficient de corrélation linéaire de ce nuage de point, que ce soit en repère normal ou semi-logarithmique, est d'ailleurs très faible (inférieur à 0,2), ce qui montre que, même si la droite de régression a une pente positive sur l'ensemble des cinq échantillons, la corrélation linéaire entre facteur de Schmid et déformation locale (ou entre facteur de Schmid et logarithme de la déformation) est très faible. Cela traduit la grande dispersion des points du nuage. On retrouve un résultat similaire à celui de la figure 3.22(a).

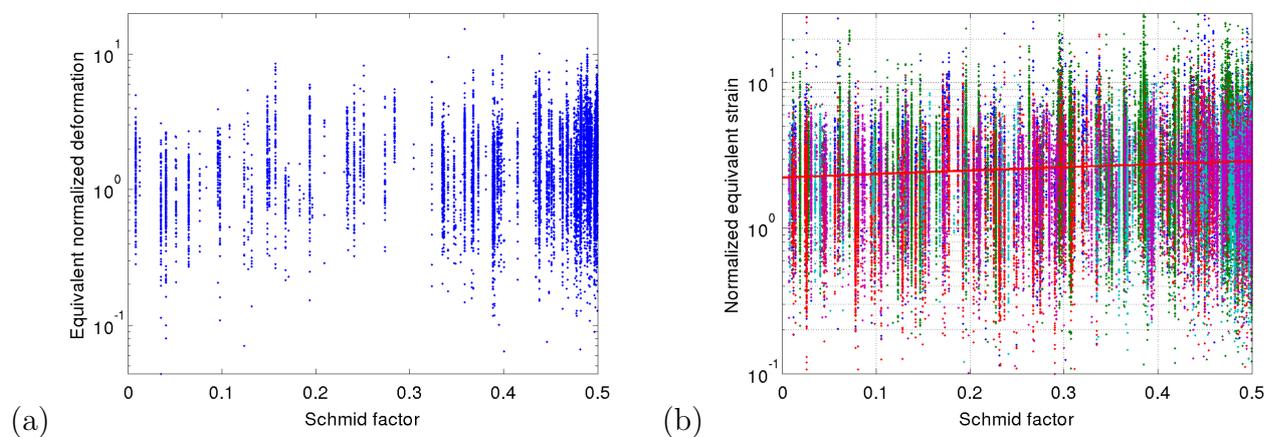


FIGURE 3.22 – Correspondance à l'échelle du pixel entre le facteur de Schmid et la déformation équivalente normalisée (a) échantillon #26 en fin de charge :  $\langle \bar{\epsilon}_{yy} \rangle = -1,23\%$ , (b) ensemble de 5 échantillons (#16,18,20,26,27) pour  $\langle \bar{\epsilon}_{yy} \rangle = -0,3\% \pm 0,02\%$ ; la pente de la droite de régression linéaire par moindres carrés est 1.3

On peut donc constater que l'hypothèse sous-jacente à la borne de Reuss (contrainte homogène) attribuant de fortes déformations aux grains à fort facteur de Schmid n'est pas bonne.

## 3.7 Analyse locale des champs de déformation et des désorientations cristallines

L'expression des déformations dans le repère cristallographique, en comparaison avec les distorsions de réseau mesurées par l'analyseur, a pour objectif de déterminer quelle(s) composante(s) de la déformation est reliée aux bandes de distorsions, et donc de comprendre l'origine mécanique, et même physique (au niveau des dislocations) de ces distorsions de réseau.

Les précédents travaux réalisés sur la glace (voir section 1.4.3) ont permis de caractériser les désorientations granulaires. On observe sur la glace essentiellement deux types de bandes de localisation de la déformation : les bandes en genou, aussi appelées kink bands, correspondant à une double rotation de l'axe  $\mathbf{c}$  le long d'une bande, et les bandes de cisaillement, correspondant à un glissement des plans de base les uns sur les autres, sans rotation de l'axe  $\mathbf{c}$  [Mansuy, 2001, Montagnat et al., 2011]. Ces travaux ont permis de visualiser par des moyens optiques les résultats de la localisation de la déformation d'un point de vue cristallographique (désorientation de réseau, mouvement des dislocations), mais pas directement les champs de déformation responsables de l'apparition de ces désorientations localisées. Nous sommes capables maintenant, grâce à l'utilisation de la corrélation d'image, de faire le lien direct entre ces bandes de désorientations et les zones de localisation de la déformation.

### 3.7.1 Interprétation des composantes du gradient de déplacement dans le repère cristallographique

Le repère local associé à un grain du polycristal est un repère orthonormal direct dont l'axe ( $Oz$ ) coïncide avec l'axe  $\mathbf{c}$  du grain (repère cristallographique). Il est tel que l'axe ( $Ox$ ) est dans le plan de l'échantillon (voir annexe section A.1.4). Le passage du repère de l'échantillon au repère local est explicité dans l'annexe A.2. Il s'effectue en utilisant les angles d'Euler (figure 3.23). On notera  $*^{loc}$  toute composante dans le repère local lié au grain considéré.

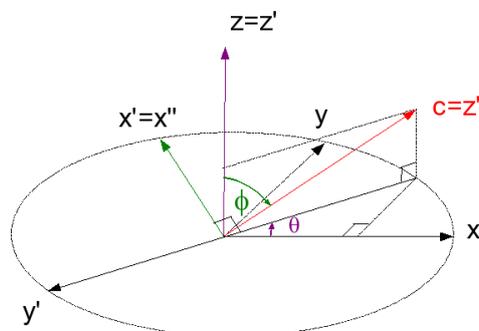


FIGURE 3.23 – Changement de repère et angles d'Euler associés.

En travaillant dans ce repère, on peut distinguer plusieurs types de gradients de déplacement au niveau des plans cristallins (figure 3.24) :

- Les gradients conduisant à des *bandes en genou*, ou kink bands, bandes de distorsion visibles sur les analyses d’orientation cristalline des lames minces, car elles correspondent à une rotation locale (le long de la bande) des axes  $\mathbf{c}$  d’un grain.
- Les gradients conduisant à des *bandes de cisaillement* ou shear bands, par glissement antiplan : les plans de base glissent les uns sur les autres. Ces bandes ne correspondant pas à une rotation cristalline des axes  $\mathbf{c}$ , elles ne sont pas visibles sur les résultats d’analyse des lames minces par l’analyseur optique.

Ces deux types de bandes de localisation sont visibles sur les cartes de déformation par DIC, et sont le résultat d’un glissement basal fort dans les cristaux de glace (figure 3.24).

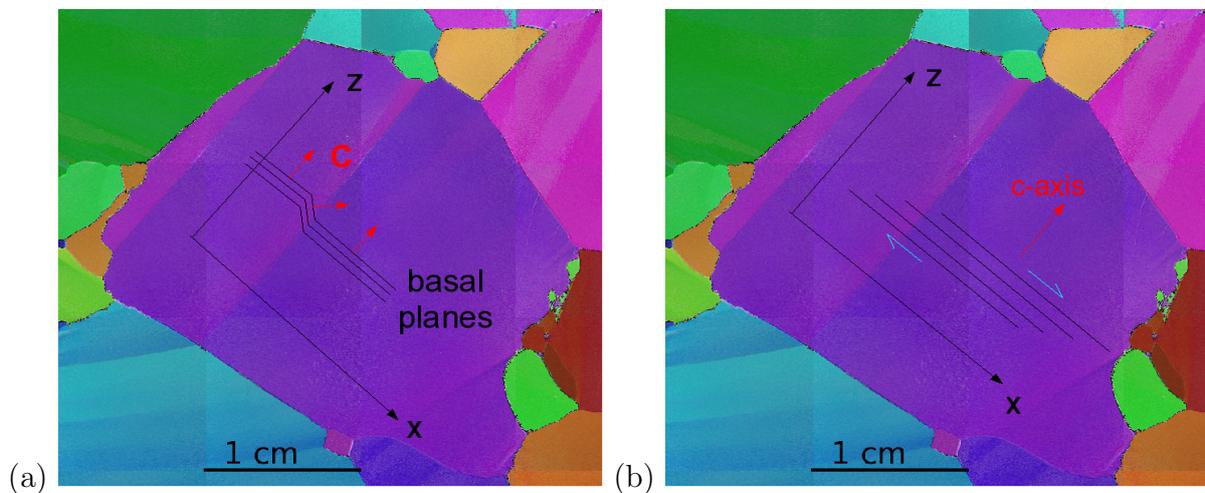


FIGURE 3.24 – (a) Bandes en genou et (b) bandes de cisaillement, dans le repère cristallin local. L’image est extraite d’une analyse de lame mince après déformation (échantillon #11,  $\bar{\epsilon}_{yy} = -1.3\%$ ), une variation de couleur correspond donc à une désorientation de l’axe  $\mathbf{c}$ .

Les bandes en genou correspondent à une variation, dans le repère local, de la dérivée partielle  $\frac{\partial u_z^{loc}}{\partial x^{loc}}$  pour une rotation de l’axe  $\mathbf{c}$  autour de  $(Oy^{loc})$ , ou bien  $\frac{\partial u_z^{loc}}{\partial y^{loc}}$  pour une rotation autour de  $(Ox^{loc})$ . Ces deux composantes de rotations sont en général présentes en même temps, ce que l’on peut vérifier en regardant les variations d’azimuth *et* de colatitude au niveau d’une bande (figure 3.25).

Un exemple de bande en genou est présenté en figure 3.25 sur un grain de l’échantillon #18 (mesures issues de l’analyseur) après  $\approx 1\%$  de déformation. La bande en genou correspond ici à une variation d’azimuth de l’ordre de  $5^\circ$  (image (c)), ce qui est une désorientation importante, qui s’étale sur une largeur d’environ 50 pixels, soit 2mm. Ce grain a une colatitude moyenne de  $101^\circ$ , un azimuth moyen de  $94^\circ$ , et donc un facteur de Schmid plutôt faible d’environ 0.2. Les bandes en genou peuvent se former dans tout type de grains, quelque soit l’orientation ; elles sont plus le résultat d’une configuration de voisinages : on peut observer sur l’image (f) que la ligne de changement d’orientation la plus nette est initiée en haut sur un joint triple.

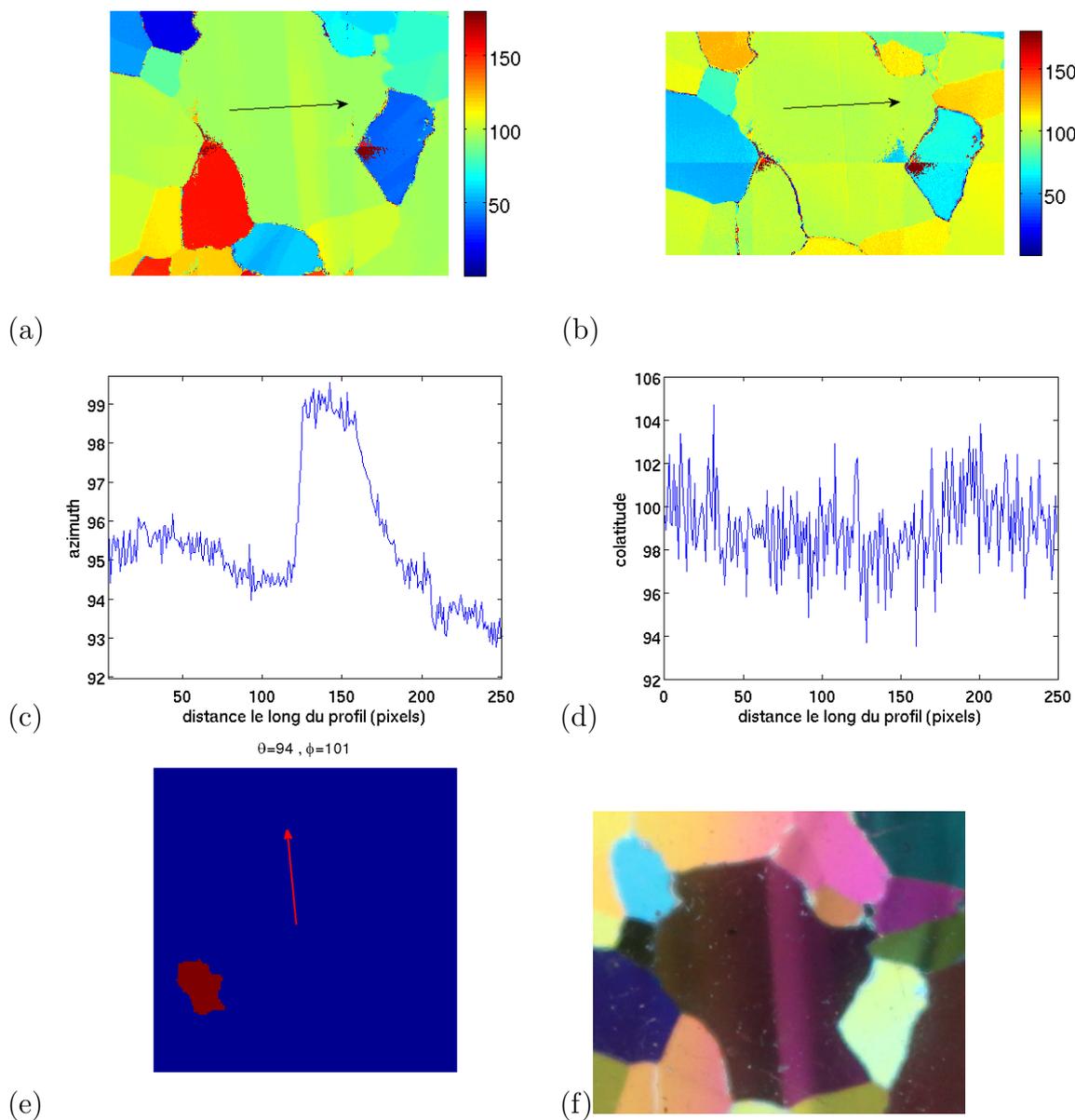


FIGURE 3.25 – Échantillon #18. Cartographies de (a) l'azimuth, (b) la colatitude, (c-d) Profils sur l'azimuth et la colatitude, suivant la flèche indiquée sur les images a-b, (e) visualisation du grain dans l'échantillon, la flèche indiquant la direction de son axe  $c$ , (f) image du grain (zoom) sous lumière polarisée après déformation.

Les bandes de cisaillement, qui ne sont pas visibles à l'aide de l'analyseur, correspondent à une variation dans le repère local de la dérivée partielle  $\frac{\partial u_x^{loc}}{\partial z^{loc}}$  lorsque le glissement a lieu dans la direction  $(Ox^{loc})$ , ou  $\frac{\partial u_y^{loc}}{\partial z^{loc}}$  lorsque le glissement a lieu dans la direction  $(Oy^{loc})$  (hors plan).

Nous analysons dans la section suivante s'il est possible de calculer ces composantes du gradient de déplacement dans le repère local sans disposer de la mesure du déplacement hors plan.

### 3.7.2 Calcul des gradients de déplacement dans le repère cristallographique

Nous cherchons donc à exprimer dans le repère cristallographique (ou local) les gradients de déplacement qui sont mesurés par DIC dans le repère de l'échantillon.

La difficulté de ce changement de repère est liée à la méconnaissance du déplacement hors-plan dans le repère de l'échantillon. Cela conduit à des approximations dans les calculs des gradients de déplacements locaux. Ce point est détaillé dans ce qui suit.

On rappelle tout d'abord les relations de changement de repère pour les déplacements  $u_i$  et les déformations  $\varepsilon_{ij}$  (annexe A.2.2) :

$$u_i^{loc} = Q_{ij}u_j \quad (3.25)$$

$$\varepsilon_{ij}^{loc} = Q_{im}Q_{jn}\varepsilon_{mn} \quad (3.26)$$

avec  $Q$  la matrice de changement de repère :

$$Q = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 \cos \phi & \cos \varphi_1 \cos \phi & \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{pmatrix} \quad (3.27)$$

où les angles  $\varphi_1$  et  $\phi$  désignent les angles d'Euler correspondant au passage dans le repère local. On rappelle que le deuxième angle d'Euler est égal à la colatitude  $\phi$  du grain considéré, et que  $\varphi_1 = \theta + \pi/2$ .

De la relation 3.26 découle la relation sur les gradients de déplacements :

$$\frac{\partial u_i^{loc}}{\partial x_j^{loc}} = Q_{im}Q_{jn} \frac{\partial u_m}{\partial x_n} \quad (3.28)$$

( $u_m$  déplacements dans le repère de l'échantillon et  $x_j$  coordonnées dans le repère de l'échantillon). Cette équation permet de relier les gradients de déplacement dans le repère local aux gradients mesurés dans le repère macroscopique.

Si l'on détaille cette relation pour les composantes vues plus haut ( $\frac{\partial u_x^{loc}}{\partial z^{loc}}$  et  $\frac{\partial u_z^{loc}}{\partial x^{loc}}$ ), notées ici avec des indices numériques pour plus de facilité, on obtient :

$$\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}} = Q_{11}Q_{31} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + Q_{11}Q_{32} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + Q_{12}Q_{31} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + Q_{12}Q_{32} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} + Q_{11}Q_{33} \frac{\partial u_1}{\partial x_3} + Q_{12}Q_{33} \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \quad (3.29)$$

et

$$\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}} = Q_{31}Q_{11} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + Q_{31}Q_{12} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + Q_{32}Q_{11} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + Q_{32}Q_{12} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} + Q_{33}Q_{11} \frac{\partial u_3}{\partial x_1} + Q_{33}Q_{12} \frac{\partial u_3}{\partial x_2} \quad (3.30)$$

Les termes faisant intervenir  $Q_{13} = 0$  ont été éliminés. Dans ces deux équations (3.29 et 3.30), les deux derniers termes font intervenir des gradients par rapport à la direction hors-plan (cas de 3.29) ou des gradients de cette composante hors-plan (cas de 3.30). Or ces gradients ne sont pas mesurés dans nos essais. Ils sont a priori faibles, mais nous allons évaluer l'influence de leur méconnaissance sur le calcul des gradients de déplacement locaux  $\frac{\partial u_x^{loc}}{\partial z^{loc}}$  et  $\frac{\partial u_z^{loc}}{\partial x^{loc}}$ .

Comme c'est le cas pour beaucoup de grains dans nos essais, on suppose que l'angle de colatitude  $\phi$  est proche de  $\pi/2$  (axe  $\mathbf{c}$  proche du plan de l'échantillon) et on fait ici une approximation au premier ordre :

$$\cos \phi = \sin(\pi/2 - \phi) \approx \pi/2 - \phi = \xi \quad (3.31)$$

avec  $\xi$  proche de 0 et  $\sin(\phi) \approx 1$ . Avec cette hypothèse, on obtient pour la matrice de changement de repère :

$$Q = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\xi \sin \varphi_1 & \xi \cos \varphi_1 & 1 \\ \sin \varphi_1 & -\cos \varphi_1 & \xi \end{pmatrix} \quad (3.32)$$

Les termes  $Q_{21}$ ,  $Q_{22}$ , et  $Q_{33}$  sont donc proportionnels à  $\xi$ . En remplaçant  $Q_{33}$  par  $\xi$  dans les équations (3.29) et (3.30), on obtient :

$$\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}} = Q_{11}Q_{31} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + Q_{11}Q_{32} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + Q_{12}Q_{31} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + Q_{12}Q_{32} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} + \xi(Q_{11} \frac{\partial u_1}{\partial x_3} + Q_{12} \frac{\partial u_2}{\partial x_3}) \quad (3.33)$$

et

$$\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}} = Q_{31}Q_{11} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + Q_{31}Q_{12} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + Q_{32}Q_{11} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + Q_{32}Q_{12} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} + \xi(Q_{11} \frac{\partial u_3}{\partial x_1} + Q_{12} \frac{\partial u_3}{\partial x_2}) \quad (3.34)$$

Dans le cas d'un grain ayant son axe  $\mathbf{c}$  dans le plan de l'échantillon ( $\xi = 0$ ), on ne commet donc pas d'erreur en calculant les gradients  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  et  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$ . On peut montrer par

des calculs similaires que les composantes  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  et  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  sont aussi obtenues sans erreur.

Dans le cas d'un grain ayant son axe  $\mathbf{c}$  proche du plan de l'échantillon ( $\cos(\phi) = \xi \approx 0$ ), on commet sur ces composantes une erreur faible : elle est le produit de  $\xi$  avec une somme de gradients de déplacement a priori faibles (car faisant intervenir les gradients hors-plans, cf. section 2.5.8.4). Si l'axe  $\mathbf{c}$  du grain est plus éloigné du plan de l'échantillon, l'erreur reste faible à condition que les gradients de déplacement hors-plan soient effectivement faibles.

### 3.7.3 Résultats d'analyse locale

Nous présentons ici quelques résultats d'analyse locale sur les gradients de déplacements. Ceux-ci sont mesurés par DIC dans le repère fixe de l'échantillon et ensuite calculés dans le repère cristallographique du grain considéré, en utilisant les approximations suivantes (cf. équations 3.33 et 3.34) :

$$\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}} \approx Q_{11}Q_{31} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + Q_{11}Q_{32} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + Q_{12}Q_{31} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + Q_{12}Q_{32} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \quad (3.35)$$

et

$$\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}} \approx Q_{31}Q_{11} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + Q_{31}Q_{12} \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + Q_{32}Q_{11} \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + Q_{32}Q_{12} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \quad (3.36)$$

Nous avons vu dans la section précédente que ces approximations sont pertinentes dans le cas d'un grain avec un axe  $\mathbf{c}$  proche du plan de l'échantillon, même si certains gradients liés au hors-plan ne sont pas négligeables. Elles le sont aussi pour des grains moins bien orientés, à condition que les gradients de déplacement hors-plan soient faibles.

On remarque cependant que ces deux composantes analysées  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  et  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  ne sont des gradients de déplacement dans le plan de l'échantillon que dans le cas où l'axe  $\mathbf{c}$  du grain est dans ce plan.

Les analyses locales qui suivent porteront sur différents grains plus ou moins bien orientés. Les choix se sont portés sur des grains suffisamment gros présentant des bandes de distorsions sur les mesures de l'analyseur. Leur axe  $\mathbf{c}$  n'est pas toujours très proche du plan de l'échantillon, leur colatitude variant entre  $50^\circ$  et  $99^\circ$ .

#### 3.7.3.1 Analyse locale grain #1, échantillon #11

Le premier grain choisi pour une analyse est issu de l'échantillon #11, son azimuth est de  $43^\circ$  et sa colatitude de  $72^\circ$ . Son axe  $\mathbf{c}$  est donc à  $18^\circ$  du plan de l'échantillon.

On observe sur la figure 3.26 les deux composantes locales du gradient de déplacement local (3.35) et (3.36) ainsi que la déformation équivalente pour deux niveaux de déformation relativement faibles :  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.26\%$  et  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.36\%$ . On retrouve sur l'image des déformations équivalentes à la fois des bandes dans la direction de l'axe  $\mathbf{c}$  (bandes en genou) et des bandes orthogonales, qui sont dans le plan de base (cisaillement). Ces deux types de bandes se retrouvent sur la composante  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  pour la première et  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  pour la

deuxième. Cette analyse permet donc de les distinguer, et la bande en genou ressort beaucoup plus nettement sur la composante (a) que sur l'image des déformations équivalentes (c) en fin de déformation. Cette analyse permet donc d'analyser en cours d'essai la formation de ces bandes de distorsion (bandes en genou et bandes de cisaillement). On peut aussi voir sur ces deux composantes locales une alternance de valeurs positives et négatives : est-ce un artefact de mesure ou est-ce la réalité physique (question ouverte) ? La résolution spatiale des mesures de champs (liées à la DIC) est inférieure à la résolution de la mesure des orientations des axes  $\mathbf{c}$  par l'analyseur optique. Cependant, grâce à cette technique, on peut observer l'évolution de bandes de localisation en cours d'essai. On voit ici que la bande en genou bien marquée observée avec l'analyseur en fin d'essai est en fait apparue assez tôt au cours l'essai, probablement pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} \approx 0.3\%$ .

### 3.7.3.2 Analyse locale grain #2, échantillon #18

Une seconde analyse a été effectuée sur un grain de l'échantillon #18 avec un bande en genou bien nette (figure 3.27(f)). Le grain observé a un azimuth moyen de  $95^\circ$  et une colatitude moyenne de  $101^\circ$ , donc avec un axe  $\mathbf{c}$  à  $11^\circ$  du plan de l'échantillon. L'analyse locale (figure 3.27(a-b)) permet là encore de très bien visualiser la bande en genou mesurée par l'analyseur en fin de déformation, d'affirmer qu'elle est apparue progressivement dès le début de la déformation, et qu'elle est déjà très nette à  $0.27\%$  de déformation. De plus, il n'y a pas ici cette alternance +/- des composantes locales, comme pour le grain #1 de l'échantillon #11.

### 3.7.3.3 Analyse locale grain #3, échantillon #27

Le grain #3 de l'échantillon #27 est moins bien orienté pour une analyse locale : axe  $\mathbf{c}$  à  $35^\circ$  du plan de l'échantillon. On rappelle aussi que cet échantillon a été soumis à deux charges-décharges (cf. annexe B). Cependant, l'analyse révèle sur ce grain une apparition très précoce de la bande en genou traversant le grain. En effet, on aperçoit déjà pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.12\%$  (figure 3.28) sur l'image (a) des bandes de plus forte déformation, correspondant à la zone de localisation des distorsions en fin d'essai (e).

### 3.7.3.4 Analyse locale grain #4, échantillon #27

Cette dernière analyse est effectuée sur un grain voisin du grain #3 analysé précédemment, et d'orientation proche : même azimuth  $\theta = 157^\circ$ , et colatitude  $\phi = 50^\circ$  au lieu de  $55^\circ$  pour le grain #3. On distingue sur la composante locale  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  une alternance +/- sur de larges bandes (figure 3.29), comparables aux distorsions visibles sur la photographie du grain après déformation (e).

Contrairement aux figures précédentes, la direction des bandes sur la cartographie de  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  est bien parallèle avec les bandes en genous observées, mais s'écarte significativement de la direction de l'axe  $\mathbf{c}$

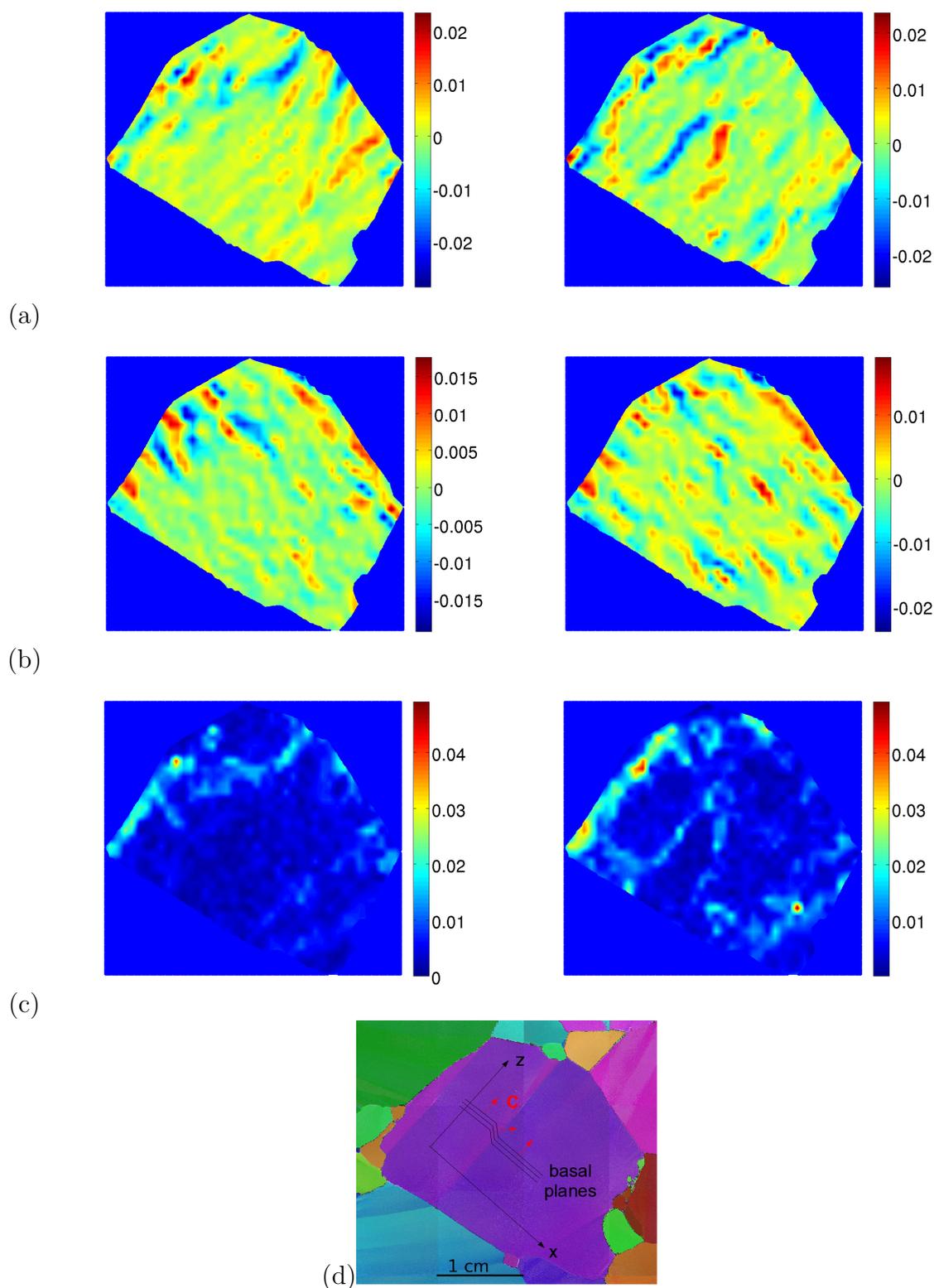


FIGURE 3.26 – Évolution au cours de la déformation : Cartographie de la composante (a)  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes en genou, (b)  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes de cisaillement ; (c) déformation équivalente ; de gauche à droite :  $\bar{\epsilon}_{yy} = -0.26\% / -0.36\%$  et (d) image sous lumière polarisée après déformation (grain #1, échantillon #11).

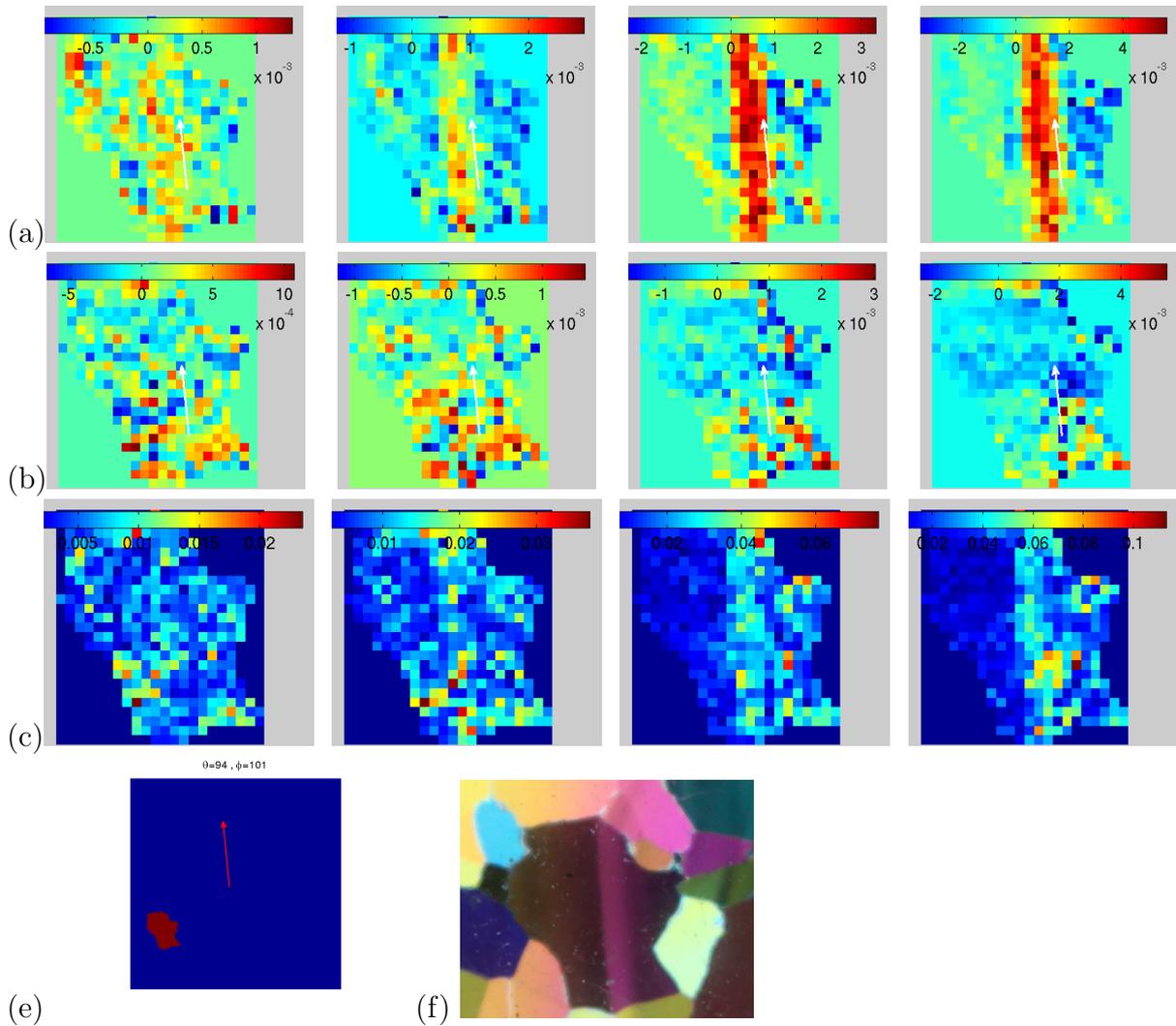


FIGURE 3.27 – Évolution au cours de la déformation : Cartographie de la composante (a)  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes en genou, (b)  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes de cisaillement ; (c) déformation équivalente dans le repère de l'échantillon, de gauche à droite,  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.13\% / -0.27\% / 0.55\% / -0.86\%$ . La résolution spatiale (taille du pixel) est ici de 0.6mm (paramètres de corrélation  $n = p = 10$ ). La flèche blanche indique la direction de l'axe  $\mathbf{c}$ . (e) Visualisation du grain dans l'échantillon, la flèche indiquant la direction de son axe  $\mathbf{c}$ , (f) image du grain sous lumière polarisée après déformation (grain #2, échantillon #18).

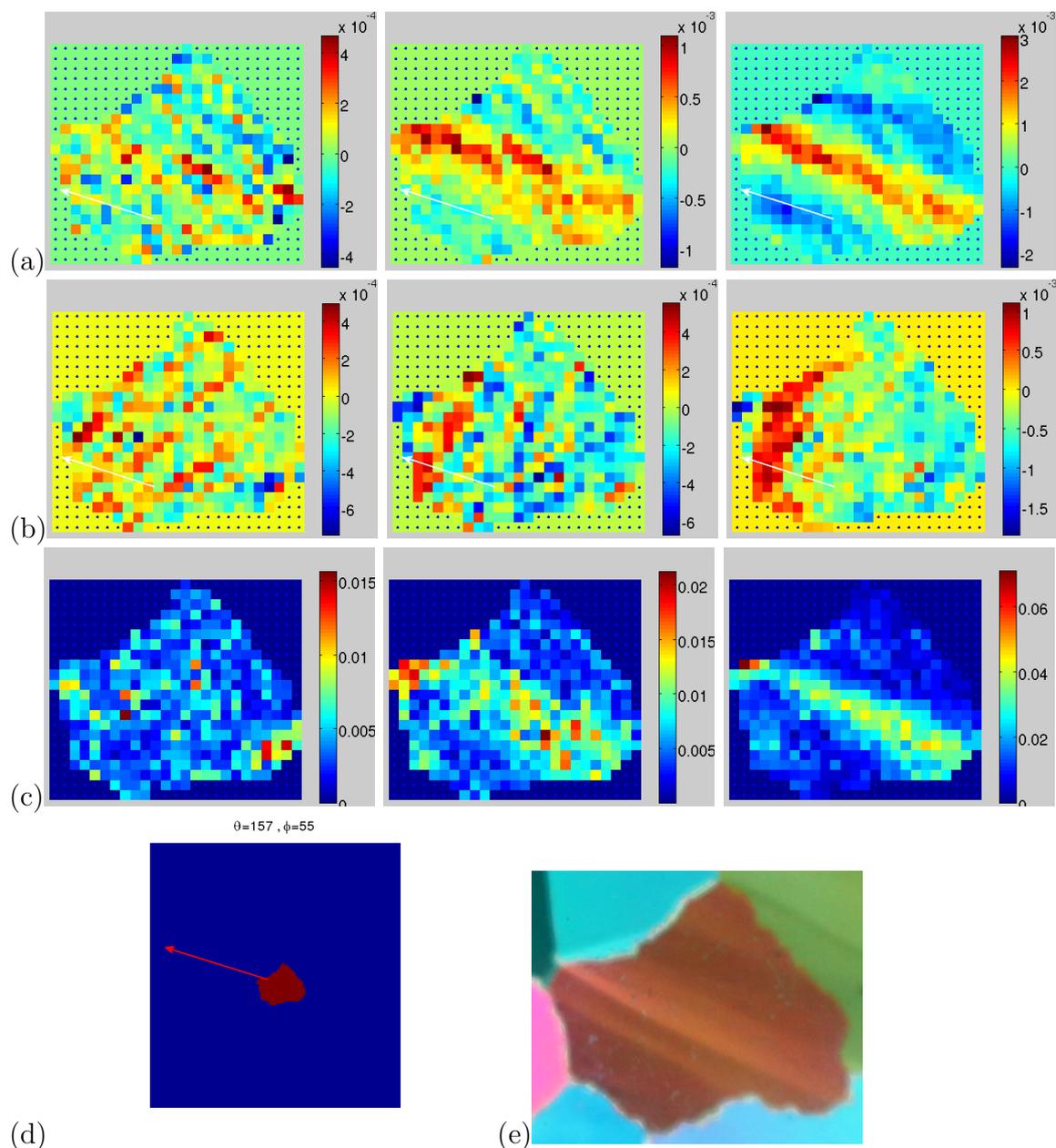


FIGURE 3.28 – Évolution au cours de la déformation : (a) Cartographie de la composante  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes en genou, (b)  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes de cisaillement ; (c) déformation équivalente dans le repère de l'échantillon, de gauche à droite,  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.12\% / -0.31\% / -0.85\%$  ; la résolution spatiale (taille du pixel) est ici de 0.6mm (paramètres de corrélation  $n = p = 10$ ) ; (d) visualisation du grain dans l'échantillon et (e) image sous lumière polarisée après déformation (grain #3, échantillon #27).

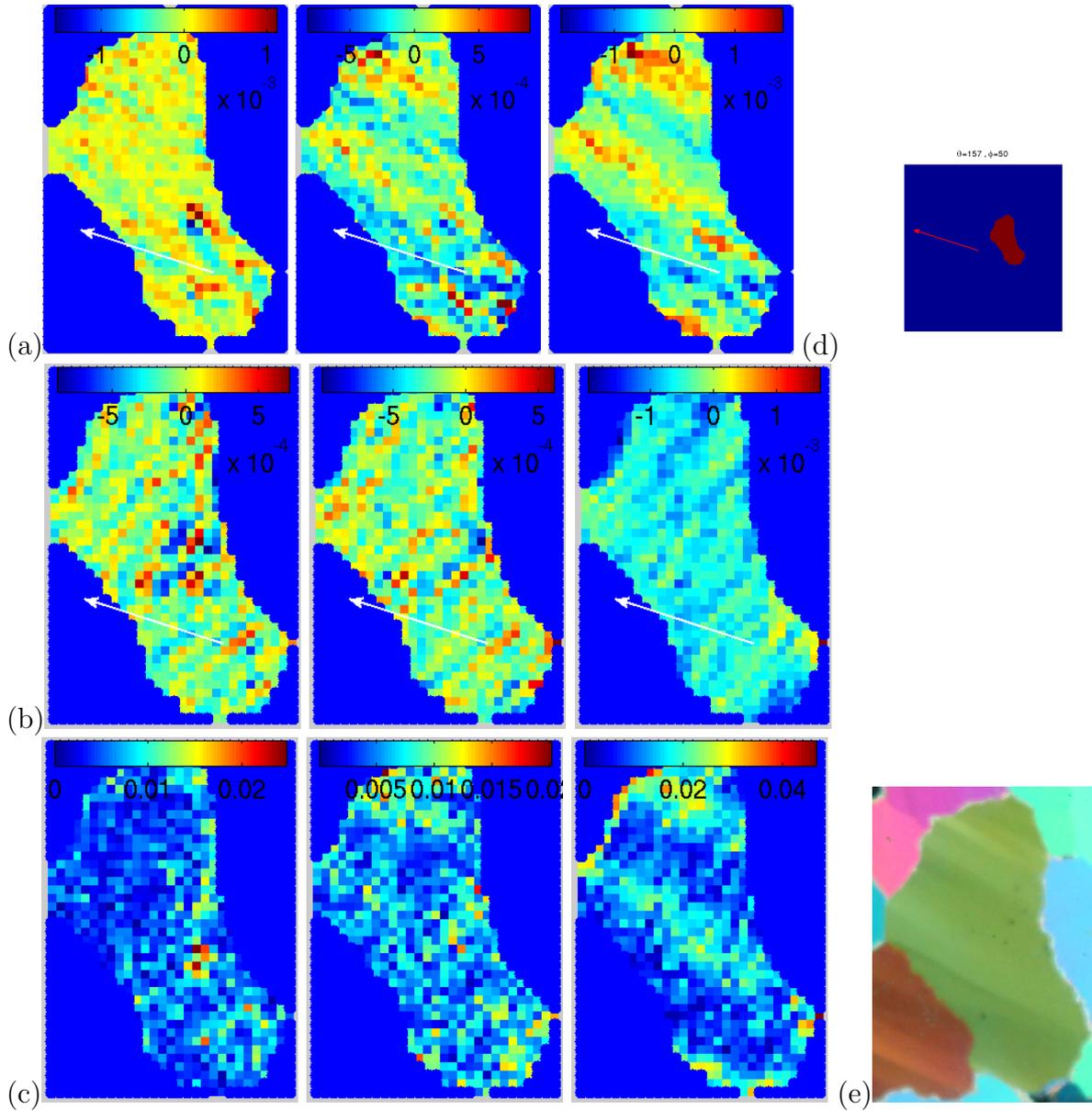


FIGURE 3.29 – Évolution au cours de la déformation : (a) Cartographie de la composante  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes en genou, (b)  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  permettant la visualisation des bandes de cisaillement ; (c) déformation équivalente dans le repère de l'échantillon, de gauche à droite,  $\bar{\epsilon}_{yy} = -0.12\%$  /  $-0.31\%$  /  $-0.85\%$  ; la résolution spatiale (taille du pixel) est ici de 0.6mm (paramètres de corrélation  $n = p = 10$ ), (d) visualisation du grain dans l'échantillon et (e) image sous lumière polarisée après déformation (grain #4, échantillon #27).

### 3.7.4 Conclusion sur l'analyse locale

On peut conclure des différentes analyses locales que le lien entre gradients de déplacements locaux et distorsions de réseaux est net.

Le lien effectué entre la composante locale  $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$  et les bandes en genou permet d'affirmer que ces bandes en genou, dont on ne connaissait jusqu'à présent que le caractère de désorientation de l'axe  $\mathbf{c}$ , sont bien corrélées à un gradient de déplacement parallèle à l'axe  $\mathbf{c}$  ( $u_3^{loc}$ ) par rapport à une direction dans le plan de base.

Nous avons également vérifié que la composante locale  $\frac{\partial u_1^{loc}}{\partial x_3^{loc}}$  permet effectivement la visualisation de bandes parallèles au plan de base du grain : les bandes de cisaillement. Ces bandes n'étant pas observables sur les images de l'analyseur (pas de désorientation de l'axe  $\mathbf{c}$ ), cette analyse nous permet donc de les localiser, et d'en mesurer l'importance dans la localisation de la déformation.

Nous pouvons donc grâce au calcul de gradients de déplacements dans le repère cristallographique localiser les bandes en genou et les bandes de cisaillement, et analyser leur évolution avec la déformation. On a montré que ces bandes apparaissent en général très vite au cours de déformation, dès 0.2% de déformation macroscopique. La présence d'un bruit important deçà de 0.2% de déformation ne permet cependant pas d'analyser les phénomènes antérieurs. Une étude avec des images zoomées sur un petit nombre de grains permettrait peut-être d'analyser plus proprement le tout début du fluage.

## 3.8 Discussion des résultats expérimentaux

Dans cette étude expérimentale, nous avons adapté la technique de DIC pour étudier la réponse mécanique de la glace à une échelle intragranulaire, et son évolution durant la déformation en compression uniaxiale en fluage.

De très fortes hétérogénéités de la déformation ont été mesurées. La déformation équivalente locale peut atteindre des valeurs de plus de 10 fois la valeur macroscopique. Avec le montage utilisé, la résolution de la corrélation d'images est de l'ordre de 0.5 mm, et donc l'hétérogénéité de déformation réelle est probablement supérieure à celle qui a été mesurée.

La distribution de la déformation a été étudiée en lien avec la microstructure sous-jacente. Grâce à la microstructure colonnaire, nous avons pu établir des nuages représentant sur un échantillon entier le niveau de déformation local en fonction de la distance au joint de grain. Des déformations plus fortes sont observées près des joints de grains. On explique cela par une forte interaction entre les grains, de fortes contraintes aux joints de grains, liées à la très forte anisotropie viscoplastique du cristal de glace. Lors de la mise en charge, les dislocations sont bloquées au niveau des joints de grain, ce qui crée des empilements et une redistribution des contraintes à l'origine de ces localisations de la déformation.

Grâce à la spécificité des systèmes de glissement des dislocations dans la glace, le facteur de Schmid des grains ont pu aussi être calculés sans ambiguïté. Nous avons montré que les grains "favorablement orientés" (*i.e.* ceux qui ont un facteur de Schmid proche de 0.5)

ne se déforment pas nécessairement plus que les autres. Nous soulignons que ce résultat n'est pas spécifique à un échantillon mais a été retrouvé sur tous les échantillons étudiés.

Des observations sur la déformation intragranulaire de la glace ont déjà été présentés sur des microstructures 2D [Mansuy et al., 1999, 2000, 2002, Montagnat et al., 2011]. La technique DIC n'a pas été utilisée et les hétérogénéités étaient caractérisées indirectement par les mesures de désorientations de réseaux. Notre étude expérimentale suggère que la contrainte est fortement redistribuée dans l'échantillon durant le chargement. La localisation de la déformation doit être associée à de fortes concentrations de contraintes, avec un rôle mineur des facteurs de Schmid mais un impact important des relations de voisinage.

Le comportement en fluage de la glace polycristalline *isotrope* est déjà bien documenté dans Ashby and Duval [1985], Castelnau et al. [2008b]. Ici, grâce à l'orientation spécifique des axes  $\mathbf{c}$  qui sont presque parallèles à la surface de l'échantillon, la vitesse de déformation mesurée pour le régime stationnaire (*i.e.* pour  $\bar{\varepsilon}_{eq} \approx 1\%$ ) est d'environ  $3 - 8 \times 10^{-8} \text{s}^{-1}$ , en bon accord avec ce qui a été mesuré dans Plé [1998] dans des conditions similaires, et 10 fois plus grande que la vitesse obtenue pour des échantillons de glace isotrope avec une répartition aléatoire des grains [Jacka and Maccagnan, 1984]. il s'agit donc là d'un effet de texture.

Au tout début du chargement, la réponse instantanée de l'échantillon est élastique. Comme la réponse élastique du polycristal est presque isotrope, des champs de contraintes et de déformation quasi-homogènes sont attendus. Toutefois la corrélation d'images n'a pas permis de mesurer ces déformations avec précision lors de la mise en charge (la déformation élastique est d'environ  $0.5 \times 10^{-4}$ ), à cause des résolutions expérimentales limitées.

Lorsque la déformation plastique entre en jeu, avec l'activation du glissement fortement anisotrope des dislocations, presque entièrement sur le système basal, les contraintes doivent être redistribuées. Selon Duval et al. [1983], Ashby and Duval [1985], les frontières des grains agissant comme des obstacles au glissement basal, la déformation devrait relaxer la contrainte résolue sur le plan de base de chaque grain et les contraintes devraient être redistribuées sur les systèmes de glissement les plus durs. La montée des dislocations et le glissement dévié peuvent aussi contribuer à la relaxation des contraintes internes directionnelles. Le fluage transitoire est donc associé au développement d'un champ de contraintes internes, responsable de l'écrouissage associé à la forte décroissance de la vitesse de déformation. Cet écrouissage est principalement cinématique [Duval et al., 1983], et il est à l'origine de l'importante recouvrance de la déformation après décharge que l'on mesure.

Nous avons vu sur les images obtenues par DIC que la localisation de la déformation apparaît très tôt lors du fluage : dès 0.3% de déformation, avec déjà des motifs de localisation qui évoluent peu qualitativement lorsque la déformation augmente. Cependant, il est difficile expérimentalement de distinguer des localisations pour des plus faibles valeurs de déformation, et le développement des contraintes internes pourrait être encore plus rapide [Castelnau et al., 2008b] ; l'hétérogénéité des contraintes associé à la forte anisotropie plastique du cristal de glace commence à se développer dès que la déformation plastique dépasse la déformation élastique, et devrait être pleinement développée dès  $5 \times 10^{-4}$  [Du-

val et al., 1983].

Un résultat important de cette étude est la relation entre l'orientation d'un grain et sa déformation locale. Étonnamment, la déformation locale est peu corrélée avec le facteur de Schmid de l'unique plan de glissement facile qui est le plan basal. Les grains dits "bien orientés" (grand facteur de Schmid) ne se déforment pas nécessairement plus que les grains dits "mal orientés" (faible facteur de Schmid). Ceci est en contradiction avec les modèles simples de micromécanique comme la borne de Reuss qui suppose l'uniformité des contraintes dans tout l'échantillon [Kocks et al., 1998] et pour laquelle la déformation d'un grain est uniquement liée à son orientation.

Dans le polycristal de glace, la déformation locale dans un grain est fortement influencée par les grains voisins [Lebensohn et al., 2009, Montagnat et al., 2011]. Des conclusions similaires ont été obtenues sur d'autres matériaux. Par exemple, dans l'olivine, minéral présentant seulement 3 systèmes faciles de glissement indépendants, des approches plein champs ont montré qu'une corrélation est obtenue entre contraintes locales (ou vitesses de déformation locales) et orientation des grains mais seulement lorsque l'on moyenne les résultats par grains et sur un très grand nombre de grains [Castelnau et al., 2008d,c]. On insiste alors sur deux points :

1. il faut faire attention dans l'utilisation des modèles micromécaniques simplifiés comme la borne de Reuss pour l'interprétation de la rhéologie des polycristaux fortement anisotropes. Nos résultats indiquent que l'activation des systèmes de glissement peut être très différente de ces prédictions.
2. dans l'interprétation d'observations locales, comme par exemple en microscopie électronique à transmission, on devrait prendre en compte le fait que la contrainte locale est différente de la contrainte macroscopique.

Les motifs de localisation de la déformation sur l'échantillon sont caractérisés par des bandes d'orientations diverses par rapport à l'axe de compression. La longueur de ces bandes peut atteindre plus de 10 fois la taille moyenne des grains de l'échantillon, *i.e.* jusqu'à 70 mm, ce qui est proche de la dimension de l'échantillon. Les mécanismes de déformation interagissent donc sur une distance bien plus grande que la taille du grain. Cela est cohérent avec l'estimation de la longueur de corrélation des avalanches de dislocations menée dans Richeton et al. [2005a]. Il en résulte que la relation entre déformation et orientation d'un grain est minimisée. Cependant, les échantillons considérés dans nos essais ne sont pas des VER, et il faut être prudent dans l'interprétation d'un seul échantillon. En particulier, les caractéristiques des motifs de localisation sont dépendants de la microstructure considérée, et peuvent être influencées par la limitation de la taille de l'échantillon. On notera que les longueurs d'autocorrélation mesurées sont dépendantes de la résolution des expériences DIC [Efstathiou et al., 2010].

Des bandes de localisation similaires ont été trouvées expérimentalement [Dexet, 2006, Delaire et al., 2000, Doumalin et al., 2003, Gélébart et al., 2004, Heripre et al., 2007] ou numériquement [Heripre et al., 2007, Lebensohn et al., 2009] sur d'autres matériaux. En particulier, dans le cas du polycristal de zirconium [Dexet, 2006, Doumalin et al., 2003], des bandes de localisation de l'ordre de 5 à 6 fois la taille de grains ont été observées dans le cas de l'essai de traction.

Le franchissement des joints de grains par les bandes de déformation, visible directement

sur les cartes de déformation des différents échantillons (voir annexe B) pourrait aussi être étudié dans le cadre de la mécanique des bifurcations. Dans la thèse de Chapelle [2002] sur l'influence des orientations cristallines sur la localisation en bandes de cisaillement dans des alliages Al-Mg soumis à une compression plane, des schémas de franchissement des joints de grains sont présentés, avec ou sans déviation, ainsi que des critères de bifurcation, en lien avec l'écroûissage présent dans le matériau. Un fort écroûissage permettrait un franchissement sans déviation plus facile.

Nos résultats montrent aussi que les mesures de la déformation équivalentes par DIC à différents niveaux de déformation suivent une distribution log-normale. En particulier, une petite fraction des grains se déforme beaucoup plus que la moyenne sur le polycristal. La distribution des composantes de déformation axiale n'est pas symétrique. Par une approche numérique, Moulinec and Suquet [2003] insiste sur l'influence de la non linéarité du comportement local sur la forme de la distribution des champs de déformation dans un composite biphasé [Moulinec and Suquet, 2003]. En particulier, une distribution gaussienne a été approchée uniquement pour un comportement linéaire. Lebensohn et al. [2005a], Lee et al. [2011] ont aussi obtenu des distributions de déformations et de contraintes asymétriques, à partir d'une modélisation plein champs FFT dans le cas d'un agrégat linéairement visqueux et d'un composite métallique. Par la même approche FFT, Castelnau et al. [2008d] prédit une forte augmentation de la largeur de la distribution avec l'augmentation de l'anisotropie viscoplastique des grains d'olivine. En particulier, une distribution bimodale de la composante de cisaillement est obtenue dans le cas d'un seul système de glissement facile : sur un certain nombre de grains de même orientation, le glissement sur le système facile peut se produire dans des sens opposés. De telles observations montrent clairement l'impact fort des interactions intergranulaires entre grains voisins sur les champs de contraintes et de déformations locales, d'autant plus important que l'anisotropie du comportement local est forte.

### 3.9 Conclusion sur les résultats expérimentaux

Nous avons commencé par caractériser les microstructures des échantillons testés. Les échantillons ont pour la plupart une microstructure colonnaire, avec des tailles de grain variant entre 2.3 et 7.7 mm. Une particularité intéressante de ces échantillons est l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  proche du plan de l'échantillon. Un échantillon de glace granulaire à très petits grains ( $\approx 2$  mm) a également été testé pour comparaisons. Les orientations et facteurs de Schmid ont été moyennés par grain par une procédure adaptée pour de meilleurs résultats statistiques et une implémentation plus simple dans les modèles. Les désorientations de réseau ont été déterminés grâce à la superposition des microstructures avant et après essai. La mise en place de la procédure de corrélation d'images sur la glace en essai de compression uniaxiale en fluage *en parallèle avec* des mesures de déplacement macroscopique nous a permis de valider les mesures effectuées. Les résultats DIC, bien qu'ayant une résolution spatiale moindre que dans les autres matériaux à cause des difficultés de réalisation d'un mouchetis fin sur la glace, ont permis néanmoins d'obtenir des informations à l'échelle inter-granulaire, mais aussi intra-

granulaire, sur la localisation de la déformation et son évolution dans le temps.

L'analyse locale nous a permis, grâce au calcul de gradients de déplacements dans le repère cristallographique, de localiser les bandes en genou et les bandes de cisaillement, et d'analyser leur évolution avec la déformation. On a montré que ces bandes apparaissent en général très vite au cours de déformation, dès 0.2% de déformation macroscopique.

Ces résultats permettent de mieux comprendre comment se construisent les champs de déformation dans un polycristal de glace déformé en fluage.

Dans le chapitre qui suit, nous allons essayer de valider et de comprendre ces résultats expérimentaux grâce à l'application d'un modèle plein champs élasto-viscoplastique, et d'en déduire des informations sur les mécanismes locaux de plasticité à l'aide de la loi de comportement locale identifiée.



# Chapitre 4

## Comparaison des résultats expérimentaux avec un modèle FFT en élasto-viscoplasticité

### 4.1 Introduction

La forte anisotropie viscoplastique de la glace conduit à des hétérogénéités de déformation intergranulaires, mais aussi intragranulaire, ainsi qu'à des concentrations des contraintes qui jouent un rôle important dans le fluage du matériau. La glace est donc un matériau adapté pour comprendre le rôle, durant le fluage transitoire, de la redistribution des contraintes et l'établissement des contraintes internes, ainsi que le couplage entre élasticité et viscoplasticité.

Le programme CraFT ("Composite response and Fourier Transforms" ou "Crystals and Fourier Transform"), a été développé au LMA (Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique de Marseille) ces dernières années par Hervé Moulinec, Pierre Suquet, Daniela Garajeu, Alice Labé, et Fabrice Silva. Il permet de simuler la réponse mécanique en champs pleins de matériaux hétérogènes, et notamment des polycristaux.

L'un des objectifs de cette thèse est d'appliquer ce modèle par comparaison aux résultats expérimentaux obtenus sur la glace par corrélation d'images.

Nous commençons par décrire la loi de comportement locale implémentée dans le modèle (section 4.2), puis la méthode numérique (section 4.3), et l'identification des paramètres (section 4.4). Nous présentons ensuite les comparaisons entre simulations CraFT et résultats expérimentaux (section 4.5), à la fois macroscopiques et locales. Nous terminons par une étude de sensibilité aux paramètres, au niveau macroscopique.

### 4.2 Loi de comportement locale

Le modèle de plasticité cristalline utilisé à l'échelle locale est basé sur le travail de Castelnau et al. [2008b] (cf. section 1.4.4.1), avec quelques modifications, qui permettent :

1. la prise en compte de l'écoulement cinématique au niveau du monocristal,
2. une meilleure évolution de la cission de référence des systèmes de glissement.

Ces relations constitutives sont utilisées dans les simulations CraFT. La détermination des paramètres matériau est effectuée dans la section suivante, à partir de données expérimentales de la littérature.

Comme en plasticité cristalline, la déformation viscoplastique  $\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$  résulte du glissement sur différents systèmes :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{vp}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}^e = \mathbf{L} : \boldsymbol{\sigma}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}^{vp} = \sum_{k=1}^{n_s} \gamma^{(k)} \boldsymbol{\mu}^{(k)} \quad (4.1)$$

où  $\boldsymbol{\varepsilon}^e$  désigne la déformation élastique,  $\mathbf{L}$  le tenseur de souplesse élastique,  $\gamma^{(k)}$  le cisaillement (scalaire) sur chaque système, et  $\boldsymbol{\mu}^{(k)}$  le tenseur de Schmid rattaché au système de glissement ( $k$ ),  $n_s$  étant le nombre de systèmes de glissement.

La déformation viscoplastique est donc la somme des composantes de cisaillement sur tous les systèmes de glissements.

Le tenseur de Schmid  $\boldsymbol{\mu}^{(k)}$ , qui exprime l'orientation du système de glissement ( $k$ ) par rapport aux axes de référence, se calcule par un produit tensoriel symétrisé :

$$\boldsymbol{\mu}^{(k)} = \frac{1}{2}(\mathbf{n} \otimes \mathbf{m} + \mathbf{m} \otimes \mathbf{n}) \quad (4.2)$$

où  $\mathbf{n}$  est la normale au plan de glissement et  $\mathbf{m}$  la direction du vecteur de Burgers (direction du glissement).

Dans le cas de la glace, 12 systèmes de glissement sont pris en considération (cf. section 1.4.1.3) :

- 3 systèmes de glissement facile sur le plan basal, dont 2 indépendants,
- 3 systèmes sur les plans prismatiques, procurant 2 systèmes indépendants supplémentaires,
- 6 systèmes sur les plans pyramidaux, à l'origine du 5e système indépendant.

Un modèle avec écrouissage nécessite encore une relation permettant de déterminer l'évolution des cissions de référence avec le temps : la loi d'écrouissage.

### 4.2.1 Loi d'écoulement viscoplastique de base avec écrouissage isotrope

Dans le travail original de Castelnau et al. [2008b], la vitesse de glissement sur le système ( $k$ ) est reliée à la cission résolue  $\tau^{(k)}$  sur ce système par la relation :

$$\dot{\gamma}^{(k)} = \dot{\gamma}_0^{(k)} \left( \frac{|\tau^{(k)}|}{\tau_0^{(k)}} \right)^{n^{(k)}} \text{sgn}(\tau^{(k)}), \quad \tau^{(k)} = \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}^{(k)}, \quad (4.3)$$

où la cission de référence  $\tau_0^{(k)}$  est liée à l'activité sur les autres systèmes par la relation d'écrouissage isotrope :

$$\dot{\tau}_0^{(k)} = \sum_{\ell=1}^M H^{(k,\ell)} \left( \frac{\tau_{sta}^{(\ell)} - \tau_0^{(\ell)}}{\tau_{sta}^{(\ell)} - \tau_{ini}^{(\ell)}} \right) |\dot{\gamma}^{(\ell)}|. \quad (4.4)$$

Les deux paramètres  $\tau_{ini}^{(\ell)}$  et  $\tau_{sta}^{(\ell)}$  désignent respectivement la valeur initiale de  $\tau_0^{(\ell)}$  et sa valeur stationnaire à saturation, atteinte lorsque la plasticité s'est pleinement développée, et que les  $\gamma^{(k)}$  sont grands.

La relation 4.3 est une loi de plasticité sans seuil : le glissement  $\dot{\gamma}^{(k)}$  a lieu dès que la cission résolue sur le système  $k$  est non nulle, même si celle-ci est inférieure à la cission de référence  $\tau_0^{(k)}$ . La matrice d'écroissage isotrope  $H^{(k,\ell)}$  exprime l'influence de l'activité plastique du système  $\ell$  sur l'écroissage du système  $k$ . Elle est supposée symétrique. Avec cette loi, la contribution du système  $\ell$  dans l'écroissage du système  $k$  n'a plus lieu lorsque  $\tau_0^{(\ell)}$  est proche  $\tau_{sta}^{(\ell)}$ . En regardant la somme (4.4), on devine cependant que  $\tau_0^{(k)}$  n'atteint jamais sa valeur stationnaire, à moins que ce ne soit le cas pour tous les systèmes simultanément, ce qui est rarement le cas dans un polycristal. Ce phénomène provoque des oscillations de  $\tau_0^{(k)}$  autour de sa valeur stationnaire, et donc un problème de convergence de la solution aux temps grands.

## 4.2.2 Loi d'écoulement viscoplastique améliorée avec écroissage cinématique

Dans la présente étude, les relations 4.3 et 4.4 sont améliorées, notamment par l'introduction d'un écroissage cinématique dans la relation (4.3) [Suquet et al., 2011] :

1. L'écroissage cinématique est introduit dans 4.3 via un terme de contrainte interne directionnelle  $X^{(k)}$  :

$$\dot{\gamma}^{(k)} = \dot{\gamma}_0^{(k)} \left( \frac{|\tau^{(k)} - X^{(k)}|}{\tau_0^{(k)}} \right)^{n^{(k)}} \text{sgn}(\tau^{(k)} - X^{(k)}), \quad (4.5)$$

où cette contrainte directionnelle évolue avec l'activité plastique selon une loi de type Armstrong-Frederick dans laquelle on ajoute un terme de restauration statique [Chaboche, 2008] :

$$\dot{X}^{(k)} = c^{(k)} \dot{\gamma}^{(k)} - d^{(k)} X^{(k)} |\dot{\gamma}^{(k)}| - e^{(k)} |X^{(k)}|^m \text{sign}(X^{(k)}). \quad (4.6)$$

L'introduction d'une contrainte directionnelle sur chaque système de glissement est motivée dans le cas de la glace par des observations expérimentales de fort recouvrement de la déformation à la décharge. Le dernier terme proportionnel à  $e^{(k)}$  est un terme de restauration, utile lorsque  $\dot{\gamma}^{(k)}$  est proche de 0, pour un meilleur ajustement des courbes expérimentales.

2. La relation déterminant l'évolution de la cission de référence  $\tau_0^{(k)}$  (écroissage isotrope) est également modifiée et devient :

$$\dot{\tau}_0^{(k)} = \left( \tau_{sta}^{(k)} - \tau_0^{(k)} \right) \dot{p}^{(k)}, \quad \dot{p}^{(k)} = \sum_{\ell=1}^M h^{(k,\ell)} |\dot{\gamma}^{(\ell)}|. \quad (4.7)$$

Cette loi assure la convergence de  $\tau_0^{(k)}$  vers sa valeur stationnaire, à condition que tous les coefficients  $h^{(k,\ell)}$  soient positifs. En effet, dans ce cas,  $\dot{p}^{(k)}$  est toujours positif

et  $p^{(k)}$  est croissant avec le temps.

L'équation différentielle 4.7 peut être intégrée :

$$\tau_0^{(k)}(p^{(k)}) = \tau_{sta}^{(k)} + (\tau_{ini}^{(k)} - \tau_{sta}^{(k)})e^{(-p^{(k)})} \quad (4.8)$$

On voit ici que  $\tau_0^{(k)} - \tau_{sta}^{(k)}$  et  $\tau_{ini}^{(k)} - \tau_{sta}^{(k)}$  sont de même signe, et que  $\tau_0^{(k)}$  tends vers  $\tau_{sta}^{(k)}$  quand  $p^{(k)}$  devient grand.

### 4.2.3 Bilan des équations implémentées

Les relations constitutives peuvent être combinées dans un système différentiel :

$$\dot{\mathbf{Y}} = \mathbf{F}(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \mathbf{Y}, t), \quad (4.9)$$

où

$$\mathbf{Y} = \begin{pmatrix} \boldsymbol{\sigma} \\ \tau_0^{(k)}, k = 1, \dots, M \\ X^{(k)}, k = 1, \dots, M \end{pmatrix} \quad (4.10)$$

$$\mathbf{F}(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \mathbf{Y}, t) = \begin{pmatrix} \mathbf{L} : \left( \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \sum_{k=1}^M \dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y}) \boldsymbol{\mu}^{(k)} \right) \\ \left( \tau_{sta}^{(k)} - \tau_0^{(k)} \right) \sum_{\ell=1}^M h^{(k,\ell)} |\dot{\gamma}^{(\ell)}(\mathbf{Y})| \\ c^{(k)} \dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y}) - d^{(k)} X^{(k)} |\dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y})| - e^{(k)} |X^{(k)}|^m \operatorname{sgn}(X^{(k)}) \end{pmatrix} \quad (4.11)$$

où  $\mathbf{L}$  est le tenseur de raideur élastique du matériau et

$$\dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y}) = \dot{\gamma}_0^{(k)} \left( \frac{|\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}^{(k)} - X^{(k)}|}{\tau_0^{(k)}} \right)^{n^{(k)}} \operatorname{sgn}(\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}^{(k)} - X^{(k)}).$$

## 4.3 Méthode numérique

La loi de comportement locale du polycristal élasto-viscoplastique (section 4.2) a été implémentée dans le code CraFT, dont le schéma numérique est explicité ci-dessous [Suquet et al., 2011]. Ce travail a été réalisé par l'équipe du LMA.

On considère un volume  $V$  composé d'une microstructure polycristalline, où chaque grain obéit à la relation (4.11). Ce volume est soumis à un trajet de chargement macroscopique complexe, en contrainte ou en déformation. Nous décrivons ici l'algorithme pour

une déformation macroscopique imposée  $\bar{\varepsilon}(t)$ . Le problème local est donc le suivant :

$$\left. \begin{aligned} (\dot{\boldsymbol{\sigma}}, \dot{\boldsymbol{\tau}}_0, \dot{\mathbf{X}}) &= \mathbf{F}(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\tau}_0, \mathbf{X}, \mathbf{x}, t), & \text{pour } (\mathbf{x}, t) \in V \times [0, T], \\ \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}, t) &= \frac{1}{2}(\nabla \mathbf{u}(\mathbf{x}, t) + {}^T \nabla \mathbf{u}(\mathbf{x}, t)), \quad \text{div } \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}, t) = 0 & \text{pour } (\mathbf{x}, t) \in V \times [0, T], \\ \mathbf{u}(\mathbf{x}, t) - \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}(t) \cdot \mathbf{x} &\text{ périodique sur } \partial V, & \text{pour } t \in [0, T] \end{aligned} \right\} \quad (4.12)$$

Nous nous intéressons à la fois à la réponse macroscopique du matériau et aux champs de contraintes et de déformations locales.

La méthode numérique utilisée pour résoudre le problème local (4.12) est basée sur des transformées de Fourier rapides (FFT) comme dans le cas élastique décrit en section 1.3.2.2. L'extension décrite ici repose sur deux points :

- Un schéma d'intégration en temps pour les équations différentielles de la loi de comportement : la durée de simulation  $[0; T]$  est découpée en pas de temps. Toutes les quantités sont supposées connues au temps  $t_n$ . Elles sont inconnues au temps  $t_{n+1}$ . L'intégration en temps est effectuée en chaque point  $x$  séparément et le problème d'évolution est réduit à une relation entre contraintes et déformations au temps  $t_{n+1}$  de la forme :

$$\boldsymbol{\sigma}_{n+1}(\mathbf{x}) = \mathcal{F}_{n+1}(\mathbf{x}, \boldsymbol{\varepsilon}_{n+1}(\mathbf{x})). \quad (4.13)$$

- Un schéma global pour la résolution du problème local d'un matériau à comportement non linéaire obéissant à (4.13).

### 4.3.1 Intégration en temps de la loi de comportement

L'équation différentielle (4.11) peut être intégrée en temps, en tout point du volume  $V$ . Les schémas d'intégration possibles sont de deux types : les schémas explicites et les schémas implicites. Le principal avantage des schémas implicites, utilisés dans les méthodes EF, est leur stabilité. L'avantage des schémas explicites est leur simplicité, mais leur convergence est conditionnelle dans le cas des méthodes à pas fixe, ce qui oblige à faire des pas plus petits. Le schéma utilisé dans CraFT est un schéma explicite de Runge-Kutta d'ordre 4 avec pas adaptatif [Suquet et al., 2011]. Il permet un bon compromis entre efficacité et simplicité. La méthode ne nécessite pas de résoudre un problème non linéaire, et la relation obtenue peut s'écrire sous la forme (4.13).

### 4.3.2 Algorithme FFT

Avec l'intégration en temps, la loi de comportement (4.12) se réduit donc à (4.13). Le problème local à résoudre au temps  $t_{n+1}$  est alors le suivant (on omet l'indice  $n + 1$  pour simplifier les notations) :

$$\left. \begin{aligned} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) &= \mathcal{F}(\mathbf{x}, \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})), \\ \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) &= \frac{1}{2}(\nabla \mathbf{u}(\mathbf{x}) + {}^T \nabla \mathbf{u}(\mathbf{x})), \\ \text{div } \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) &= 0 \quad \text{pour } \mathbf{x} \in V; \\ \mathbf{u}(\mathbf{x}) - \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \cdot \mathbf{x} &\text{ périodique sur } \partial V. \end{aligned} \right\} \quad (4.14)$$

Un matériau homogène linéaire, de raideur  $\mathbf{L}^{(0)}$ , est introduit [Moulinec and Suquet, 1998] et la relation constitutive se réécrit :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{L}^{(0)} : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) + \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}), \quad \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) = \mathcal{F}(\mathbf{x}, \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})) - \mathbf{L}^{(0)} : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}).$$

Le problème est alors de type thermoélastique :

$$\left. \begin{aligned} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) &= \mathbf{L}^{(0)} : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) + \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}), \\ \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) &= \frac{1}{2}(\nabla \mathbf{u}(\mathbf{x}) + {}^T \nabla \mathbf{u}(\mathbf{x})), \\ \operatorname{div} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) &= 0 \quad \text{pour } \mathbf{x} \in V; \\ \mathbf{u}(\mathbf{x}) - \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \cdot \mathbf{x} &\text{ périodique sur } \partial V. \end{aligned} \right\} \quad (4.15)$$

Tout comme dans le cas élastique, la solution peut s'écrire en fonction du noyau de Green, dans l'espace réel et dans l'espace de Fourier :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} - \boldsymbol{\Gamma}^0 * \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}), \quad \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\boldsymbol{\xi}) = -\hat{\boldsymbol{\Gamma}}^0(\boldsymbol{\xi}) : \hat{\boldsymbol{\tau}}(\boldsymbol{\xi}), \quad \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{0}) = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}. \quad (4.16)$$

Le noyau de Green  $\boldsymbol{\Gamma}^0$  est l'opérateur associé au milieu linéaire élastique de référence choisi. Sa transformée de Fourier  $\hat{\boldsymbol{\Gamma}}^0$  est connue [Moulinec and Suquet, 1998]. Si l'on substitue dans (4.16) la précontrainte  $\boldsymbol{\tau}$  (inconnue) par son expression, on obtient l'équation de Lippman-Schwinger :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} - \boldsymbol{\Gamma}^0 * \left( \mathcal{F}(\boldsymbol{\varepsilon}) - \mathbf{L}^{(0)} : \boldsymbol{\varepsilon} \right). \quad (4.17)$$

Cette équation est résolue par un algorithme de point fixe :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{(k+1)} = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} - \boldsymbol{\Gamma}^0 * \left( \mathcal{F}(\boldsymbol{\varepsilon}^{(k)}) - \mathbf{L}^{(0)} : \boldsymbol{\varepsilon}^{(k)} \right). \quad (4.18)$$

La propriété suivante du noyau de Green permet de simplifier cet algorithme [Michel et al., 2001] :

$$\boldsymbol{\Gamma}^0 * \mathbf{L}^{(0)} : \boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon} - \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}.$$

L'équation de Lippman-Schwinger se simplifie alors en :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{(k+1)} = \boldsymbol{\varepsilon}^{(k)} - \boldsymbol{\Gamma}^0 * \boldsymbol{\sigma}^{(k)}, \quad \text{où } \boldsymbol{\sigma}^{(k)} = \mathcal{F}(\boldsymbol{\varepsilon}^{(k)}). \quad (4.19)$$

Le schéma de l'algorithme est alors le suivant : à chaque pas de temps, ici au temps  $n+1$  (indice omis dans la description des étapes de l'itération  $k+1$ ), on effectue la boucle suivante sur l'indice  $k$  :

#### Initialisation :

- Extrapolation linéaire à partir des deux pas de temps précédents :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{n+1}^{(k=0)}(\mathbf{x}) = \boldsymbol{\varepsilon}_n(\mathbf{x}) + \frac{t_{n+1} - t_n}{t_n - t_{n-1}} (\boldsymbol{\varepsilon}_n(\mathbf{x}) - \boldsymbol{\varepsilon}_{n-1}(\mathbf{x})) \quad \forall \mathbf{x} \in V.$$

- $\boldsymbol{\sigma}_{n+1}^{(k=0)}(\mathbf{x}) = \mathcal{F}_{n+1}(\boldsymbol{\varepsilon}_{n+1}^{(k=0)}(\mathbf{x}))$ . Noter que  $\mathcal{F}_{n+1}$  (calculé par le schéma de Runge Kutta), dépend de  $\boldsymbol{\varepsilon}_n(\mathbf{x})$ ,  $\boldsymbol{\sigma}_n(\mathbf{x})$  et  $\mathcal{A}_n(\mathbf{x})$ .

**Itération  $k + 1$**  : Les champs  $\boldsymbol{\varepsilon}^{(k)}$  et  $\boldsymbol{\sigma}^{(k)}$  étant connus, faire jusqu'à convergence :

(1) Calculer la FFT du champ de contraintes :

$$\hat{\boldsymbol{\sigma}}^{(k)} = FFT(\boldsymbol{\sigma}^{(k)})$$

(2) Vérifier l'équilibre dans l'espace de Fourier :

$$\|\text{div}(\boldsymbol{\sigma}^{(k)})\| = \|\boldsymbol{\xi} \cdot \hat{\boldsymbol{\sigma}}^{(k)}(\boldsymbol{\xi})\| \text{ inférieur à la précision requise.}$$

(3) Actualiser dans l'espace de Fourier :

$$\hat{\boldsymbol{\varepsilon}}^{(k+1)}(\boldsymbol{\xi}) = \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}^{(k)}(\boldsymbol{\xi}) - \hat{\boldsymbol{\Gamma}}^0(\boldsymbol{\xi}) : \hat{\boldsymbol{\sigma}}^{(k)}(\boldsymbol{\xi}) \quad \forall \boldsymbol{\xi} \neq \mathbf{0} \text{ et } \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}^{(k+1)}(0) = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}$$

(4) Prendre la transformée de Fourier inverse :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{(k+1)}(\boldsymbol{x}) = FFT^{-1}(\hat{\boldsymbol{\varepsilon}}^{(k+1)}(\boldsymbol{\xi}))$$

(5) Appliquer la relation constitutive dans l'espace réel :

$$\boldsymbol{\sigma}^{(k+1)}(\boldsymbol{x}) = \mathcal{F}(\boldsymbol{\varepsilon}^{(k+1)}(\boldsymbol{x})).$$

## 4.4 Identification de la loi de comportement locale

Les paramètres à identifier sont les paramètres de viscosité, et d'écroissage de la loi de comportement au niveau du monocristal. Les paramètres d'élasticité utilisés sont issus de Gammon et al. [1983] (voir section 1.4.1.2). L'identification des autres paramètres est réalisée à partir de données expérimentales de la littérature. Les paramètres liés au glissement basal sont identifiés à partir de données sur monocristaux. Pour les paramètres liés aux autres systèmes de glissement, il faut aussi recourir à des essais sur polycristaux car la plupart des essais sur monocristaux n'activent pas ces autres systèmes.

### *Systèmes basaux*

Dans la littérature, de nombreux essais ont été réalisés sur monocristaux avec l'activation du seul système basal. L'identification des paramètres sur les systèmes basaux repose sur des données expérimentales d'origine diverses, mais toutes sur monocristaux, décrites ci-dessous.

1. Les données compilées de [Duval et al., 1983] sur les monocristaux "bien orientés" (figure 1.18) : elles ont permis de déterminer la sensibilité à la contrainte  $n^{(ba)} = 2$  et la cission de référence stationnaire  $\tau_{ba}^{sta}$  pour le glissement basal.
2. Les données de [Weertman, 1973] (figure 4.1 gauche), sur des essais de compression uniaxiale avec l'axe  $\mathbf{c}$  orienté à  $45^\circ$  de la direction de compression : elles ont permis d'identifier les paramètres liés au fluage transitoire ( $\tau_{ba}^{ini}$ , et les paramètres d'écroissage  $h_1$ ,  $c^{(ba)}$ ,  $d^{(ba)}$ ,  $e^{(ba)}$ ). Le terme de recouvrance  $e^{(ba)}$  de l'écroissage cinématique (4.6) a été introduit pour permettre un meilleur ajustement des courbes pour les faibles vitesses de déformation. On observe que les pics de contrainte sont bien reproduits par le modèle avec les paramètres choisis.
3. Les essais de [Taupin et al., 2008] (figure 4.1 droite), sur des essais de compression avec plusieurs charges-décharges, avec l'axe  $\mathbf{c}$  du cristal orienté à moins de  $10^\circ$  de la direction de compression : les vitesses de déformation mesurées en début d'une charge suivant une décharge sont plus grandes que juste avant la décharge, ce qui indique que les dislocations se sont "réarrangées" durant le temps de décharge. Cela a permis d'ajuster dans le modèle les termes d'écroissage cinématique  $c^{(ba)}$ ,  $d^{(ba)}$ , et  $e^{(ba)}$ .

On observe sur la figure 4.1 un bon accord entre le modèle avec le choix de paramètres donné dans le tableau 4.1 et les données expérimentales.

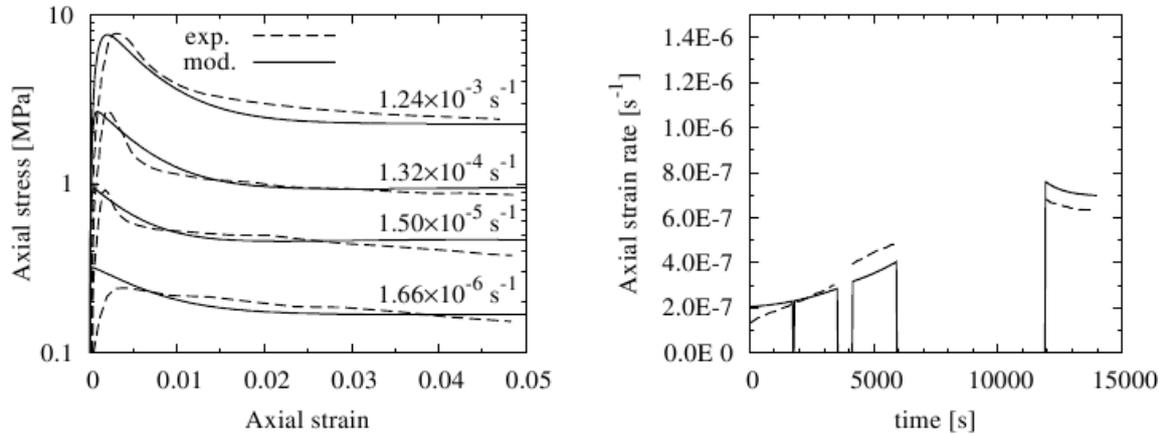


FIGURE 4.1 – Comportement de monocristaux de glace déformés par glissement basal en compression. Gauche : comparaison des prédictions du modèle (avec les paramètres donnés en tableau (4.1)) avec les données expérimentales de [Weertman, 1973]. Les vitesses de déformation axiales imposées sont indiquées sur les courbes. Droite : comparaison avec l’essai de recouvrance de [Taupin et al., 2008]. La température est de  $-10^{\circ}\text{C}$ .

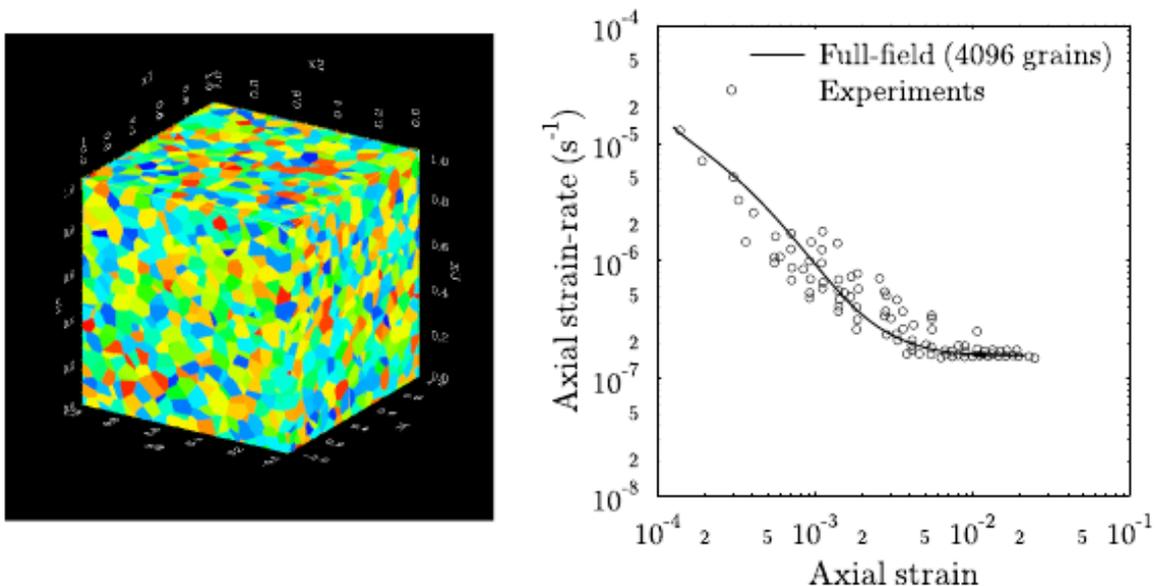


FIGURE 4.2 – Expériences de fluage transitoire. Comparaisons entre les résultats expérimentaux compilés par [Ashby and Duval, 1985] et les simulations CraFT sur la microstructure isotrope de gauche avec les données du tableau (4.1).

#### Autres systèmes

Une première évaluation des coefficients  $n^{(k)}$  et  $\tau_{sta}^{(k)}$  pour les systèmes prismatiques et

pyramidaux est donnée dans Castelnau et al. [2008b] à partir du comportement effectif en fluage secondaire de polycristaux présentant des textures cristallographiques (donc une anisotropie viscoplastique) variées (cf. section 1.4.4.1). Dans cette étude, la loi de comportement implémentée dans l’extension affine du modèle auto-cohérent ne comprenait pas d’écrouissage cinématique, et les valeurs initiales  $\tau_{ini}^{(k)}$  n’ont pas été déterminées car il s’agissait de calculs purement viscoplastiques. Ici, les valeurs  $n^{(k)}$  sont reprises sans modification, et les valeurs stationnaires  $\tau_{sta}^{(k)}$  sont légèrement ajustés sur les données de Ashby and Duval [1985] (figure 4.2) ; elles modifient le comportement asymptotique des courbes des vitesses de déformation. Les autres paramètres (cissions de référence initiales et paramètres d’écrouissage) sont identifiés par des comparaisons de simulations CraFT avec les données de Ashby and Duval [1985] lors du fluage transitoire de polycristaux de glace isotrope (figure 4.2). Là encore, un bon accord entre déformation expérimentale et simulée a été obtenu.

Toutes ces comparaisons expérimentales ont donc permis d’ajuster les paramètres du modèle, mais le jeu de paramètres retenu, présenté dans le tableau (4.1), n’est certainement pas unique. Une autre possibilité aurait été d’utiliser les champs de déformation issus des simulations sur les microstructures 2D testées expérimentalement (présentés dans la suite de ce chapitre) comme base expérimentale pour identifier les paramètres, mais cette solution n’a pas été retenue ici, en raison notamment de temps de calculs trop importants et de problèmes de conditions aux limites.

On remarque sur le jeu de paramètres choisi (tableau (4.1)) que la cission de référence initiale du basal est plus grande que sa valeur stationnaire, ce qui implique que les systèmes de glissement sur le plan de base s’adoucissent avec la déformation ( $\dot{\tau}_0^{(ba)} < 0$ ). Le glissement prismatique, par contre, se durcit ( $\dot{\tau}_0^{(pr)} > 0$ ).

Pour les systèmes pyramidaux, l’identification réalisée dans Castelnau et al. [2008b] avait donné des cissions de référence initiale et stationnaire très proches, d’où l’hypothèse réalisée ici d’un auto-écrouissage nul sur les systèmes pyramidaux ( $h_{pyr-pyr} = 0$ ). De plus, l’écrouissage latent avec les systèmes pyramidaux est mal déterminé car l’activité de ces systèmes est très faible, et difficilement observable expérimentalement. On suppose donc aussi  $h_{pyr-ba} = 0$  et  $h_{pyr-prism} = 0$ .

L’écrouissage le plus fort est l’écrouissage latent entre les basal et le pyramidal. L’auto-écrouissage des systèmes prismatiques est ensuite plus important que l’auto-écrouissage sur le basal.

## 4.5 Application du modèle CraFT élasto-viscoplastique et comparaisons expérimentales

### 4.5.1 Implémentation des microstructures dans le modèle

L’implémentation des microstructures réelles des échantillons dans le modèle se fait à partir des données d’orientation issues de l’analyseur. Les angles d’Euler sont calculés à partir des azimuths et colatitudes uniformisés sur chaque grain (procédure d’uniformisation décrite dans 2.2.9). Les tailles d’images issues de l’analyseur sont de l’ordre de  $2000 \times 2000$  pixels. Les échantillons analysés ne sont pas forcément carrés. La réduction

	$\tau_{ini}$	$\tau_{sta}$	$\dot{\gamma}_0$	$n$	$c$	$d$	$e$	$m$
Basal	0.1	0.022	$10^{-6}$	2	9	60	0.0003	1
Prismatique	0.13	1.5	$10^{-6}$	2.85	9	60	0.0003	1
Pyramidal	3.875	3.875	$10^{-6}$	4	9	60	0.0003	1

(4.20)

$h$	Basal	Prismatique	Pyramidal
Basal	70	125	0
Prismatique	125	110	0
Pyramidal	0	0	0

(4.21)

TABLE 4.1 – Paramètres matériaux utilisés dans les simulations, pour des monocristaux de glace à  $-10^\circ C$ . Les unités sont des MPa et des  $s^{-1}$ .

des données s'effectue en faisant des blocs de pixels et en prenant, lorsqu'un joint de grain est compris dans le bloc, le label du grain contenant le plus de pixels dans le bloc. On se ramène généralement à des dimensions paires de microstructures, pour une plus grande rapidité de la FFT, en conservant la géométrie initiale de la microstructure. Pour une microstructure de taille  $n_1 \times n_2$  par exemple, on choisit  $n_1^{FFT} = 512$  et on aura alors  $n_2^{FFT} = \text{round}(n_2 \times \frac{512}{n_1})$  (arrondi à l'unité). Et si  $n_2^{FFT}$  est impair, on élimine la dernière colonne de la matrice représentant la microstructure en entrée du modèle. Les dimensions de la microstructure en entrée du modèle sont ainsi des nombres non premiers, ce qui assure une meilleure convergence de l'algorithme FFT utilisé.

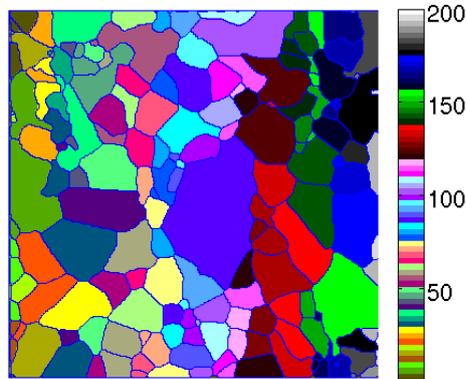


FIGURE 4.3 – Microstructure implémentée dans le modèle, cas de l'échantillon #26

## 4.5.2 Conditions aux limites

Dans l'expérience, on exerce une force dans la direction  $y$  sur les surfaces haut et bas de l'échantillon, un déplacement vertical nul en bas de l'échantillon, et un déplacement vertical constant en haut (contact avec le plateau supérieur qui se déplace en translation dans la direction  $y$ ). Les bords droit et gauche de l'éprouvette, ainsi que les faces avant et arrière, sont des surfaces libres (déplacement libre et vecteur contrainte nul). Les

frottements entre l'éprouvette et les plateaux de la presse sont probablement négligeables (film de téflon).

Dans le modèle, l'utilisation de la FFT implique que les conditions aux limites soient des conditions de périodicité.

On travaille sur une microstructure 2D, i.e. avec un seul point de Fourier dans l'épaisseur de la microstructure. Tous les gradients selon  $z$  sont donc supposés nuls.

D'autre part, ce ne sont pas les contraintes locales qui sont appliquées (pour reproduire par exemple les conditions de bord libre) mais la contrainte macroscopique moyenne sur la microstructure. En pratique, on impose donc une contrainte uniaxiale constante, reproduisant l'essai de fluage en compression uniaxiale selon  $y$ . Cependant, les calculs indiquent que les contraintes  $\sigma_{xz}$ ,  $\sigma_{yz}$ , et  $\sigma_{zz}$  sont bien nulles en moyenne sur la microstructure, mais pas localement dans les grains.

Il en résulte que les conditions aux limites FFT ne reproduisent pas exactement les conditions expérimentales.

Pour corriger ce possible artefact, il est en principe possible de rajouter en bord de la microstructure une couche d'une épaisseur à définir et ayant des propriétés adéquates permettant de retrouver ainsi artificiellement des conditions aux limites plus proches des conditions expérimentales.

On peut par exemple accoler à ces bords différentes microstructures (par exemple de la glace isotrope, à très petits grains), ou un matériau purement élastique, ou encore une couche de souplesse infinie (vide).

Une simulation avec une bande de matériau élastique isotrope sur le bord inférieur (en contact avec la presse) a été réalisée. Nous détaillerons un essai réalisé en section 4.6.4, et nous verrons que les différences sur les champs en sortie sont finalement assez faibles. Un essai similaire au précédent, mais en ajoutant une bande de vide sur le bord droit de la microstructure n'a pas abouti, l'utilisation du schéma de base (algorithme du point fixe) ne permettant pas la convergence du code pour lorsque le contraste est trop important (ici à l'interface entre le vide et la glace).

### 4.5.3 Résolution spatiale et temps de calcul

Les simulations FFT sont effectuées avec une résolution spatiale la plus fine possible tout en conservant un temps de calcul raisonnable. Le pas d'espace atteint 0.1mm si l'on travaille avec une image de  $1024 \times 1024$  pixels (calculs les plus gros effectués). La simulation du fluage jusqu'à 1% de déformation peut prendre alors jusqu'à une semaine avec un processeur Intel Core 2 Duo (CPU E8500@3.16GHz).

Pour exemple, pour un essai de charge-décharge d'une durée totale de 78 heures avec une précision des calculs de  $10^{-4}$  (pour le critère d'arrêt des itérations à chaque pas de temps), la simulation a duré 7 heures pour une microstructure (#18) en  $512 \times 512$  pixels et 30 heures en  $1024 \times 1024$ .

La parallélisation possible des calculs est un des avantages de l'algorithme et du programme Craft.

La résolution spatiale du calcul est ensuite détériorée en post-traitement (en regroupant les pixels par blocs) pour la comparaison quantitative des résultats de calcul avec les mesures de champs DIC, dont la résolution spatiale est jusqu'à 10 fois moins bonne

(voir section 4.5.5).

#### 4.5.4 Comparaisons macroscopiques

Nous présentons sur les figures 4.4 et 4.5 un bilan des résultats macroscopiques du modèle sur 6 des essais réalisés, en comparaison avec les mesures DIC et LVDT.

Les courbes simulées (CraFT) sont toutes obtenues avec les mêmes paramètres, donnés en section 4.4. La concordance avec les résultats expérimentaux est plus ou moins bonne selon les échantillons. On observe une très bonne concordance pour les essais #18 et #20, moins bonne pour les autres, avec un rapport entre vitesses de déformation expérimentale et simulée pouvant être supérieur à 2, dans un sens ou dans l'autre (parfois la déformation est plus grande dans le modèle, parfois dans l'expérience). Ces écarts sont probablement liés aux conditions expérimentales. Comme le montre Chevy [2008], l'état de surface d'un échantillon monocristallin par exemple peut conduire à un comportement très différent. La fluctuation des données expérimentales étant associée à différents paramètres (état de surface, qualité de la glace, mise en place de l'échantillon sur la presse,...), un facteur deux sur les vitesses de déformations paraît raisonnable.

Les données expérimentales pour les très petites déformations ( $\bar{\varepsilon}_{yy} < 0.1\%$ ) sont souvent mauvaises en raison du bruit important en corrélation d'images et de certains problèmes de mesures LVDT en début d'essai.

Les pics dans les courbes de simulation correspondent à la décharge, pour laquelle la vitesse de déformation devient très grande en valeur absolue, puis chute rapidement (de plusieurs ordres de grandeur), parallèlement à la faible diminution de déformation totale.

Les phénomènes liés à la décharge seront étudiés en section 4.6.1. On remarque d'ores et déjà que le comportement à la décharge modélisé est sensiblement différent du comportement expérimental.

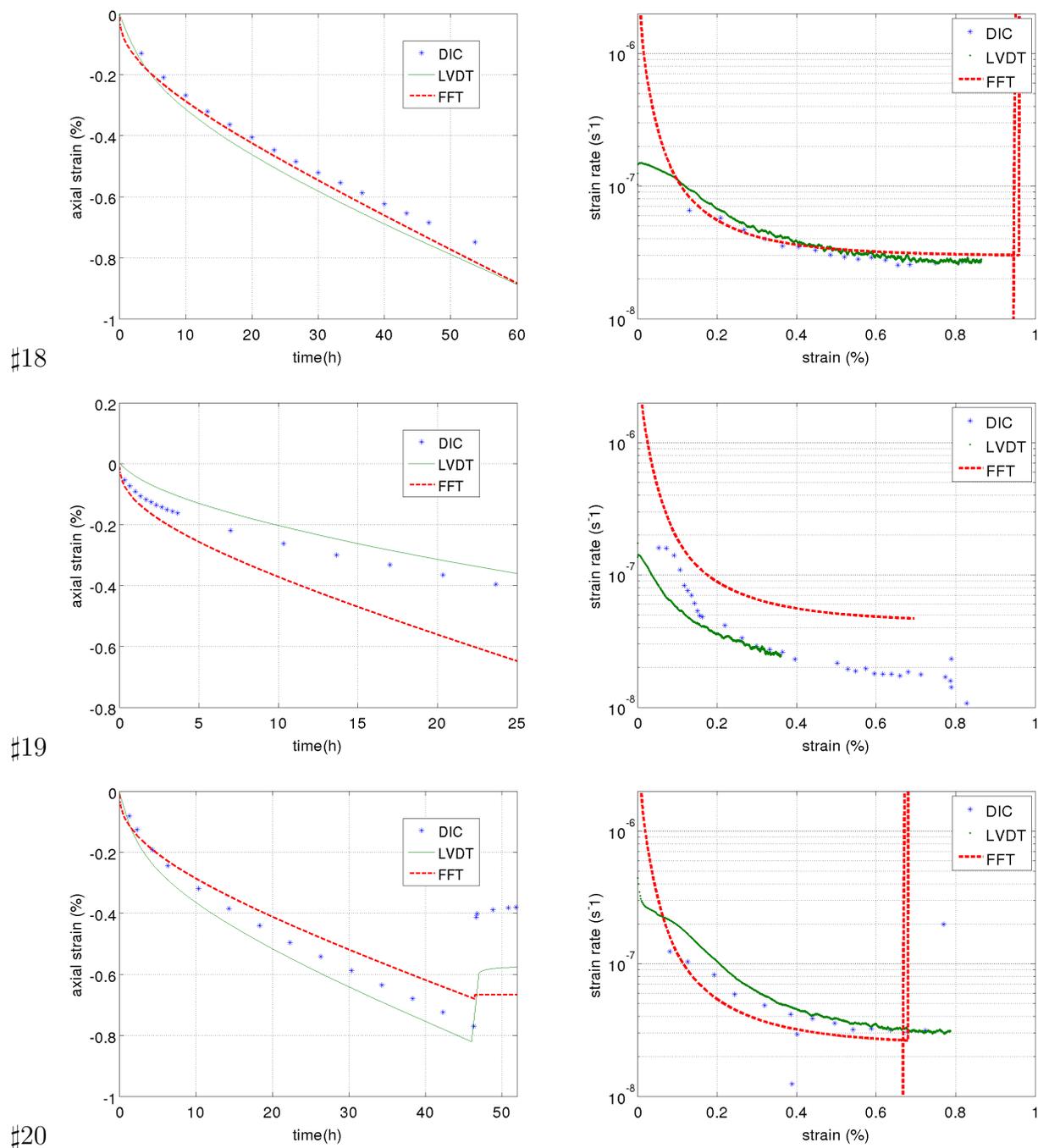


FIGURE 4.4 – (Gauche) Déformation axiale macroscopique en fonction du temps (valeur absolue). (Droite) Vitesses de déformation axiale macroscopique (valeur absolue) en fonction de la déformation axiale macroscopique (échelle semi-logarithmique).

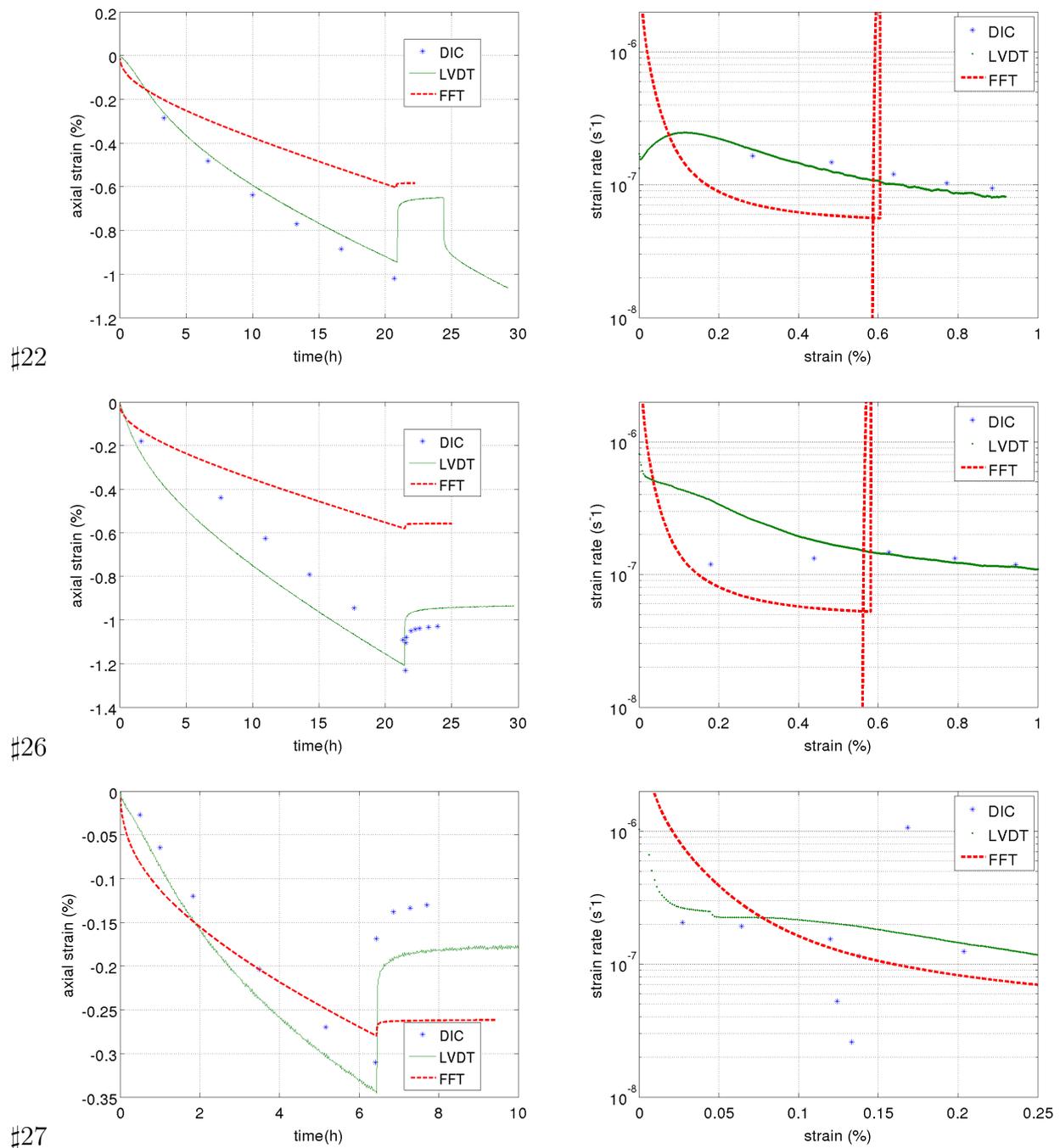


FIGURE 4.5 – (Gauche) Déformation axiale macroscopique en fonction du temps (valeur absolue). (Droite) Vitesses de déformation axiale macroscopique (valeur absolue) en fonction de la déformation axiale macroscopique (échelle semi-logarithmique).

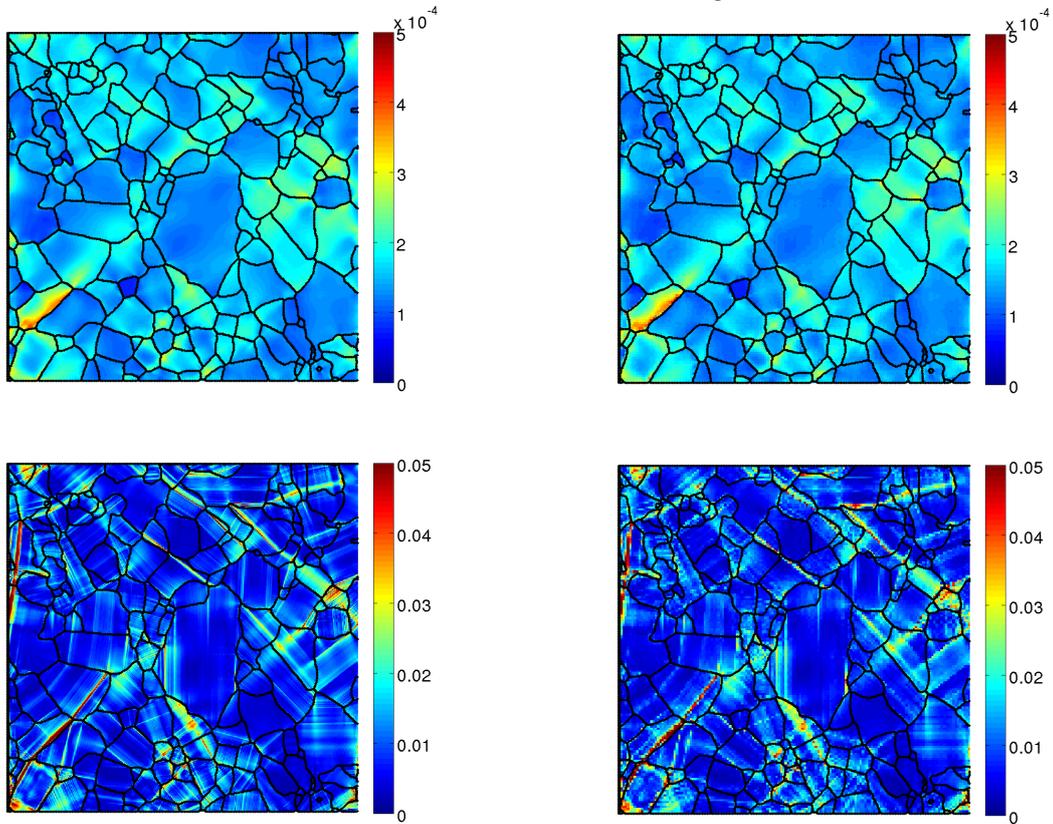
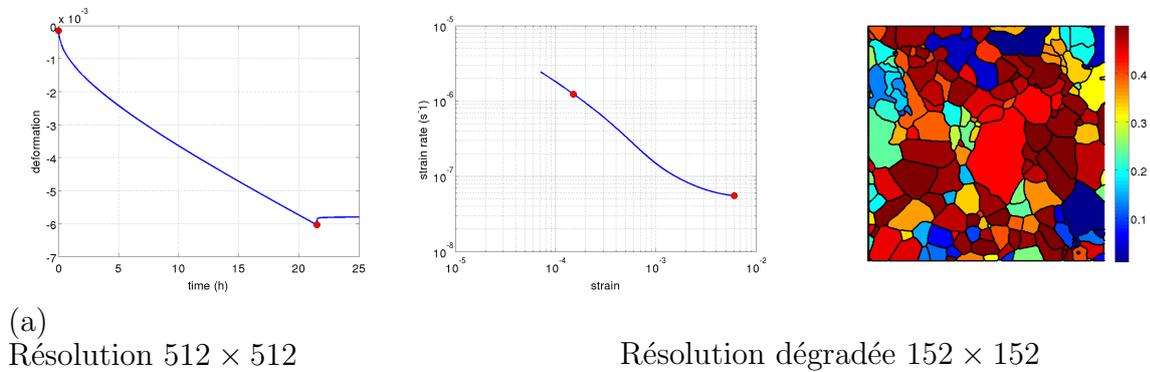
### 4.5.5 Comparaisons des champs de déformation

Comme introduit auparavant, la résolution spatiale de la simulation numérique doit être dégradée pour être similaire à la résolution spatiale expérimentale. Cette étape de dégradation de résolution est a priori importante en post-traitement pour des comparaisons quantitatives. Nous commençons donc par en analyser les effets.

Sur la figure 4.6 sont présentés à gauche les champs de déformation équivalente issus d'une simulation CraFT en résolution  $512 \times 512$  pixels, à différents stades de la déformation représentés par des points rouge sur la courbe macroscopique, et à droite les champs en résolution dégradée : on prend les champs obtenus par la même simulation en pleine résolution, mais on regroupe ensuite les pixels par blocs pour obtenir des champs de même résolution que par corrélation d'images. Pour la déformation équivalente, la moyenne par bloc est effectuée en revenant aux composantes du tenseur (voir section 2.5.4). La déformation est assez homogène dans chaque grain pour la première image, qui correspond à un temps de déformation de 60 secondes et à une déformation  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.02\%$ , ce qui est déjà supérieur à la valeur de déformation élastique ( $0.005\%$ ). On a à ce stade une forte corrélation entre déformation et facteur de Schmid : on voit que les grains de facteur de Schmid proche de 0.5 sont ceux qui se déforment le plus. La déformation dans ces grains présente cependant déjà des hétérogénéités intragranulaires. Pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.60\%$ , on observe de très fortes localisations, mais les valeurs locales des maxima restent du même ordre qu'on les calcule en pleine résolution ou en résolution dégradée :  $Max(\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT}) = 0.313$  en pleine résolution et  $Max(\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT}) = 0.306$  en résolution dégradée. Ces résultats suggèrent que la résolution spatiale de la DIC est probablement suffisante pour évaluer la localisation de la déformation. La largeur des bandes obtenues avec le modèle est cependant légèrement plus fine que la largeur du pixel DIC.

Nous présentons en figure 4.7 des premières comparaisons sur l'échantillon #26 entre expérience et simulations. La résolution des images FFT est ici la résolution dégradée à la taille des images DIC. Pour une même durée d'essai avec la simulation qu'avec l'expérience, on arrive en fin de charge à  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.60\%$  alors que la déformation expérimentale est beaucoup plus élevée :  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{DIC} = -1.23\%$ . Faute de temps pour lancer une simulation plus longue, nous comparons donc ici des images entre expérience et simulation jusqu'à une déformation maximum de  $0.6\%$ . La première image observée est également choisie pour un stade de déformation plus élevé (par rapport à la figure 4.6) en raison du bruit expérimental important en deçà de  $0.1\%$  de déformation macroscopique. Les champs de déformation équivalente sont donc comparés pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.15\%$ ,  $-0.35\%$ , et  $-0.60\%$ . Le bruit est encore présent dans la première image, d'où une comparaison difficile. Les comparaisons montrent ensuite un relativement bon accord, à la fois qualitatif et quantitatif. La majorité des zones de localisation expérimentales sont globalement reproduites par le modèle, avec une amplitude et une épaisseur des bandes quantitativement correctes. Cependant, certaines zones sont sujettes à des localisations uniquement dans les simulations et inversement certaines zones de localisation en DIC ne sont pas présentes sur les simulations.

Comme pour les comparaisons macroscopiques, les comparaisons locales sont meilleures dans le cas de l'échantillon #18. Les déformations équivalentes sont présentées en figure 4.8. Des comparaisons similaires sont effectuées pour les échantillons #19, #20, et #22 (figure 4.9)



(b)

FIGURE 4.6 – (a) Les stades de déformation retenus sont indiqués par des points rouges sur les courbes macroscopique ; (droite) facteur de Schmid, échantillon #26. (b) Champs de déformation équivalente CraFT, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.02\%$  (haut) et  $-0.60\%$  (bas) : effet d'une dégradation de la résolution en post-traitement.

en fin de simulation CraFT (vers 1% de déformation). La résolution spatiale choisie pour tous les résultats présentés ici est la résolution correspondante aux essais DIC, à partir d'un calcul effectué en 512 pixels.<sup>1</sup> Le bilan est plutôt satisfaisant, tant au niveau qualitatif que quantitatif.

### 4.5.6 Champs de contraintes

Nous restons sur l'essai #18 pour les comparaisons suivantes.

La figure 4.10 présente l'évolution du champs des contraintes équivalentes sur cet échantillon (a-b), en comparaison avec les déformations en début de simulation (c) pour  $\bar{\epsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$ , et la cartographie du facteur de Schmid sur l'échantillon (d).

On rappelle que la contrainte appliquée est de 0.5 MPa et que les unités des images (a) et (b) sont des MPa. Ces champs sont déjà localisés pour  $\bar{\epsilon}_{yy}^{DIC} = -0.01\%$  avec une certaine hétérogénéité intragranulaire. On note que les contraintes maximales ne dépassent pas 2.5 MPa pour  $\bar{\epsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$ , alors qu'elles atteignent 6 MPa pour  $\bar{\epsilon}_{yy}^{FFT} = -0.83\%$ , soit plus de 10 fois la contrainte macroscopique. La concentration des contraintes augmente donc au cours du fluage, mais leur redistribution a lieu dès le début du fluage.

La figure 4.11 présente pixel par pixel, avec en résolution réduite  $152 \times 152$ , la relation entre déformations équivalentes et contraintes équivalentes locales normalisées en début et fin de simulation. La normalisation est réalisée par rapport à  $\langle \epsilon_{eq} \rangle$  (cf. section 2.5.4) de sorte que les nuages sont centrés autour du point (1;1) (on notera que  $\langle \epsilon_{eq} \rangle \neq \bar{\epsilon}_{eq}$ ). On observe que la déformation locale peut être forte (ou faible) avec un niveau de contrainte local soit faible soit fort. On voit donc que le lien entre contrainte et déformation locale n'est pas évident, même en début de simulation. On retrouve sur la figure 4.11 que l'hétérogénéité des contraintes et déformations équivalentes est nettement plus grande dans un régime de déformation plastique établie ( $\bar{\epsilon}_{yy} = -0.83\%$ ) qu'au tout début du fluage transitoire ( $\bar{\epsilon}_{yy} = -0.01\%$ ). A  $\bar{\epsilon}_{yy} = -0.01\%$ , la déformation plastique macroscopique est quasiment égale à la déformation élastique de l'échantillon. La faible hétérogénéité de champ s'explique d'une part en raison de la faible anisotropie élastique des grains, mais également parce que le contraste mécanique entre le glissement basal et le glissement prismatique est proche de 1 (cf. tableau 4.1) contrairement au cas du régime plastique établi. L'anisotropie viscoplastique est donc également faible dans les grains au début du fluage. Les mesures de DIC ne sont hélas pas assez précises pour pouvoir vérifier ce résultat expérimentalement.

On pourra noter enfin que des calculs CraFT purement viscoplastiques réalisés sur des polycristaux d'olivine (minéral qui n'a que trois systèmes de glissement indépendants faciles) conduisent également à une absence de corrélation entre contraintes et déformations équivalentes locales [Castelnau et al., 2008b]. Ces résultats vont à l'encontre des approches intuitives selon lesquelles les grains "bien orientés", à fort facteurs de Schmid, se déforment vite sous faibles contraintes, alors que les grains "mal orientés" sont soumis à de fortes contraintes et se déforment peu. La réalité, tant expérimentale que par le modèle, semble être plus complexe.

1. pour la plus petite dimension, les microstructures n'étant pas carrées en général.

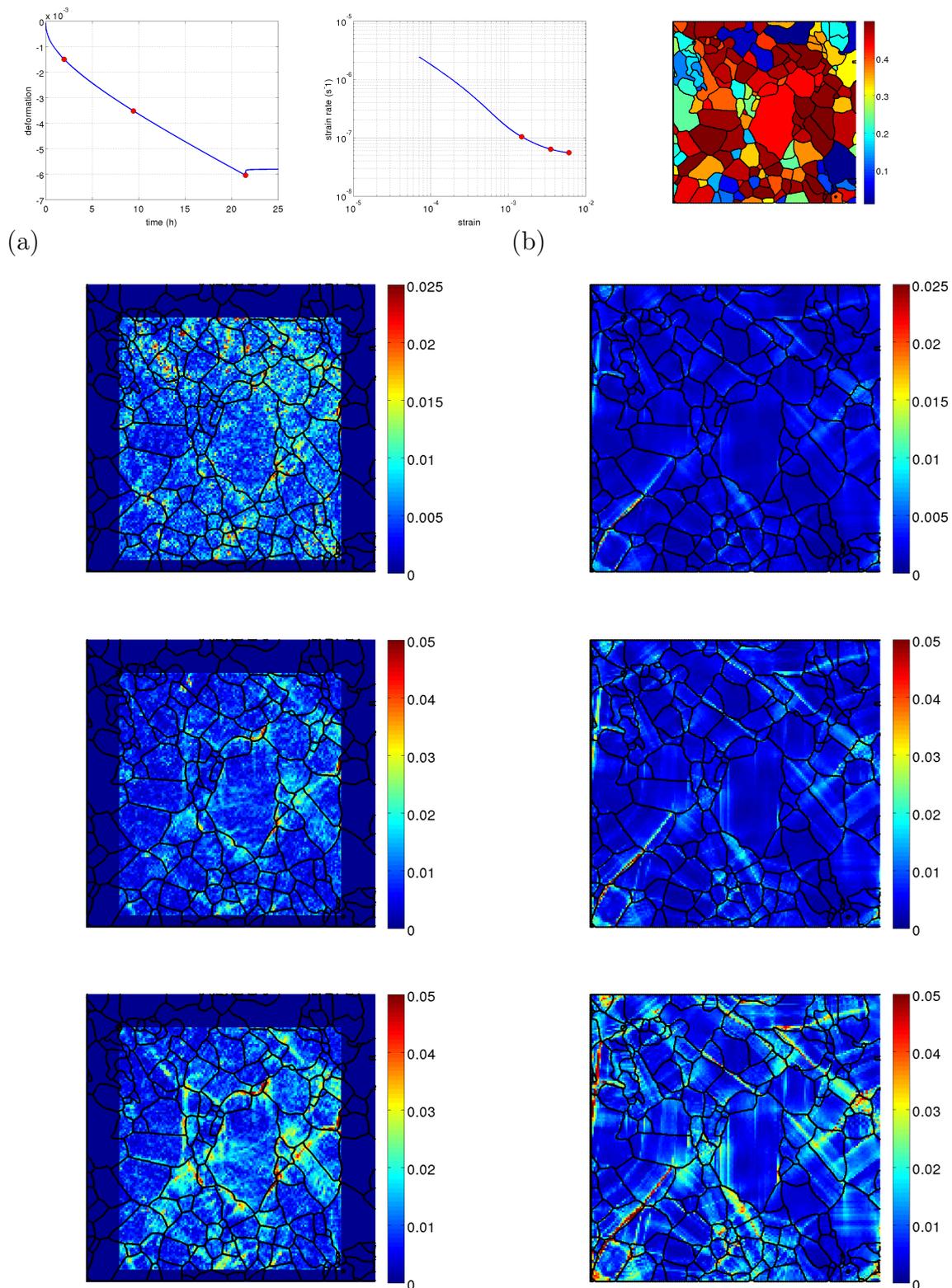


FIGURE 4.7 – Champs de déformation équivalente pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.15\%$  (haut) /  $-0.35\%$  (milieu) /  $-0.60\%$  (bas) : (a) DIC (b) FFT, avec les courbes du comportement macroscopique et la cartographie des facteurs de Schmid (essai #26).

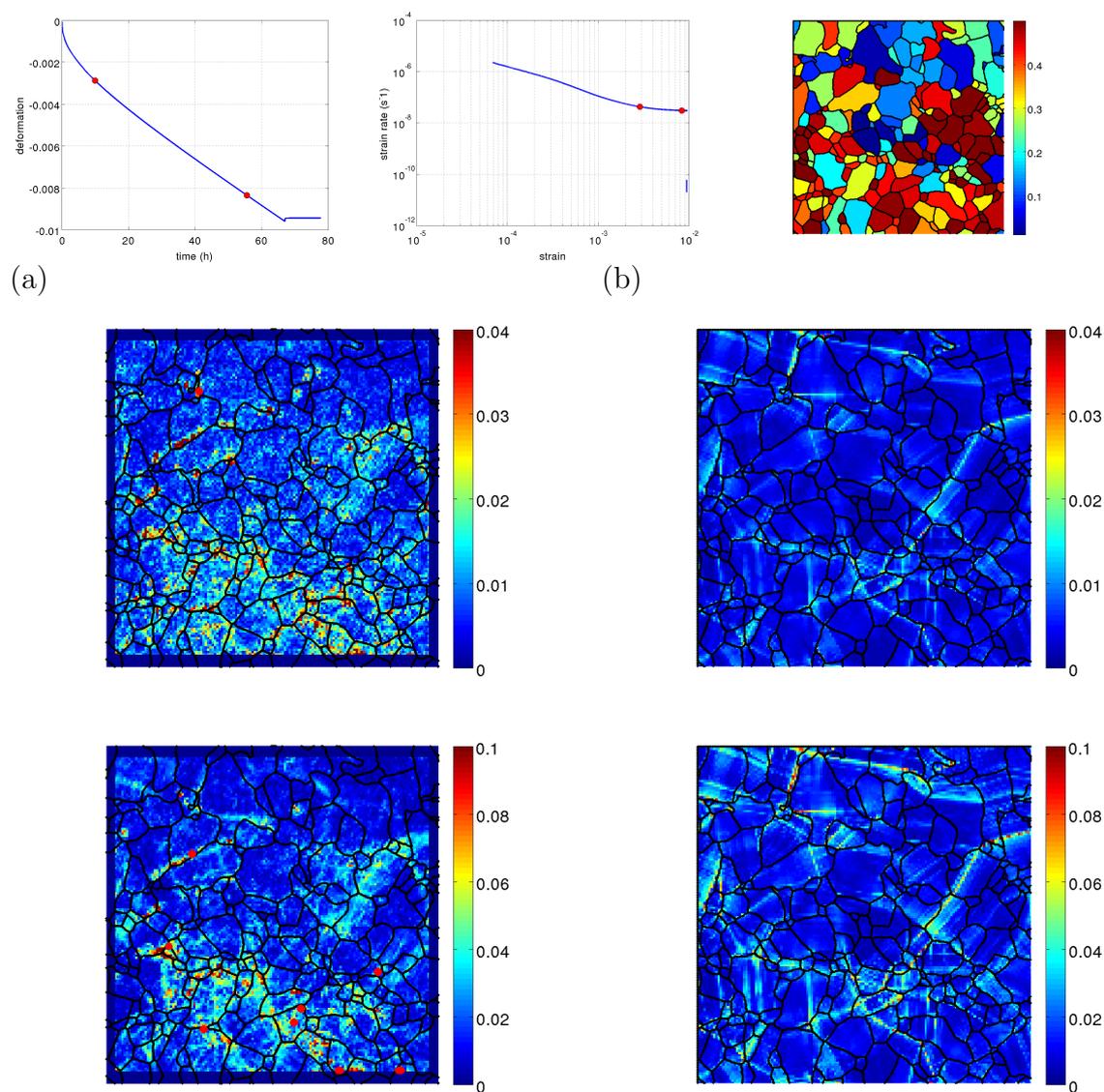


FIGURE 4.8 – Champs de déformation équivalente pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.29\% / -0.83\%$  : (a) DIC (b) FFT, avec courbes macroscopiques et cartographie des facteurs de Schmid (essai #18).

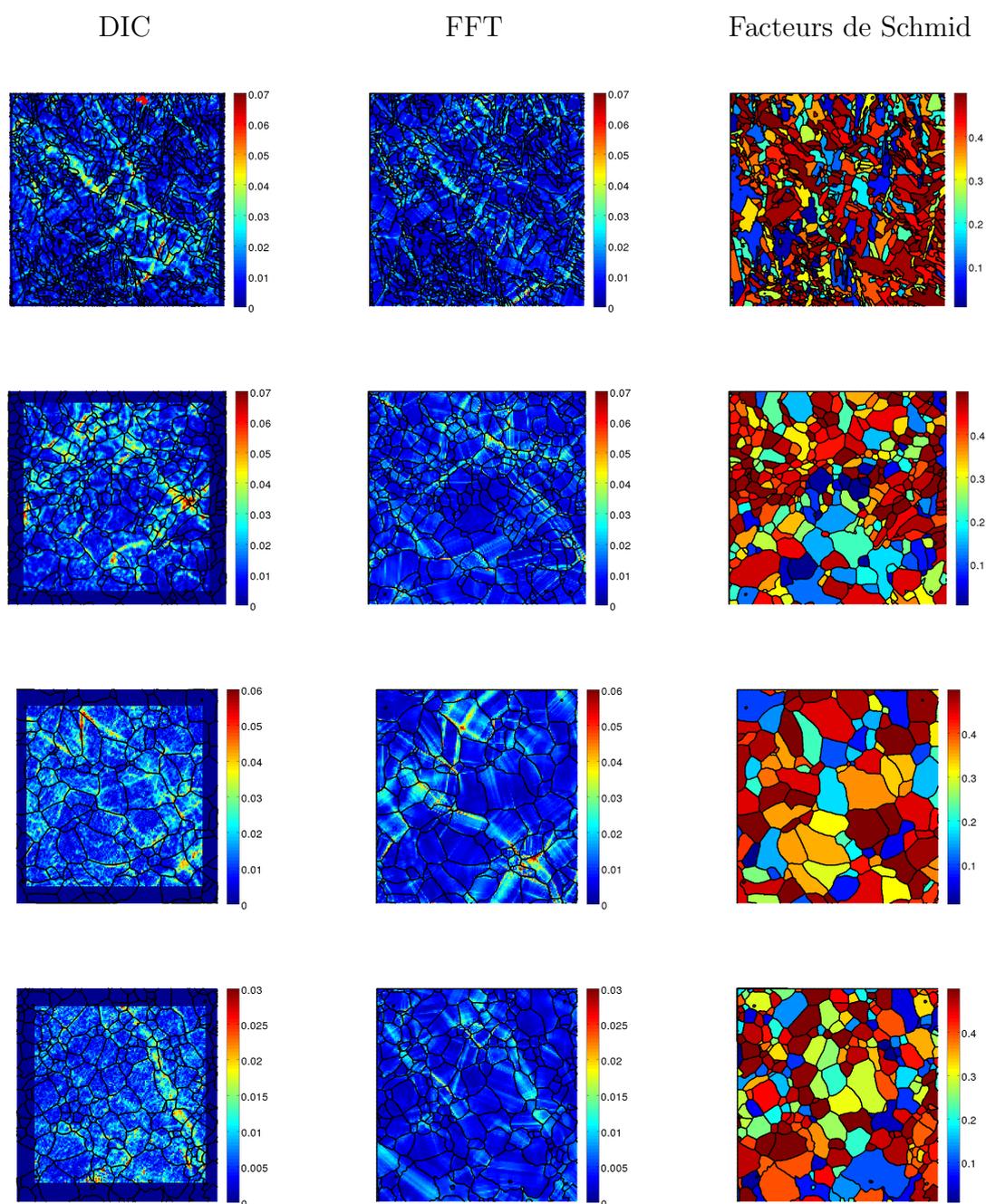


FIGURE 4.9 – Champs de déformations équivalentes pour (de haut en bas) :  $\bar{\varepsilon}_{yy} \approx -0.7\%$ , essais #19, #20 #22 et #27, avec  $\bar{\varepsilon}_{yy} \approx -0.3\%$  dans ce dernier cas. La résolution de calcul est de l'ordre de 512 pixels, sauf pour le dernier cas, en 128 pixels.

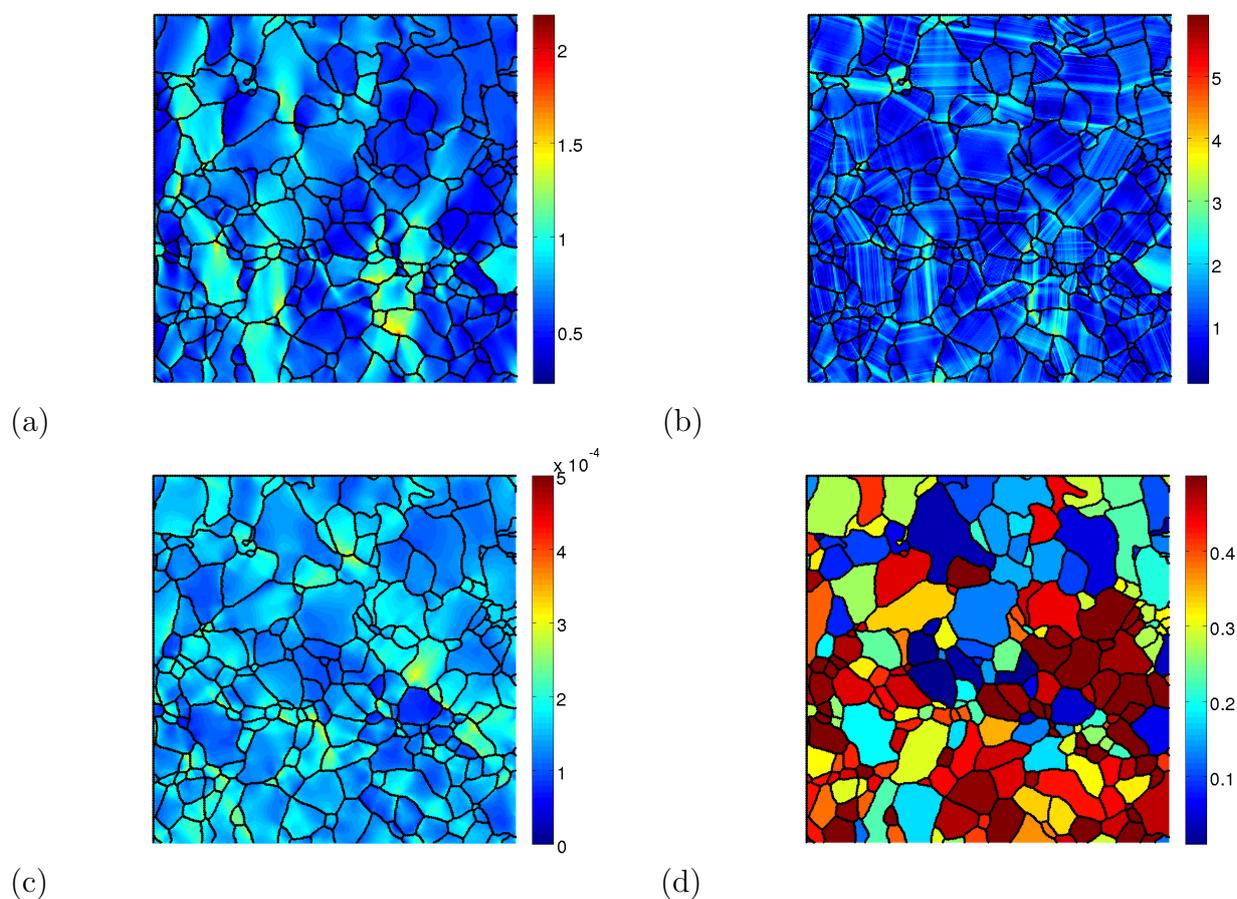


FIGURE 4.10 – Échantillon #18 : (a-b) Champs FFT de contrainte équivalente , en MPa, pour (a)  $\bar{\epsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$  et (b)  $0.83\%$ ; (c) champs FFT de déformation équivalente pour  $\bar{\epsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$ ; (d) cartographie des facteurs de Schmid sur cet échantillon #18.

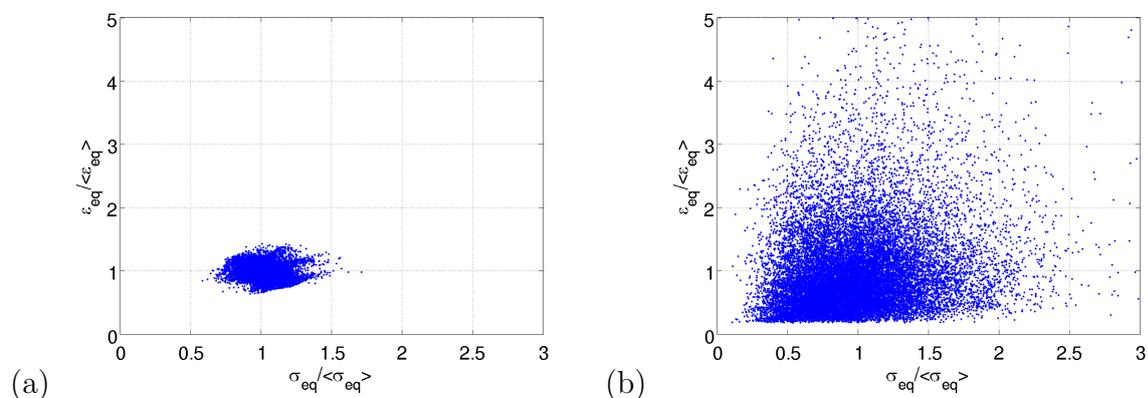


FIGURE 4.11 – Relation entre déformations et contraintes locales (normalisées), pour  $\bar{\epsilon}_{yy} = -0.01\%$  (a),  $-0.83\%$  (b) (essai #18).

### 4.5.7 Évolution de l'hétérogénéité des déformations : comparaisons avec l'expérience

La figure 4.12 présente l'évolution des hétérogénéités (moyennes sur l'éprouvette) de la déformation équivalente au cours de l'essai, avec d'une part les valeurs expérimentales DIC et d'autre part les résultats du modèle CraFT, à partir de plusieurs simulations effectuées avec différentes résolutions spatiales de calcul, et pour deux microstructures. On calcule l'écart-type, normalisé ou non, des déformations équivalentes sur toute la surface de l'échantillon, suivant la formule (2.31).

Pour l'écart-type normalisé, on observe une courbe FFT de type logarithmique, et une progression moins régulière au niveau expérimental. L'écart-type normalisé expérimental est artificiellement trop grand pour les faibles valeurs de déformation car il est le résultat d'une division par la déformation équivalente moyenne, qui tend vers 0 en début d'essai. La décharge est incluse dans les données DIC d'où un "retour en arrière" de la courbe expérimentale pour l'échantillon #26. On remarque sur ces courbes :

- pour l'échantillon #18, les résultats FFT à  $1024^2$  et  $512^2$  pixels pour la résolution de calcul, sont assez proches, alors qu'on observe bien sur l'échantillon #26 qu'une résolution de calcul en  $128^2$  pixels n'est pas suffisante. Toutes ces courbes ont cependant été tracées, comme précédemment, en dégradant la résolution FFT en post-traitement de façon à se rapprocher de la résolution spatiale expérimentale.
- La confrontation avec l'expérience montre que le calcul prédit globalement le bon niveau d'hétérogénéités, ce qui confirme les premiers résultats obtenus à partir des cartographies des déformations équivalentes. L'écart avec l'expérience n'est pas systématique : le modèle CraFT sous-estime les hétérogénéités pour l'échantillon #18 alors qu'il le surestime pour l'échantillon #26.
- On remarque également que l'évolution de  $std(\varepsilon_{eq})$  avec  $\varepsilon_{yy}$  est correctement prédite, les données FFT et DIC présentant des pentes similaires.

### 4.5.8 Localisation de la déformation aux joints de grain

Comme on l'a vu en section 3.6.1, la déformation expérimentale se localise plutôt près des joints de grains, bien que la tendance ne soit pas très nette. Afin de vérifier ce résultat, nous avons post-traité les résultats du modèle, dans le but d'analyser les corrélations entre déformation locale et distance aux joints de grains.

Ces résultats sont illustrés dans le cas des échantillons #18 (figure 4.13) et #26 (figure 4.14).

La résolution des résultats du modèle n'a pas été réduite dans le cas de l'échantillon 18 (elle est de  $522 \times 512$ ) pour l'obtention de la figure 4.13. Ces résultats, obtenus pour  $\varepsilon_{yy}^{FFT} = 0.01\%$ , ne peuvent pas être comparés à ceux de la DIC en raison du bruit de mesure trop élevé pour une déformation aussi faible. On retrouve sur cette figure plusieurs points :

- Le motif formé par les traînées horizontales provient du fait que l'hétérogénéité de déformation des grains est modérée aux faibles déformations. Les points correspondant à tous les pixels d'un grain sont donc concentrés dans une fine bande horizontale.
- Pour ce faible niveau de déformation, on observe bien une tendance : la proximité d'un joint de grain n'implique pas forcément une déformation importante. Par

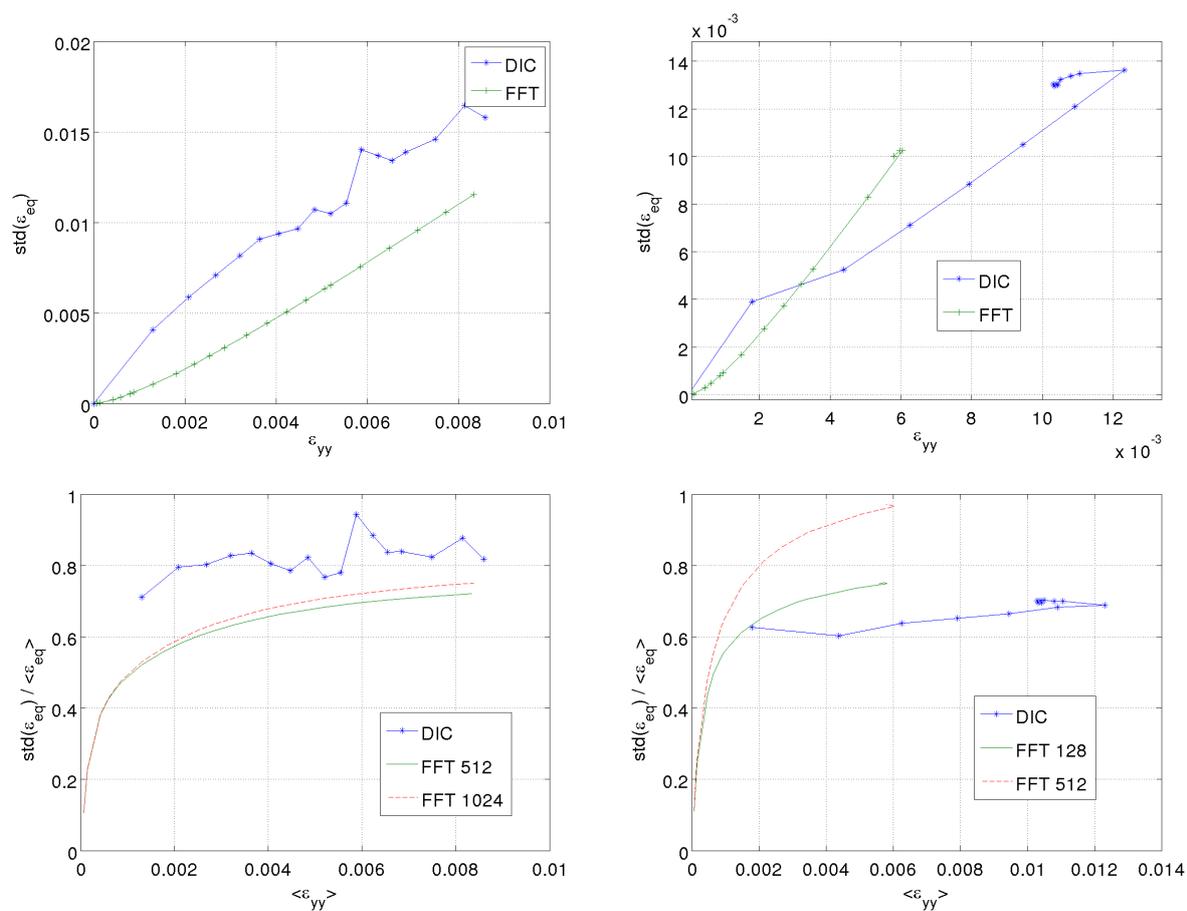


FIGURE 4.12 – Comparaisons DIC et FFT et évolution de l'écart-type des déformations équivalentes (haut) / l'écart-type normalisé (bas). Échantillons #18 (gauche) et #26 (droite).

contre, seuls les pixels proches des joints se déforment beaucoup.

- On retrouve également une déformation globalement plus homogène lorsque la distance aux joints augmente, c'est-à-dire au centre des gros grains.

La figure 4.14 présente une comparaison entre des résultats FFT et DIC, pour deux stades de déformation sur l'échantillon #26 : pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.20\%$ (c) puis  $-0.74\%$ (d), avec les images expérimentales correspondant à des déformations axiales similaires. On observe des nuages très similaires. Cependant, la décroissance des plus fortes valeurs de déformation (enveloppe supérieure des nuages) est plus prononcée dans le cas des simulations CraFT que sur les résultats DIC. Les calculs FFT sous-estiment légèrement la déformation des régions loin des joints de grains, *i.e.* les centres des gros grains.

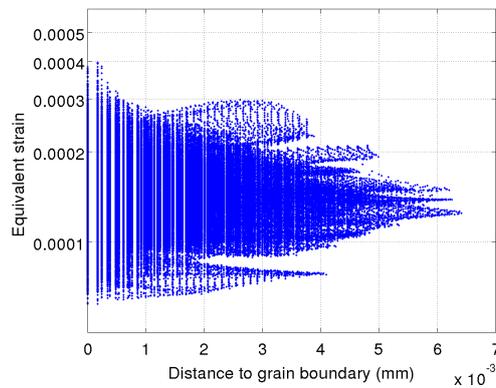


FIGURE 4.13 – Évolution des déformations équivalentes FFT en fonction de la distance aux joints de grains,  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$ ; chaque point représente un pixel de la surface analysée, échantillon #18.

#### 4.5.9 Déformation locale et orientation

Nous avons analysé le lien en section 3.6.2 entre le facteur de Schmid local et la déformation locale des grains mesurée par DIC. Les résultats obtenus ont montré que ce lien n'est pas évident. Le même travail a été mené sur les résultats du modèle CraFT, et on observe une tendance similaire (figure 4.15), avec une très faible corrélation entre facteur de Schmid et déformation locale, et aussi une grande dispersion des valeurs de déformation au sein de chacun des grains. On notera que sur la figure 4.15, l'échelle est logarithmique en ordonnée, et que pour un grain donné, l'amplitude des déformations est de l'ordre de 1 à 2 ordres de grandeur. La tendance est une droite de régression linéaire, et le calcul des coefficients de corrélation donne des valeurs inférieures à 0.2, ce qui s'explique par cette très grande dispersion des valeurs de déformation. La pente est dans ces deux cas légèrement plus faible dans le cas du modèle par rapport à l'expérience. Cela va cependant dans le sens des résultats expérimentaux, confirmant que la corrélation entre facteur de Schmid local et déformation est faible.

Cependant, si on regarde le nuage de points (figure 4.16(a)) obtenu en simulation pour une déformation très faible de 0.01% (sans comparaison possible avec les résultats DIC car le rapport signal sur bruit expérimental est trop faible à ce stade), on obtient alors

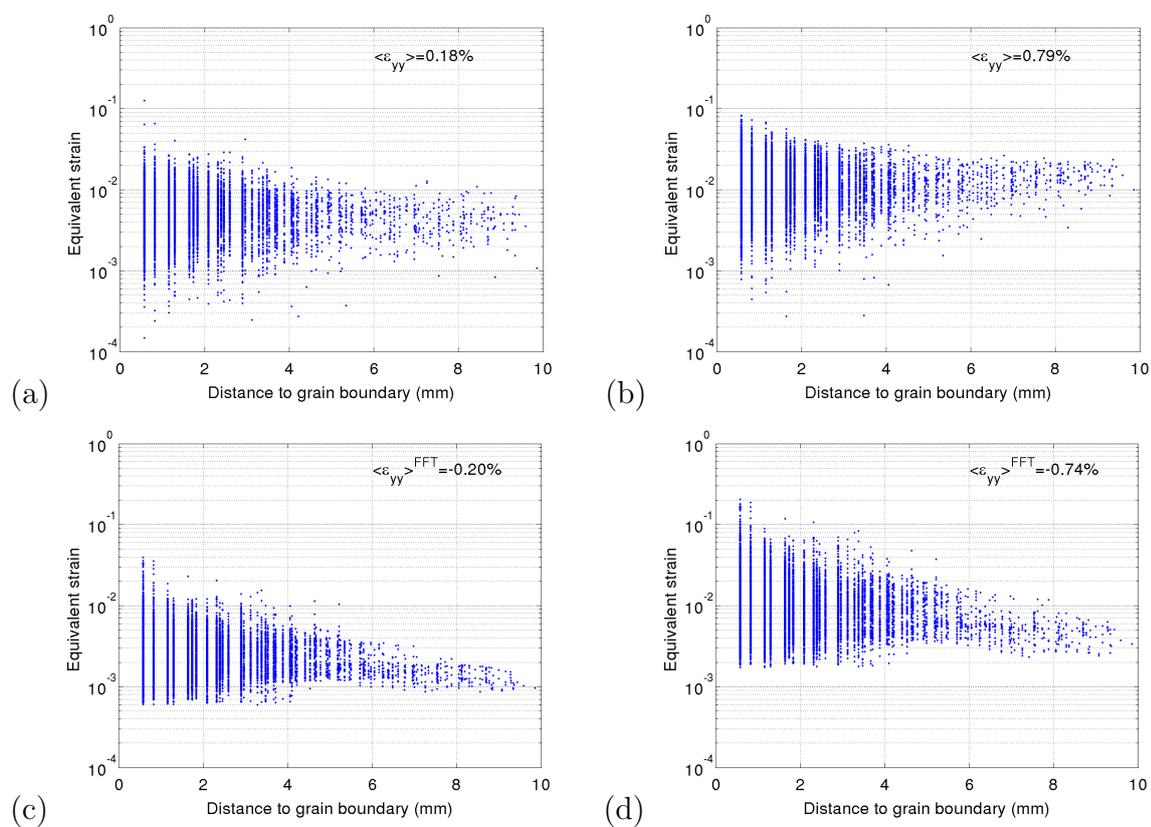


FIGURE 4.14 – Évolution des déformations équivalentes en fonction de la distance aux joints de grain. (a) Résultats DIC, pour  $\epsilon_{yy}^{DIC} = -0.18\%$  (a) /  $-0.79\%$  (b); résultats FFT, pour  $\epsilon_{yy}^{FFT} = -0.20\%$  (c) /  $-0.74\%$  (d); échantillon #26.

un lien plus prononcé entre orientation et déformation locale : le coefficient de corrélation est meilleur pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$  ( $r_1 = 0.42$ ) que pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.83\%$  ( $r_2 = 0.07$ ). En effet, en début de déformation, l'hétérogénéité de contrainte est plus faible, en raison d'une plus faible anisotropie locale. On se rapproche donc davantage d'une estimation de type Reuss, correspondant également à la forte vitesse de déformation en début de fluage. On remarque cependant que la déformation locale reste quasiment indépendante de l'orientation locale du grain (pente de la courbe figure 4.16(a) de l'ordre de  $10^{-5}$ ).

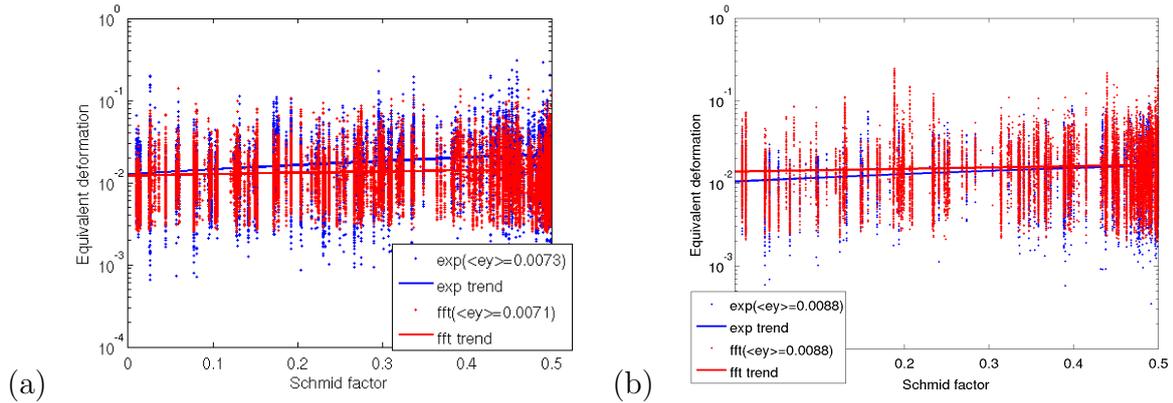


FIGURE 4.15 – Déformation équivalente en fonction du facteur de Schmid, résultats expérimentaux en bleu et du modèle en rouge ; chaque point représente un pixel de la surface analysée (a) échantillon #26, pour  $\varepsilon_{yy} \approx 0.7\%$ , (b) échantillon #18, pour  $\varepsilon_{yy} \approx 0.88\%$ .

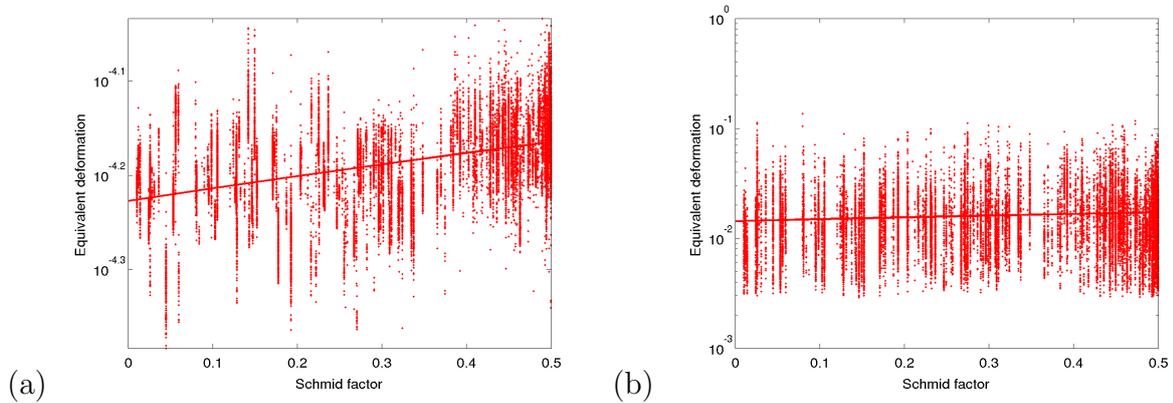


FIGURE 4.16 – Déformation équivalente en fonction du facteur de Schmid, résultats FFT pour  $\bar{\varepsilon}_{yy}^{FFT} = -0.01\%$  (a)  $-0.83\%$  (b) ; chaque point représente un pixel de la surface analysée, échantillon #18. Noter le changement d'échelle entre les deux figures ; la valeur de pente correspondant à l'image de gauche ( $1.8 \times 10^{-5}$ ) est plus faible que pour l'image droite ( $0.5 \times 10^{-2}$ ).

#### 4.5.10 Analyse à l'échelle d'un grain

Nous comparons ici les analyses effectuées en section 3.7.3 sur deux grains de l'échantillon #27, avec les résultats des simulations. On retrouve sur les champs de déformation et de

contrainte équivalente issus de la simulation (figure 4.17) les mêmes orientations des bandes de localisation que celles observées expérimentalement sur les figures 3.28 et 3.29 (champs correspondants au même stade de déformation en deuxième colonne). L'analyse quantitative montre aussi un relativement bon accord des champs de déformation équivalentes. Plusieurs bandes en genou apparaissent très nettement dans ces deux grains, et on peut faire le lien grâce aux simulations avec la concentration des contraintes sur ces mêmes bandes, très nette. On voit qu'en ces zones, la contrainte locale équivalente atteint entre 4 et 6 fois la contrainte appliquée, qui est de 0.5 MPa. Ces zones sont clairement initiées aux joints triples, et suivent les plans de base des grains.

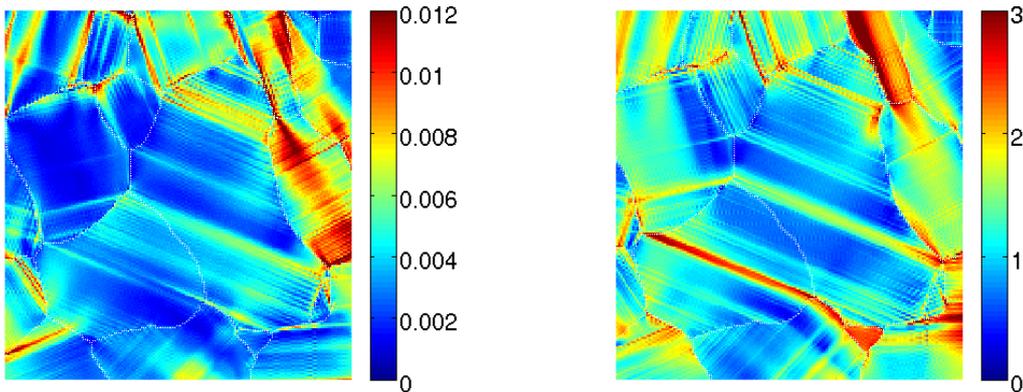


FIGURE 4.17 – Déformation (gauche) et contrainte (droite) équivalentes, champs FFT pour  $\bar{\epsilon}_{yy}^{FFT} = -0.27\%$ , échantillon #27, grains #3 et #4.

## 4.6 Application à un essai de recouvrance

On cherche ici à mettre en évidence les effets du champ de contraintes internes qui se développe lors du fluage transitoire. Des essais de recouvrance ont donc été réalisés expérimentalement, puis par des simulations CraFT.

### 4.6.1 Confrontation expérimentale

Tous les essais de fluage réalisés on été suivis d'une phase de décharge non totale, pendant laquelle les mesures LVDT et DIC ont été poursuivies. La décharge n'est pas totale afin que le plateau supérieur reste en contact avec l'échantillon pour permettre sa tenue. On rappelle que la contrainte appliquée est  $\bar{\sigma}_{yy}^a = -0.5$  MPa pendant toute la durée de charge. La contrainte restant durant la décharge est  $\bar{\sigma}_{yy}^a \approx -0.01$  MPa (égalité pour les simulations CraFT).

On observe dans les simulations de recouvrance (charge-décharge) que la déformation macroscopique recouvrée est beaucoup plus faible que dans les mesures expérimentales (cf. figures 4.4 et 4.5 #20, 22, 26 et 27).

Dans le cas de l'essai #27, on fait ici un zoom sur le moment de la décharge (figure 4.18 courbe macroscopique) et l'on regarde les champs locaux juste avant la décharge puis juste

après (au pas de temps suivant,  $dt = 5$  secondes), et en fin de simulation (état quasi-stationnaire). En figure 4.18, nous présentons d'une part les analyses DIC et CraFT pour le champ des déformations équivalentes. Nous présentons d'autre part le champ FFT des contraintes équivalentes, puis le champ FFT des contraintes axiales auquel on soustrait la valeur moyenne, qui est égale à la contrainte appliquée :

$$\sigma_m = \sigma_{yy} - \bar{\sigma} \quad (4.22)$$

Lors de la décharge, les hétérogénéités de déformation ou de contrainte deviennent légèrement moins fortes mais restent présentes. Les champs FFT de déformation équivalente ne montrent pas de dissemblance, même après relaxation complète des contraintes internes. Par contre, on observe bien sur les champs DIC une baisse d'intensité de la déformation équivalente au niveau des bandes de localisation. Les contraintes équivalentes diminuent progressivement pour se retrouver à un état nul à l'état stationnaire (fin de décharge). De même pour les contraintes  $\sigma_m$ , qui varient peu instantanément après la décharge, mais dont l'amplitude diminue lorsque l'on s'approche de l'état stationnaire (noter le changement d'échelle sur la dernière image). On observe aussi quelques grains où les contraintes équivalentes sont plus fortes, qui correspondent ici à des grains à très faible facteur de Schmid.

## 4.6.2 Discussion

On a vu dans les sections précédentes, pour des essais de fluage, que l'accord entre les déformations équivalentes expérimentales et simulées locales est bon, à la fois qualitativement et quantitativement. L'évolution des hétérogénéités suit une courbe semblable dans les mesures et les simulations, les résultats de localisation de la déformation aux joints de grains sont similaires, et les conclusions de faible corrélation entre orientation locale d'un grain et déformation équivalente se rejoignent.

Toutefois, le comportement à la décharge modélisé est sensiblement différent du comportement expérimental, ce qu'on a observé à la fois sur le comportement effectif et sur le comportement local. Plusieurs pistes pourraient expliquer ces différences :

- Les paramètres de la loi de comportement ne seraient pas bons (section 4.6.3).
- Les conditions aux limites pourraient jouer un rôle (section 4.6.4).
- Les phénomènes de recristallisation ne sont pas absents dans les essais, même en deçà de 1% de déformation (on peut voir sur les figures en annexe des joints de grains perturbés après déformation et l'apparition de petits grains au niveau de certains de ces joints (cf. annexe B)).
- On oublie une part de la physique au niveau de la loi de comportement. Une possibilité serait le champ de contraintes internes associé à la structure des dislocations, que l'on ne prend pas en compte. On discutera de ce point en conclusion.

## 4.6.3 Influence des paramètres du comportement local

### 4.6.3.1 Rôle des systèmes prismatiques et pyramidaux

On sait que l'hétérogénéité des champs de contrainte et de déformation augmente avec la non-linéarité du comportement local, ou avec son anisotropie. La sensibilité à

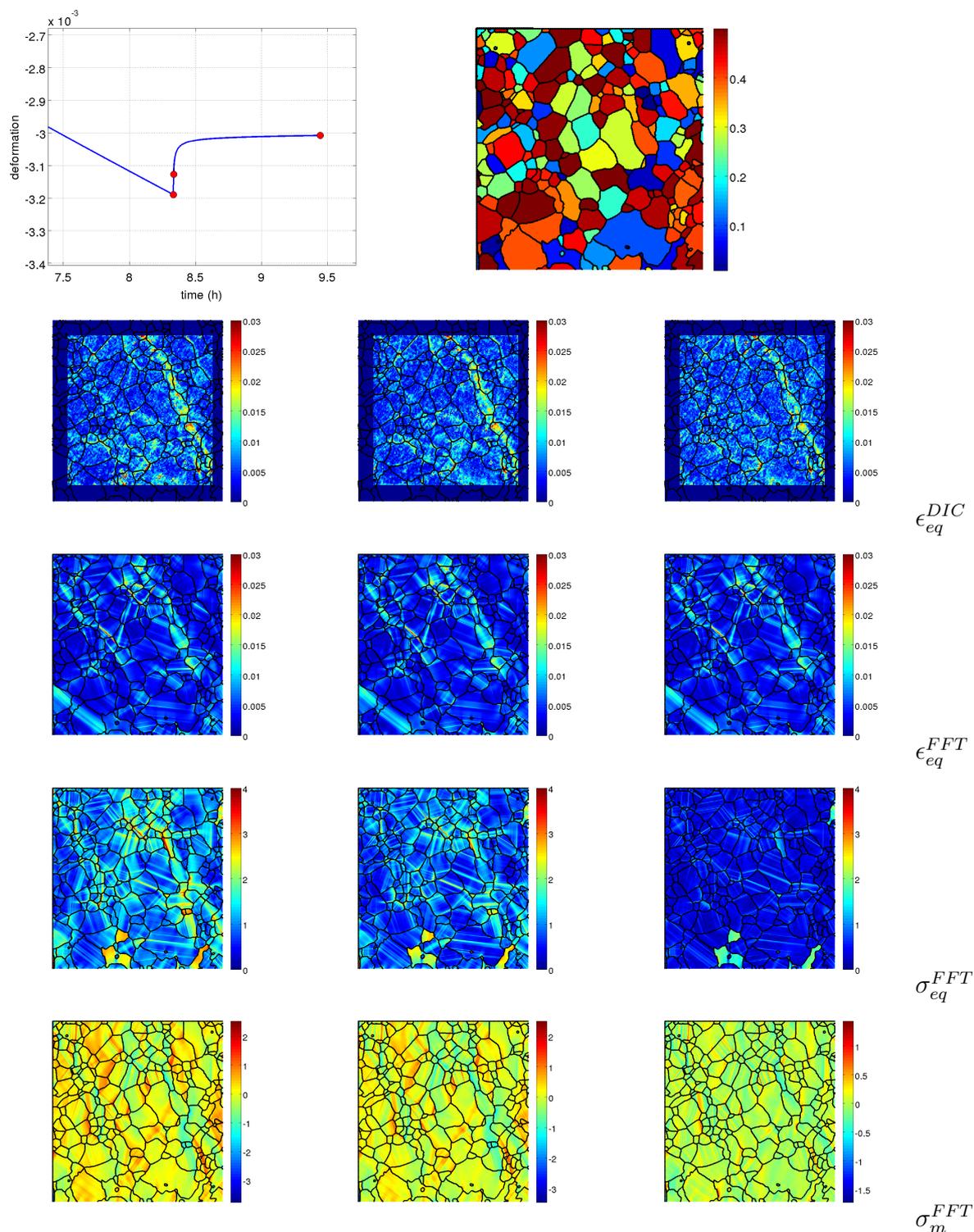


FIGURE 4.18 – Évolution des déformations, contraintes équivalentes, et  $\sigma_m = \sigma_{yy} - \bar{\sigma}$  (échelles des contraintes en *MPa*) lors de la décharge, de gauche à droite : juste avant décharge ; 5s après décharge ; état stationnaire (essai #27, points sur la courbe de charge).

la contrainte est établie expérimentalement (malgré une certaine incertitude pour les systèmes durs). Par contre, la contrainte d'écoulement des systèmes prismatiques et pyramidaux est mal connue. Augmenter les cissions de référence sur ces systèmes conduit à une augmentation de l'anisotropie viscoplastique locale, donc les hétérogénéités de champs. On peut s'attendre à ce que les contraintes internes ainsi engendrées produisent une déformation retardée supérieure. Nous testons donc ce cas par FFT.

Nous comparons sur la figure 4.19 les résultats obtenus avec le jeu de paramètre du tableau 4.1 à ceux d'un autre jeu, où les cissions critiques des systèmes prismatiques et pyramidaux ont été augmentées d'un facteur  $\approx 100$  (tableau 4.2).

	$\tau_{ini}$	$\tau_{sta}$	$n$	Ba	Pr	Pyr
Ba	0.1	0.022	2	70	125	0
Pr	<b>150</b>	<b>150</b>	2.85	125	110	0
Pyr	<b>300</b>	<b>300</b>	4	0	0	0

TABLE 4.2 – Jeu 2 de paramètres (sensibilité à la contrainte  $n$ , cissions critiques de référence initiale et stationnaire, matrice d'érouissage sur les trois dernières colonnes ;  $\tau$  et  $H$  en MPa, pour une température de  $-10^\circ\text{C}$ )

On remarque qu'un durcissement drastique des systèmes secondaires conduit à une déformation qui n'excède pas  $0.02\%$  soit  $2.10^{-4}$ , seulement quatre fois la déformation élastique. Nous sommes proches d'un fluage limité.

Ceci s'explique par le fait que quatre systèmes de glissements indépendants sont nécessaires pour la déformation d'un polycristal de glace [Castelnaud, 1996, Bornert et al., 2001a]. On remarque en revanche que la déformation retardée, après décharge, est pratiquement la même pour les deux jeux de paramètres, *i.e.* d'environ un ordre de grandeur inférieure aux données expérimentales.

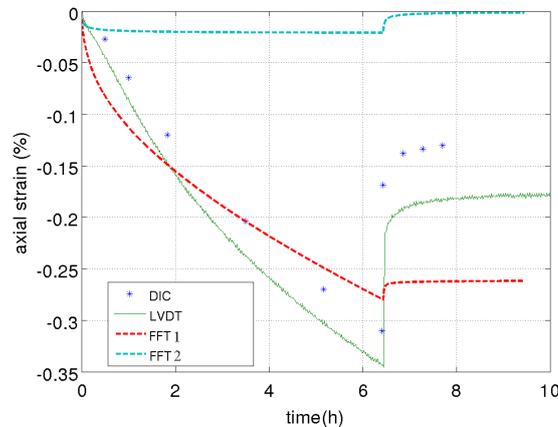


FIGURE 4.19 – Comparaison du comportement macroscopique lors de l'augmentation des cissions critiques sur le pyramidal et le prismatique : courbe FFT1 : paramètres de base ; courbe FFT2 : jeu 2 de paramètres ; échantillon #27

### 4.6.3.2 Rôle du paramètre $c$ de l'écroissage cinématique

Nous avons également regardé l'influence d'une variation du coefficient d'écroissage  $c$  sur le comportement macroscopique du polycristal. On rappelle ici que l'écroissage cinématique du monocristal est régi par la loi :

$$\dot{X}^{(k)} = c\dot{\gamma}^{(k)} - dX^{(k)} |\dot{\gamma}^{(k)}| - e |X^{(k)}|^m \text{sign}(X^{(k)}) \quad (4.23)$$

où  $c = 9$  MPa,  $d = 60$ ,  $e = 0.0003 \text{ s}^{-1}$ , et  $m = 1$ .  $e$  est un terme de restauration dynamique.

Dans le cas où  $e = 0$ , l'intégration de l'équation de l'écroissage cinématique (4.23) donne, au signe près :

$$X(t) = \frac{c}{d} [1 - \exp(-d\gamma^{(k)}(t))] \quad (4.24)$$

On obtient donc le régime stationnaire  $X \rightarrow c/d$  (au signe près) pour  $\gamma^{(k)}$  grands.  $1/d$  correspond à la constante de temps de l'écroissage cinématique, et le quotient  $c/d$  donne la valeur de cet écroissage en régime stationnaire. Augmenter  $c$  ou  $c/d$  pourrait donc permettre d'augmenter la déformation retardée après décharge.

La figure 4.20 présente des comparaisons du comportement macroscopique des résultats de simulations pour différentes valeurs du coefficient d'écroissage  $c$ . Une augmentation de  $c$  d'un facteur 10 (4.20(a)) conduit à un comportement plus raide, et à une recouvrance plus longue à la décharge, mais sans modification notable de son amplitude. A l'inverse, si on divise  $c$  par 10 (4.20(b)) alors la déformation est légèrement plus rapide, mais la recouvrance est toujours trop faible.

Nous concluons de ces calculs que les paramètres de la loi de comportement locale ne semblent pas être à l'origine de la forte sous-estimation de la déformation retardée. Une modification de ces paramètres n'engendre en effet pas de changement qualitatif du résultat. Malgré un niveau important des contraintes internes, la déformation retardée reste de l'ordre de grandeur de la déformation élastique.

### 4.6.4 Effet possible des conditions aux limites

Nous présentons en figure 4.21 une comparaison qualitative des champs de déformations équivalentes pour la microstructure #26, au bord de laquelle nous avons ajouté dans une simulation CraFT un bord constitué d'un matériau élastique linéaire isotrope, de paramètres élastiques proches de ceux de la glace afin de limiter le contraste dans la microstructure et d'assurer la convergence de l'algorithme. Les constantes choisies sont donc : 10000 MPa pour le module d'Young et 0.3 pour le coefficient de Poisson. Nous regardons ici l'effet de ce bord sur la localisation de la déformation dans le polycristal. Les comparaisons ne peuvent être que qualitative, car le matériau élastique du bord a un comportement très raide par rapport à la glace élasto-viscoplastique. La déformation de la microstructure dans ce cas est donc beaucoup plus faible que dans nos essais. On voit que la localisation de la déformation apparaît globalement aux mêmes endroits, mais que certaines bandes prennent plus ou moins d'intensité par rapport aux simulations

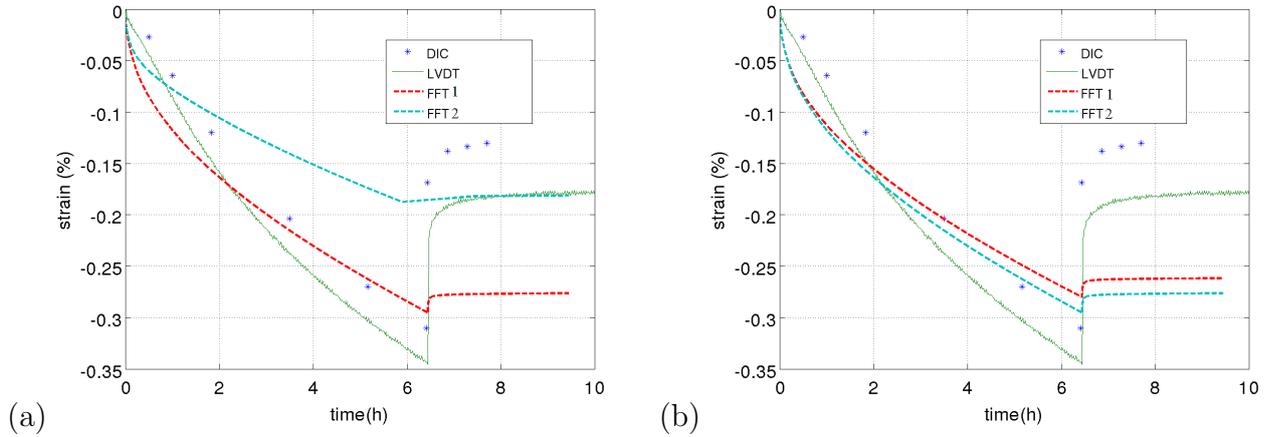


FIGURE 4.20 – Influence d’une variation du coefficient d’écrouissage  $c$  sur le comportement macroscopique du polycristal, échantillon #27. FFT1 : paramètres de base; FFT2 : on a fait varier le paramètre  $c$  : (a)  $c_2 = c \times 10$ , (b)  $c_2 = c/10$ .

initiales. On remarque également que les bandes de localisation conservent une position globalement semblable aux observations expérimentales.

Le champ de déformation ne semble donc pas fortement impactée par les effets de bords dans les simulations.

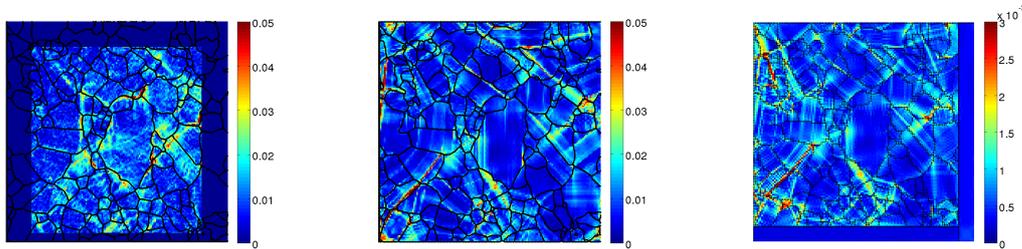


FIGURE 4.21 – Comparaison des champs de déformations équivalentes pour (a) DIC pour  $\epsilon_{yy}^{DIC} = -0.63\%$  (b) FFT  $\epsilon_{yy}^{FFT} = -0.60\%$  (c) FFT2 : bords élastiques (essai #26),  $\epsilon_{yy}^{FFT2} = -0.04\%$ .

## 4.7 Conclusion

Nous avons utilisé un modèle plein champs FFT élasto-viscoplastique pour simuler nos essais réalisés en fluage sur des échantillons de glace polycristalline, le code CraFT, qui a été élaboré par l’équipe du LMA. La méthode numérique repose sur un algorithme de point fixe, avec utilisation des transformées de Fourier rapides [Moulinec and Suquet, 1994]. Une loi de comportement locale améliorée a été implémentée en élasto-viscoplasticité, avec un écrouissage cinématique [Suquet et al., 2011]. Les paramètres ont été ajustés sur des données de la littérature, provenant d’essais sur monocristaux et sur polycristaux de glace, en partant des résultats obtenus dans [Castelnau et al., 2008b].

Les microstructures réelles, dont les orientations sont mesurées grâce à l'analyseur optique AITA, ont alors été implémentées en entrée du modèle après une réduction de leur résolution spatiale adaptée à nos besoins.

A la charge, les comparaisons des simulations avec l'expérience montrent un bon accord sur le comportement effectif, mais aussi sur les champs locaux, malgré une identification relativement rapide des paramètres. On observe une certaine dispersion des résultats en fonction des microstructures, et cela peut être associé aux conditions aux limites, à la taille réduite de nos échantillons, et aux aléas expérimentaux. La localisation et l'orientation des bandes de déformation après 1% de déformation macroscopique axiale est généralement bien prédite, avec une localisation plus forte près des joints de grain. L'évolution des hétérogénéités suit une courbe semblable dans les mesures DIC et les simulations CraFT. Les résultats de localisation de la déformation aux joints de grains sont similaires. Un autre résultat important est l'absence de corrélation entre orientation locale et déformation locale, retrouvée par les simulations comme dans les mesures.

Le modèle permet aussi d'analyser le champ des contraintes, qui n'a pas été mesuré expérimentalement. On trouve des concentrations de contrainte sur les points triples et près des joints de grains, mais aussi souvent dans l'intérieur des grains, près des zones de localisation de la déformation. Des analyses locales ont montré notamment des concentrations de contraintes sur les bandes en genou, zones correspondant à de fortes distorsions de réseau (rotation de l'axe  $\mathbf{c}$  du grain).

Cependant, les résultats de simulation reflètent mal la décharge ; la déformation recouverte en simulation est d'un ordre de grandeur trop faible. Les conditions aux limites et les paramètres de la loi de comportement ne semblent pas pouvoir expliquer cet écart. C'est plutôt au niveau des mécanismes physiques, notamment l'écroutissage cinématique, qu'il semble falloir chercher la solution. Le fort écroutissage cinématique dans le polycristal de glace est associé à une structuration des champs de dislocations, qui interagit fortement avec la redistribution des contraintes via de fortes contraintes internes.

Pour générer de fortes déformations recouvertes, il faut probablement prendre en compte une loi de comportement représentant le "détricotage" de la structure des dislocations lors de la suppression de la contrainte appliquée. En conclusion, il apparaît que les mesures d'hétérogénéités de la déformation dans la glace peuvent être adaptées, par l'intermédiaire d'un modèle micromécanique plein champ, à la validation d'approches d'une loi de comportement adaptée, et incluant dans sa formulation une composante liée aux contraintes internes issues des champs de dislocations.



## Conclusion et perspectives

Le dispositif expérimental mis en place permet l'analyse des hétérogénéités de déformation et de leur évolution, au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline, en relation avec la microstructure des échantillons. La structure colonnaire des échantillons usinés permet d'obtenir des champs cinématiques 2D, en première approximation sans gradient de déformation dans l'épaisseur de l'échantillon. L'analyse d'une lame mince en surface de l'échantillon est alors suffisante pour avoir une bonne connaissance de l'échantillon dans sa totalité, ce qui n'est pas le cas des matériaux standard à microstructure granulaire. Cette analyse des microstructures est réalisée grâce à un analyseur optique (AITA) qui utilise la propriété de biréfringence de la glace pour mesurer l'orientation des axes  $\mathbf{c}$  sur une lame mince, avec une résolution spatiale de  $43 \mu\text{m}$  et une résolution angulaire de  $5^\circ$  sur les mesures d'azimut et de colatitude. Les mesures des orientations ont été traitées pour réduire le bruit et les adapter à une utilisation dans les modèles.

L'utilisation de la corrélation d'images sur la glace suppose un certain nombre d'adaptations. Un travail sur le marquage de la surface a été réalisé, et les mouchetis ont été caractérisés. On a montré qu'ils sont généralement bien adaptés à la résolution du système optique utilisé. Le dispositif permet d'atteindre des résolutions spatiales de l'ordre de  $0.5 \text{ mm}$  pour la mesure des champs de déplacement. L'influence du choix des paramètres de corrélation sur les différentes résolutions (résolution spatiale, résolution en déplacement, et résolution en déformation) a été étudiée, et nous avons testé la technique de l'approximation diffuse sur les champs de déplacement mesurés. Les différents types d'erreur ont été évalués : erreur liée au bruit et à la corrélation, erreur liée au déplacement subpixel, et erreur hors-plan, mesurée par un essai de stéréocorrélation.

Nous avons évalué les diverses résolutions sur un échantillon typique (#26) pour un choix de paramètres de corrélation : une résolution en déformation de  $0.49\%$  est obtenue pour une résolution spatiale de  $0.5 \text{ mm}$  (avec  $n = p = 10$  pixels). La mise en place de la procédure de corrélation d'images sur la glace lors d'un essai de compression uniaxiale en fluage *en parallèle avec* des mesures de déplacement macroscopique nous a permis de valider les mesures effectuées. Nous sommes parvenus aussi à une procédure de superposition entre microstructure et champs DIC avec une précision de  $0.2 \text{ mm}$ .

Les échantillons ont pour la plupart une microstructure colonnaire, avec des tailles de grain variant entre  $2$  et  $7 \text{ mm}$ . Une particularité intéressante de ces échantillons est l'orientation des axes  $\mathbf{c}$ , proche du plan de l'échantillon. Un échantillon de glace granulaire à très petits grains ( $\approx 2 \text{ mm}$ ) a également été testé pour comparaisons. Les orientations et facteurs de Schmid ont été moyennés par grain par une procédure adaptée pour de meilleurs résultats statistiques et une implémentation plus simple dans les modèles. Les désorientations de réseau ont été déterminées grâce à la superposition des microstructures

avant et après essai.

Comparativement aux mesures sur d'autres matériaux, les résultats DIC sur la glace ont une résolution spatiale moindre, en raison des difficultés de réalisation d'un mouchetis fin sur la glace. Néanmoins, ils ont permis d'obtenir des informations à l'échelle inter-granulaire, mais aussi intra-granulaire, sur la localisation de la déformation et son évolution dans le temps. Les champs de déformation mesurés sont fortement hétérogènes, et on a montré en particulier que :

- les déformations équivalentes locales peuvent atteindre jusqu'à 10 fois la valeur de déformation macroscopique,
- la déformation se localise sous forme de bande d'orientations variables, sur des distances allant jusqu'à 10 fois la taille moyenne des grains, distances proches de la taille des échantillons,
- la déformation est plus forte dans les zones proches des joints de grains,
- il n'y a pas de corrélation entre les déformations locales et les orientations cristallographiques correspondantes.

L'analyse locale nous a permis, grâce au calcul de gradients de déplacements dans le repère cristallographique, de localiser les bandes en genou et les bandes de cisaillement, et d'analyser leur évolution avec la déformation. On a montré que ces bandes apparaissent en général très vite au cours de déformation, dès 0.2% de déformation macroscopique. Ces résultats permettent de mieux comprendre comment se construisent les champs de déformation dans un polycristal de glace déformé en fluage.

Nous avons utilisé un modèle plein champs FFT élasto-viscoplastique pour simuler nos essais réalisés en fluage sur des échantillons de glace polycristalline. Le code CraFT a été élaboré par l'équipe du LMA. La méthode numérique repose sur un algorithme de point fixe, avec utilisation des transformées de Fourier rapides [Moulinec and Suquet, 1994]. Une loi de comportement locale améliorée a été implémentée en élasto-viscoplasticité, avec un écrouissage cinématique pour le monocristal [Suquet et al., 2011]. Les paramètres ont été ajustés sur des données de la littérature, provenant d'essais sur monocristaux et sur polycristaux de glace, en partant des résultats obtenus par [Castelnau et al., 2008b]. Les microstructures réelles, dont les orientations sont mesurées grâce à l'analyseur optique AITA, ont alors été implémentées en entrée du modèle après une réduction de leur résolution spatiale adaptée à nos besoins. Lors de la charge, les comparaisons des résultats de simulations aux résultats expérimentaux montrent un bon accord sur le comportement effectif, mais aussi sur les champs locaux, malgré une identification relativement rapide des paramètres. La localisation et l'orientation des bandes de déformation après 1% de déformation macroscopique axiale est généralement bien prédite, avec une localisation plus forte près des joints de grain. L'évolution des hétérogénéités suit une courbe semblable dans les mesures DIC et les simulations CraFT. Un autre résultat important est l'absence de corrélation entre orientation locale et déformation équivalente locale, retrouvée par les simulations comme dans les mesures. Le modèle permet aussi d'analyser les champs de contraintes, qui n'ont pas été mesurés expérimentalement. On trouve des concentrations de contraintes sur les points triples et près des joints de grains, mais aussi souvent dans l'intérieur des grains. Des analyses locales ont montré des concentrations de contraintes sur les bandes en genou, qui correspondent à de fortes distorsions de réseau.

Cependant, les résultats de simulation reflètent mal la décharge ; la déformation re-

couverte en simulation est d'un ordre de grandeur trop faible. Les conditions aux limites et les paramètres de la loi de comportement ne semblent pas pouvoir expliquer cet écart. C'est plutôt au niveau des mécanismes physiques, notamment l'écroissage cinématique, qu'il semble falloir chercher la solution. Le fort écroissage cinématique dans le polycristal de glace est associé à une structuration des champs de dislocations, qui interagit fortement avec la redistribution des contraintes via de fortes contraintes internes.

En conclusion, il apparaît que les mesures d'hétérogénéités de la déformation dans la glace peuvent être adaptées à la validation d'approches en champ complet, moyennant la construction d'une loi de comportement adaptée, et d'une formulation susceptible d'intégrer la composante liée aux contraintes internes issues des champs de dislocations.

Les limites de la méthode résident probablement dans la difficulté à améliorer la résolution spatiale tout en gardant une résolution en déformation suffisante, pour permettre des analyses locales plus fines. Parallèlement, il faudrait trouver une procédure de superposition plus précise que celle mise en place. En perspective, ce travail pourrait être poursuivi, notamment au niveau des analyses locales, avec plusieurs améliorations possibles. On pourrait par exemple envisager l'essai d'un autre type de mouchetis, qui serait un matériau déformable ou des grains de sable dans le volume de l'échantillon. Des essais de stéréocorrélation pourraient être à nouveau entrepris avec de meilleures conditions d'éclairage, et un traitement des résultats plus complet. Avec un plus fort grossissement, on pourrait obtenir des images des déformations locales avec une meilleure résolution spatiale, pour des comparaisons plus fines avec les désorientations de réseau pour ce qui concerne les axes  $\mathbf{c}$ . Des comparaisons avec des mesures EBSD pourraient être effectuées, ce qui permettrait l'analyse des distorsions liées aux systèmes de glissement prismatiques et pyramidaux. Sur le plan de la modélisation, il serait intéressant d'introduire dans le modèle CraFT une autre loi de comportement, avec la prise en compte de la structuration des dislocations, en se basant par exemple sur la théorie des champs de dislocations.



## Annexe A

# Repères : définitions et matrices de passage

### A.1 Définitions des repères

#### A.1.1 Repère de l'échantillon

La plus grande surface de l'échantillon est initialement dans un plan  $(Oxy)$ , plan fixe que l'on appellera plan de l'échantillon, et sur lequel la DIC sera effectuée. Le repère de l'échantillon est défini avec l'axe  $(Ox)$  horizontal dirigé vers la droite, l'axe  $(Oy)$  vertical vers le haut -direction de la compression uniaxiale- et l'axe  $(Oz)$  normale sortante vers l'avant afin que le repère soit orthonormal direct (figure A.1).

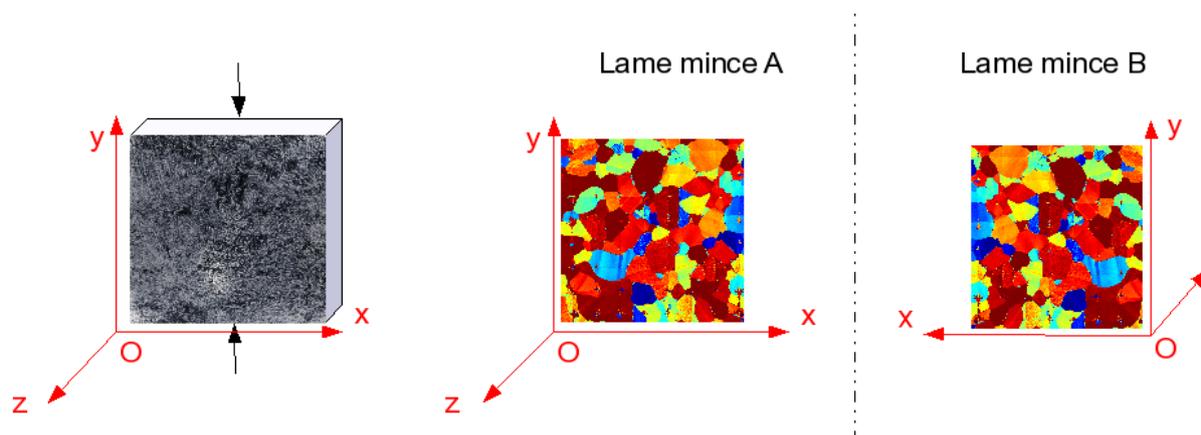


FIGURE A.1 – Repère de l'échantillon et des lames minces

#### A.1.2 Repère de l'analyseur

Les directions des axes  $\mathbf{c}$  sont déterminées à partir d'une lame mince découpée sur l'échantillon analysée avec l'AITA (Automatic Ice Texture Analyser). Le repère de l'analyseur est défini comme indiqué figure A.2.

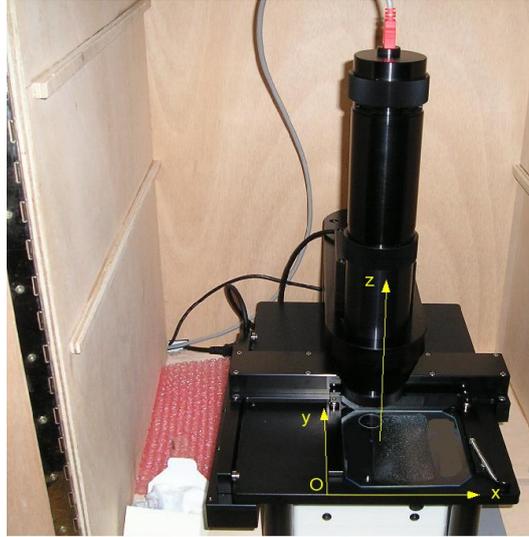


FIGURE A.2 – Repère de l’analyseur ; les axes  $(Ox)$  et  $(Oy)$  sont dans le plan de la lame mince, l’axe  $(Oz)$  est orthogonal au plan  $(Oxy)$ , et dirigé vers le haut (repère direct)

### A.1.3 Repère des lames minces

Dans ce manuscrit, on notera A les lames découpées avant déformation, et B les lames découpées après déformation.

Il faut prêter une attention particulière aux repères lors de la réalisation des lames minces (section 2.2.5). Le repère des lames minces avant déformation est le même que le repère de l’échantillon, et on place la lame mince dans l’analyseur afin de faire coïncider son repère avec celui de l’analyseur.

Lors de la préparation des lames minces après déformation, la lame est collée après un retournement droite/gauche, ce qui oblige à un traitement des résultats d’analyse pour une comparaison directe avec les résultats de la lame d’avant déformation. Si l’on définit les repère de la lame B comme dans la figure A.1 pour avoir coïncidence des repères des deux lames, on voit que le repère de la lame B ne coïncide pas avec celui de l’analyseur. Les résultats d’orientation obtenus doivent être transformés par une matrice de passage correspondant au retournement subit, soit ici :

La transformation de retournement droite/gauche effectuée pour l’obtention des lames minces après déformation correspond à un demi-tour (rotation d’angle  $\pi$ ) autour de l’axe  $(Oy)$  du repère de l’échantillon. La matrice de passage correspondante est :

$$P = \begin{bmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix} \quad (\text{A.1})$$

### A.1.4 Repère local

Le repère local d’un grain ou d’un cristal est un repère direct dont l’axe  $(Oz)$  coïncide avec l’axe  $\mathbf{c}$  du cristal ; le plan  $(Oxy)$  détermine alors le plan basal. Il est obtenu tel que l’axe  $(Ox)$  soit dans le plan de l’échantillon défini précédemment.

## A.2 Angles d'Euler et passage au repère local d'un grain

### A.2.1 Matrices de rotation

Soient deux bases orthonormées :

- $\mathbf{e}_i$  sont les vecteurs unitaires de la base de référence ou ancienne base
- $\mathbf{e}'_i$  sont les vecteurs unitaires de la nouvelle base.

Soit P et Q les matrices de passages entre les deux bases, définies comme suit :

- P a pour colonnes les composantes des vecteurs de la nouvelle base dans l'ancienne base, i.e.  $P_{ij} = \mathbf{e}'_j \cdot \mathbf{e}_i$  et  $\mathbf{e}'_j = P_{ij} \mathbf{e}_i$ .
- Q a pour colonnes les composantes des vecteurs de l'ancienne base dans la nouvelle base.

Pour les repères orthonormés, Q est la transposée de P.

Si la nouvelle base est obtenue par une rotation de l'ancienne d'un angle  $\varphi$  autour de l'axe  $\mathbf{e}_3$  la matrice de passage correspondante est :

$$P^\varphi = \begin{bmatrix} \cos\varphi & -\sin\varphi & 0 \\ \sin\varphi & \cos\varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

Si la nouvelle base est obtenue par une rotation de la précédente d'un angle  $\phi$  autour de l'axe  $\mathbf{e}_1$  la matrice de passage P correspondante est :

$$P^\phi = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\phi & -\sin\phi \\ 0 & \sin\phi & \cos\phi \end{bmatrix}$$

### A.2.2 Angles d'Euler

Lors d'un changement de base suivant les angles d'Euler (notations de Bunge), on effectue successivement trois rotations :

- La première transforme la base  $\{\mathbf{e}_i\}$  en une base  $\{\mathbf{e}'_i\}$  par une rotation d'angle  $\varphi_1$  autour de ( $\mathbf{e}_3$ ) :

$$\mathbf{e}'_j = P_{ij}^{\varphi_1} \mathbf{e}_i$$

- La seconde transforme la base  $\{\mathbf{e}'_i\}$  en une base  $\{\mathbf{e}''_i\}$  par une rotation d'angle  $\phi_E$  autour de ( $\mathbf{e}'_1$ ) :

$$\mathbf{e}''_j = P_{ij}^{\phi_E} \mathbf{e}'_i$$

- La troisième transforme la base  $\{\mathbf{e}''_i\}$  en une base  $\{\mathbf{e}_i^{loc}\}$  par une rotation d'angle  $\varphi_2$  autour de ( $\mathbf{e}''_3$ ) :

$$\mathbf{e}_j^{loc} = P_{ij}^{\varphi_2} \mathbf{e}''_i$$

Si l'on compose les deux premières rotations, on obtient :

$$\mathbf{e}''_j = P_{ij}^{\phi_E} P_{ki}^{\varphi_1} \mathbf{e}_k = P_{kj} \mathbf{e}_k$$

$$\mathbf{e}_j = Q_{kj} \mathbf{e}''_k$$

On calcule la matrice de passage correspondante  $P = P^{\varphi_1} P^{\phi_E}$  :

$$P = \begin{bmatrix} \cos\varphi_1 & -\sin\varphi_1 \cos\phi_E & \sin\varphi_1 \sin\phi_E \\ \sin\varphi_1 & \cos\varphi_1 \cos\phi_E & -\cos\varphi_1 \sin\phi_E \\ 0 & \sin\phi_E & \cos\phi_E \end{bmatrix}$$

$$Q = \begin{bmatrix} \cos\varphi_1 & \sin\varphi_1 & 0 \\ -\sin\varphi_1 \cos\phi_E & \cos\varphi_1 \cos\phi_E & \sin\phi_E \\ \sin\varphi_1 \sin\phi_E & -\cos\varphi_1 \sin\phi_E & \cos\phi_E \end{bmatrix}$$

Supposons que l'on n'effectue pas de troisième rotation ( $\varphi_2 = 0$ ), ce qui sera le cas dans notre étude, car on verra que cette rotation correspond à une rotation autour de l'axe  $\mathbf{c}$  du grain, et n'est donc pas mesurable avec l'analyseur.

Si  $\mathbf{v}$  est un vecteur et  $\varepsilon$  un tenseur d'ordre 2, les formules de changement de base sont alors les suivantes :

$$\mathbf{v} = v_i e_i = v_i Q_{ki} e_k^{loc} \quad (\text{A.2})$$

donc

$$v_i^{loc} = Q_{ij} v_j \quad (\text{A.3})$$

$$\epsilon_{ij}^{loc} = Q_{im} Q_{jn} \epsilon_{mn} \quad (\text{A.4})$$

### A.2.3 Passage du repère de l'échantillon à un repère local

Le repère local d'un grain donné est le repère dont l'axe ( $Oz$ ) coïncide avec l'axe  $\mathbf{c}$  du grain.

Le passage du repère de l'échantillon au repère local est illustré par les figures A.2.3 (en 3D) et A.2.3 (projections). On peut décomposer cette transformation en deux rotations (la troisième n'est pas nécessaire, en raison de l'ajustement nécessaire d'un seul vecteur ; on ne veut pas faire coïncider les axes ( $Ox$ ) ou ( $Oy$ ) avec une direction spécifique (axes  $a$  par exemple)).

L'**azimuth** correspond à une rotation autour de l'axe ( $Oz$ ) d'un angle  $\theta$ . Le repère obtenu est appelé ( $Ox'y'z$ ).

La **colatitude** correspond à une rotation autour de l'axe ( $Oy'$ ) d'un angle  $\phi$ . Le repère final obtenu est appelé ( $Ox''y'z'$ ).

Dans la définition des angles d'Euler, la deuxième rotation a pour axe ( $Ox'$ ) et non ( $Oy'$ ).

Le lien entre azimuth/colatitude et angles d'Euler, utile dans la description d'une microstructure de glace dans un modèle de plasticité cristalline (ayant en général comme paramètres d'entrée les angles d'Euler) est alors donné par les équations suivantes (voir aussi figures A.2.3 et A.2.3) :

$$\varphi_1 = \theta + \pi/2 \quad (\text{A.5})$$

$$\phi_E = \phi \quad (\text{A.6})$$

Le troisième angle d'Euler  $\varphi_2$  correspond à un changement d'orientation des axes  $\mathbf{a}_i$  du grain, et ne modifie pas l'orientation de l'axe  $\mathbf{c}$ .

Dans le repère local, l'axe  $\mathbf{c}$  se trouve suivant  $(Oz')$  et le plan de base est le plan  $(Ox''y')$ . L'axe  $(Ox'')$  est dans le plan basal du cristal et aussi toujours dans le plan  $(Oxy)$  de l'échantillon. On remarquera que l'axe  $(Oy'')$  est hors du plan de l'échantillon, et perpendiculaire à ce plan lorsque l'axe  $\mathbf{c}$  est dans le plan (dans ce cas, cet axe correspond à la composante hors-plan).

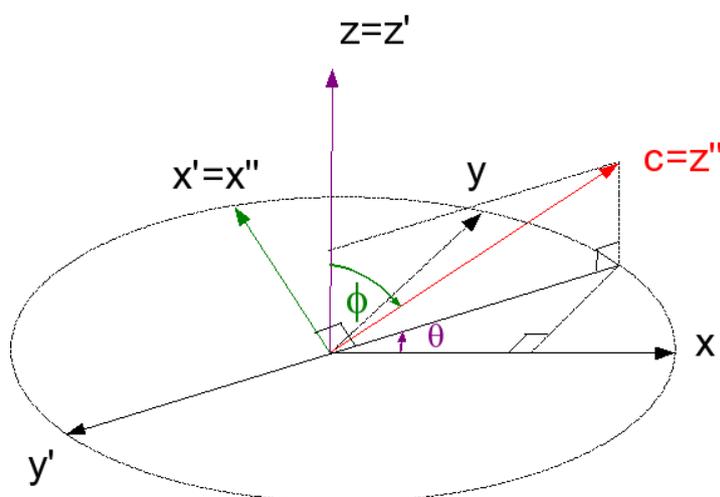


FIGURE A.3 – Changement de repère au moyen des angles d'Euler : première rotation d'angle  $\theta + \pi/2$  autour de l'axe  $(Oz)$ , deuxième rotation d'angle  $\varphi$  autour de  $(Ox')$ .

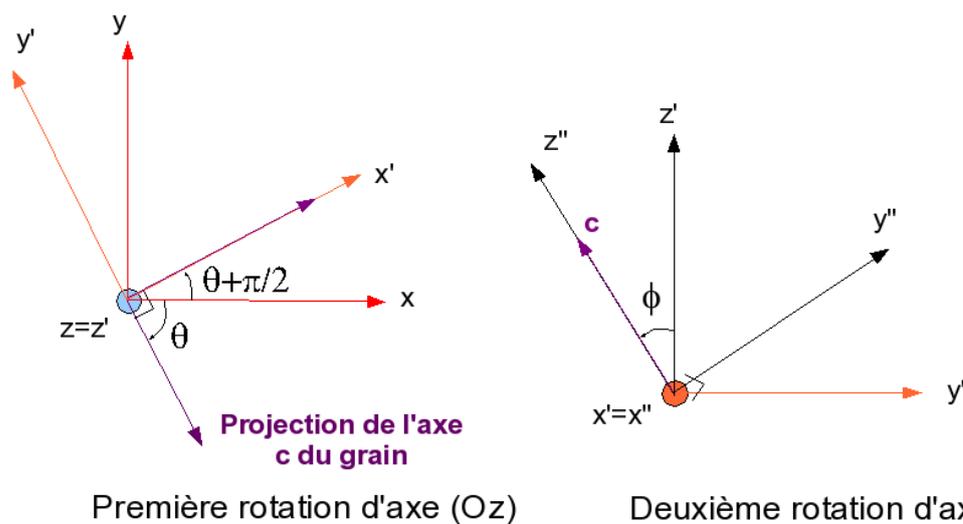


FIGURE A.4 – Passage dans le repère local du grain : décomposition et visualisation par projections planes.



## Annexe B

# Inventaire des essais et résultats expérimentaux

### B.1 Essai 18

- Température :  $-12 \pm 0,5^\circ\text{C}$
- Mouchetis réalisé au chiffon avec couche d'eau
- Longueur moyenne des grains : 5.7 mm
- 1 charge-décharge

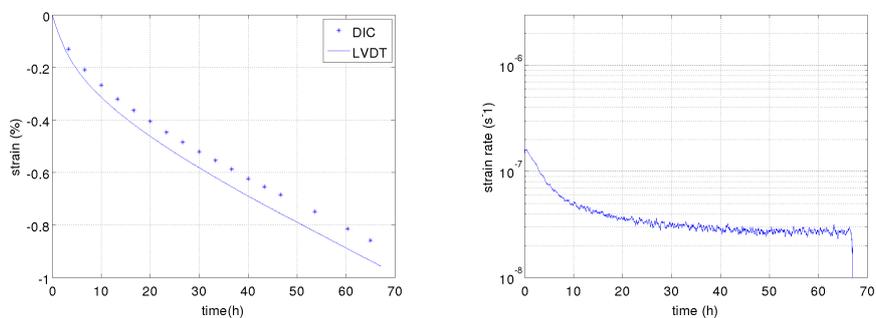


FIGURE B.1 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

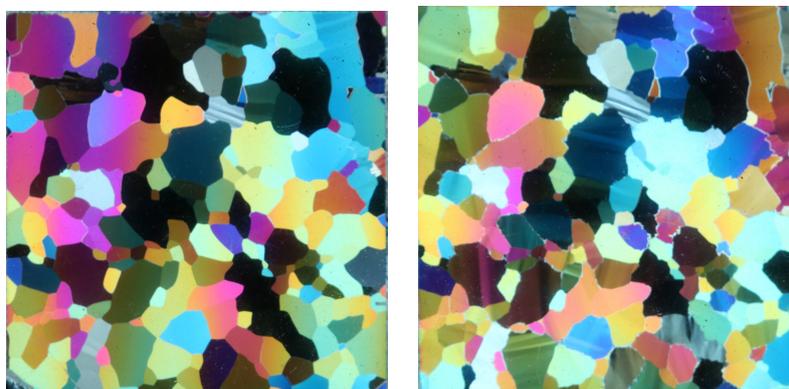


FIGURE B.2 – Lames minces avant et après déformation, observées en lumière polarisée.

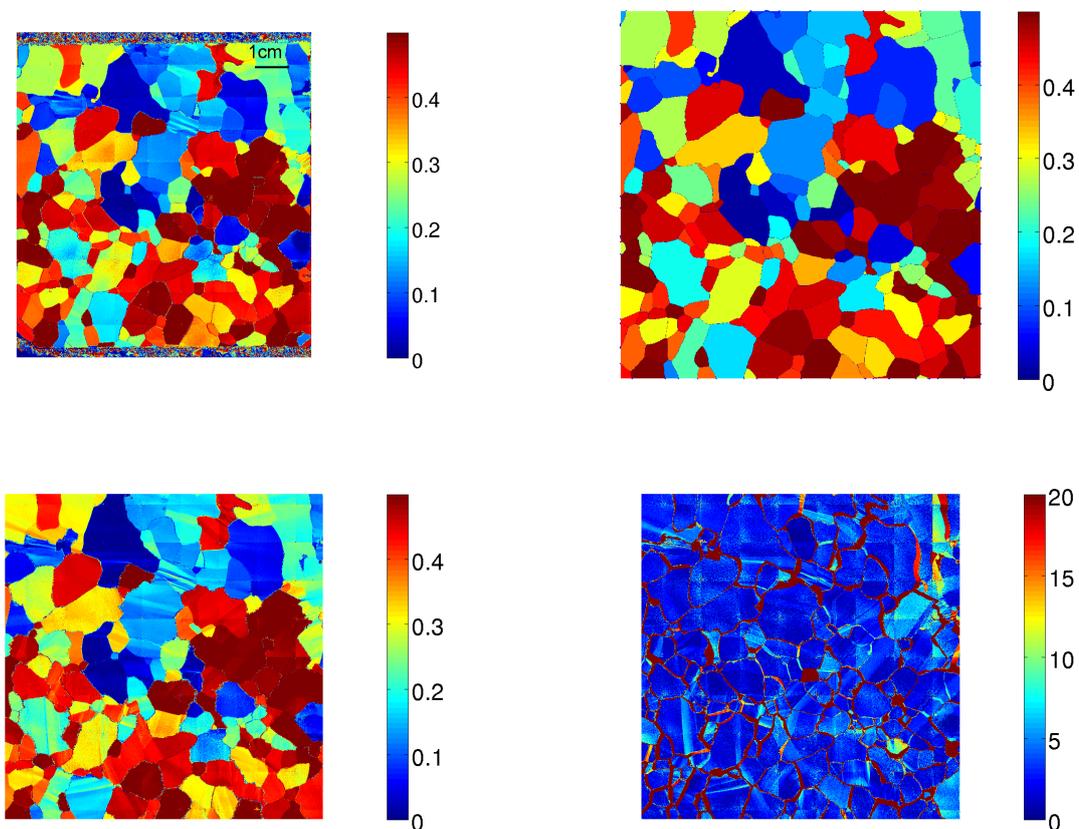


FIGURE B.3 – Facteurs de Schmid avant et après déformation.

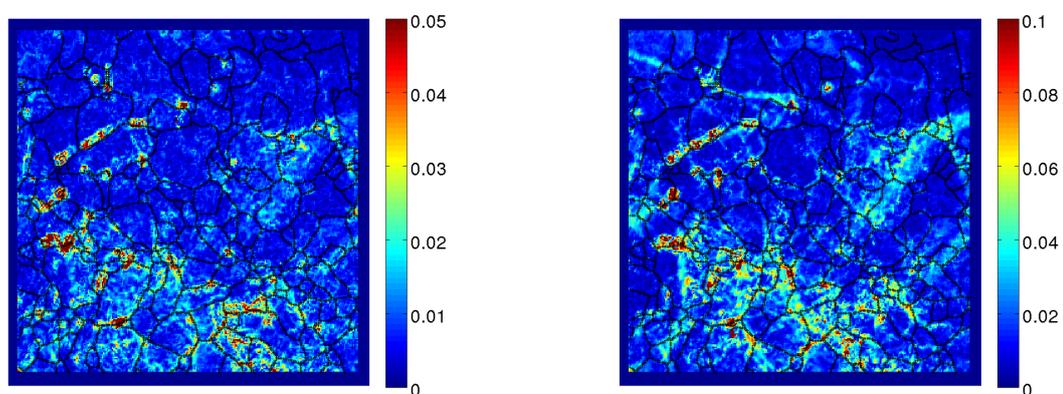


FIGURE B.4 – Evolution de la déformation équivalente, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0,32\%$  (gauche) /  $-0,85\%$  (droite).

## B.2 Essai 19 (petits grains)

- Température :  $-10,7 \pm 0,5^\circ\text{C}$
- Mouchetis réalisé au chiffon sans couche d'eau
- Longueur moyenne des grains : 2,3 mm
- 1 charge-décharge

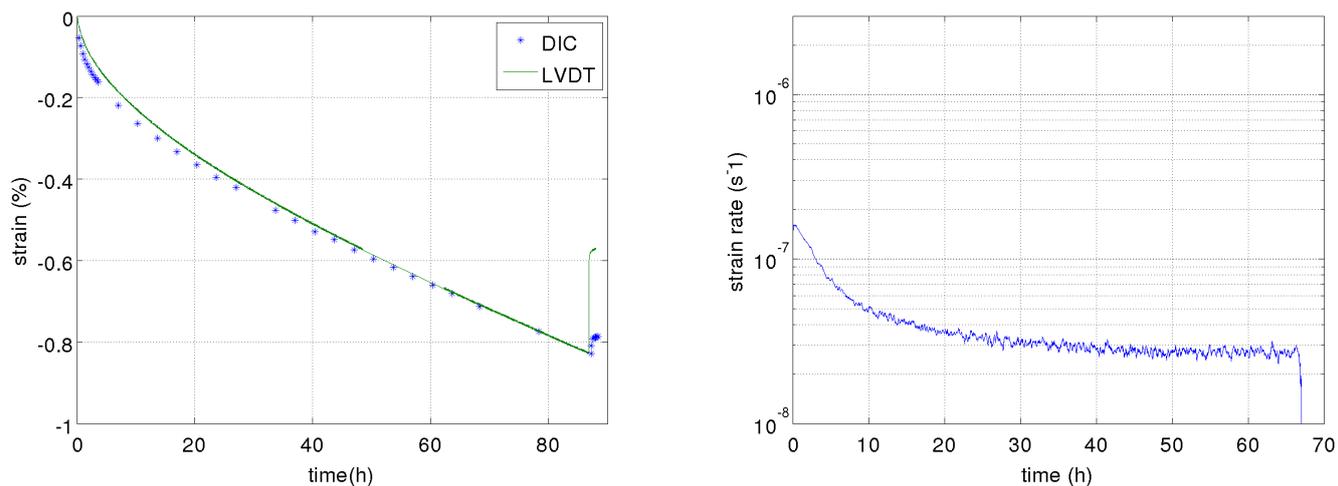


FIGURE B.5 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

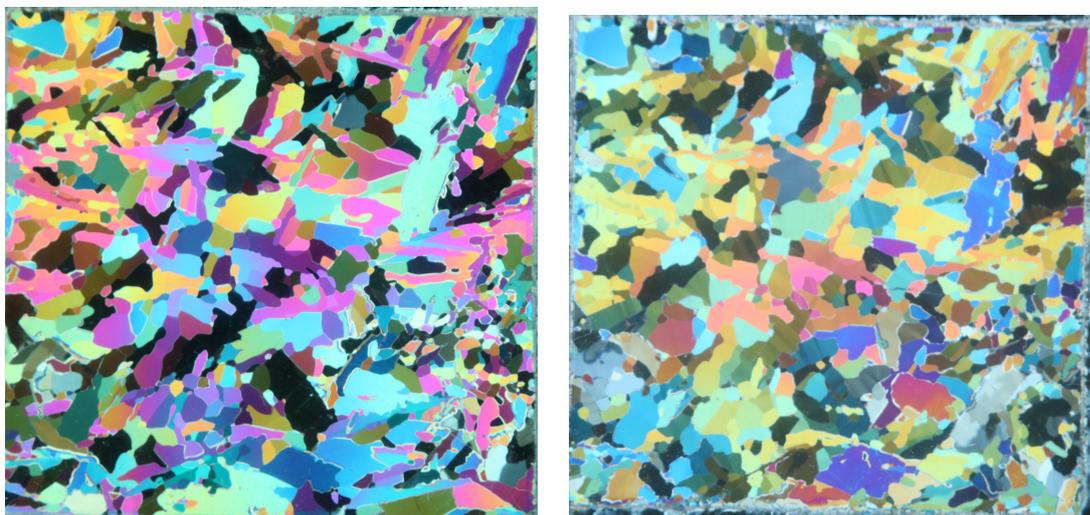


FIGURE B.6 – Lames minces avant et après déformation, observées en lumière polarisée.

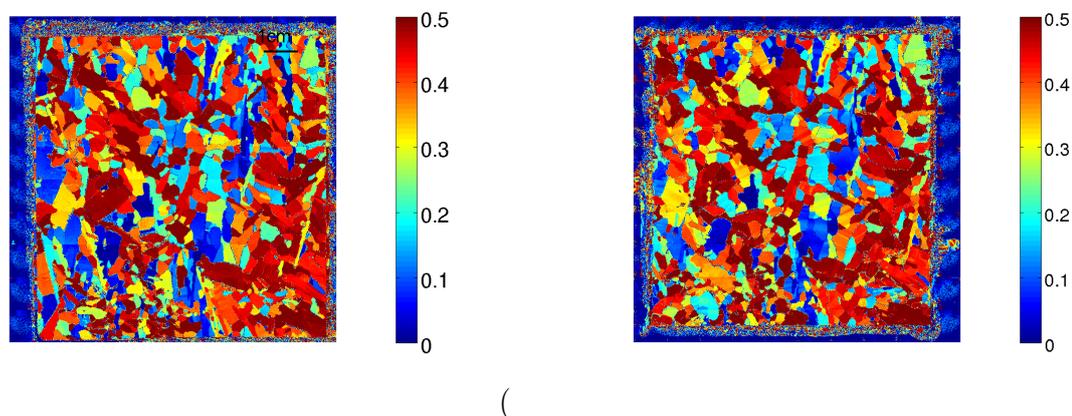


FIGURE B.7 – Facteurs de Schmid avant (gauche) et après (droite) déformation.

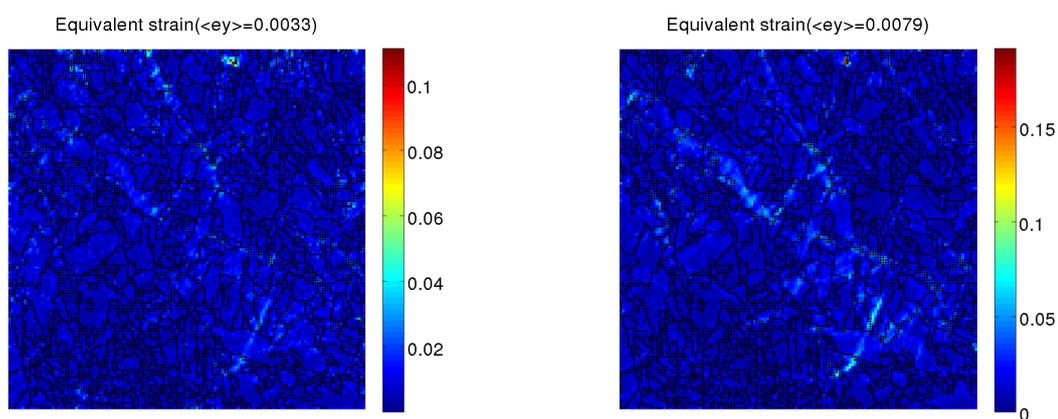


FIGURE B.8 – Déformation équivalente, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.33\%$  (gauche) /  $-0.79\%$  (droite).

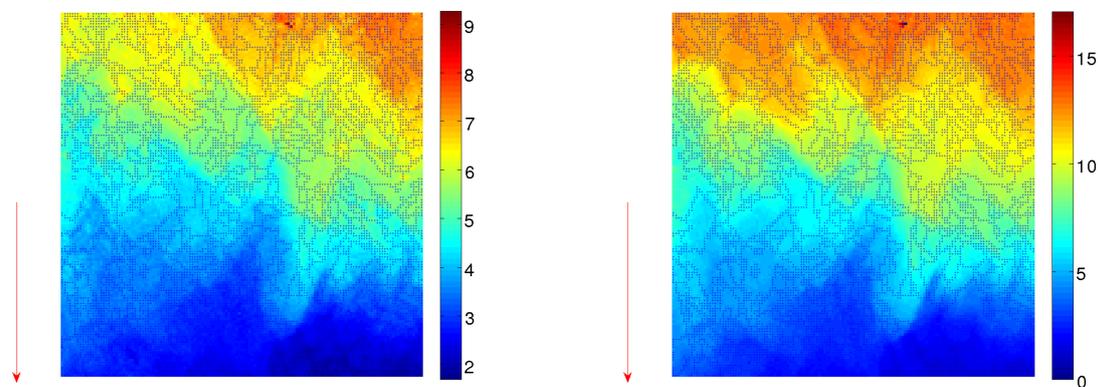


FIGURE B.9 – Déplacement vertical, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.33\%$  (gauche) /  $-0.79\%$  (droite).

### B.3 Essai 20

- Température :  $-10,6 \pm 0,5^\circ\text{C}$
- Mouchetis réalisé au chiffon sans couche d'eau, mauvaise superposition lames A/B
- Longueur moyenne des grains : 4,6 mm
- 1 charge-décharge

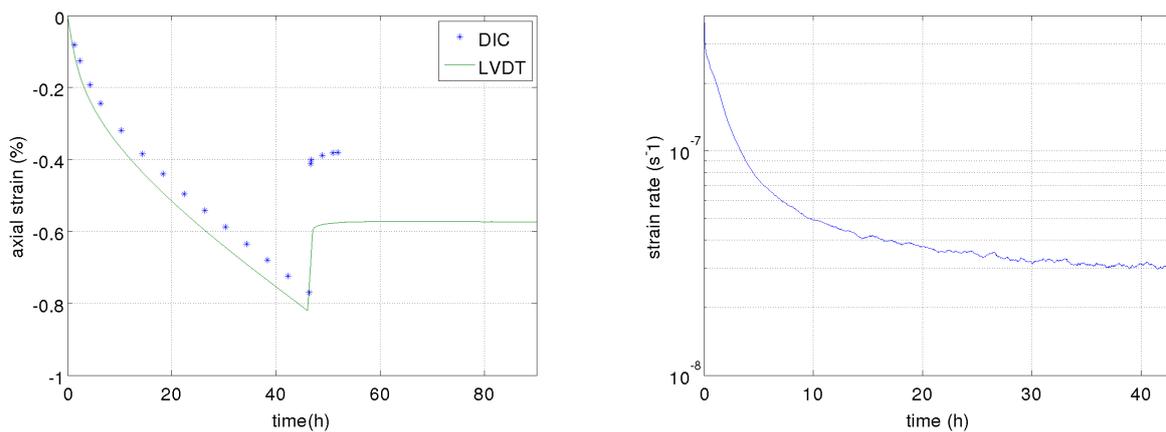


FIGURE B.10 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

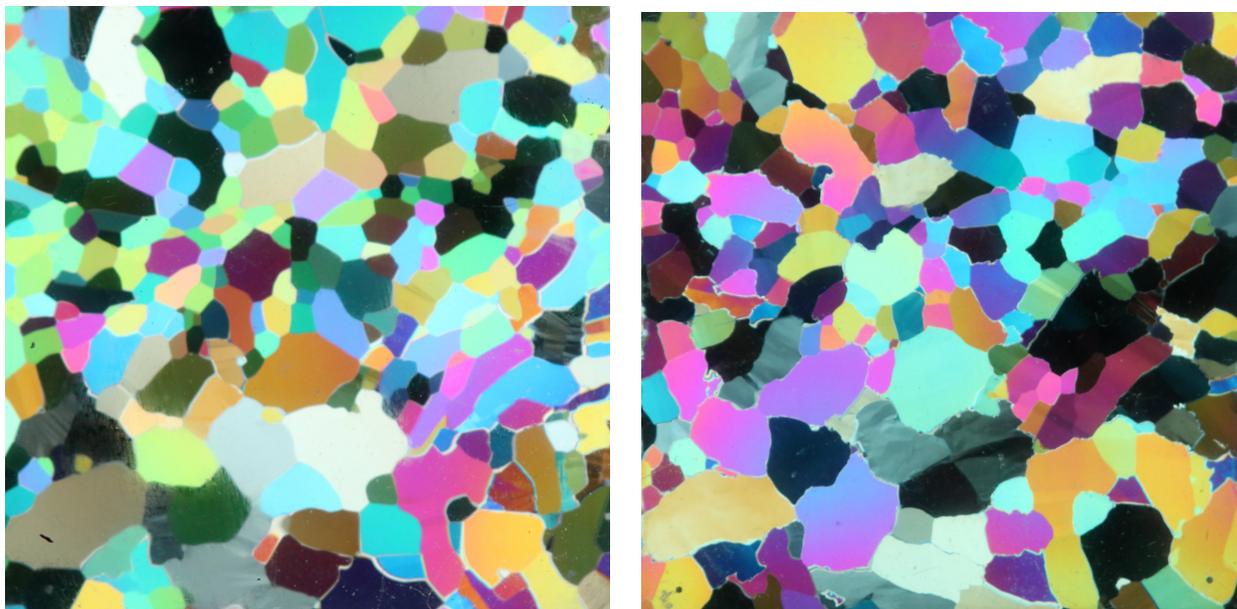


FIGURE B.11 – Lames minces avant et après déformation, observées en lumière polarisée.

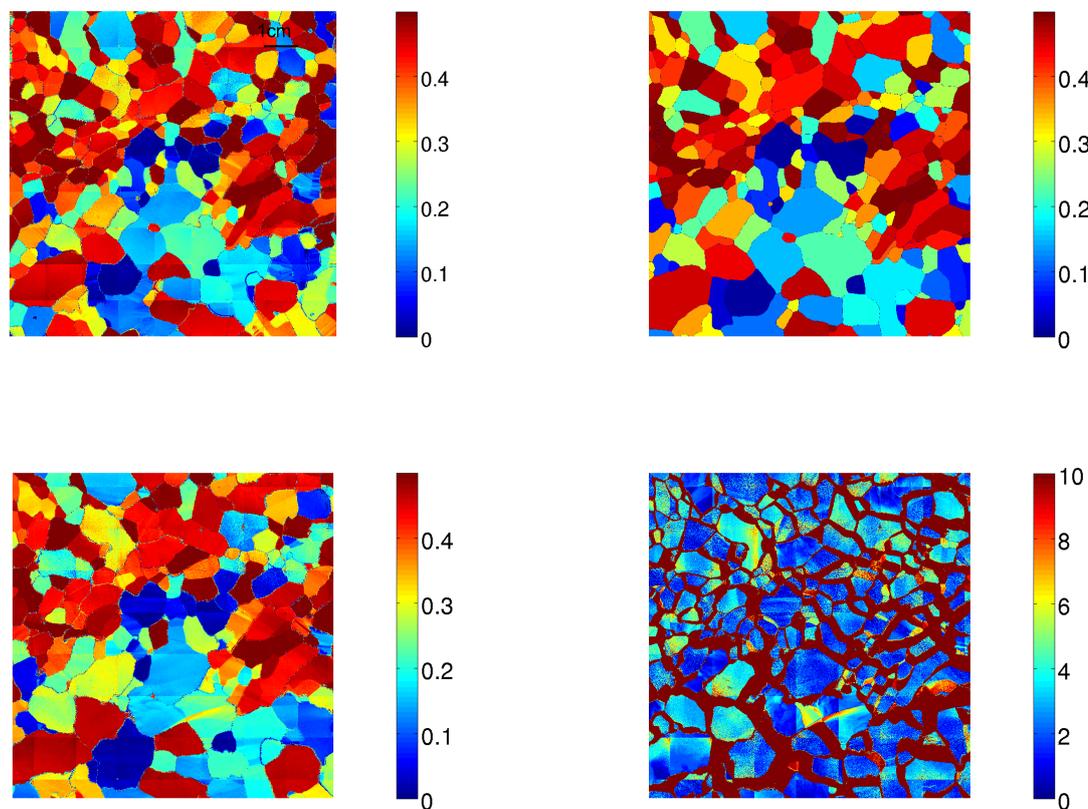


FIGURE B.12 – Facteurs de Schmid avant (en haut, uniformisé à droite) et après déformation (en bas à gauche) puis image des désorientations entre les deux lames.

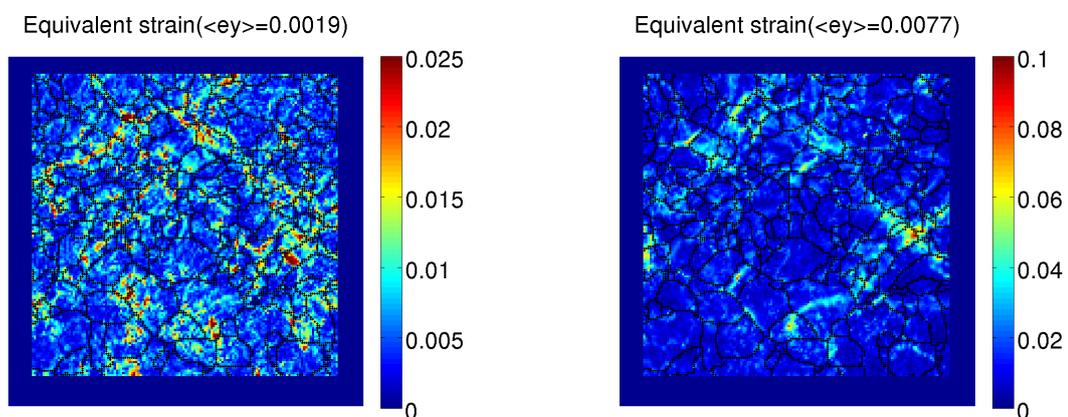


FIGURE B.13 – Déformation équivalente, pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.19\%$  (gauche) /  $-0.77\%$  (droite).

## B.4 Essai 22

- Température :  $-10,7 \pm 0,5^\circ\text{C}$
- Mouchetis réalisé au chiffon sans couche d'eau
- Longueur moyenne des grains :
- 2 charges-décharges

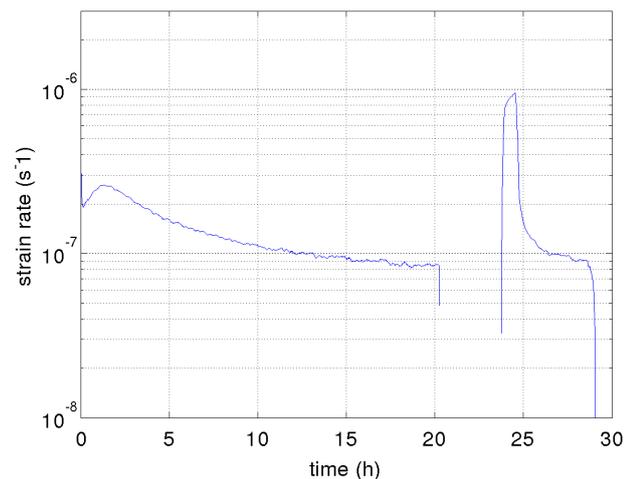
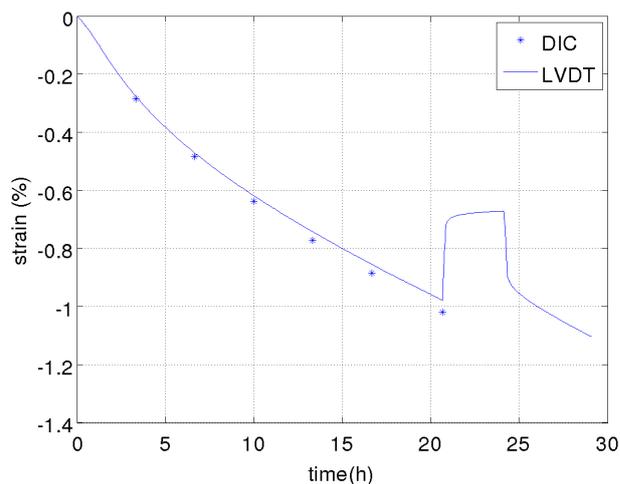


FIGURE B.14 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

FIGURE B.15 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

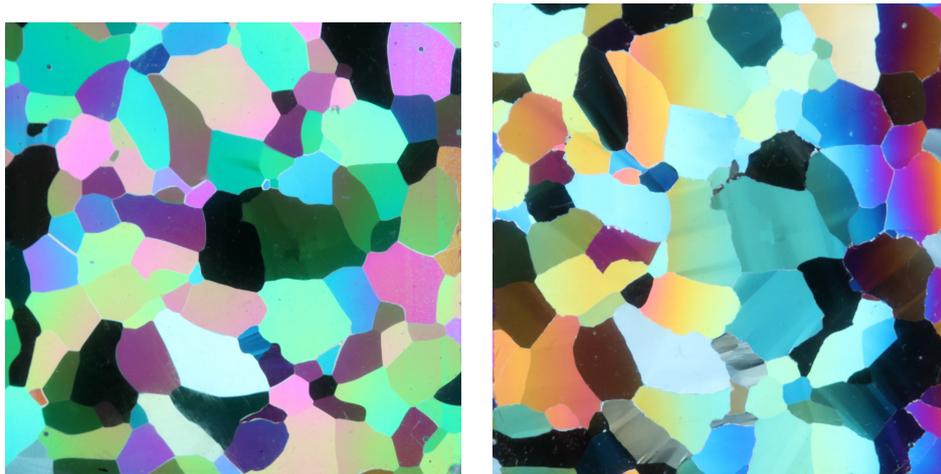


FIGURE B.16 – Lames minces avant et après déformation, observées en lumière polarisée.

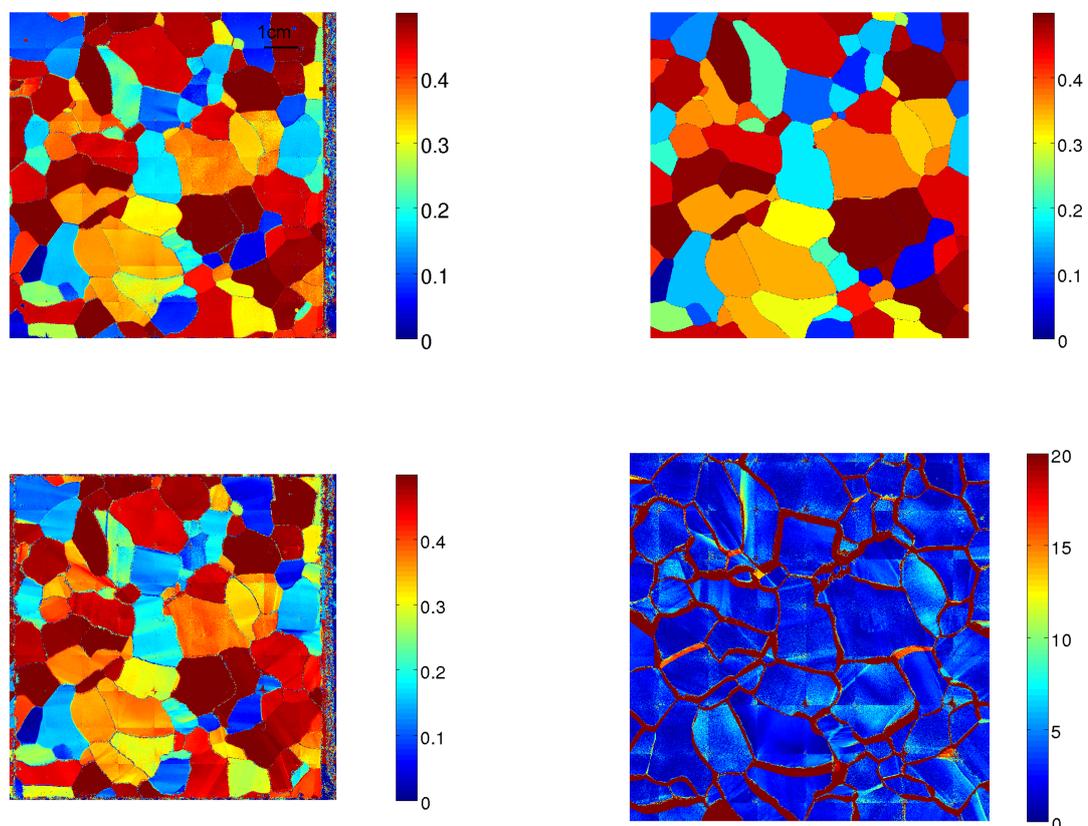


FIGURE B.17 – Facteurs de Schmid avant (en haut, uniformisé à droite) et après déformation (en bas à gauche) puis image des désorientations entre les deux lames

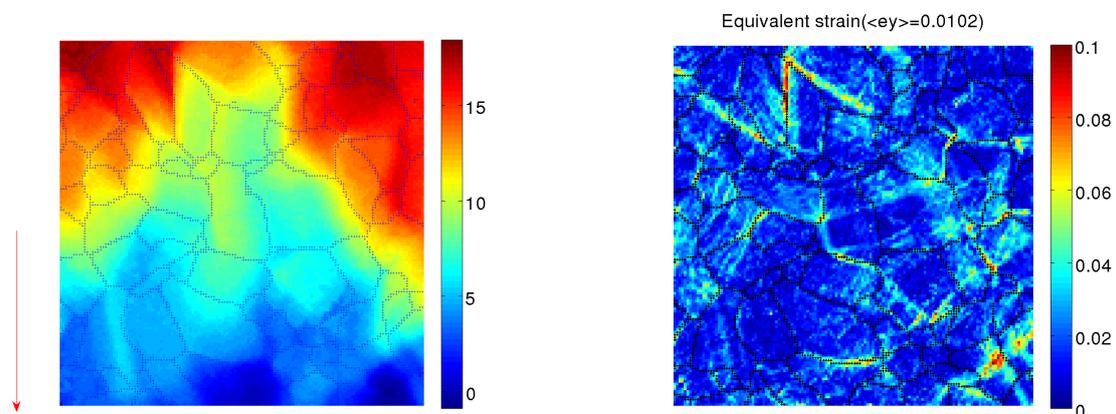


FIGURE B.18 – Déplacement vertical (gauche) et déformation équivalente (droite), pour  $\bar{\epsilon}_{yy} = -1.02\%$ .

## B.5 Essai 26

- Température :  $-10,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$
- Mouchetis réalisé au chiffon sans couche d'eau
- Longueur moyenne des grains : 6,3 mm
- 1 charge-décharge

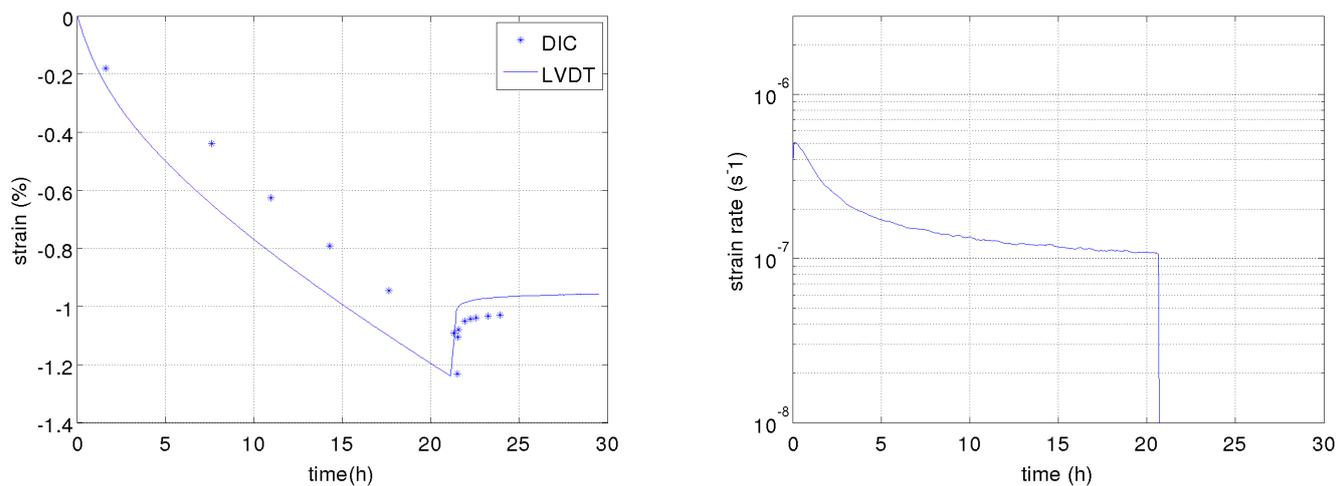


FIGURE B.19 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

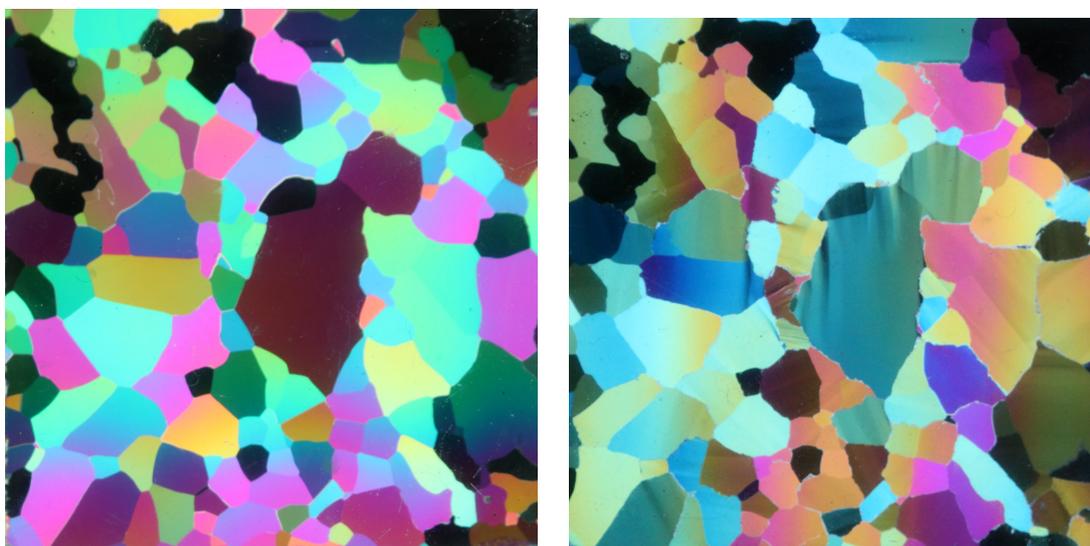


FIGURE B.20 – Lames minces avant et après déformation, observées en lumière polarisée.

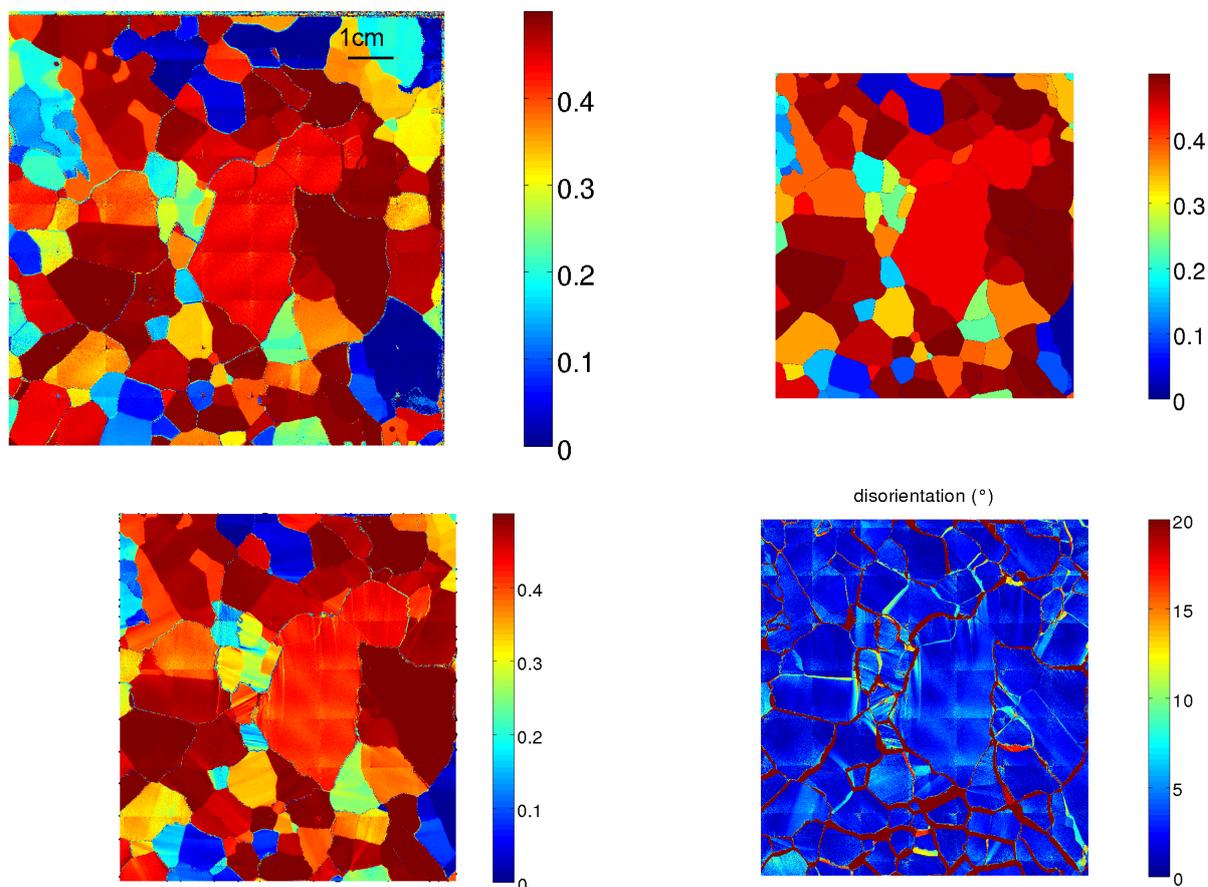


FIGURE B.21 – Facteurs de Schmid avant (en haut, uniformisé à droite) et après déformation (en bas à gauche) puis image des désorientations entre les deux lames.

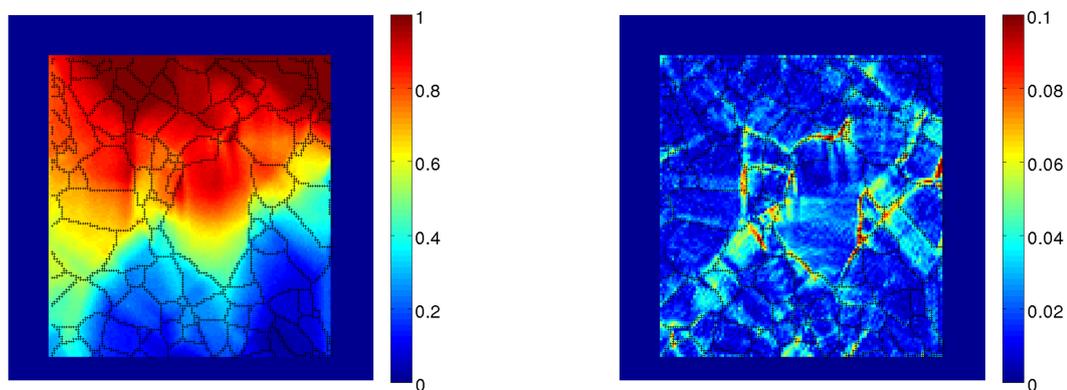


FIGURE B.22 – Déplacement vertical (gauche) et déformation équivalente (droite), pour  $\bar{\epsilon}_{yy} = -1.23\%$ .

## B.6 Essai 27

- Température :  $-10,6 \pm 0,5^\circ\text{C}$
- Mouchetis réalisé au chiffon sans couche d'eau
- Longueur moyenne des grains : 5,7 mm
- 2 charges-décharges

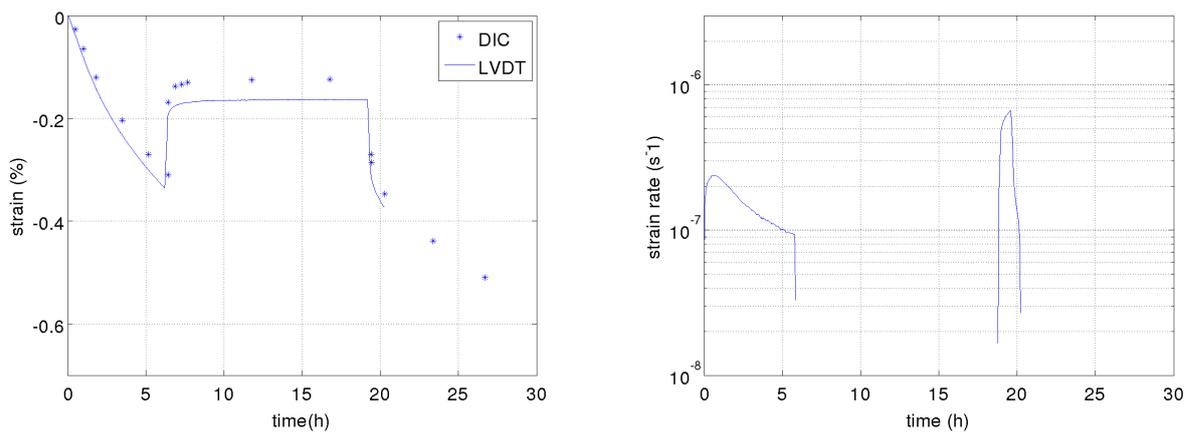


FIGURE B.23 – Déformation et vitesse de déformation macroscopique.

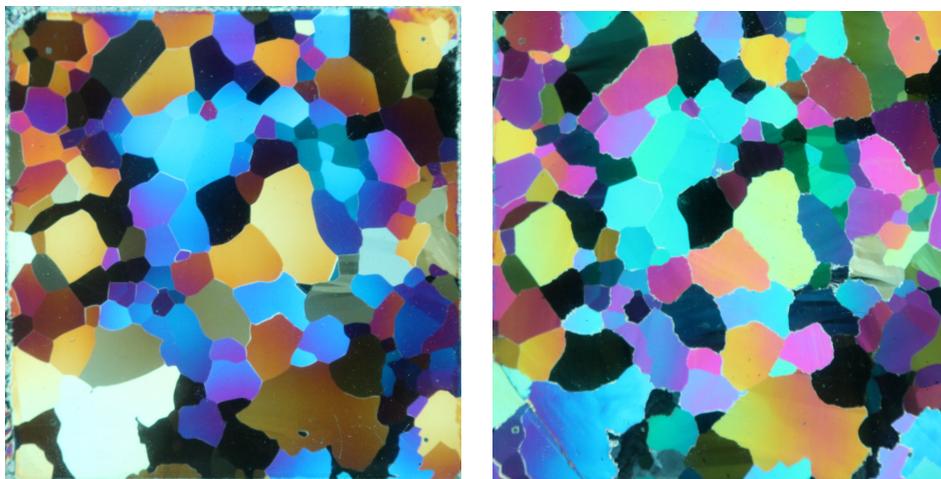


FIGURE B.24 – Lames minces avant et après déformation, observées en lumière polarisée.

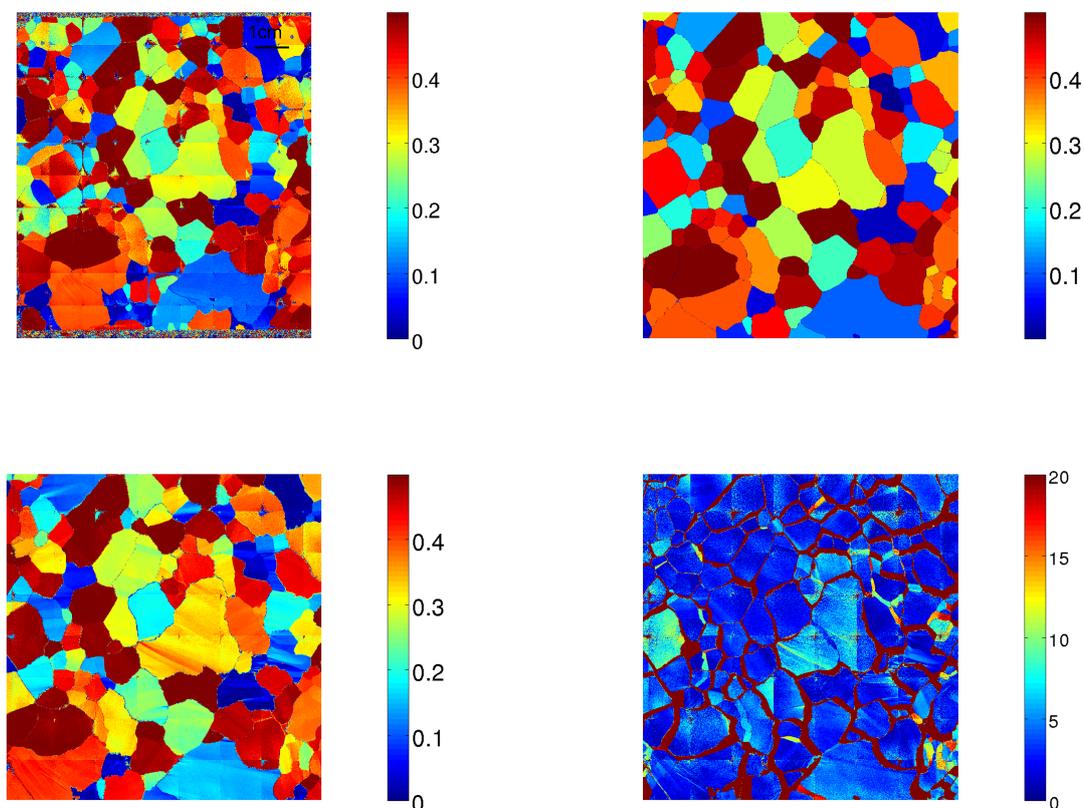


FIGURE B.25 – Facteurs de Schmid avant (en haut, uniformisé à droite) et après déformation (en bas à gauche) puis image des désorientations entre les deux lames.

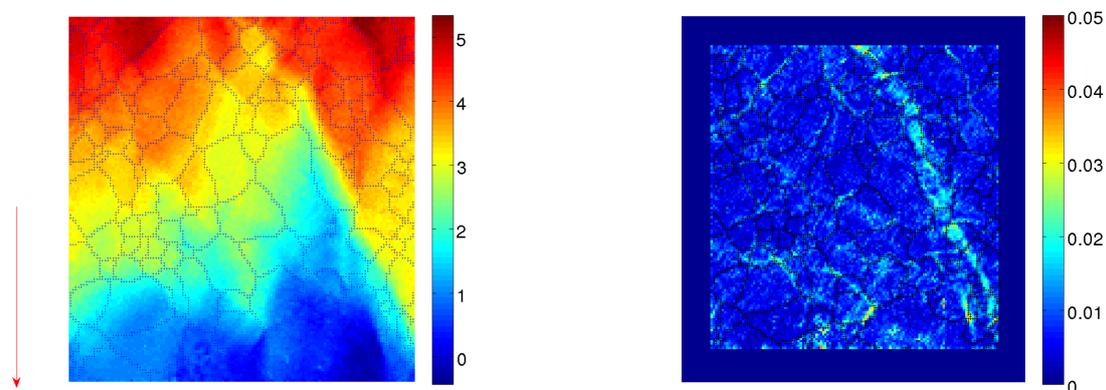


FIGURE B.26 – Déplacement vertical (gauche) et déformation équivalente (droite), pour  $\bar{\varepsilon}_{yy} = -0.31\%$ .

# Bibliographie

- A. Acharya. A model of crystal plasticity based on the theory of continuously distributed dislocations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49(4) :761–784, 2001. ISSN 0022-5096.
- A. Acharya and A. J. Beaudoin. Grain-size effect in viscoplastic polycrystals at moderate strains. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48 :2213–2230, 2000.
- S. Ahmad and R. Withworth. Dislocation motion in ice : a study by synchrotron x-ray topography. *Phil. Mag.*, A57 :749–766, 1988.
- L. Allais, M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. Experimental characterization of local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metallurgica Mater.*, 42 :513–536, 1994.
- R. B. Alley. Flow-law hypotheses for ice-sheet modeling. *J. Glaciol.*, 38(129) :245–256, 1992.
- M. F. Ashby and P. Duval. the creep of polycrystalline ice. *Cold Reg. Sc. Tech.*, 11 : 285–300, 1985.
- S. Avril, P. Feissel, F. Pierron, and P. Villon. Estimation of the strain field from full-field displacement noisy data. Comparing finite elements global least squares and polynomial diffuse approximation. *European Journal of Computational Mechanics*, 17(5-7) :857–868, 2008.
- S. Avril, P. Feissel, F. Pierron, and P. Villon. Comparison of two approaches for differentiating full-field data in solid mechanics. *Measurement Science & Technology*, 21(1) : 015703, 2010.
- F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 1 : Fe model. *International Journal of Plasticity*, 17 :513–536, 2001a.
- F. Barbe, S. Forest, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 2 : Results. *International Journal of Plasticity*, 17 : 537–563, 2001b.
- A. J. Beaudoin, K. K. Mathur, P. R. Dawson, and G. C. Johnson. Three-dimensionnal deformation process simulation with explicit use of polycrystalline plasticity models. *Int. J. Plast.*, 9 :833–860, 1993.

- M. Bornert. Evaluation métrologique d'algorithmes de corrélation d'images numériques. In *18ème Congrès Français de Mécanique*, 2007.
- M. Bornert. *Morphologie microstructurale et comportement mécanique ; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées*. PhD thesis, Ecole nationale des ponts et chaussées, 1996.
- M. Bornert, T. Bretheau, and P. Gilormini. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Hermes Science, 2001a.
- M. Bornert, T. Bretheau, and P. Gilormini. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 2 : Comportements non linéaires et problèmes ouverts*. Hermes Science, 2001b.
- M. Bornert, F. Bremand, P. Doumalin, J. Dupré, M. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, S. Mistou, J. Molimard, J. Orteu, L. Robert, Y. Surrel, P. Vacher, and B. Watrisse. Assessment of digital image correlation measurement errors : methodology and results. *Experimental Mechanics*, 49 :353–370, 2009.
- M. Bornert, F. Valès, H. Gharbi, and D. Nguyen Minh. Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks. *Strain*, 46(1) :33–46, 2010. ISSN 1475-1305.
- M. Bornert, J. Orteu, and S. Roux. *Mesures de champs et identification*, chapter 6. Corrélation d'images, pages 175–208. Hermès Science Lavoisier, 2011.
- R. Brenner. *Influence de la microstructure sur le comportement en fluage thermique d'alliages de zirconium : analyse expérimentale et mise en oeuvre de méthodes d'homogénéisation*. PhD thesis, Université Paris XIII, 2001.
- R. Brenner, R. Lebensohn, and O. Castelnau. Elastic anisotropy and yield surface estimates of polycrystals. *International Journal of Solids and Structures*, 46(16) :3018 – 3026, 2009. ISSN 0020-7683.
- C. A. Bronkhorst, S. R. Kalidindi, and L. Anand. Polycrystalline plasticity and the evolution of crystallographic texture in fcc metals. *Proc. R. Soc. Lond.*, A341 :443–477, 1992.
- L. Capolo. *Contribution à l'étude des hétérogénéités de déformation viscoplastique de la glace Ih mono et multicristalline : essais de compression in-situ sous rayonnement X*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2007.
- O. Castelnau. *Modélisation du comportement mécanique de la glace polycristalline par une approche auto-cohérente ; application au développement de textures dans les glaces des calottes polaires*. PhD thesis, Thèse de Doctorat de l'Université Joseph Fourier-Grenoble I, 1996.
- O. Castelnau, P. Duval, R. A. Lebensohn, and G. Canova. Viscoplastic modeling of texture development in polycrystalline ice with a self-consistent approach : Comparison with bound estimates. *J. Geophys. Res.*, 101(6) :13,851–13,868, 1996.

- O. Castelnau, H. Shoji, A. Mangeney, H. Milsch, P. Duval, A. Miyamoto, K. Kawada, and O. Watanabe. Anisotropic behavior of GRIP ices and flow in central Greenland. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 154(1-4) :307–322, 1998.
- O. Castelnau, H. Francillette, B. Bacroix, and R. Lebensohn. Texture dependent plastic behavior of zr 702 at large strain. *Journal of Nuclear Materials*, 297(1) :14–26, 2001. ISSN 0022-3115.
- O. Castelnau, D. K. Blackman, R. A. Lebensohn, and P. Ponte Castañeda. Micromechanical modeling of the viscoplastic behavior of olivine. *Journal of Geophysical Research*, 113 :B09202, 2008a.
- O. Castelnau, P. Duval, M. Montagnat, and R. Brenner. Elastoviscoplastic micromechanical modeling of the transient creep of ice. *Journal of Geophysical Research Solid Earth*, 113(B11203), 2008b.
- O. Castelnau, R. Lebensohn, R. Brenner, and A. Rollett. Orientation image-based micromechanical modelling of subgrain texture evolution in polycrystalline copper. *Acta Materialia*, 56(15) :3914–3926, 2008c.
- O. Castelnau, R. Lebensohn, P. Ponte-Castañeda, and D. Blackman. *Multiscale Modeling of Heterogeneous Materials : From Microstructure to Macro-scale Properties*, chapter Earth Mantle Rheology Inferred from Homogenization Theories, pages 55–70. ISTE London, 2008d.
- J. Chaboche. A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *Int. J. Plasticity*, **24** :1642–1693, 2008.
- D. Chapelle. *Influence des orientations cristallines sur la localisation en bandes de cisaillement dans des alliages Al-Mg soumis à compression plane*. PhD thesis, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2002.
- J. Chevy. *Viscoplasticité et hétérogénéités de déformation du monocristal de glace : expériences et simulations*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 2008.
- J. Chevy, C. Fressengeas, M. Lebyodkin, V. Taupin, P. Bastie, and P. Duval. Characterizing short-range vs. long-range spatial correlations in dislocation distributions. *Acta Materialia*, 58 :1837 – 1849, 2010.
- A. Chrysochoos and Y. Surrel. *Mesures de champs et identification*, chapter 1. Eléments de base de métrologie et présentation des différentes techniques, pages 27–54. Hermès Science Lavoisier, 2011.
- A. H. Cottrell. *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford Clarendon Press, 1953.
- P. R. Dawson and A. J. Beaudoin. *Texture and Anisotropy. Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*, chapter Finite element simulations of metal forming, pages 297–305. Cambridge University Press (ISBN 0 521 46516 8), 1998.

- F. Delaire, J. L. Raphanel, and C. Rey. Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension : experimental study and finite element simulations. *Acta Materialia*, 48(5) :1075–1087, 2000. ISSN 1359-6454.
- B. Devincre, T. Hoc, and L. Kubin. Dislocation mean free paths and strain hardening of crystals. *Science*, 27 :1745–1748, 2008.
- M. Dexet. *Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracrystallin. Application aux alliages de zirconium*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2006.
- P. Doumalin. *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2000.
- P. Doumalin, M. Bornert, and J. Crépin. Characterisation of the strain distribution in heterogeneous materials. *Mécanique et Industries*, 4 :607–617, 2003.
- S. Dumoulin. *De l'utilisation d'une loi monocristalline en vue de la caractérisation du comportement plastique du multicristal d'aluminium*. PhD thesis, Université de Savoie, 2001.
- G. Durand, A. Persson, D. Samyn, and A. Svensson. Relation between neighbouring grains in the upper part of the NorthGRIP ice core - Implications for rotation recrystallization. *Earth and Planet. Sc. Lett.*, 265 :666–671, 2008.
- G. Durand, A. Svensson, A. Persson, O. Gagliardini, F. Gillet-Chaulet, J. Sjolte, M. Montagnat, and D. Dahl-Jensen. Evolution of the texture along the epica dome c ice core. *Hokkaido University*, 68 :91–105, 2009.
- P. Duval. Lois du fluage transitoire ou permanent de la glace polycristalline pour divers états de contrainte. *Ann. Geophys.*, 32(4) :335–350, 1976.
- P. Duval. Creep and fabrics of polycrystalline ice under shear and compression. *J. Glaciol.*, 27(95) :129–140, 1981.
- P. Duval and O. Castelnau. Dynamic recrystallization of ice in polar ice sheets. *J. Physique IV (suppl. J. Phys. III)*, C3, 5 :197–205, 1995.
- P. Duval and H. Le Gac. Mechanical behaviour of Antarctic ice. *Ann. Glaciol.*, 3 :92–95, 1982.
- P. Duval and C. Lorius. Crystal size and climatic record down to the last ice age from Antarctic ice. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 48(1) :59–64, 1980.
- P. Duval, M. F. Ashby, and I. Anderman. Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *J. of Phys. Chem.*, 87(21) :4066–4074, 1983.
- P. Duval, L. Arnaud, O. Brissaud, M. Montagnat, and S. D. L. Chapelle. Deformation and recrystallization processes of ice from polar ice sheets. *Ann. Glaciol.*, 30 :83–87, 2000.

- P. Duval, M. Montagnat, F. Grennerat, J. Weiss, J. Meyssonier, and A. Philip. Creep and plasticity of glacier ice : a material science perspective. *Journal of Glaciology*, 56 (200) :1059–1068, 2010.
- C. Efstathiou, H. Sehitoglu, and J. Lambros. Multiscale strain measurements of plastically deforming polycrystalline titanium : Role of deformation heterogeneities. *International Journal of Plasticity*, 26 :93–106, 2010.
- A. El Bartali. *Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'indommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex*. PhD thesis, Ecole centrale de Lille, 2007.
- J. D. Eshelby. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proc. Roy. Soc. A*, 241 :376–396, 1957.
- P. Feissel. *Mesures de champs et identification*, chapter 7. Du déplacement à la déformation, pages 209–241. Hermès Science Lavoisier, 2011.
- C. Fressengeas. Instability and bifurcation in the plane tension test. *Archives of Mechanics*, 44 :93–104, 1992.
- C. Fressengeas. *Mécanique des champs de dislocations*. Hermès science, 2011.
- P. H. Gammon, H. Kieft, M. J. Clouter, and W. W. Denner. Elastic constants of artificial and natural ice samples by brillouin spectroscopy. *J. Glaciol.*, 29(103) :433–460, 1983.
- L. Gélébart, J. Crépin, M. Dexet, M. Sauzay, and A. Roos. Identification of crystalline behavior on macroscopic response and local strain field analysis : application to alpha zirconium alloys. *J. ASTM Int*, 1 :JAI12333, 2004.
- L. Girard. *Vers un nouveau cadre de modélisation rhéologique de la banquise*. PhD thesis, Université de Grenoble, 2010.
- J. Glen. The creep of polycrystalline ice. *Proc. Roy. Soc. London*, A228 :519–538, 1955.
- L. Han and A. P. Showman. Coupled convection and tidal dissipation in europa's ice shell using non-newtonian grain-size-sensitive (gss) creep rheology. *Icarus*, 212(1) :262–267, 2011. ISSN 0019-1035.
- E. Heripre. *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2006.
- E. Heripre, M. Dexet, J. Crépin, L. Gelebart, A. Roos, M. Bornert, and D. Caldemaison. Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *International Journal of Plasticity*, 23 :1512–1539, 2007.
- A. V. Hershey. *J. Appl. Mech.*, 21(236 and 241), 1954. Quoted by Hill Hill [1965].

- A. Higashi. *Lattice defects in ice crystals*. Hokkaido University Press, Sapporo Japan, 1988.
- A. Higashi, S. Koinuma, and S. Mae. Plastic yielding in ice single crystals. *Japanese journal of Applied Physics*, 3 :610–616, 1964.
- A. Higashi, J. Fukuda, T. Hondoh, K. Goto, and S. Amakai. Dynamical dislocation processes in ice crystal. *Dislocations in Solids*, pages 511–515, 1985.
- R. Hill. Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, 13 :89–101, 1965.
- J. W. Hutchinson. Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 348 :101–127, 1976.
- M. I. Idiart, H. Moulinec, P. Ponte Castañeda, and P. Suquet. Macroscopic behavior and field fluctuations in viscoplastic composites : Second-order estimates versus full-field simulations. *J. Mech. Phys. Solids*, 54 :1029–1063, 2006.
- T. H. Jacka. The time and strain required for development of minimum strain rates in ice. *Cold Reg. Sci. Technol.*, 3 :261–268, 1984.
- T. H. Jacka and M. Maccagnan. Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension. *Cold Reg. Sci. Technol.*, 8 :269–286, 1984.
- P. Jacquot, P. Slangen, and D. Borza. *Mesures de champs et identification*, chapter 5. Éléments d'interféométrie speckle, pages 143–171. Hermès Science Lavoisier, 2011.
- A. Jenkins, H. Corr, K. Nicholls, G. Stewart, and C. S. M. Doake. Interactions between ice and ocean observed with phase-sensitive radar near an antarctic ice-shelf grounding line. *Journal of Glaciology*, 52(178) :325–345, 2006.
- S. Jones and J. Glen. The mechanical properties of ice single crystals of pure ice. *Journal of Glaciology*, 8 :463–473, 1969.
- W. B. Kamb. The glide direction in ice. *J. Glaciol.*, 3(30) :1097–1106, 1961.
- T. Kanit, S. Forest, I. Galliet, V. Mounoury, and D. Jeulin. Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach. *International Journal of Solids and Structures*, 40(13-14) :3647 – 3679, 2003. ISSN 0020-7683.
- M. A. King, K. Makinson, and G. H. Gudmundsson. Nonlinear interaction between ocean tides and the larsen c ice shelf system. *Geophys. Res. Lett.*, 38, 2011.
- U. F. Kocks. Laws for work-hardening and low-temperature creep. *J. Eng. Mater. -Trans. ASME*, 98 :76–85, 1976.
- U. F. Kocks, C. N. Tomé, and H. Wenk. *Texture and Anisotropy. Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*. Cambridge University Press (ISBN 0 521 46516 8), 1998.

- E. Kröner. Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls. *Z. Phys.*, 151 :504–518, 1958.
- E. Kröner. Self-consistent scheme and graded disorder in polycrystal elasticity. *J. Phys. F : Metal Phys.*, 8 :2261–2267, 1978.
- P. Laurence and D. Jeulin. Modèle probabiliste de la rugosité obtenue par électro-érosion. *Cahiers de géostatistique*, 5 :113–124, 1995.
- H. Le Gac. *Contribution à la détermination des lois de comportement de la glace polycristalline (anélasticité et plasticité)*. PhD thesis, Thèse de troisième cycle de l'Université scientifique et médicale de Grenoble, 1980.
- R. Lebensohn, Y. Liu, and P. Ponte Castañeda. On the accuracy of the self-consistent approximation for polycrystals : comparison with full-field numerical simulations. *Acta Materialia*, 52(18) :5347–5361, 2004a.
- R. Lebensohn, Y. Liu, and P. Ponte Castañeda. Macroscopic properties and field fluctuations in model power-law polycrystals : full-field solutions versus self-consistent estimates. *Proc. Royal Soc. Lond. A*, 460(2045) :1381–1405, 2004b.
- R. Lebensohn, O. Castelnau, R. Brenner, and P. Gilormini. Study of the antiplane deformation of linear 2-d polycrystals with different microstructures. *International Journal of Solids and Structures*, 42(20) :5441–5459, 2005a. ISSN 0020-7683.
- R. Lebensohn, M. Montagnat, P. Mansuy, P. Duval, J. Meyssonier, and A. Philip. Modeling viscoplastic behavior and heterogeneous intracrystalline deformation of columnar ice polycrystals. *Acta Materialia*, 52(18) :5347–5361, 2009.
- R. A. Lebensohn. N-site modeling of a 3d viscoplastic polycrystal using fast fourier transform. *Acta Materialia*, 49(14) :2723–2737, 2001. ISSN 1359-6454.
- R. A. Lebensohn and C. N. Tomé. A self-consistent viscoplastic model : prediction of rolling textures of anisotropic polycrystals. *Mat. Sci. and Engin., A*, 175 :71–82, 1993.
- R. A. Lebensohn, C. N. Tomé, and P. P. Castañeda. Improving the self-consistent predictions of texture development of polycrystals incorporating intragranular field fluctuations. *Materials Science Forum*, 495-497 :955–964, 2005b.
- R. A. Lebensohn, C. N. Tome, and P. Ponte-Castañeda. Self-consistent modelling of the mechanical behavior of viscoplastic polycrystals incorporating intragranular field fluctuations. *Phil. Mag.*, 87 :4287–4322, 2007.
- S.-B. Lee, R. Lebensohn, and A. Rollett. Modeling the viscoplastic micromechanical response of two-phase materials using fast fourier transforms. *International Journal of Plasticity*, 27(5) :707–727, 2011. ISSN 0749-6419.
- J. Lemaître and J. L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 2004.

- B. M.-D. J. B. P. Lenoir, N. and G. Viggiani. Volumetric digital image correlation applied to x-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. *Strain*, 43 :193–205, 2007.
- Y. Liu and P. P. Castañeda. Second-order theory for the effective behavior and field fluctuations in viscoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(2) :467–495, 2004. ISSN 0022-5096.
- Mandel. *Cours de mécanique des milieux continus*. Mistral (Editions du), 1966.
- P. Mansuy. *Contribution à l'étude du comportement viscoplastique d'un multicristal de glace : hétérogénéité de la déformation et localisation, expériences et modèles*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 2001.
- P. Mansuy, J. Meyssonier, and A. Philip. Modelling the Ice Single-Crystal Viscoplastic Behaviour. *Hutter K., Y. Wang, H. Beer, eds.. Advances in Cold-Region Thermal Engineering and Sciences : technological, environmental and climatological Impact. Berlin, etc. Springer-Verlag, (Lecture Notes in Physics)*, 533 :215–224, 1999.
- P. Mansuy, A. Philip, and J. Meyssonier. Identification of strain heterogeneities arising during deformation of ice. *Ann. Glaciol.*, 30 :121–126, 2000.
- P. Mansuy, J. Meyssonier, and A. Philip. Localization of deformation in polycrystalline ice : experiments and numerical simulations with a simple grain model. *Computational Materials Science*, 25(1-2) :142–150, 2002.
- R. Masson and A. Zaoui. Self-consistent estimates for the rate-dependent elastoplastic behaviour of polycrystalline materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(7) :1543 – 1568, 1999. ISSN 0022-5096.
- R. Masson, M. Bornert, P. Suquet, and A. Zaoui. An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(6-7) :1203 – 1227, 2000. ISSN 0022-5096.
- J. Michel, H. Moulinec, and P. Suquet. Effective properties of composite materials with periodic microstructure : a computational approach. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 172(1-4) :109–143, 1999. ISSN 0045-7825.
- J. Michel, H. Moulinec, and P. Suquet. A computational method based on augmented lagrangians and fast fourier transforms for composites with high contrast. *Comput Modelling Eng Sci*, 1 no.2 :79–88, 2000.
- J. C. Michel. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*, chapter 2. Théorie des modules effectifs. Approximation de Voigt et de Reuss, pages 41–56. Hermes Science, 2001.
- J. C. Michel, H. Moulinec, and P. Suquet. A computational scheme for linear and non-linear composites with arbitrary phase contrast. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 52 :139–160, 2001.

- D. Mika and P. Dawson. Polycrystal plasticity modeling of intracrystalline boundary textures. *Acta Materialia*, 47(4) :1355–1369, 1999. ISSN 1359-6454.
- J. Molimard and Y. Surrel. *Mesures de champs et identification*, chapter 3. Méthodes de grilles, moiré et défectométrie, pages 175–208. Hermès Science Lavoisier, 2011.
- A. Molinari, G. R. Canova, and S. Ahzy. A self-consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta metall.*, 35(12) :2983–2994, 1987.
- M. Montagnat. *Contribution à l'étude du comportement viscoplastique des glaces des calottes polaires : modes de déformation et simulation du développement des textures*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 2001.
- M. Montagnat and P. Duval. Rate controlling processes in the creep of polar ice, influence of grain boundary migration associated with recrystallization. *Earth Planet. Sci.*, 183 : 179–186, 2000.
- M. Montagnat, J. Weiss, J. Chevy, P. Duval, H. Brunjail, P. Bastie, and J. Gil Sevillano. The heterogeneous nature of slip in ice single crystals deformed under torsion. *Philosophical Magazine*, 86(27) :4259–4270, 2006.
- M. Montagnat, G. Durand, and P. Duval. Recrystallization processes in granular ice. *Supp. Issue Low Temperature Science*, 68 :81–90, 2009.
- M. Montagnat, J. R. Blackford, S. Piazzolo, L. Arnaud, and R. A. Lebensohn. Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 305(1-2) :153–160, 2011. ISSN 0012-821X.
- A. Morawiec and J. Pospiech. Some information on quaternions useful in texture calculations. *Textures Microstruct.*, 10 :211–242, 1989.
- R. Moulart. Full-field evaluation of the onset of microplasticity in a steel specimen. *Mech. Mat.*, 41 :1207–1222, 2009.
- H. Moulinec and P. Suquet. A fast numerical method for computing the linear and nonlinear mechanical properties of composites. *Compte-rendu de l'Académie des sciences. Série II, Mécanique, physique, chimie, astronomie.*, 318(11) :1417–1423, 1994.
- H. Moulinec and P. Suquet. A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157(1-2) :69–94, 1998.
- H. Moulinec and P. Suquet. Intraphase strain heterogeneity in nonlinear composites : a computational approach. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 22(5) :751–770, 2003. General and plenary lectures from the 5th EUROMECH Solid Mechanics Conference.
- Mura. *Micromechanics of defects and solid*. Martinus Nijhoff, 1982.

- T. Nguyen, S. Hall, P. Vacher, and G. Viggiani. Fracture mechanisms in soft rock : Identification and quantification of evolving displacement discontinuities by extended digital image correlation. *Tectonophysics*, 503(1-2) :117 – 128, 2010.
- J. Orteu, D. Garcia, L. Robert, and F. Bugarin. A speckle-texture image generator. In *Proceedings of speckle06*, 2006.
- B. Pan, K. Qian, H. Xie, and A. Asundi. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : a review. *Measurement science and technology*, 20, 2009.
- D. R.-H. Peternell, M. and C. Wilson. A technique for recording polycrystalline structure and orientation during in situ deformation cycles of rock analogues using an automated fabric analyser. *In Press*, 2010.
- V. F. Petrenko and R. W. Whitworth. *Physics of ice*. Oxford University Press, 1999.
- S. Piazzolo, M. Montagnat, and J. R. Blackford. Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-ebisd. *Journal of Microscopy*, 230(3) : 509–519, 2008.
- P. Pimienta. *Etude du comportement mécanique des glaces polycristallines aux faibles contraintes ; applications aux glaces des calottes polaires*. PhD thesis, Thèse de troisième cycle de l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble, 1987.
- O. Plé. *Contribution à l'étude de l'endommagement de la glace colonnaire S2 en compression uniaxiale*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1998.
- J.-P. Poirier. *Creep of crystals*. Cambridge Univ. Press, 1985.
- P. Ponte Castañeda. The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *J. Mech. Phys. Solids*, 39 :45–71, 1991.
- P. Ponte Castañeda. Exact second-order estimates for the effective mechanical properties of nonlinear composite materials. *J. Mech. Phys. Solids*, 44 :827–862, 1996.
- A. Prakash and R. Lebensohn. Simulation of micromechanical behavior of polycrystals : finite elements versus fast fourier transforms. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 17 : 1–16, 2009.
- R. O. Ramseier. *Growth and mechanical properties of river and lake ice*. PhD thesis, Laval University, Canada, 1972.
- T. Richeton. *Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique*. PhD thesis, Institut national polytechnique de Grenoble, 2006.
- T. Richeton, J. Weiss, and F. Louchet. Dislocation avalanches : role of temperature, grain size and strain hardening. *Acta Materialia*, 53 :4463–4471, 2005a.
- T. Richeton, J. Weiss, and F. Louchet. Breakdown of avalanche critical behaviour in polycrystalline plasticity. *Nature Materials*, 4 :465–469, 2005b.

- T. Richeton, P. Dobron, F. Chmelik, J. Weiss, and F. Louchet. On the critical character of plasticity in metallic single crystals. *Mat. Sc. Eng. A*, 424 :190–195, 2006.
- S. Roux and F. Hild. Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches. *Springer*, 140 :141–157, 2006.
- N. Rupin. *Déformation à chaud de métaux biphasés : modélisations théoriques et confrontations expérimentales*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2007.
- D. S. Russell-Head and C. Wilson. Automated fabric analyser system for quartz and ice. *J. Glaciol.*, 24(90) :117–130, 2001.
- G. Sachs. Zur Ableitung einer Fließbedingung. *Z. Verein Deutscher Ing.*, 72 :734–736, 1928.
- H. Schreier, J. Braasch, and M. Sutton. Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation. *Optical Engineering*, 39 :2915–2921, 2000.
- M. Schulson and P. Duval. *Creep and Fracture of Ice*. Cambridge Univ. Press, 2009.
- T. G. W. J. Sotin C. *Europa after Galileo*, chapter Tides and tidal heating on Europa, pages 85–118. The University of Arizona Press, Tucson, AZ, 2009.
- P. Suquet, H. Moulinec, O. Castelnau, M. Montagnat, N. Lahellec, F. Grennerat, P. Duval, and R. Brenner. Multi-scale modeling of the mechanical behavior of polycrystalline ice under transient creep. *Procedia Iutam*, 2011.
- M. Sutton, J. Orteu, and H. Schreier. *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*. Springer (ISBN 978 0 387 78746 6), 2009.
- V. Taupin, S. Varadhan, J. Chevy, C. Fressengeas, A. J. Beaudoin, M. Montagnat, and P. Duval. Effects of size on the dynamics of dislocations in ice single crystals. *The American Physical Society*, PRL 99, 155507 :1–4, 2007.
- V. Taupin, T. Richeton, J. Chevy, C. Fressengeas, J. Weiss, F. Louchet, and M. Miguel. Rearrangement of dislocation structures in the aging of ice single crystals. *Acta Mater.*, **56** :1555–1563, 2008.
- C. Teodosiu and P. Sidoroff. A finite theory of the elastoviscoplasticity of single crystals. *International Journal of Engineering Science*, 14(8) :713 – 723, 1976. ISSN 0020-7225.
- C. Teodosiu, J. L. Raphanel, and L. Tabourot. Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. in *Teodosiu C., Raphanel J.L. and F. Sidoroff, eds. MECAMAT*, 91 :153–168, 1993.
- C. Tomé. Self-consistent polycrystal models : a directionnal compliance criterion to describe grain interactions. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 7 :723–738, 1999.
- A. Tommasi, D. Mainprice, G. Canova, and Y. Chastel. Viscoplastic self-consistent and equilibrium-based modelling of olivine lattice preferred orientations. implications for upper mantle seismic anisotropy. *J. Geophys. Res.*, 105 :7893–7908, 2000.

- K. Triconnet, K. Derrien, F. Hild, and D. Baptiste. Parameter choice for optimized digital image correlation. *Optics and Lasers in Engineering*, 47 :728–737, 2009.
- P. Vacher, S. Dumoulin, F. Morestin, and S. Mguil-Touchal. Bidimensional strain measurement using digital images. *Proc Instn Mech Engrs*, 213 :811–817, 1999.
- Y. Q. Wang, M. Sutton, H. Bruck, and H. Schreier. Quantitative error assesment in pattern matching : Effects of intensity pattern noise interpolation, strain and image contrast on motion measurements. *Strain*, 45 :160–178, 2009.
- Weertman. Creep of ice. *Physics and Chemistry of Ice*, pages 320–337, 1973.
- J. Weiss, F. Lahaie, and J.-R. Grasso. Statistical analysis of dislocation dynamics during viscoplastic deformation from acoustic emission. *J. Geophys. Res.*, 105(B1) :433–442, 2000.
- J. Weiss, T. Richeton, F. Louchet, F. Chmelik, P. Dobron, D. Entemeyer, M. Lebyodkin, T. Lebedkina, C. Fressengeas, and R. J. McDonald. Evidence for universal intermittent crystal plasticity from acoustic emission and high-resolution extensometry experiments. *Phys. Rev. B*, 76 :224110, Dec 2007.
- H. R. Wenk and C. N. Tomé. Modeling dynamic recrystallization of olivine aggregates deformed in simple shear. *Journal of Geophysical Research Solid Earth*, 104 :513–527, 1999.
- C. Wilson, D. Russell-Head, and H. Sim. The application of an automated fabric analyzer system to the textural evolution of folded ice layers in shear zones. *Ann. Glaciol.*, 37 (1) :7–17, 2003.
- L. Xu and B. Evans. Strain heterogeneity in deformed carrara marble using a micro-scale strain mapping technique. *Journal of Geophysical Research*, 115(B04202), 2010.
- D. S. Yang, M. Bornert, H. Gharbi, P. Valli, and L. L. Wang. Optimized optical setup for dic in rock mechanics. *EPJ Web of Conferences*, 6, 2010.
- M. Zaiser. Scale invariance in plastic flow of crystalline solids. *Advances in Physics*, 55 : 185–245, 2006.