



**HAL**  
open science

# Étude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium.

Mathieu Bourcier

► **To cite this version:**

Mathieu Bourcier. Étude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium.. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Ecole Polytechnique X, 2012. Français. NNT: . tel-00841209

**HAL Id: tel-00841209**

**<https://theses.hal.science/tel-00841209v1>**

Submitted on 4 Jul 2013

**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 en Sciences de l'École Polytechnique**

**Mention : Mécanique**

Présentée et soutenue par

**Mathieu BOURCIER**

## **Étude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium.**

Thèse dirigée par Jean RAPHANEL et Alexandre DIMANOV

préparée au LABORATOIRE DE MÉCANIQUE DES SOLIDES

soutenue le 16 Novembre 2012

### **Jury :**

<i>Rapporteurs :</i>	Dr Olivier CASTELNAU	École Nat des Arts et Métiers
	Pr François RENARD	Université Joseph Fourier
<i>Examineurs :</i>	Pr Patrick CORDIER	Université de Lille 1
	Dr David MAINPRICE	Université Montpellier 2
	Pr Colette REY	École Centrale Paris
<i>Directeur :</i>	Dr Jean RAPHANEL	École Polytechnique
<i>Co-Directeur :</i>	Dr Alexandre DIMANOV	École Polytechnique
<i>Encadrant :</i>	Dr Michel BORNERT	École Nat des Ponts et Chaussées



*“Il apparaît à l’évidence que tout homme  
plongé dans la Science subit une poussée de  
bas en haut susceptible de lui remonter le moral”.*  
Pierre Desproges, *Vivons heureux en attendant la mort*



---

## Remerciements

A l'heure des remerciements, il est difficile de trouver les mots pour clore ces trois ans de vie passés en compagnie de personnes de qualité.

Trois mousquetaires ont encadré ce projet, à la tête Alexandre Dimanov "alex", merci pour tes longues, parfois même très longues explications scientifiques en tout genre. Ta culture scientifique et ta pédagogie m'ont permis de mieux sentir les choses quand j'étais un peu perdu. Je n'oublie pas les nuits au synchrotron très instructives tant sur le plan scientifique que culturel!!

J'en viens à Jean Raphanel, merci pour avoir corrigé l'essentiel des fautes d'orthographe de ce manuscrit... Je te remercie pour les voyages et les discussions que nous avons pu avoir en écoutant du chant grégorien dans ta voiture. Une petite pensée de Tübingen et de ce formidable barbecue sur les barques à perches!! Je n'oublie pas non plus les missions synchrotron!

A la place du troisième mousquetaire se trouve Michel Bornert. Merci pour ta patience et pour tout ce que tu as pu m'apporter sur le plan scientifique. Je ne sais pas encore si je dois te remercier pour cette fameuse école d'été CE2M à Briançon qui fut certes très instructive mais relativement éprouvante pour un non initié. Et je n'oublie pas non plus les missions synchrotron!

Le quatrième mousquetaire existe, Éva Hériprié qui m'a apporté un soutien indéfectible et ce tout au long de la thèse. Merci de m'avoir initié aux essais micro-mécaniques, à Zébulon, à la microlithographie, et tant d'autres choses. Travailler avec toi fut réellement enrichissant et agréable. Merci pour tout...

Pour conclure sur l'encadrement, merci à vous tous pour toute la confiance et la grande liberté accordées au cours de ces trois ans. Merci aussi d'avoir répondu présent à chaque instant.

Je souhaite également adresser mes remerciements à messieurs François Renard et Olivier Castelnau pour avoir accepté d'être rapporteurs ce manuscrit et pour leurs remarques judicieuses qui m'ont permis de voir plus loin.

Mes remerciements vont ensuite à madame Colette Rey pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury de thèse.

Merci enfin à messieurs Patrick Cordier et David Mainprice pour avoir évalué mon travail et participé au jury.

---

Je remercie Franck Carré responsable de la chaire “énergies durables” qui a permis ce travail de thèse.

Les résultats expérimentaux présentés n’ont pu voir le jour que grâce à de nombreuses collaborations, en premier lieu la plate-forme MiMeca du LMS, animée par d’Éva Héripé et d’Alexandre Tanguy. Merci pour votre disponibilité et votre aide pour les nombreux essais réalisés. Je n’oublie pas Daniel Caldemaison qui m’a initié aux joies du MEB et de la micro-mécanique expérimentale. Merci à toi tant sur le plan humain que scientifique.

Merci aussi à Pierre Valli pour l’élaboration du matériau et les différents essais de fluage.

Je tiens à remercier Hakim Gharbi, pour avoir mis en place l’ensemble du dispositif d’imagerie pour les essais macroscopiques, et aussi pour les différentes discussions lors des retours à Paris en RER.

Je tiens à remercier cordialement Pierre Bérest pour m’avoir permis de participer aux expériences dans la mine, merci également pour ta participation aux réunions et les quelques conseils utiles.

Mes remerciements vont aussi à l’ensemble des ingénieurs et techniciens du LMS, pour les différentes discussions et pour l’aide apportée au cours de ce projet.

Ces trois ans se sont déroulés sans encombre grâce à une équipe administrative géniale, merci à Alexandra, Christiane et Valérie.

Je tiens enfin à remercier Patrick Le Tallec pour m’avoir accueilli au sein du laboratoire.

Wolfgang Ludwig nous a accordé un temps précieux (week end compris) pour des expériences à l’ESRF. Merci pour ton temps, ta patience avec ce matériau et ta disponibilité.

L’ANR MicroNaSel a permis de nombreuses discussions, parfois animés, merci à tous les participants et bonne chance pour la suite.

Le laboratoire de l’École Normale Supérieure de Géologie m’a accueilli, le temps d’une expérience, merci à Jérôme Fortin, Alexandre Schubnel et Céline Mallet pour l’accueil chaleureux et la patience, notamment pendant l’attente de rupture du matériau qui n’est jamais arrivée...

Un grand merci à Guillaume Desbois pour les précieuses images BIB présentes dans ce manuscrit.

---

Je tiens ici particulièrement à remercier David Picard pour m'avoir supporté en tant que collègue de bureau, merci pour ton soutien lors de la rédaction et pour les différents conseils donnés par un post-doc avisé!! Bonne chance pour tes monocristaux...

Merci à l'ensemble des thésards, post-docs et stagiaires dont j'ai croisé le chemin tout au long de ces trois ans, Nico, Mathieu C, Marc, Camille, Éva, Waad, Shadan, Gauthier, Linlin, Diansen, Fabien, Jessica, Matthieu D, JB, Louis (le géologue national), Anders, Élisabeth et tous ceux que j'oublie... Bonne chance pour la suite en espérant vous recroiser bientôt.

Merci à Jean-Marc pour ses blagues matinales au café qui m'ont presque toujours fait rire, merci à l'ensemble des chercheurs du LMS qui ont bien voulu discuter avec un humble géologue.

Merci aux différents colocataires qui ont partagé ma vie durant ces trois ans, à Paris mais aussi à Pau, avec une spéciale dédicace pour Mlle Charlène "Dedo" qui un jour a débloqué LATEX.

Merci aux copains de Toulouse, Grenoble et d'ailleurs qui n'ont jamais réellement compris ce dont il s'agissait mais qui ont été présents tout au début et sont restés jusqu'au bout. La liste est trop longue pour tous vous nommer mais vous vous reconnaitrez, gens géniaux que vous êtes. Une petite pensée pour les soirées à l'Imprévu avec Typh et Nico qui ont toujours été surprenantes!

Je terminerai par remercier ma famille, mes parents pour avoir été là quand il le fallait et comme il le fallait. Merci à ma sœur et Ramou pour m'avoir écouté, soutenu et changé les idées quand j'en avais besoin.



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Élaboration du matériau et nouvelles techniques de marquage pour la corrélation d'images numériques</b>	<b>5</b>
1.1 Préambule : sel synthétique et sel naturel . . . . .	6
1.2 Élaboration des matériaux et caractérisation . . . . .	7
1.2.1 Protocole expérimental . . . . .	7
1.2.2 Caractérisation . . . . .	10
1.3 Nouvelles techniques de marquage . . . . .	22
1.3.1 Microbilles d'or . . . . .	22
1.3.2 Microlithographie électronique . . . . .	24
1.3.3 Marquage mixte . . . . .	30
1.3.4 Marquage en volume . . . . .	32
<b>2 Comportement rhéologique du sel synthétique</b>	<b>37</b>
2.1 Essais triaxiaux . . . . .	38
2.1.1 Fluage monotone et cyclique . . . . .	38
2.1.2 Résultats et comparaison au sel naturel . . . . .	42
2.2 Fluage sous faible charge . . . . .	47
2.2.1 Fluage dans les cavités salines . . . . .	47
2.2.2 Essais de fluage sous faibles charges . . . . .	48
2.2.3 Résultats préliminaires . . . . .	51
2.3 Essais uniaxiaux . . . . .	53
2.3.1 Presse . . . . .	53
2.3.2 Types de comportements couramment observés pour les matériaux cristallins . . . . .	54
2.3.3 Essais et résultats . . . . .	55
<b>3 Identification des mécanismes de déformation en plasticité polycristalline par Corrélation d'Images Numérique.</b>	<b>63</b>
3.1 Mesures de champs . . . . .	64
3.1.1 Principe de la corrélation d'image numérique . . . . .	65

---

3.1.2	Calcul des déformations . . . . .	67
3.1.3	Évaluation des incertitudes . . . . .	72
3.2	Hétérogénéité macroscopique . . . . .	73
3.2.1	Protocole expérimental . . . . .	75
3.2.2	Champs de déformations . . . . .	76
3.2.3	Séparation d'échelles : Estimation de la taille du Volume Élémentaire représentatif . . . . .	85
3.3	Échelle microscopique . . . . .	89
3.3.1	Protocole expérimental . . . . .	89
3.3.2	Identification des micromécanismes de déformation par corrélation d'images numériques . . . . .	92
3.3.3	Couplage entre plasticité intracristalline et glissement aux interfaces . . . . .	104
3.4	Localisation de micro-fissures en volume par émissions acoustiques. . . . .	108
3.4.1	Présentation du montage expérimental . . . . .	110
3.4.2	Enregistrement et localisation des émissions acoustiques . . . . .	111
3.4.3	Vitesses des ondes élastiques $V_p$ et $V_s$ . . . . .	113
<b>4</b>	<b>Plasticité : Identification de systèmes de glissement.</b> . . . . .	<b>115</b>
4.1	Plasticité cristalline . . . . .	116
4.1.1	Cristallographie du NaCl . . . . .	116
4.1.2	Déformation plastique . . . . .	117
4.1.3	Technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) . . . . .	124
4.1.4	Angles d'Euler et matrice de rotation . . . . .	125
4.2	Systèmes de glissement actifs : Apport de la Corrélation d'Images Numérique . . . . .	128
4.2.1	Identification des plans de glissement . . . . .	128
4.2.2	Identification des directions de glissement . . . . .	130
4.2.3	Discussion . . . . .	133
4.3	Calculs par éléments finis : Code Zébulon . . . . .	136
4.3.1	Identification des paramètres de la loi de comportement monocristalline du sel. . . . .	136
4.3.2	Calculs polycristallins . . . . .	143
4.3.3	Résultats . . . . .	144

## Table des matières

---

<b>5</b>	<b>Quantification de la part de glissement aux interfaces</b>	<b>151</b>
5.1	Principe . . . . .	152
5.2	Application dans CMV . . . . .	153
5.2.1	Méthode . . . . .	153
5.2.2	Résultats à température ambiante . . . . .	155
5.2.3	Discussion . . . . .	157
5.2.4	Résultats à 350 ° C . . . . .	158
5.3	Application d'un facteur correctif . . . . .	159
5.3.1	Principe . . . . .	159
5.3.2	Résultats . . . . .	160
5.3.3	Discussion . . . . .	163
<b>6</b>	<b>Vers la 3D</b>	<b>165</b>
6.1	Tomographie par absorption des rayons X (RX) . . . . .	166
6.1.1	Principe physique . . . . .	166
6.1.2	Dispositif synchrotron . . . . .	167
6.2	Corrélation numérique d'images volumiques . . . . .	168
6.3	Essais à l'ESRF . . . . .	170
6.3.1	Essais et imagerie . . . . .	170
6.3.2	Discussion . . . . .	175
	<b>Conclusion</b>	<b>179</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>183</b>
	<b>Annexe 1</b>	<b>xiii</b>
	<b>Annexe 2</b>	<b>xxi</b>
	<b>Annexe 3</b>	<b>xxix</b>



# Introduction générale

Les enjeux écologiques et énergétiques motivent le développement des modes de production d'électricité à partir de sources d'énergies renouvelables (éolienne, solaire,..). Ces dernières sont intermittentes, ce qui a pour conséquence la nécessité de réguler les flux de production et de consommation afin de pouvoir s'ajuster à la demande. Cette régulation passe en particulier par le stockage de l'énergie produite excédentaire. Mais, de façon plus générale, et quelle qu'en soit la source, le stockage d'énergie est l'un des enjeux majeurs du 21<sup>ème</sup> siècle. Cet aspect concerne tout aussi bien la filière nucléaire. En effet, la modulation de la production d'énergie nucléaire est relativement limitée du fait des temps de réponse des installations et du fait des fluctuations journalières des prix du marché de l'électricité. Il est en effet (actuellement) plus rentable d'exploiter les tranches nucléaires à un régime soutenu, y compris pendant les heures creuses, afin de pouvoir répondre très vite à la demande aux heures de pointe, quitte à devoir pour cela revendre l'électricité excédentaire des heures creuses à perte voire en payant. Une part de l'énergie nucléaire ainsi produite est tout simplement perdue. Il n'en serait pas de même si des moyens de stockage massifs étaient disponibles. Actuellement, la France dispose d'une capacité de stockage journalière de seulement quelques pourcents de sa production (environ 5 GWatts pour une production de l'ordre de 115 GWatts, d'après des données d'EDF). Cette capacité de stockage repose essentiellement sur la technique dite des "STEP" (Stockage d'Énergie par Pompage turbinage), qui consiste à stocker de l'énergie sous forme d'hydroélectricité potentielle, en remontant de l'eau depuis un réservoir aval vers un réservoir amont. Toutes les autres techniques de stockage (inertielle, batteries, hydrogène, air comprimé) ne sont en France qu'à l'état de recherche et sont pour le moment considérées soit comme non validées, soit comme économiquement non rentables. Or, dans d'autres pays, comme l'Allemagne ou les USA, il a été démontré qu'un des moyens de stockage les plus économiques est celui qui consiste à convertir l'énergie électrique en énergie mécanique en stockant de l'air comprimé dans des cavités salines artificielles réalisées par lessivage (injection d'eau douce et récupération de saumure) en profondeur (500 – 1500 m), dans des formations géologiques salines. Cette technique appelée CAES (compressed air energy storage) est appliquée sur le site de Huntorf (Allemagne) depuis 1978 et sur le site de McIntosh (Alabama, USA) depuis 1991. Autrement dit, la faisabilité

des installations et des procédés de base n'est plus à démontrer. En revanche, la technique peut être grandement améliorée afin de ne plus perdre la chaleur produite lors de la compression de l'air et qui est pour l'heure en grande partie intentionnellement dissipée en surface, le restant étant perdu dans le massif salin. En effet, une quantité de chaleur équivalente doit nécessairement être restituée ultérieurement, lors de la détente de l'air au soutirage, ce qui fait considérablement baisser le rendement. De ce fait, de récents projets de CAES dits adiabatiques se développent en Allemagne et aux USA. Le projet allemand (ADELE), prévu pour 2013, vise une amélioration de 70 % du rendement en stockant la chaleur de compression dans des unités de blocs céramiques.

La France dispose de nombreuses formations géologiques salines. De nombreuses cavités salines artificielles y sont déjà exploitées par GDF pour le stockage de gaz hydrocarbure. Des installations similaires pourraient également être utilisées pour le stockage CAES. Toutefois, pour assurer une exploitation sécurisée dans l'optique des spécificités de ces nouvelles applications, il est nécessaire de caractériser le comportement mécanique des structures (cavités) et du matériau (sel gemme), ainsi que leurs évolutions dans le temps. Il s'agit d'une part d'évaluer le comportement en fluage à long terme sous l'effet d'une faible charge déviatorique, afin de rendre compte de la lente convergence (fermeture) de la cavité sous l'effet de la pression lithostatique du massif salin. D'autre part, il faut caractériser la réponse élasto-viscoplastique sous des charges cycliques modérées de type thermique (pulses d'échauffement de quelques centaines de degrés Celsius à la compression) et mécanique (fluctuations entre quelques unités et la dizaines de MPa de la pression interne), afin de rendre compte du comportement et de l'intégrité de la cavité à court et moyen terme. Concrètement, les effets sur la tenue mécanique du sel gemme de cycles journaliers de charge et décharge caractéristiques de ce type d'installations doivent être appréhendés. Les mécanismes élémentaires de déformation mis en jeu, notamment lors du fluage à long terme et lors du travail en fatigue, doivent être clairement mis en évidence afin que leur influence sur le comportement mécanique dans le temps puisse être modélisée. Ainsi, notre étude à caractère micro-mécanique vient compléter de nombreuses études réalisées sur le comportement macroscopique du sel gemme naturel, lequel est largement dominé par les aspects viscoplastiques et le fluage. Elle vise d'abord à identifier expérimentalement les différents mécanismes physiques sous-jacents au comportement viscoplastique du sel gemme. Dans

un deuxième temps, elle vise à l'élaboration de modèles de comportement visco-plastique du polycristal de sel gemme en utilisant les lois constitutives analytiques correspondant à ces mécanismes et à leur implémentation dans des simulations numériques.

Une seconde ambition de cette étude est la caractérisation du comportement élasto-visco-plastique du sel en tant que matériau modèle, dont les microstructures et les mécanismes de déformation sont représentatifs d'autres classes de matériaux polycristallins tels que les métaux et les roches en général.

Deux problématiques complémentaires se dégagent. La première porte sur la combinaison de l'étude multi-échelle expérimentale et de la modélisation numérique. La seconde porte sur une question plus spécifique, avec l'étude d'un mécanisme de déformation encore mal compris : le glissement aux joints de grains. La compréhension des relations entre la réponse mécanique des matériaux polycristallins et leur microstructure est un défi majeur pour le développement de nouveaux matériaux efficaces manufacturés, ou pour l'utilisation maîtrisée des matériaux naturels, afin de répondre à des problématiques industrielles, économiques et sociétales. Le développement d'une approche micro-mécanique, basée sur l'investigation expérimentale multi-échelle est nécessaire afin de valider les modèles, que ce soit en termes de mécanismes de déformation élémentaires, d'échelles pertinentes, de contraintes locales, d'hétérogénéité de déformation ou d'évolution de microstructure. Le glissement aux joints de grains est un mécanisme de déformation plastique important, présent dans de nombreux matériaux métalliques et céramiques à grains fins, à des températures élevées et sous faibles contraintes, ou à des vitesses de déformation faibles. Bien qu'ils soient souvent observés expérimentalement, ils sont en général négligés dans l'élaboration des lois de comportement multi-échelles, probablement en raison de l'absence d'une caractérisation précise du phénomène à l'échelle appropriée. En effet, la plupart des modèles micro-mécaniques ne sont validés que par leurs prédictions globales, où l'échelle de la contribution du mécanisme de glissement est souvent faible par rapport à la plasticité cristalline standard. Étant donné que le glissement aux joints est fortement dépendant de la taille de grain, notre matériau modèle dont on contrôle la microstructure offre la possibilité d'étudier et l'activation, et les interactions entre plasticité cristalline et mécanisme de glissement.

L'idée de base est d'utiliser un matériau synthétique, dont on peut contrôler la microstructure, en particulier la taille de grain et sa distribution. La première

partie de cette thèse porte ainsi sur l'élaboration du matériau et sa caractérisation (tailles, distributions et orientations cristallines des grains).

Une seconde partie traite du comportement macroscopique du matériau. Des essais de fluage sous charges monotones et cyclique sont réalisés, afin d'évaluer à court et à moyen terme l'influence sur la loi de comportement et sur l'évolution des microstructures du matériau, des cycles journaliers de chargement mécanique (liés à l'intermittence du stockage). Des essais de fluage sous très faible charge ( $< 0.5$  MPa) sont aussi effectués, afin de déterminer le comportement des structures de l'ouvrage (cavité et massif) à très long terme.

Une troisième partie étudie le comportement viscoplastique du matériau en réalisant simultanément des essais de compression simple et des observations 2D in-situ sous MEB (Microscope Electronique à Balayage). Ces observations permettent d'obtenir par des techniques de corrélation d'image, des champs de déformations complets à l'échelle de l'échantillon et à l'échelle de chaque grain, permettant ainsi d'identifier les mécanismes actifs lors de la déformation : la plasticité intra-cristalline et le glissement aux interfaces.

Une quatrième partie propose une amélioration dans l'identification des systèmes de glissement actifs en couplant cartes de déformation et images MEB à des cartes d'orientations cristallines. Des calculs numériques basés sur des microstructures réelles et les cartes d'orientations cristallines associées sont aussi réalisés.

Le cinquième chapitre présente une technique de quantification des contributions relatives des mécanismes de déformation à partir de la Corrélation d'Images Numériques.

La dernière partie est consacrée aux essais mécaniques couplés à la caractérisation en trois dimensions menés à l'ESRF de Grenoble. L'objectif de cette partie est d'observer un champ de déformation dans le volume grâce à la technique de corrélation d'images tridimensionnelles.

# Élaboration du matériau et nouvelles techniques de marquage pour la corrélation d'images numériques

---

*Ce premier chapitre se concentre sur les nouvelles techniques expérimentales développées lors de cette thèse. On se focalise particulièrement sur deux techniques innovantes : l'élaboration d'un matériau synthétique et de nouvelles techniques de marquage. Un préambule justifie le choix du matériau. La partie suivante détaille l'élaboration du matériau synthétique où l'on présente le protocole expérimental ainsi que la caractérisation des différentes microstructures obtenues. Dans la troisième partie, nous présentons les innovations apportées dans les techniques de marquages en surface et en volume : élaboration d'une nouvelle technique et amélioration de la technique de microlithographie.*

## Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Préambule : sel synthétique et sel naturel . . . . .</b>	<b>6</b>
<b>1.2</b>	<b>Élaboration des matériaux et caractérisation . . . . .</b>	<b>7</b>
1.2.1	Protocole expérimental . . . . .	7
1.2.2	Caractérisation . . . . .	10
<b>1.3</b>	<b>Nouvelles techniques de marquage . . . . .</b>	<b>22</b>
1.3.1	Microbilles d'or . . . . .	22
1.3.2	Microlithographie électronique . . . . .	24
1.3.3	Marquage mixte . . . . .	30
1.3.4	Marquage en volume . . . . .	32

---

## 1.1 Préambule : sel synthétique et sel naturel

Il est important pour commencer, d'expliquer la démarche qui nous a conduit à utiliser un matériau synthétique. Cette thèse s'intéresse au comportement viscoplastique du sel dans un contexte général de stockage, sans s'intéresser à un site géographique et géologique particulier. L'étude de matériaux géologiques est souvent rendue difficile de part leur diversité en termes de microstructure et de comportement mécanique. En effet, le sel naturel présente souvent une variation de taille de grains, un pré-endommagement et la présence de phases secondaires. De plus, nous faisons des études micro-mécaniques, ce qui nous impose des échantillons relativement petits (millimétriques) qui ne contiendraient qu'un petit nombre de grains de sel naturel. Toutes ces considérations posent un problème de représentativité des échantillons en terme de Volume Élémentaire Représentatif (VER). Nous avons donc fait le choix d'élaborer notre propre matériau, dont on pourra contrôler la microstructure, le pré-endommagement et la pureté (figure 1.1). Des essais mécaniques macroscopiques sont présentés au chapitre 2. Ils montrent que le comportement mécanique global de notre sel synthétique est tout à fait comparable au comportement de divers sels naturels. La possibilité de contrôler la microstructure favorise l'identification des différents mécanismes de déformation. Enfin, le matériau synthétique est un analogue parfait du polycristal et les développements des techniques d'analyse et de modélisation viscoplastique sont transposables aux matériaux

cristallins en général.

## 1.2 Élaboration des matériaux et caractérisation

L'élaboration du matériau synthétique constitue un des premiers enjeux de notre étude. Dans cette partie, on décrit l'élaboration du matériau synthétique, et la manière d'obtenir différentes microstructures. Ce travail s'est inspiré des techniques utilisées par Peach and Spiers (1995). Trois matériaux présentant différentes tailles de grains ont été synthétisés : un matériau avec une distribution de tailles de grains bi-modale, un matériau présentant des gros grains et un matériau à grains fins.

### 1.2.1 Protocole expérimental

L'élaboration repose sur un principe simple utilisé couramment en métallurgie ou pour la synthèse de céramiques : la compression à chaud d'une poudre. Néanmoins, par souci de reproductibilité, il est nécessaire de respecter un protocole expérimental bien établi que nous allons décrire. On comprime une poudre de chlorure de sodium pure de laboratoire (99,9 %) dans un ensemble piston cylindre (figure 1.2). La poudre est insérée en trois fois et est tassée à l'aide d'une masse entre chaque versement afin d'obtenir une pré-compaction. Le cylindre est une cellule oedométrique de diamètre 80 mm, de hauteur 205 mm et d'épaisseur suffisante pour empêcher toute déformation latérale, créant un confinement isotrope. Une graisse est appliquée sur les bords de la cellule afin de minimiser la friction au niveau des parois lors du pressage, mais aussi pour permettre une extraction plus facile du bloc de sel à la fin de la compression. La cellule oedométrique est placée dans un four Instron permettant d'atteindre une température maximale de 200 ° C, le four est lui-même placé sous une presse hydraulique MTS d'une capacité de 1000 kN. Le design particulier du four permet le passage des pistons de la presse et donc un pressage à chaud (figure 1.3).

La compression s'effectue en deux temps :

- Une compression axiale à 400 kN (correspondant à une contrainte appliquée par le piston de 80 MPa) durant 80 heures afin de diminuer la porosité initiale. La contrainte est appliquée avec une rampe assez douce d'environ 5 MPa/min.
- Une augmentation rapide de la température jusqu'à 200 ° C tout en maintenant la force constante, puis maintien dans cet état de ce dispositif durant 80 heures.

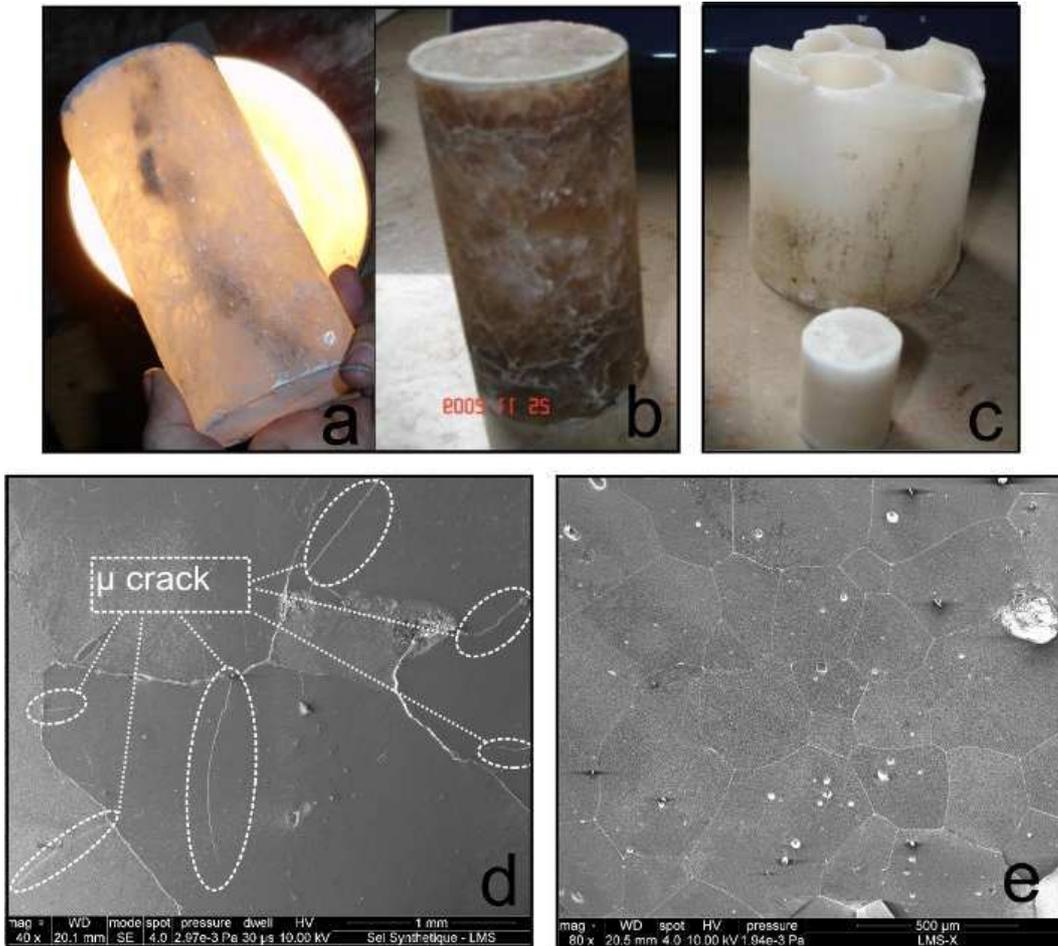


FIG. 1.1 – Différences macroscopiques et microscopiques entre le sel naturel et synthétique. Deux variétés de sels naturels : a) Sel très pur (Allemagne). b) Sel comportant de nombreuses impuretés (France). c) Sel synthétique, très pur. d) Micrographie MEB du sel naturel montrant sa micro-fracturation ( $\mu crack$ ). e) Micrographie MEB du sel synthétique à microstructure homogène.



FIG. 1.2 – Cellule oedométrique utilisée pour la compression des poudres



FIG. 1.3 – Presse MTS (1000 kN) et four Instron avec la cellule oedométrique.

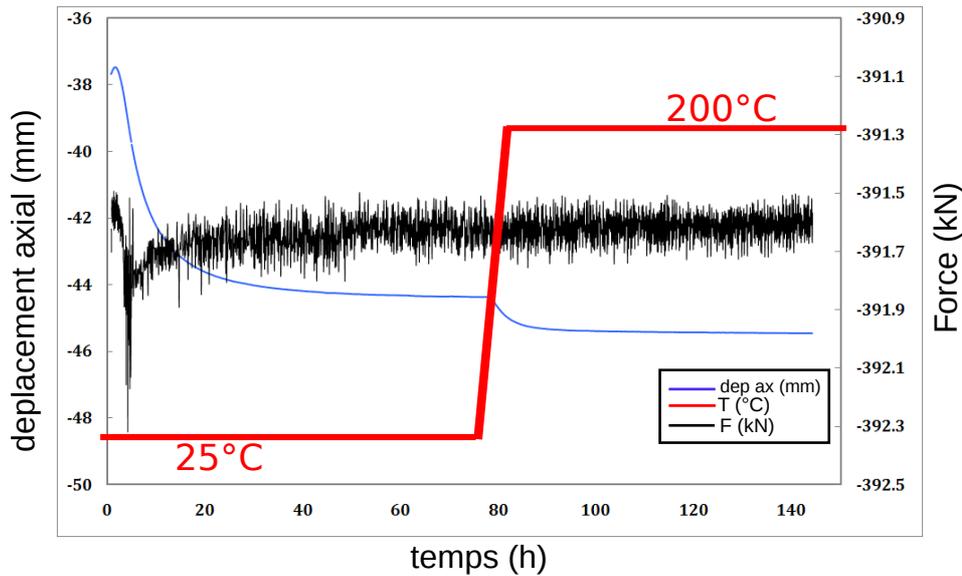


FIG. 1.4 – Exemple de courbe de compaction de la poudre : Courbe de Déplacement axial (mm) en fonction du temps (h). Le premier palier correspond à la compression à température ambiante, le second correspond à la mise en température et au maintien à 200 ° C.

La première phase est une compaction mécanique cataclastique (broyage et réarrangement de grains), la seconde phase est une compaction qui met en jeu la déformation plastique des grains. La compaction de la poudre à l'intérieur de la cellule est suivie par des capteurs de déplacement axial de type LVDT. Lorsque que la déformation se stabilise (figure 1.4), on supprime la charge puis on arrête le chauffage du four pour revenir à la température ambiante.

Il en résulte un bloc compact cylindrique de matériau brut de sel synthétique d'environ 8 cm de diamètre et 10 cm de hauteur qui montre une bonne cohésion (figure 1.5).

## 1.2.2 Caractérisation

### 1.2.2.1 Matériau brut

Le matériau brut est élaboré à partir de la poudre de sel selon le protocole décrit dans la section précédente sans apporter de traitements supplémentaires. Des observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) ont permis de bien caractériser ce premier matériau (figure 1.6). Afin de pouvoir bien distinguer

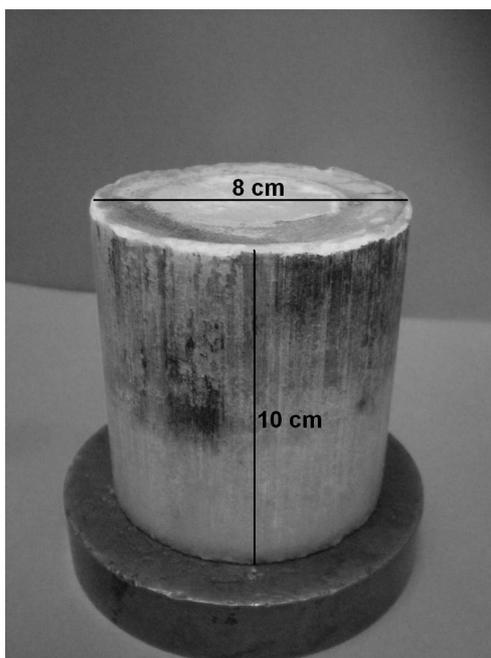


FIG. 1.5 – Bloc brut de sel synthétique à la sortie de la cellule oedométrique.

les interfaces des différents grains, les échantillons sont polis au papier abrasif 2400 (diamètre de grain de SiC de  $10 \mu\text{m}$ ), puis ils sont soumis à une légère attaque chimique à l'eau (dépôt d'une petite goutte d'eau à l'aide d'un coton-tige). Ce matériau, présente une distribution de taille de grains bi-modale avec, d'une part des grains fins ( $20\text{-}80 \mu\text{m}$ ) correspondant à la taille de la poudre de sel pur utilisée et d'autre part, des grains plus gros ( $250\text{-}500 \mu\text{m}$ ), issus de la croissance cristalline pendant la phase de pressage.

Afin de caractériser de manière quantitative la taille des grains, nous utilisons la technique EBSD (chapitre 4.2). On obtient ainsi un histogramme de la distribution de tailles de grains en surface (figure 1.10). Le logiciel HKL (HKL Technology) considère chaque grain comme une ellipse ayant la même aire et les mêmes moments. Il est important de noter que nous observons une surface, ce qui implique que chaque grain observé présente une surface coupée arbitrairement dans son volume. La taille de grains mesurée n'est donc qu'apparente, et il nous appartient de corriger ces effets de coupe. La méthode des intercepts (Mendelson, 1969; Wurst and Nelson, 1972) estime un facteur correctif compris entre 1.5 à 2 (selon le rapport entre le grand axe et le petit axe de l'ellipse). Dans notre cas, nous utilisons un facteur correctif de 1.5 qui est adapté aux grains équants.

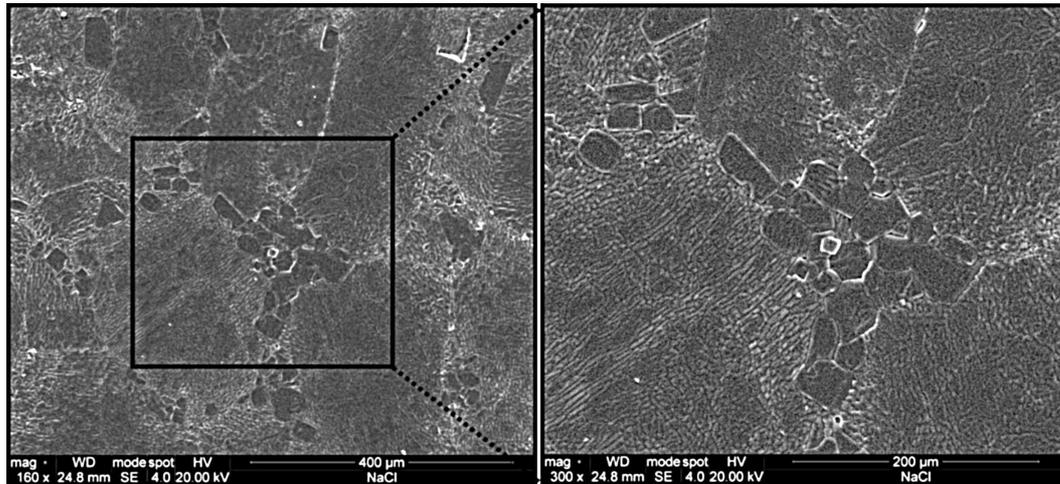


FIG. 1.6 – Matériau brut : Images MEB  $\times 80$  et zoom  $\times 300$  sur un agrégat de grains fins encerclés de gros grains.

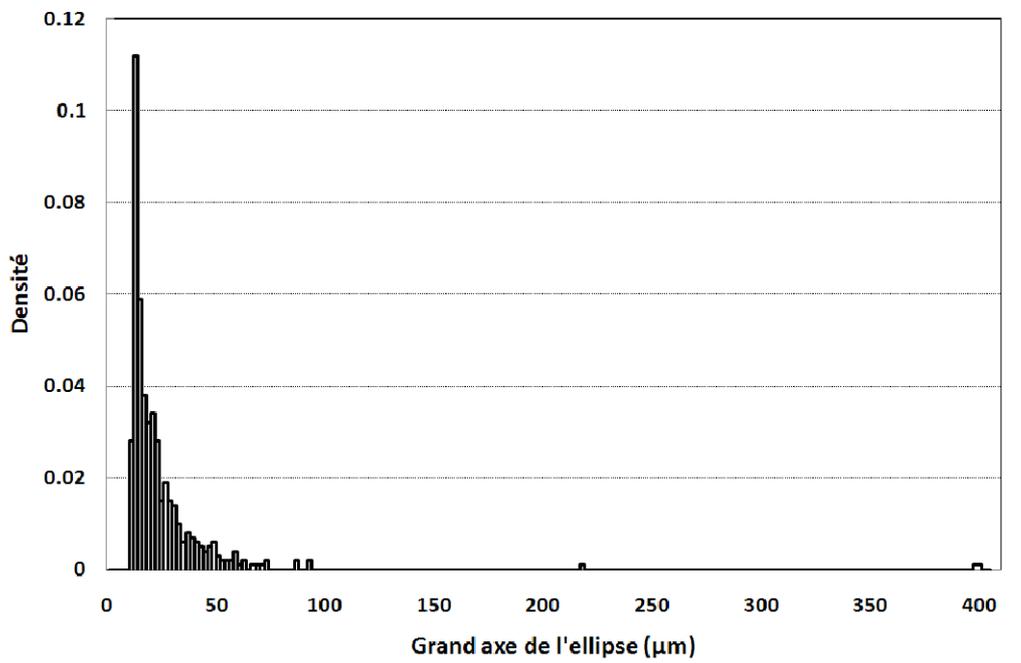


FIG. 1.7 – Histogramme de taille du grand axe de chaque grain considéré comme un ellipsoïde pour le matériau brut.

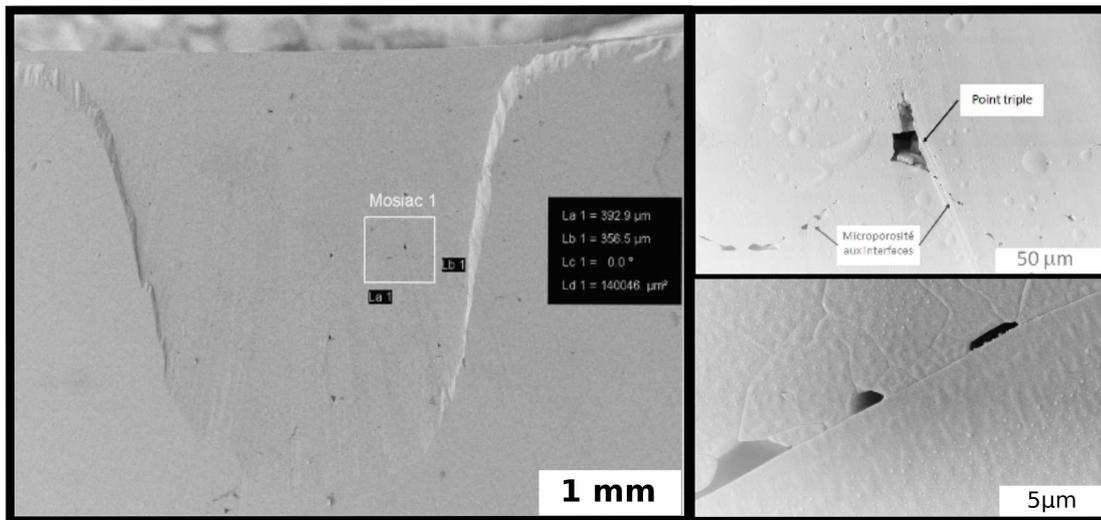


FIG. 1.8 – Observation MEB du matériau brut préparé au BIB, à trois échelles différentes.

Nous avons eu la possibilité d'observer la surface de nos échantillons préparées par pulvérisation ionique avec un faisceau ionique large (Broad Ion Beam ou BIB), au laboratoire Endogene Dynamik de RWTH Aachen University (Desbois et al., 2011). Cette technique de préparation correspondant à une érosion à l'échelle atomique, permet d'obtenir des surfaces parfaitement planes et non endommagées. De plus, la porosité n'est pas bouchée par les débris de polissage. Cela permet de faire des images à haute résolution en microscopie électronique à balayage, donnant une caractérisation sub-micrométrique, notamment au niveau des interfaces. Nous avons ainsi mis en évidence une microporosité aux interfaces (figure 1.8) qui était jusqu'alors invisible avec nos techniques de préparation et d'observation classiques.

### 1.2.2.2 Matériau recuit : gros grains

A partir du matériau brut que nous avons présenté plus haut, nous avons voulu obtenir un matériau avec une taille de grains homogène et des interfaces équilibrées thermodynamiquement, c'est-à-dire présentant de faibles courbures et des jonctions triples dont les interfaces forment deux à deux un angle proche de 120 degrés. Afin de faire croître les grains et d'homogénéiser leur taille, nous avons décidé de recuire le matériau brut. L'élaboration du matériau à gros grains correspond donc exactement à celle du matériau brut suivie d'une phase supplémentaire de recuit.

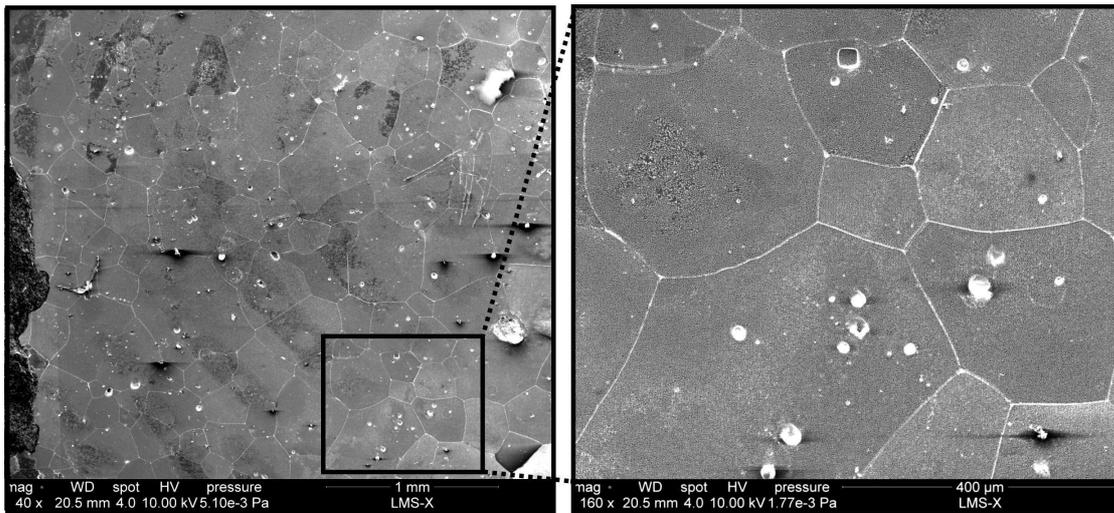


FIG. 1.9 – Images MEB du matériau à gros grains à deux échelles différentes : X40 et X160.

Une fois le bloc sorti de la cellule, il est mis dans un four à haute température afin d'être recuit durant 48h à une température de 750 ° C, proche de la température de fusion du sel (801 ° C). A cette température, la cinétique de migration des joints de grains est rapide ce qui permet la croissance cristalline et un gain de cohésion des interfaces. La force motrice de ces phénomènes est la minimisation d'énergie libre du système associée à la présence des interfaces et à la tension superficielle. Il est conseillé pour cette étape de monter et descendre la température par des rampes relativement douces d'environ 100 ° C /heure, afin d'éviter l'apparition d'éventuelles fissurations. Ne disposant pas pour les premiers matériaux d'un four permettant de faire des rampes, nous avons procédé par paliers de 100 ° C toutes les heures.

Ce matériau est caractérisé avec de l'imagerie MEB. La préparation des échantillons est identique à celle décrite dans le paragraphe précédent (polissage fin + légère attaque de la surface à l'eau). Ce matériau présente une structure homogène régulière avec des grains de tailles comprises entre 300  $\mu m$  et 500  $\mu m$ , ainsi que des interfaces bien droites qui témoignent que l'équilibre de croissance est quasiment atteint (figure 1.9).

Une première observation au MEB avec une préparation classique de la surface ne met pas en évidence de porosité, mais une analyse plus fine au BIB a montré une localisation de microporosité importante aux interfaces (figure 1.11). En effet, on peut penser que lors du recuit du matériau brut, la microporosité présente aux

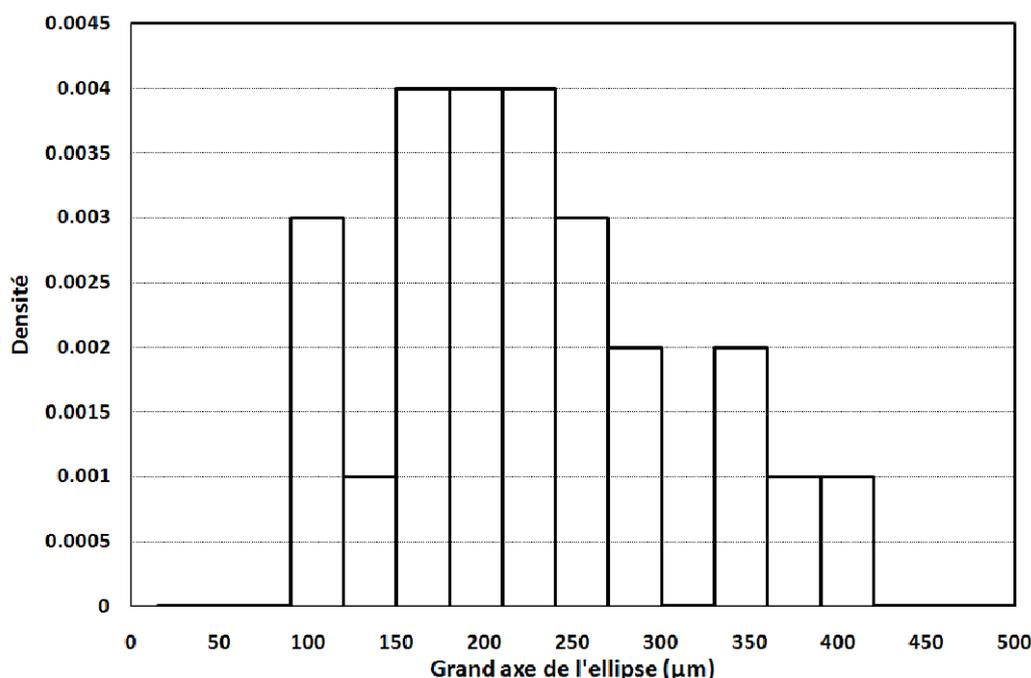


FIG. 1.10 – Histogramme de taille du grand axe de chaque grain considéré comme un ellipsoïde pour le matériau à gros grains.

interfaces des grains fins a été entraînée par les interfaces en mouvement et a coalescé aux nouvelles interfaces des nouveaux gros grains. On notera aussi la présence de cristaux négatifs (lacunes de cristallisation en inclusions dont les contours en facettes indiquent des plans cristallographiques du cristal qui les abrite), témoins de la croissance cristalline qui entraîne aussi l'incorporation d'un peu de la porosité initiale au sein des nouveaux grains. Ces dernières images montrent l'importance de la préparation de surface pour les observations microstructurales.

### 1.2.2.3 Matériau à grains fins

La suite logique des essais d'élaboration de différentes microstructures a été d'essayer d'obtenir un matériau contenant uniquement des grains fins. Il se trouve qu'élaborer ce type de matériau se révèle assez compliqué. Un premier protocole a consisté à broyer la poudre de NaCl pur durant plusieurs heures afin d'obtenir une poudre très fine, puis à utiliser la même méthode que pour le matériau brut, c'est-à-dire le pressage à chaud. Les résultats n'ont pas été très concluants pour les raisons suivantes :

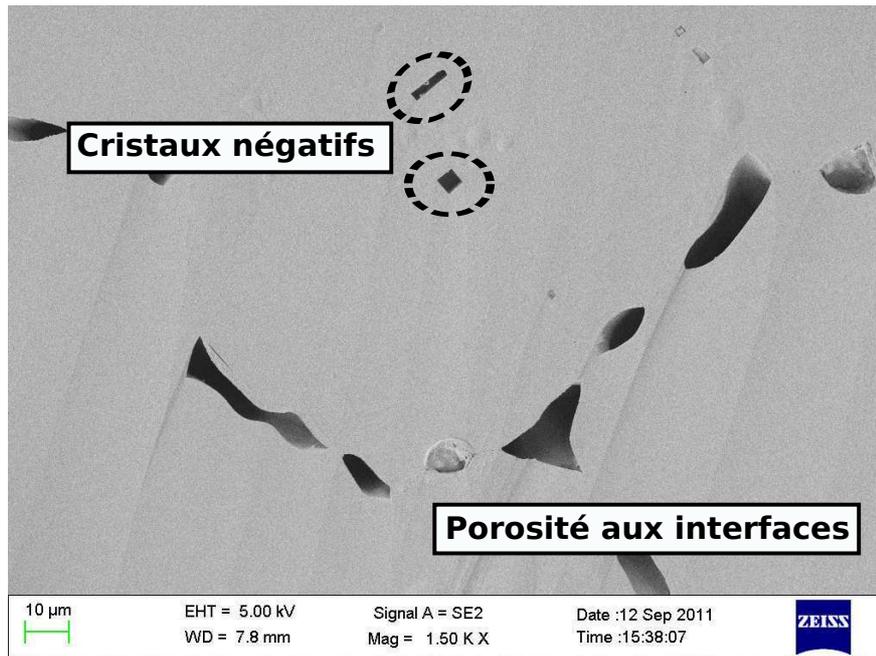


FIG. 1.11 – Observation MEB des microporosités et cristaux négatifs qui présentent des facettes cristallographiques révélés par BIB.

- De gros grains croissent durant la phase de pressage à chaud ;
- L'apparition d'un fort litage perpendiculairement au sens de la compression ;
- Une augmentation importante de la microporosité aux interfaces.

Le litage va poser deux problèmes, le premier est l'anisotropie induite, le second est la difficulté d'usinage des échantillons qui ont des zones de faiblesses à l'interface entre deux couches. Lors de carottages le matériau aura tendance à se déliter en feuillets épais.

Nous proposons une seconde méthode qui repose sur l'idée d'ajouter une faible proportion d'une seconde phase afin de ralentir la croissance cristalline (Dresen and Evans, 1993). La poudre de NaCl est mélangée et concassée durant plusieurs heures avec une fine poudre de cuivre afin d'obtenir un mélange homogène à granulométrie fine ( $100\mu m$ ). La part de cuivre est d'environ 3% en volume. La poudre subit ensuite le même traitement que le premier matériau.

Le matériau obtenu, se compose d'un assemblage de grains fins, de tailles comprises entre  $30\mu m$  et  $80\mu m$  (figure 1.13), avec une très faible porosité observée au MEB (figure 1.12). Cependant, la présence d'une très fine porosité non observable avec nos techniques d'observations ne peut être exclue.

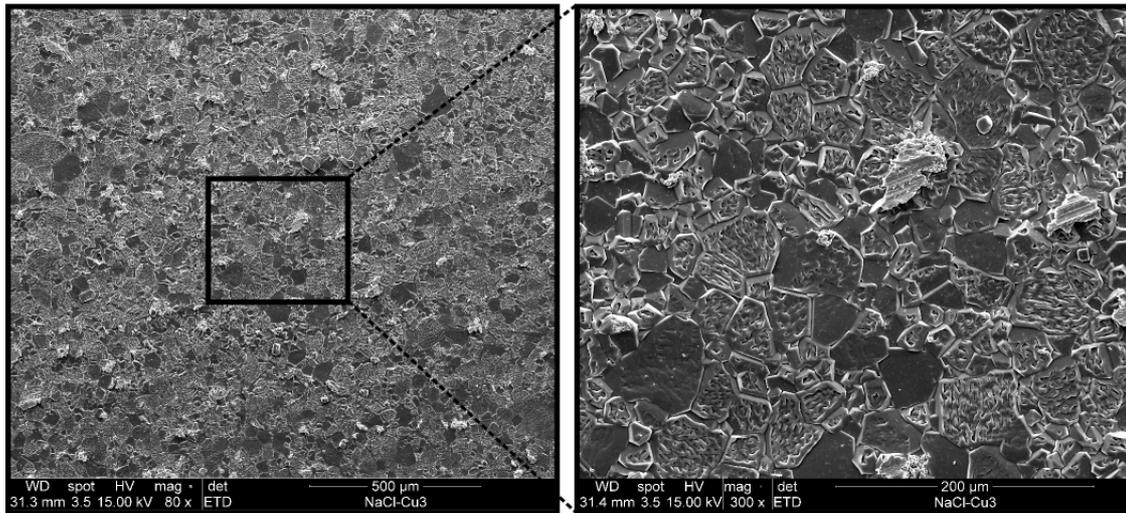


FIG. 1.12 – Microstructure du matériau à grain fins à différentes échelles : X40 et X300. Les particules blanches les plus brillantes correspondent aux particules de cuivre.

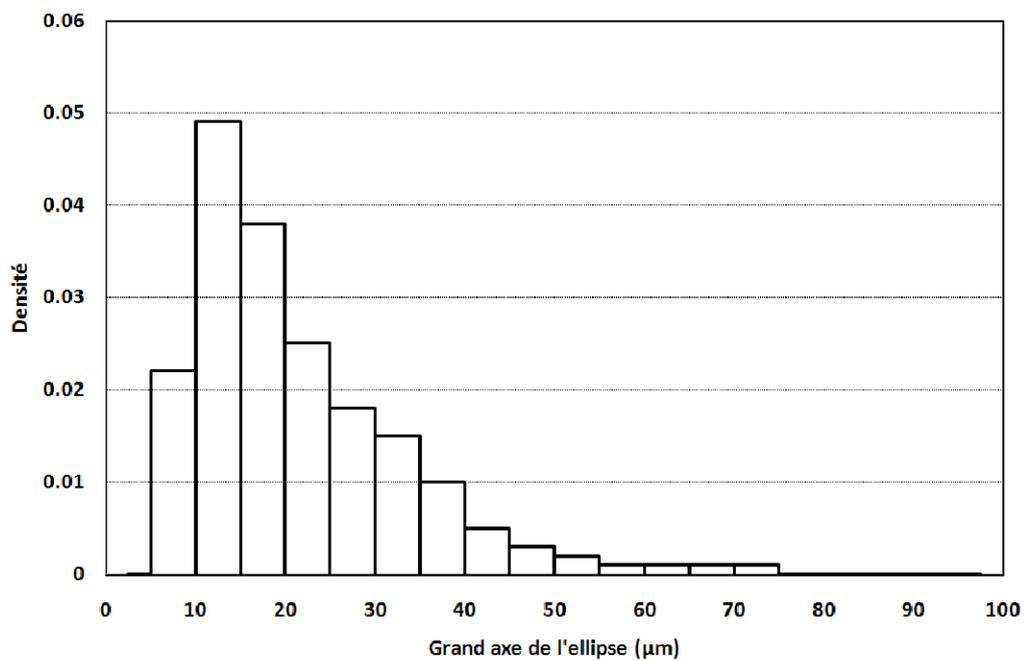


FIG. 1.13 – Histogramme de taille du grand axe de chaque grain considéré comme un ellipsoïde pour le matériau à grains fins.

Nom	Taille des grains	Protocole de fabrication
Matériau brut	30-80 $\mu m$ et 300-450 $\mu m$	80 MPa (ambiante) puis 80 MPa (200 ° C)
Gros grains	300-450 $\mu m$	80 MPa (ambiante) puis 80 MPa (200 ° C) puis recuit 750 ° C
Grains fins	30-80 $\mu m$	Broyage + Cu (2%) puis 80 MPa (ambiante) puis 80 MPa (200 ° C)

TAB. 1.1 – Tableau récapitulatif des différents matériaux élaborés.

#### 1.2.2.4 Matériau à grains millimétrique : Sel commercial

Un dernier matériau, a été utilisé lors de cette étude, il s'agit d'un matériau à gros grains, de taille allant de 700 micromètres au millimètre. Nous n'avons pas synthétisé ce matériau au laboratoire, il s'agit de bloc de sel compressé industriellement et utilisé dans l'agriculture pour nourrir les animaux. Ce matériau, assez poreux et peu cohésif, a la particularité d'avoir de gros grains initiaux (400 à 500  $\mu m$ ) et une forte porosité. Afin de réduire la porosité et d'augmenter la taille des grains, le matériau a été recuit à 750 ° C durant 48h. Le matériau obtenu est montré dans la figure 1.14. On voit que lorsque la taille de grains est importante ( $\sim 1mm$ ), les interfaces restent courbes et les angles entre interfaces aux points triples sont très variables. Ceci montre le ralentissement de la cinétique de croissance du fait de la décroissance de la force motrice liée à la tension de surface pour les grandes tailles de grains. Le type de microstructures hors équilibre est d'ailleurs proche de celles observées dans le sel naturel (figure 1.1).

#### 1.2.2.5 Texture du sel synthétique

Nous voulons vérifier que nos échantillons ne présentent pas d'anisotropie due à la distribution des orientations des grains, c'est-à-dire de texture cristallographique marquée. Afin de s'en assurer, deux types de méthodes complémentaires ont été employées, sur la base des résultats de mesures d'orientations cristallines obtenus par la technique EBSD (voir Chapitre 4) sur une surface comprenant une centaine de grains. La première méthode consiste à représenter les orientations cristallogra-

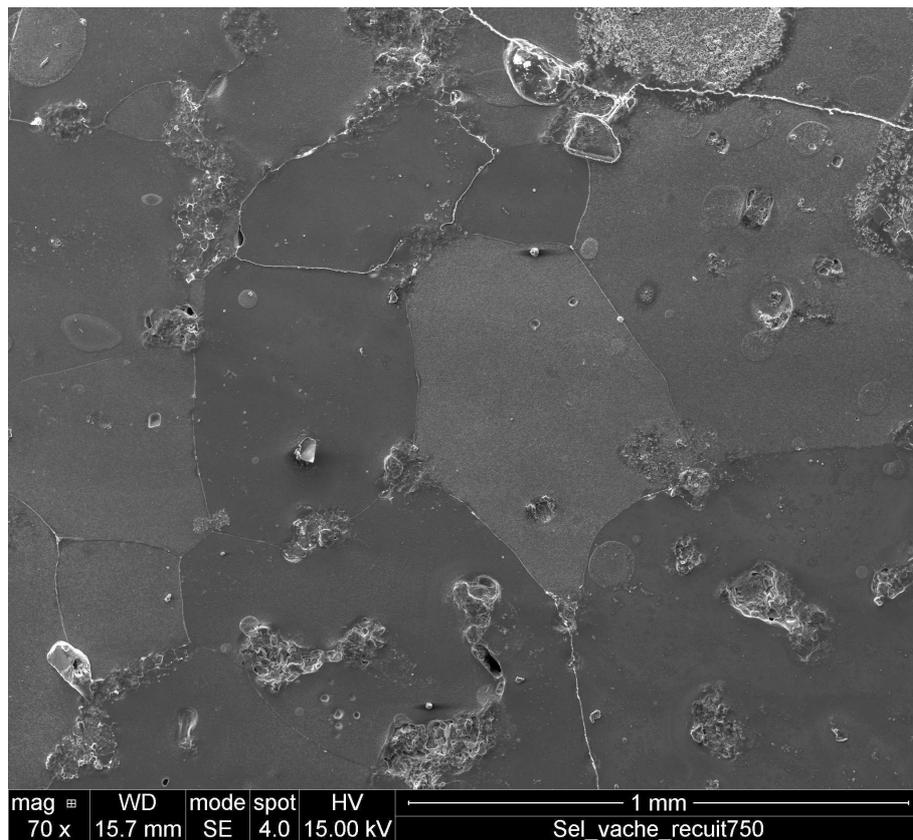


FIG. 1.14 – Image MEB du sel "commercial" en électrons secondaires.

phiques sous forme de vecteurs dans un espace de Rodrigues. L'espace de Rodrigues permet une visualisation simple et intuitive des configuration géométriques d'orientations et de désorientations (Morawiec and Field, 1996; Randle, 1990). Les vecteurs de Rodrigues sont calculés à partir des valeurs des matrices d'orientations obtenues par EBSD. On rappelle que la matrice d'orientation  $R$  définit la position des axes  $\langle 100 \rangle$  du cristal lié à l'observateur.

A partir de la matrice d'orientation  $R$  obtenue par EBSD :

$$(1.1) \quad R = \begin{pmatrix} r_{11} & r_{21} & r_{33} \\ r_{12} & r_{22} & r_{32} \\ r_{13} & r_{32} & r_{33} \end{pmatrix}$$

l'angle de rotation équivalent  $\omega$  est défini par :

$$\cos \omega = 0.5(r_{11} + r_{22} + r_{33} - 1) \quad (1.2)$$

Et les composantes du vecteur de Rodrigues sont :

$$n_x = (r_{32} - r_{23}) / (2 \sin \omega) \quad (1.3)$$

$$n_y = (r_{31} - r_{13}) / (2 \sin \omega)$$

$$n_z = (r_{21} - r_{12}) / (2 \sin \omega) \quad (1.5)$$

La figure 1.15 montre ainsi les vecteurs tracés dans l'espace de Rodrigues à l'aide d'un programme Matlab. On peut se rendre compte de la texture de notre matériau en comparant les résultats à ceux obtenus pour une distribution générée aléatoirement.

La seconde méthode permettant de confirmer ces résultats consiste à représenter les orientations en figures de pôles. C'est une autre manière, plus classique, de représenter la distribution des orientations dans l'espace. Ceci est réalisé grâce au logiciel HKL par traitement des données EBSD. Un pôle correspond à la normale

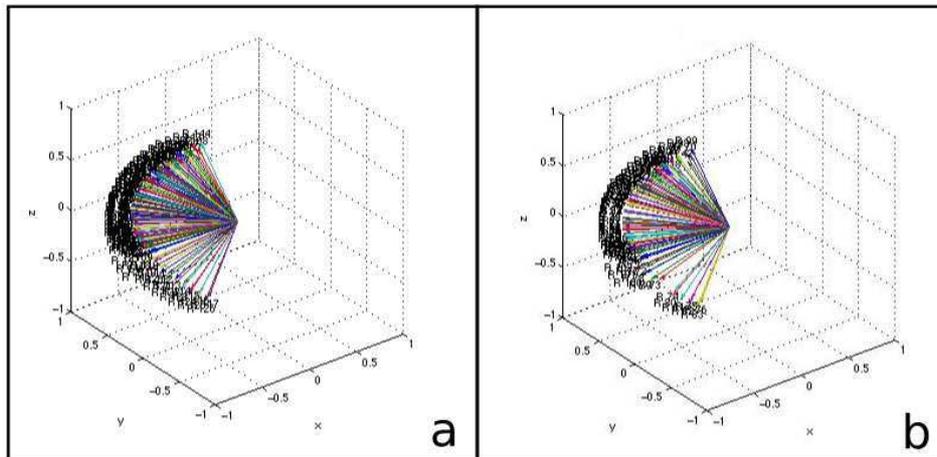


FIG. 1.15 – Représentation des orientations cristallines dans un espace de Rodrigues. a) Texture isotrope simulée. b) Texture de notre sel synthétique.

d'un plan cristallographique donné. La figure de pôle correspond à une projection de ce dernier sur une hémisphère, il s'agit donc d'une projection stéréographique. La figure de pôle d'un matériau polycristallin texturé présentera des zones de concentration forte traduisant des orientations cristallographiques préférentielles voisines du pôle pour une majorité de grains. Ici, la figure 1.16 montre une homogénéité de la distribution des taches d'orientations.

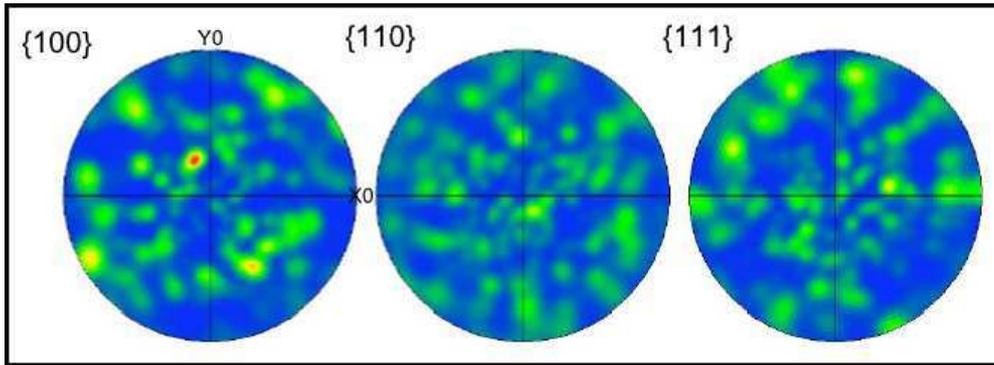


FIG. 1.16 – Distribution des orientations cristallographiques du matériau synthétique représentées par des figures de pôle.

### 1.3 Nouvelles techniques de marquage

Le marquage des échantillons trouvera son intérêt dans la partie mesures de champs et analyse d'images car il est essentiel pour la qualité de celles-ci. Néanmoins, il nous paraît opportun d'exposer dès ce chapitre les techniques innovantes de marquage, tant en surface (2D) qu'en volume (3D), que nous avons mises au point. Les deux premières techniques présentées sont des techniques de marquage en surface, la dernière concerne le marquage en volume.

#### 1.3.1 Microbilles d'or

Afin d'effectuer des mesures de champs fines, il est nécessaire d'avoir un marquage fin (cf chapitre 3). Les techniques classiques de marquage par microlithographie électronique (voir section suivante) sont relativement lourdes et longues à mettre en place. Il nous est apparu nécessaire durant cette étude, de trouver une technique rapide de marquage fin aléatoire. Nous proposons de déposer des billes d'or sur la surface de l'échantillon grâce au phénomène de démouillage.

Le principe physique du démouillage d'un liquide d'une surface solide repose sur la présence d'interfaces entre trois phases (solide, liquide et vapeur) et la recherche de minimisation d'énergie de surface par équilibre des tensions de surface. Soient  $\gamma_{NaCl-Air}$ ,  $\gamma_{Au-Air}$ ,  $\gamma_{Au-NaCl}$  les trois tensions de surface. L'équilibre s'écrit :  $\gamma_{Au-NaCl} \cos \theta = \gamma_{Au-Air} - \gamma_{NaCl-Air}$ . Un film d'or très fin est déposé sur notre échantillon de sel. En chauffant le système, les processus diffusifs s'accroissent, le film devient instable et se rétracte par analogie avec le démouillage afin de réduire

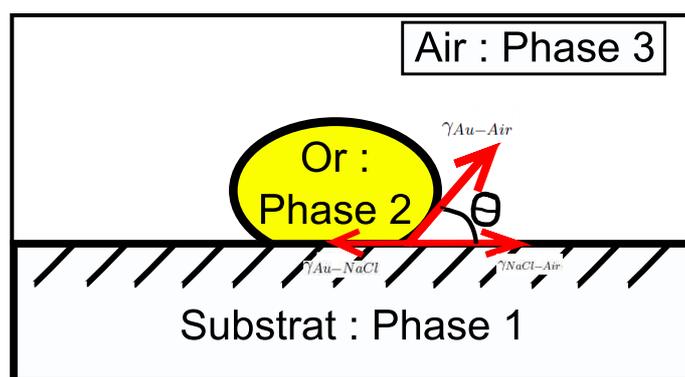


FIG. 1.17 – Principe physique du démouillage.

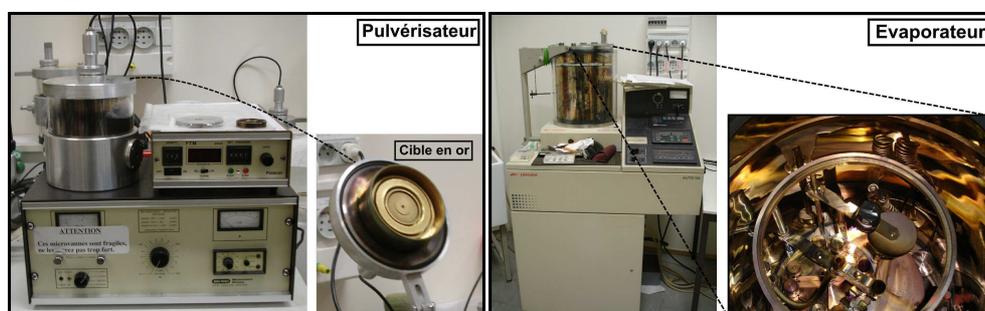


FIG. 1.18 – Instruments permettant le dépôt d'or. Pulvérisateur cathodique : bombardement ionique par plasma et dépôt cinétique. Évaporateur : évaporation thermique sous vide, dépôt par condensation.

sa surface de contact avec le substrat (figure 1.17). Il reste finalement un ensemble de “gouttelettes” d’or qui présentent un rapport volume/surface plus favorable que pour un film mince.

Le protocole expérimental appliqué au substrat NaCl est donc le suivant. Dans un premier temps on dépose une fine couche d’or d’une épaisseur de 30 nanomètres à l’aide d’un évaporateur sous vide (EDWARDS Auto 306 turbo) ou d’un pulvérisateur cathodique (Bio-Rad microscience division) (figure 1.18). Une fois cette couche déposée, l’échantillon est placé dans un four à 450 ° C durant 24h pour permettre la formation de “gouttelettes”. On laisse ensuite l’échantillon refroidir à l’air.

Le temps a une influence sur la forme et la taille des billes que l’on obtient : plus on laissera l’échantillon longtemps dans le four, plus on atteindra un état stable, c’est-à-dire des sphéroïdes de tailles équivalentes. Des observations de ce phéno-

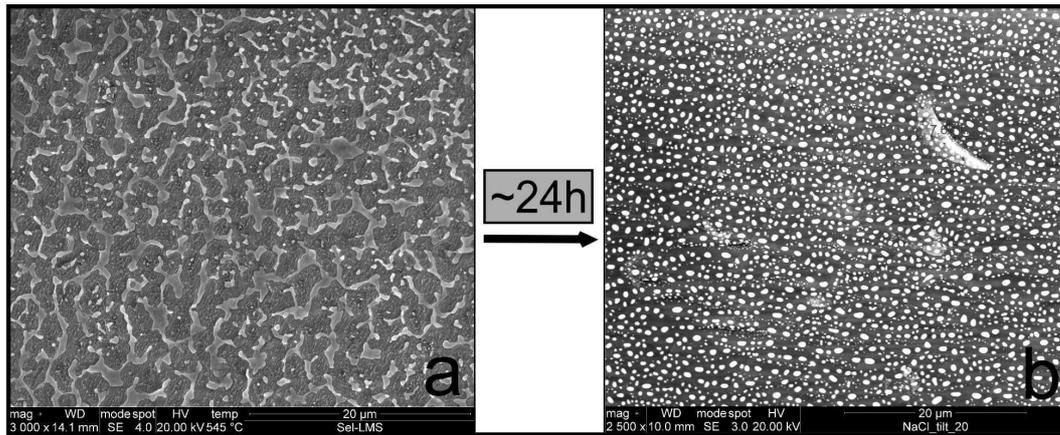


FIG. 1.19 – Evolution du démouillage : a) Dendrites d'or formées à la surface du matériau. b) Micro-billes d'or (état final).

mène ont été effectuées dans le MEB (FEI Quanta 600) en mode environnemental (voir chapitre 3) avec un four ( $T < 1000^{\circ}\text{C}$ ) afin de savoir à quelle température le démouillage apparaissait. D'après ces observations, le démouillage de l'or s'initie aux alentours de  $350^{\circ}\text{C}$ . Nous avons délibérément augmenté la température dans un souci d'accélérer la cinétique et d'obtenir à coup sûr des billes d'or. Nous avons pu observer l'évolution de ce phénomène. Dans un premier temps au début de mécanisme, la fine couche va se scinder pour faire apparaître des dendrites d'or (figure 1.19 a), puis au fil du temps ces dendrites vont elles aussi se scinder, se stabiliser et laisser place à des formes de plus en plus rondes, pour arriver finalement à des microbilles d'or de taille comparable ( $1$  à  $3\ \mu\text{m}$ ) (figure 1.19 b). Ces phénomènes sont apparentés au processus "Ostwald ripening" et sont gouvernés par les tensions de surface et le coefficient de diffusion du matériau qui démouille.

On notera que c'est un phénomène général, nous avons aussi fait le test avec du nickel. La méthode est la même mais la température de démouillage du nickel sur le sel est d'environ  $550^{\circ}\text{C}$ , c'est-à-dire plus haute que pour l'or, ce qui est dû à la différence de diffusivité du Nickel et des tensions de surface.

### 1.3.2 Microlithographie électronique

La technique de microlithographie consiste à piloter le faisceau du MEB, afin de graver des motifs à la surface d'un échantillon préalablement recouvert d'une fine couche de résine. Cette technique est utilisée pour le traçage de microgrilles depuis

de nombreuses années en mécanique expérimentale et est bien maîtrisée (Allais et al., 1994). La nouveauté apportée dans cette partie est le traçage de motifs particuliers dans des zones sélectionnées grâce à un logiciel de pilotage (RAITH Elphy Quantum).

### 1.3.2.1 Dépôt de grilles par microlithographie classique

L'idée de base de cette technique est de venir irradier une résine déposée sur la surface de l'échantillon en pilotant le faisceau d'électrons du MEB suivant un motif de grille. Les microsillons, obtenus par cette irradiation suivie d'une dissolution de la résine irradiée, sont ensuite remplis d'or par la technique usuelle de métallisation. Enfin, la résine restante est supprimée à l'aide d'une solution d'éthyle acétate laissant à la surface de l'échantillon une grille d'or.

Le principe est relativement simple mais il nécessite de suivre un protocole expérimental bien précis si l'on souhaite obtenir un résultat conforme aux attentes (figure 1.20). La résine est une solution liquide de PMMA diluée à 5g pour 100 cc. On dépose à la surface de l'échantillon une goutte de cette solution puis, afin d'étaler de manière homogène cette solution visqueuse, l'échantillon est mis en rotation durant 30 secondes sur une platine tournante. Afin de polymériser la résine, l'échantillon est placé dans un four à 150 ° C durant 20 minutes. La résine est ensuite irradiée dans le MEB. Un logiciel informatique (RAITH Elphy Quantum) permet de piloter le faisceau du MEB afin de dessiner un motif précis (dans ce premier exemple une grille). Il est important de noter à cette étape, que la taille du barreau est donnée par la dose d'irradiation en pC/cm correspondant au courant émis multiplié par le pas de temps. On définit ici la taille du faisceau par le courant qu'il fournit. En effet, il sera important avant toute irradiation de mesurer le courant émis par le faisceau et de régler la taille de spot (taille du faisceau du MEB), de façon à avoir un courant émis égal à environ 0.2 nA. La durée d'irradiation va aussi avoir une importance majeure. Trop irradier la résine pourrait creuser des sillons plus épais que ce que l'on aurait voulu, ne pas irradier suffisamment la résine conduirait à ne pas creuser de sillons jusqu'à la surface de l'échantillon, ce qui rendrait donc le dépôt d'or inutile. Malheureusement, pour ce réglage, il n'existe pas de recette miracle. Les informations sur la durée d'irradiation dépendent du MEB, de la résine déposée et de son épaisseur. Elles sont donc acquises avec l'expérience de l'utilisateur. Une fois ces paramètres réglés, on entre dans le logiciel la taille des barreaux

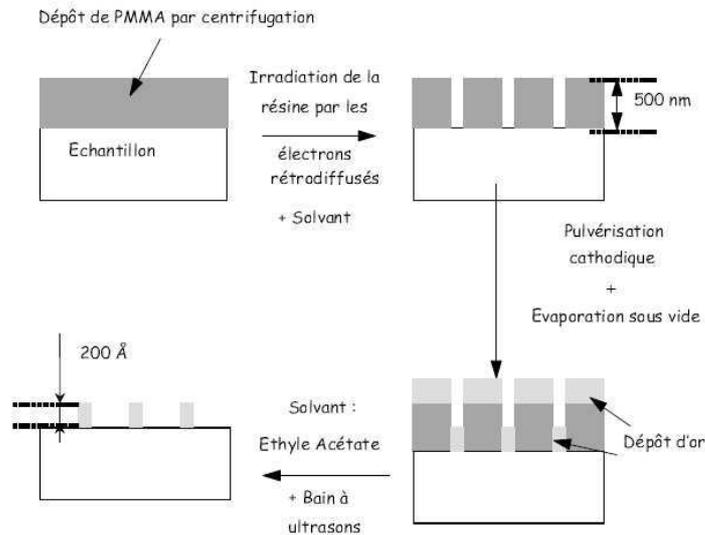


FIG. 1.20 – Schéma explicatif du protocole expérimental développé pour le dépôt de microgrilles à la surface de l'échantillon par la technique de microlithographie. (Doumalin 2001).

des grilles désirée ainsi que leur espacement. Il est important avant de lancer l'irradiation de bien avoir réglé l'imagerie du MEB (focus et astigmatisme). L'irradiation de la résine permet de casser les chaînes du polymère, l'étape qui suit consiste à dissoudre cette résine irradiée afin de révéler les microsillons. On utilise un révélateur, l'échantillon est baigné dans celui-ci durant une minute et trente secondes. A partir de cette étape, on peut d'ores et déjà observer au microscope optique les motifs à la surface de l'échantillon, pour vérifier que le faisceau du MEB a bien dessiné les grilles demandées. Une fois ces sillons creusés, on peut déposer l'or qui constituera notre marqueur. Pour déposer l'or, on utilise l'évaporateur d'or et le pulvérisateur cathodique dont nous avons parlé précédemment. Pour le marquage des microgrilles, on déposera une épaisseur d'or d'environ  $12 \mu m$ . La dernière étape consiste à se débarrasser de la résine restante. Pour cela, on plonge l'échantillon dans une solution d'acétate d'éthyle et dans un bac à ultrasons. Un exemple de résultat obtenu est montré dans la figure 1.21.

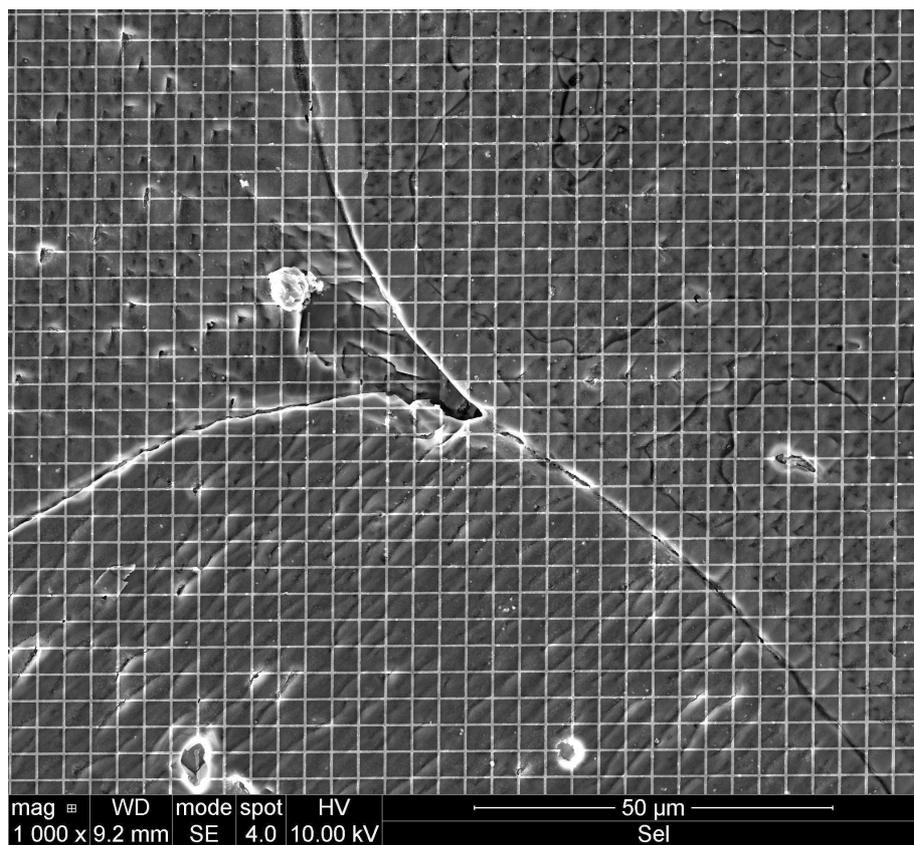


FIG. 1.21 – Exemple de microgrilles d'or sur la surface d'un matériau de NaCl synthétique.

### 1.3.2.2 Motifs spéciaux

L'acquisition du logiciel Raith Elphy Quantum, un logiciel de microlithographie permettant de piloter le faisceau du MEB de manière précise, nous a permis d'affiner les techniques de marquages. L'objectif ici, à la différence des microgrilles, est de ne pas avoir le même marquage (motif et taille de motif) sur toute la surface de l'échantillon. On favorisera un marquage très précis au niveau des interfaces et un marquage plus classique (type grille) à l'intérieur des grains. La technique de marquage est la même que celle définie dans la partie précédente, il y a néanmoins un protocole bien spécifique à respecter afin de réussir le marquage précis des interfaces.

La première étape à réaliser est l'acquisition d'une image de la zone que l'on souhaite marquer. Selon les différents MEB, à moins d'avoir effectué un calibrage au préalable, les images n'ont pas exactement les mêmes dimensions. On préconise donc de saisir la photo directement à partir du logiciel Raith, ce qui permet aussi de s'affranchir des différents problèmes de distorsions d'images.

La seconde étape correspond au repérage des zones que l'on veut marquer sur l'image acquise. Dans notre cas on s'intéresse à repérer les interfaces. Pour ce faire, nous utilisons le logiciel de corrélation d'image CMV (voir Chapitre 3) permettant de repérer des points particuliers des interfaces (points triples, points d'inflexion, ...). Cette étape fournit un fichier de points de coordonnées (x,y) en pixels qui va nous permettre de tracer le "squelette" de la microstructure. Pour tracer cette microstructure, nous utilisons le mailleur du code de calcul aux éléments finis Zébulon (Centre des matériaux, Mines ParisTech ; ONERA et Northwest Numerics) qui va nous permettre de rajouter des nœuds entre les points caractéristiques initialement repérés avec CMV. Il en résulte un fichier contenant les coordonnées de points correspondant aux interfaces de notre microstructure. Le motif voulu au niveau de nos interfaces est un segment de droite traversant l'interface perpendiculairement comme une suture (figure 1.22). Nous utilisons un programme en langage PERL, nous permettant de transformer les points sur l'interface en segments de droite donnant lieu à un nouveau fichier de données. C'est ce dernier fichier que l'on utilise comme fichier d'entrée dans le logiciel de microlithographie. Il correspond au dessin des motifs sur les interfaces. On souhaite également obtenir avec cette méthode de microlithographie, une grille d'un motif particulier à l'intérieur des grains. Le motif choisi correspond à une cible (cercle + croix) (figure 1.22). Le logiciel Raith permet de dessiner ce type de motif, puis de le répéter autant de fois qu'on le souhaite avec

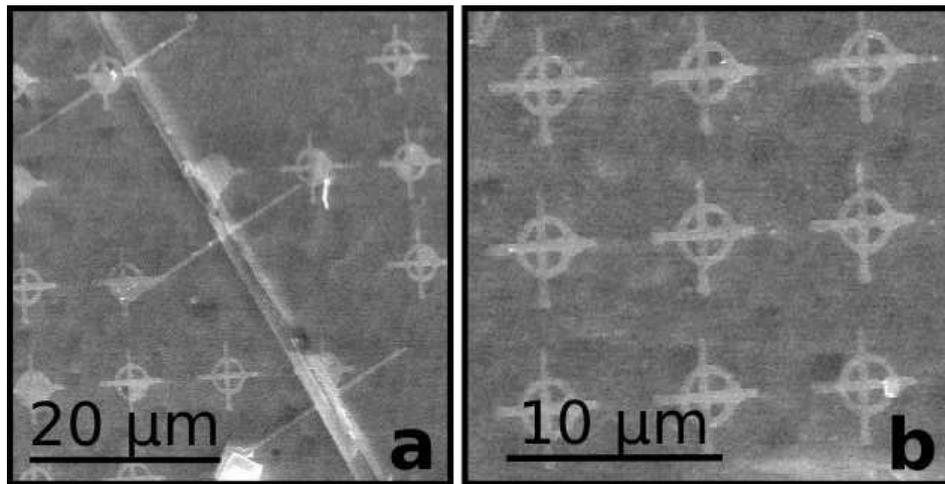


FIG. 1.22 – Illustration des deux types de marqueurs que l'on souhaite déposer à la surface de l'échantillon. a) Point de suture au niveau d'une interface. b) Cible à l'intérieur des grains.

un pas prédéfini.

La dernière étape est la microlithographie elle-même, c'est-à-dire que le logiciel va piloter le faisceau du MEB, afin de graver le schéma précédemment défini. Il convient tout de même de prendre quelques précautions car il est essentiel de positionner de manière très précise le faisceau sur l'échantillon, afin qu'il irradie correctement les bonnes zones, au bon endroit. Le logiciel de microlithographie est calibré pour couvrir précisément des zones de  $500\mu m \times 500\mu m$ , dans notre exemple nous avons une zone d'observation d'environ  $0.9mm \times 0.9mm$  à tracer. Le logiciel va donc procéder par étapes et découper la zone en 4 parties en laissant des bandes de recouvrement entre elles. La résine va donc être irradiée en quatre fois. La précision de repositionnement de la platine XY motorisée du MEB est égale à environ  $3\mu m$ . Il peut donc arriver que lors du changement de zone à irradier, le faisceau se décale légèrement (quelques micromètres). Étant donné que l'on souhaite une très bonne précision de localisation du gravage au niveau des interfaces ( $\leq 1\mu m$ ), on ne peut accepter cette erreur, nous définissons des points précis en dehors de la zone que l'on souhaite irradier, qui nous servent de repères entre chaque changement de zone. L'irradiation effectuée, nous utilisons les techniques classiques de microlithographie mentionnées dans la partie précédente. Les résultats présentés dans cette étude sont les premiers obtenus avec cette méthode schématisée par la figure 1.24. On notera

que ce protocole n'est pas spécifique au sel, il pourra être utilisé pour toutes sortes de matériaux.

### 1.3.3 Marquage mixte

Nous avons aussi réussi à utiliser successivement les deux techniques de marquage : le dépôt des microbilles d'or suivi d'un dépôt de microgrilles en nickel (Fig 1.23). L'intérêt de ce type de marquage est l'aspect multi-échelle du résultat. Les billes permettent un marquage très fin localement ce qui permet un traitement d'image très local (microscopique). Les grilles font un marquage plus grossier qui permet de traiter une échelle d'observation plus globale (mésoscopique).

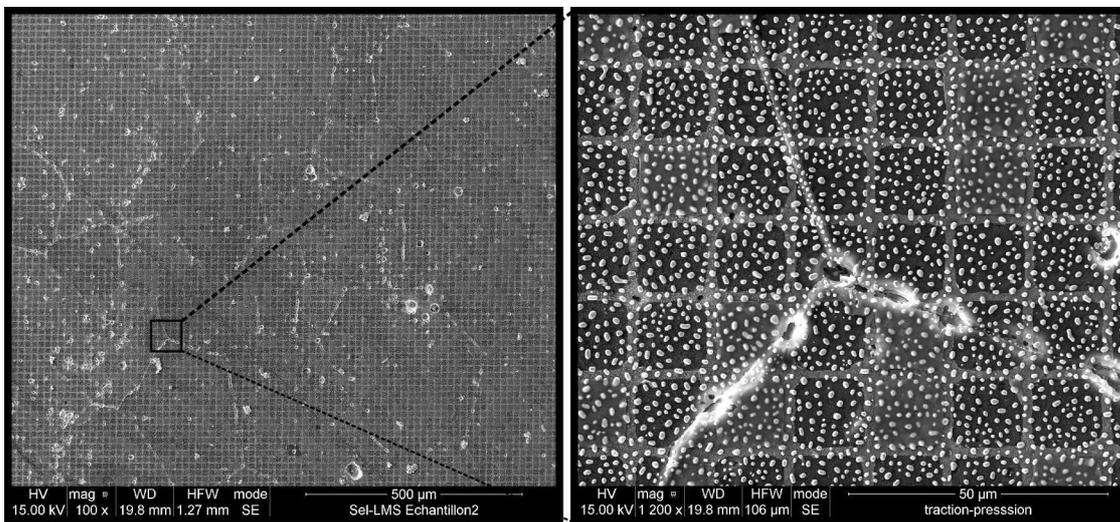


FIG. 1.23 – Exemple de microgrilles en nickel et de microbilles d'or sur la surface d'un matériau de NaCl synthétique.

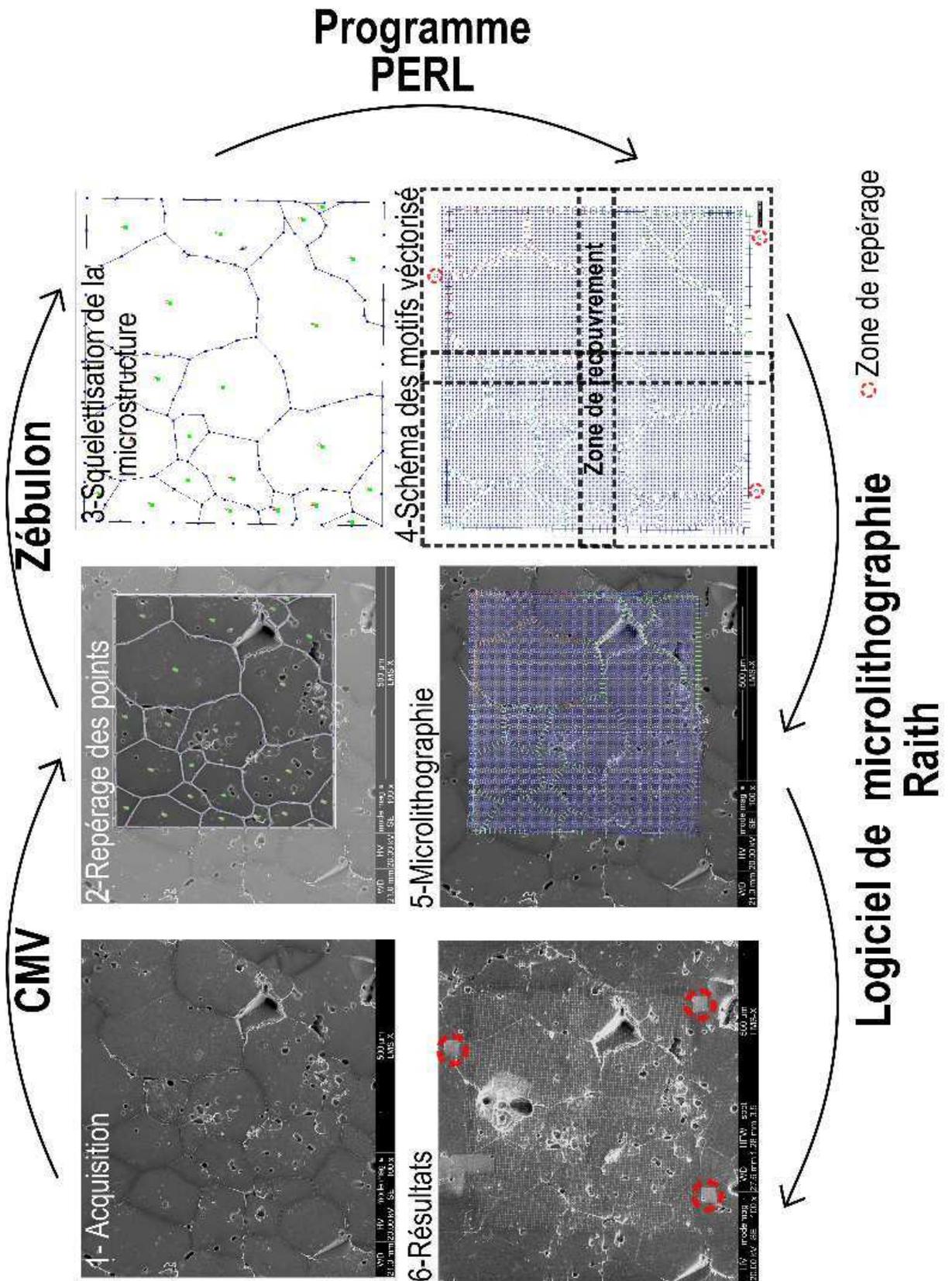


FIG. 1.24 – Schéma synoptique du protocole expérimental utilisé pour le dessin de motifs spéciaux sur la surface d'un échantillon de sel synthétique.

### 1.3.4 Marquage en volume

Les techniques récentes de mesures de champs 3D (voir Chapitre 6) nécessitent un marquage dans le volume de l'échantillon. L'intérêt de travailler avec un matériau synthétique est que l'on peut lors de l'élaboration, lui apporter des marqueurs en volume. Ces derniers doivent être différenciés du sel lors de scans en absorption aux rayons X, sous faisceau synchrotron ou en micro-tomographie de laboratoire. Il s'agit donc d'avoir une différence de densité et/ou numéro atomique entre le matériau et les marqueurs. Deux types de particules ont été retenues dans un premier temps : du Cuivre (Cu) et du chlorure de potassium (KCl). Le choix du KCl semblait être le plus pertinent car il s'agissait d'un composé ionique, chimiquement et mécaniquement proche du NaCl. Malheureusement, lors de la phase de recuit puis de refroidissement, nous avons obtenu une solution solide où l'on ne distinguait plus une phase de l'autre. Le choix s'est donc finalement porté sur de fines particules de cuivre (environ  $30\mu m$ ) que l'on a mélangé à la poudre de sel (de l'ordre de 5% en volume) avant la compaction des poudres. Le simple fait de mélanger les poudres, n'a pas été satisfaisant, car cela a juste permis aux fines particules de cuivre de venir décorer les interfaces des grains de sel sans donner un mélange homogène entre les deux phases. Un exemple du résultat obtenu est montré sur la figure 1.25.

Afin d'obtenir une bonne répartition des marqueurs, nous avons imaginé de broyer les poudres de NaCl et Cu ensemble pendant plusieurs heures. Le matériau obtenu est à grains fins, avec des marqueurs bien répartis en volume (figure 1.26). Mais le cuivre a ici un double emploi : c'est un marqueur mais c'est aussi une seconde phase qui limite la croissance cristalline du sel. Aussi, le matériau avec un bon marquage de volume présente l'inconvénient d'avoir des petits grains ( $\leq 100\mu m$ ).

Dans l'optique de faire croître les grains nous procédons à un recuit à  $750^\circ C$  sous contrainte afin de supprimer la porosité. Il en résulte un matériau à gros grains, mais comme le recuit est réalisé à l'air libre, les particules de Cu s'oxydent près de la surface de l'échantillon. Lors de la préparation des échantillons on enlève cette couche oxydée. On notera que de nombreuses particules ont été incorporées dans les grains de sel lors de leur croissance (figure 1.27). Cet aspect est fondamental pour conserver un marquage homogène en volume du matériau et des grains. Une éventuelle ségrégation de Cu aux joints de grains aurait pu poser des problèmes mais la croissance rapide des grains de sel a évité ce phénomène.

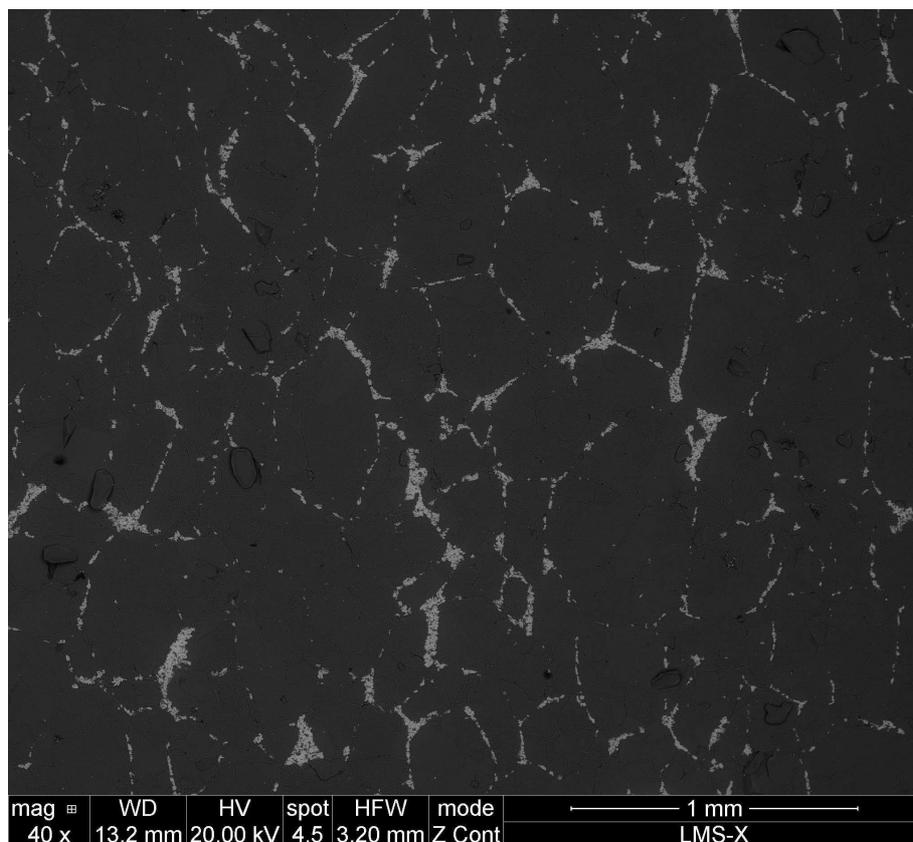


FIG. 1.25 – Image MEB en électrons rétrodiffusés d'un sel synthétique avec particules de cuivre aux interfaces des grains de NaCl. Les points brillants correspondent aux fines particules de Cu.

Nom	Taille du marqueur caractéristique	Nature du marqueur
Microbilles d'or	1.5 $\mu m$	Surfacique
Microgrilles d'or	barreau 5 $\mu m$ ; espacement 10 $\mu m$ .	Surfacique
Motifs spéciaux : Suture	20 $\mu m$	Surfacique
Motifs spéciaux : Cible	Cercle 6 $\mu m$ ; croix 12 $\mu m$	Surfacique
Cuivre	30 $\mu m$	Volumique

TAB. 1.2 – Tableau récapitulatif des différents types de marquage.

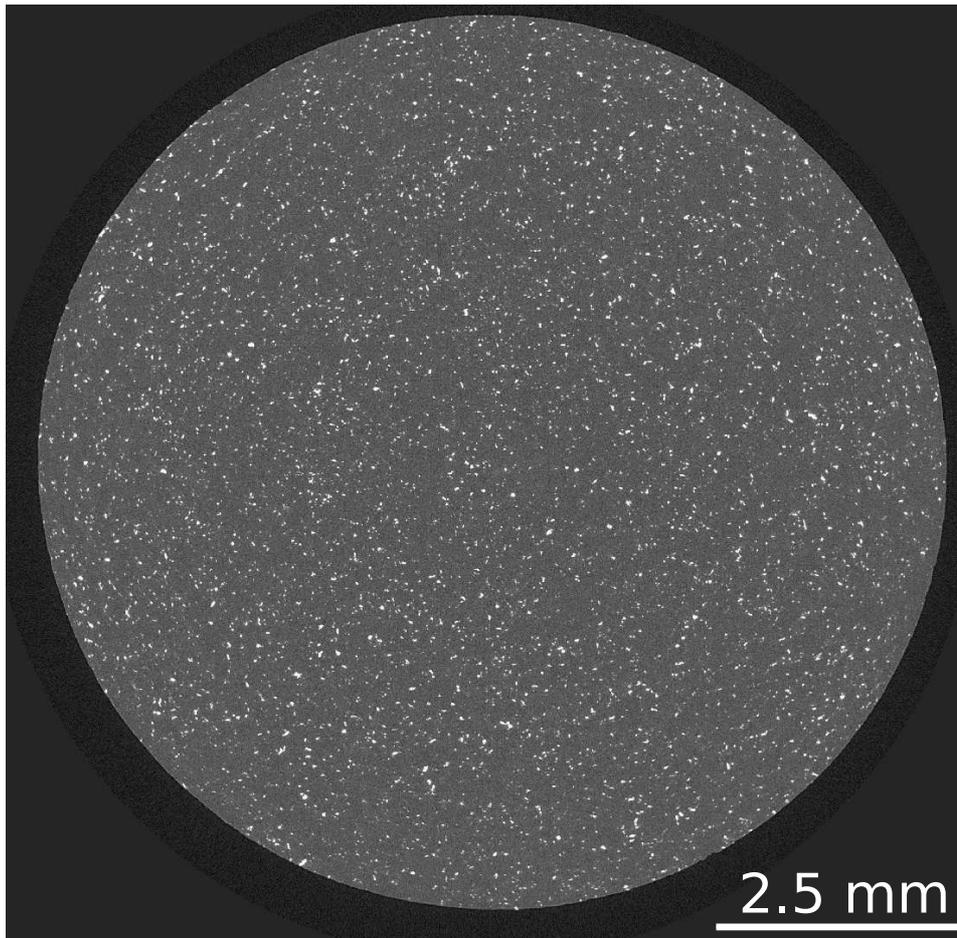


FIG. 1.26 – Tranche reconstruite d'un échantillon de sel synthétique avec marqueur Cu à partir des scans en absorption aux rayons X (ESRF, ID19). Le matériau est brut de pressage.

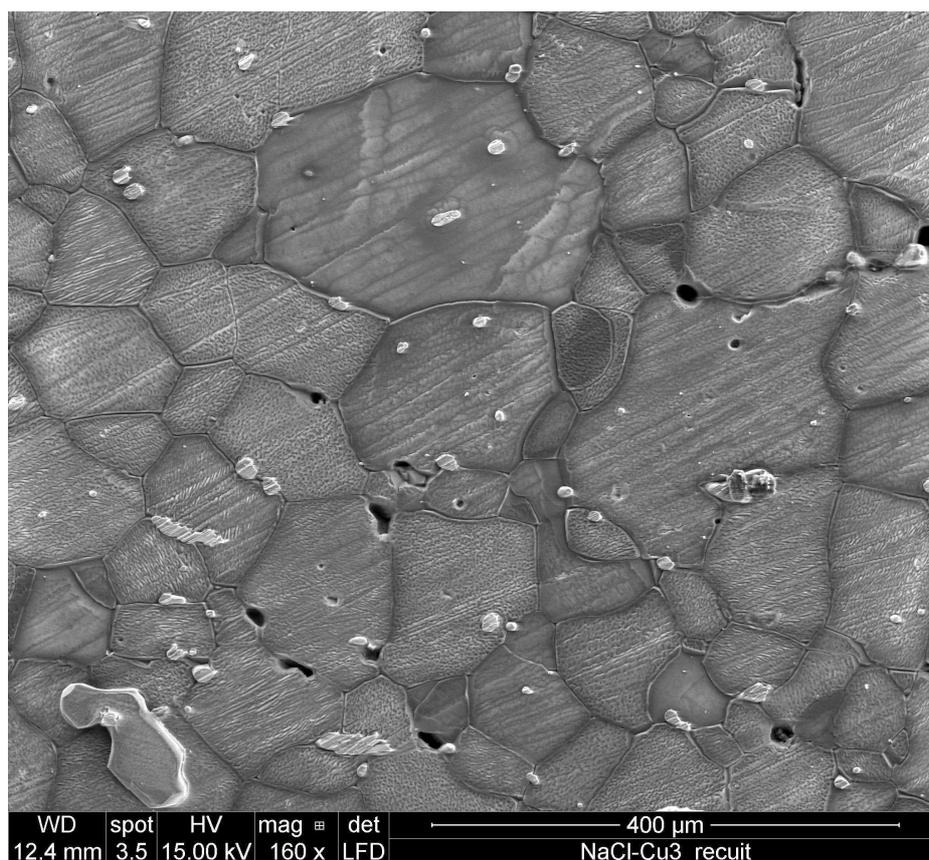


FIG. 1.27 – Image MEB en électrons secondaires d'un sel synthétique avec particules de cuivre après recuit. Les points brillants correspondent aux fines particules de Cu.



# Comportement rhéologique du sel synthétique

---

*Ce chapitre traite du comportement macroscopique du sel synthétique. Dans une première section, nous présentons des essais triaxiaux en fluage monotone et cyclique qui nous permettent de comparer les comportements du sel naturel (d'après la littérature) et du sel synthétique. Une seconde partie présente un essai de fluage sous faibles charges avec les spécificités de ces essais longs avec des mesures de très faibles déformations. Une troisième partie présente des essais classiques de compression uniaxiale.*

---

## Sommaire

<b>2.1 Essais triaxiaux</b> . . . . .	<b>38</b>
2.1.1 Fluage monotone et cyclique . . . . .	38
2.1.2 Résultats et comparaison au sel naturel . . . . .	42
<b>2.2 Fluage sous faible charge</b> . . . . .	<b>47</b>
2.2.1 Fluage dans les cavités salines . . . . .	47
2.2.2 Essais de fluage sous faibles charges . . . . .	48
2.2.3 Résultats préliminaires . . . . .	51
<b>2.3 Essais uniaxiaux</b> . . . . .	<b>53</b>
2.3.1 Presse . . . . .	53
2.3.2 Types de comportements couramment observés pour les ma- tériaux cristallins . . . . .	54
2.3.3 Essais et résultats . . . . .	55

---

## 2.1 Essais triaxiaux

Les essais triaxiaux sont effectués dans l'optique de comparer les résultats en fluage avec des essais déjà réalisés sur des sels naturels. Deux types d'essais en fluage sont réalisés : monotone et cyclique. L'objectif est d'identifier pour une loi puissance de type Norton-Hoff, un exposant de contrainte qui nous renseigne sur le type d'écoulement du matériau.

### 2.1.1 Fluage monotone et cyclique

Les différents essais sont effectués sur la même presse équipée de la même cellule triaxiale. Il s'agit d'une presse de capacité 100 kN équipée d'une cellule triaxiale de capacité 20 MPa en confinement et pouvant chauffer jusqu'à 200 ° C. Le confinement est assuré par injection d'huile. La variation du volume d'huile permet une estimation de la déformation radiale. Le déplacement axial est mesuré par des capteurs de type LVDT. Le montage peut accepter des échantillons de taille 24, 36 et 40 mm. Les échantillons testés lors des essais ont un diamètre de 24 mm et une hauteur de 51 mm. Les essais sont faits à température ambiante.

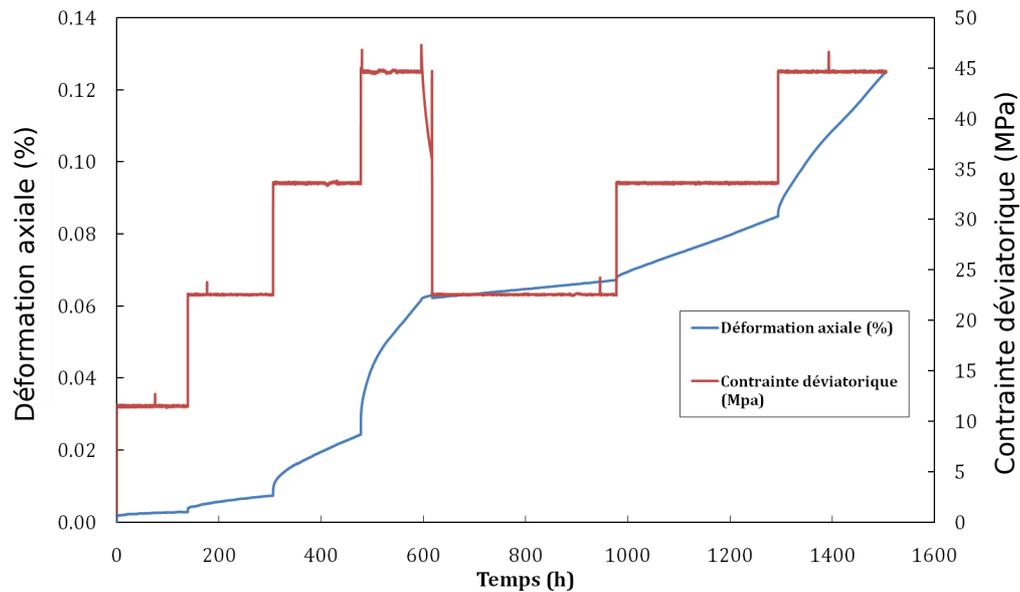


FIG. 2.1 – Essai de compression triaxial en fluage monotone. Courbes : En bleu variation de la déformation en fonction du temps. En rouge déviateur des contraintes en fonction du temps.

Comme il s'agit d'essais longs (quelques mois), les essais ont été réalisés uniquement sur un seul matériau, le matériau brut (distribution de taille de grains bi-modale).

Le fluage monotone consiste à imposer une charge constante jusqu'à atteindre le fluage stationnaire. On parle de fluage stationnaire, lorsque sous une charge constante, la vitesse de déformation atteint une valeur constante non-nulle. En plasticité cristalline il s'agit d'un état d'équilibre entre génération et annihilation des défauts (dislocations).

Deux essais en fluage monotone ont été réalisés. Lors de ces essais, nous avons imposé plusieurs paliers de chargement. Un confinement de 15 MPa est imposé puis on fait varier le déviateur des contraintes ( $\sigma_1 - \sigma_3$ ) en augmentant la force axiale par paliers (figure 2.1(rouge)) afin d'obtenir plusieurs vitesses de déformation.

Dans un premier temps quatre paliers sont effectués avec des déviateurs respectivement égaux à 11, 22, 33 et 44 MPa. Puis on décharge et l'on refait trois paliers à 22, 33 et 44 MPa de déviateur. La figure 2.2, montre la déformation en fonction du temps (bleu) mais aussi la variation des vitesses de déformation pour chaque palier (rouge). Après un régime transitoire où la vitesse de déformation baisse rapidement,

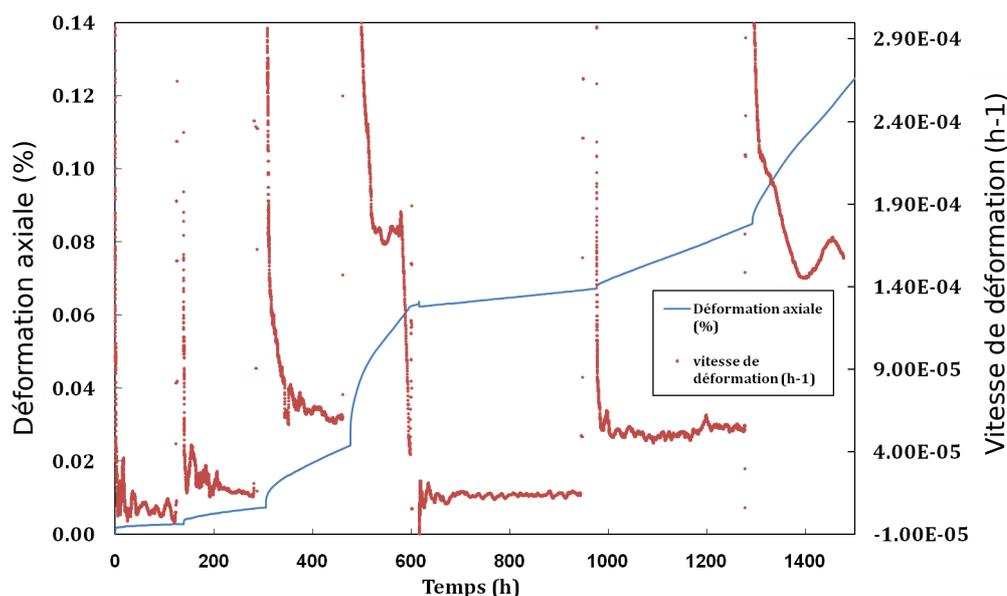


FIG. 2.2 – Essai de compression triaxial en fluage monotone. Courbes Déformation/Temps en bleu et vitesse de déformation/Temps (rouge)

ces vitesses vont se stabiliser montrant ainsi un plateau qui témoigne de l'entrée en fluage stationnaire. Il est intéressant de noter que lors de la décharge et du retour à un déviateur de 22 MPa, la vitesse de déformation en fluage stationnaire est proche de la vitesse calculée pour le précédent palier à 22 MPa. C'est aussi le cas pour les paliers à 33 et 44 MPa ce qui indique un même régime (mécanismes) tout le long de l'essai.

Des essais de fluage sous chargement déviatorique cyclique ont aussi été réalisés afin d'évaluer les effets du travail « en fatigue » sur la vitesse de déformation moyenne et sur les éventuels endommagements. Ils consistent à imposer un déviateur des contraintes, puis le faire varier de manière cyclique avec un pas de temps donné. Pour nos essais, nous avons réalisé deux fois trois paliers variant respectivement entre 11 et 22 MPa, 22 et 33 MPa et 33 et 44 MPa avec une durée de 8 heures pour chaque cycle (figure 2.3). Ces conditions expérimentales ont été choisies afin d'être dans une gamme représentative des conditions d'exploitation de cavités salines pour le stockage d'air comprimé : cyclage journalier avec variation de contrainte autour de 11 MPa due à l'exploitation.

La figure 2.4, représente la déformation en fonction du temps (bleu), on représente aussi la vitesse de déformation (rouge) afin de nous renseigner sur la nature

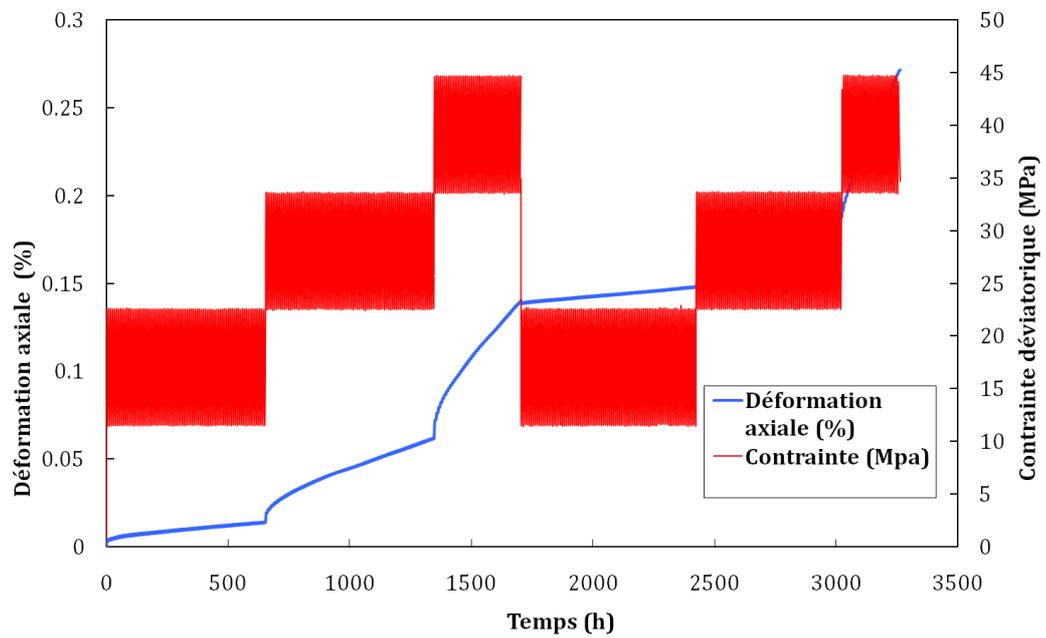


FIG. 2.3 – Essai de compression triaxial en fluage cyclique. Courbes : Variation de la déformation en fonction du temps (bleu). Variation du déviateur des contraintes en fonction du temps (rouge).

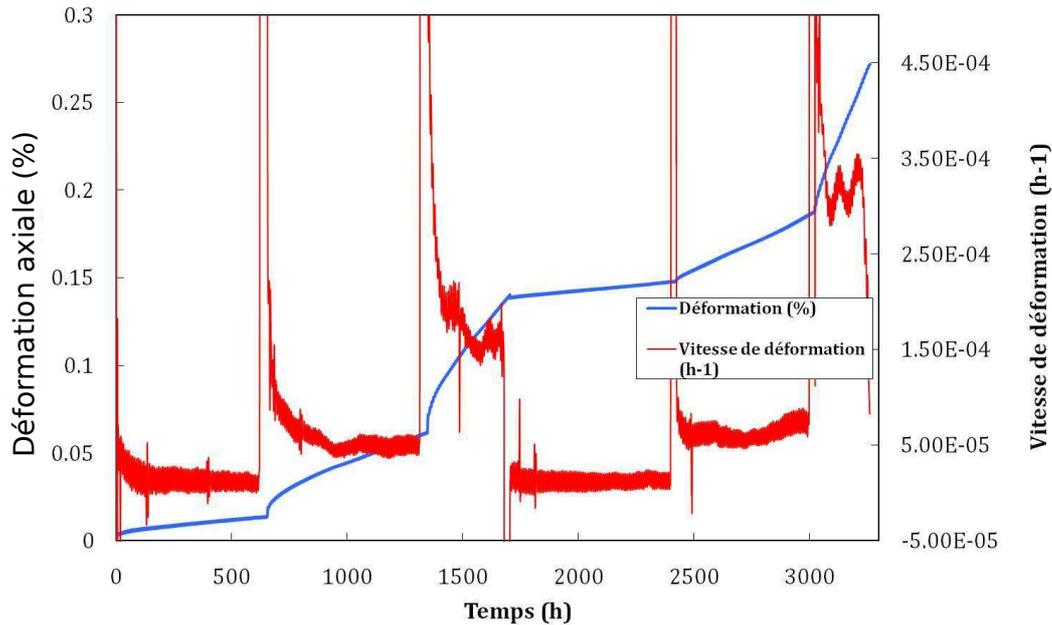


FIG. 2.4 – Essai de compression triaxial en fluage cyclique. Courbes Déformation/Temps (bleu) et vitesse de déformation/Temps (rouge)

du fluage. Comme pour le fluage monotone, les vitesses calculées pour les mêmes niveaux de déviateur sont équivalentes, sauf pour le dernier palier où l'on note une très forte accélération de la vitesse de déformation ce qui indique un changement de régime ou d'état de l'échantillon.

### 2.1.2 Résultats et comparaison au sel naturel

De nombreux travaux ont été entrepris et de nombreux modèles ont été proposés pour rendre compte du comportement visco-plastique des matériaux en général. Une revue bibliographique détaillée est proposée par Karimi-Jafari (2007). Deux grandes familles de modèles existent avec l'hypothèse de l'existence ou non d'un fluage stationnaire. Les modèles qui admettent le fluage stationnaire, se justifient par des théories sur les micromécanismes de déformation (Odqvist, 1966; Lemaitre, 1970; Carter and Hansen, 1983; Munson and Dawson, 1984). Pour le fluage stationnaire, il est admis que la variation de la vitesse de déformation est fortement non-linéaire en fonction du déviateur des contraintes et de la température. La plupart des modèles proposés s'inspirent du fluage des métaux et prennent en compte l'influence de la

contrainte déviatorique sur la vitesse de déformation en loi puissance. L'influence de la température est couramment exprimée par la loi d'Arrhénius :  $\exp(\frac{-Q}{RT})$ , qui représente l'activation thermique des mécanismes de déformation.

La combinaison d'une loi puissance et de la loi d'Arrhénius, donne la loi Norton-Hoff de la forme :

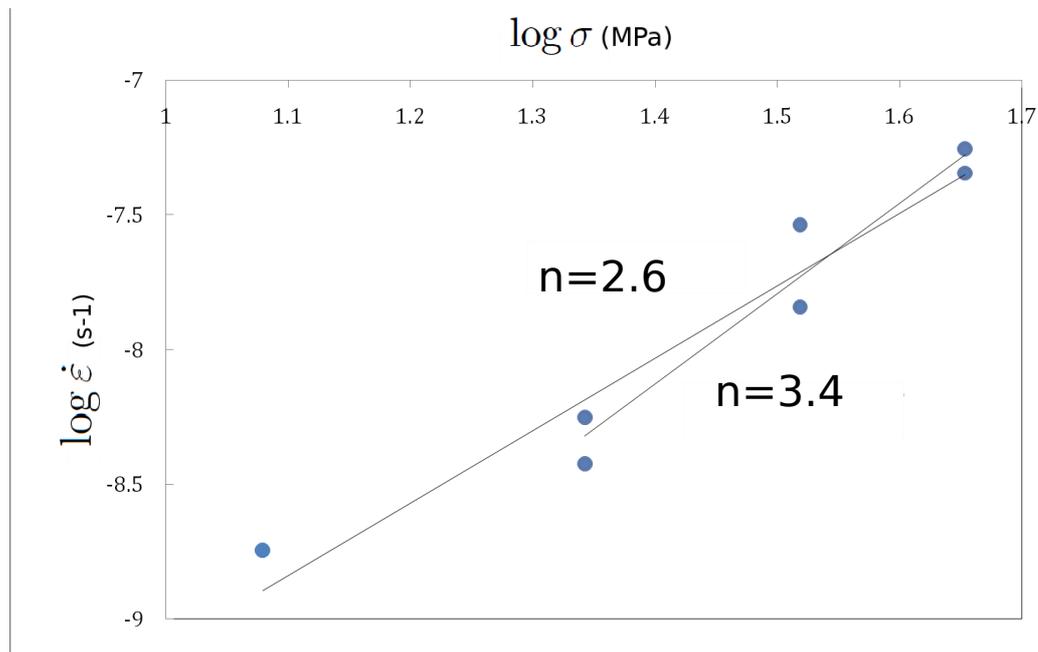
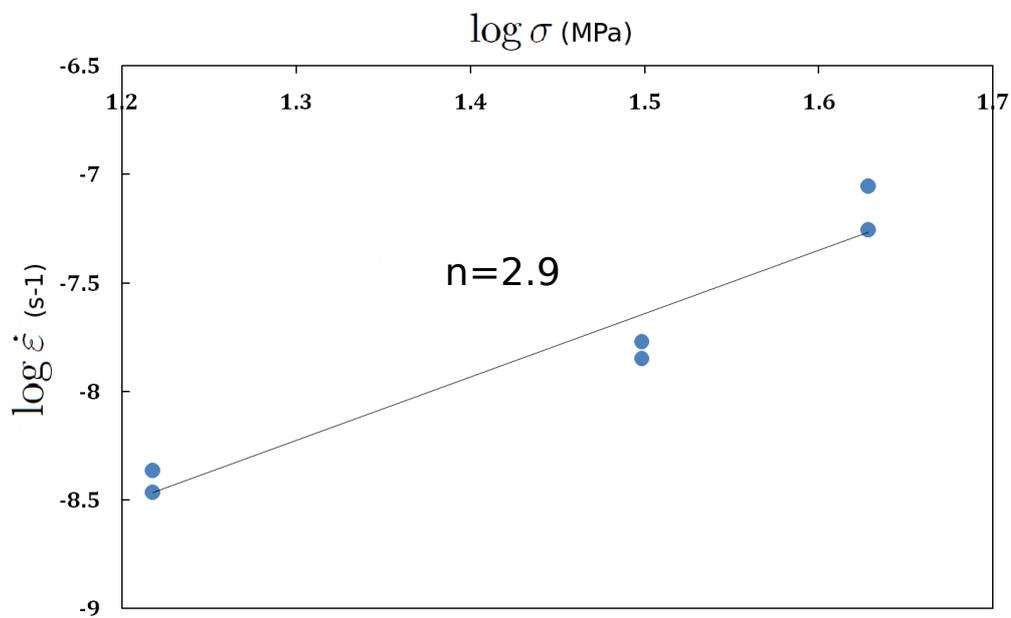
$$\dot{\epsilon} = A.\exp(\frac{-Q}{RT})\sigma^n \quad (2.1)$$

avec :  $\dot{\epsilon}$  la vitesse de déformation axiale d'une éprouvette cylindrique soumise à une contrainte déviatorique  $\sigma$ , T la température absolue, Q l'énergie d'activation qui dépend du matériau,  $n$  l'exposant de contrainte qui dépend du matériau et du mécanismes actif et A une constante qui dépend du matériau. Dans le cas particulier où  $n = 1$  on a un comportement Newtonien correspondant à des mécanismes de transport diffusif (dissolution-précipitation) (Spiers and Schutjens, 1999; Urai et al., 1986). Pour le sel, d'après Brouard (1998),  $n$  varie entre 3 et 6 selon le sel considéré.

D'un point de vue pratique, l'obtention de cet exposant de contrainte  $n$  s'obtient en traçant un graphique  $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ . Les points s'alignent sur une droite dont la pente vaut  $n$ .

Nous avons tracé deux droites de régression linéaire sur le graphique 2.5, l'une prend en compte tous les paliers, l'autre ne tient pas compte du premier palier (déviateur le plus faible). Le premier palier correspond à un faible déviateur des contraintes, et nous ne sommes pas assurés que le matériau est en état de fluage stationnaire. Il s'avère dans ce cas là que la vitesse de déformation pourrait être surestimée. On passe donc d'un exposant de contrainte égal à 2.7 à un exposant égal à 3.4. L'essai cyclique présente un exposant de contrainte proche de 3 correspondant aux exposants que l'on trouve dans la littérature (Senseny, 1984; Brouard and Bérest, 1998). La comparaison des deux types d'essais nous montre un comportement similaire. Une différence vient du dernier palier de l'essai cyclique où la vitesse de déformation s'accélère fortement, ce qui est probablement dû à de la fracturation.

Il est intéressant de comparer ces résultats avec des résultats provenant de sels naturels afin de vérifier que le comportement de notre matériau synthétique est comparable à celui des matériaux naturels. Le graphique 2.7 représente un graphique  $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$  où sont compilés les données pour plusieurs sels naturels. Il apparaît

FIG. 2.5 – Graphique  $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$  pour l'essai de fluage monotone.FIG. 2.6 – Graphique  $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$  pour l'essai de fluage cyclique.

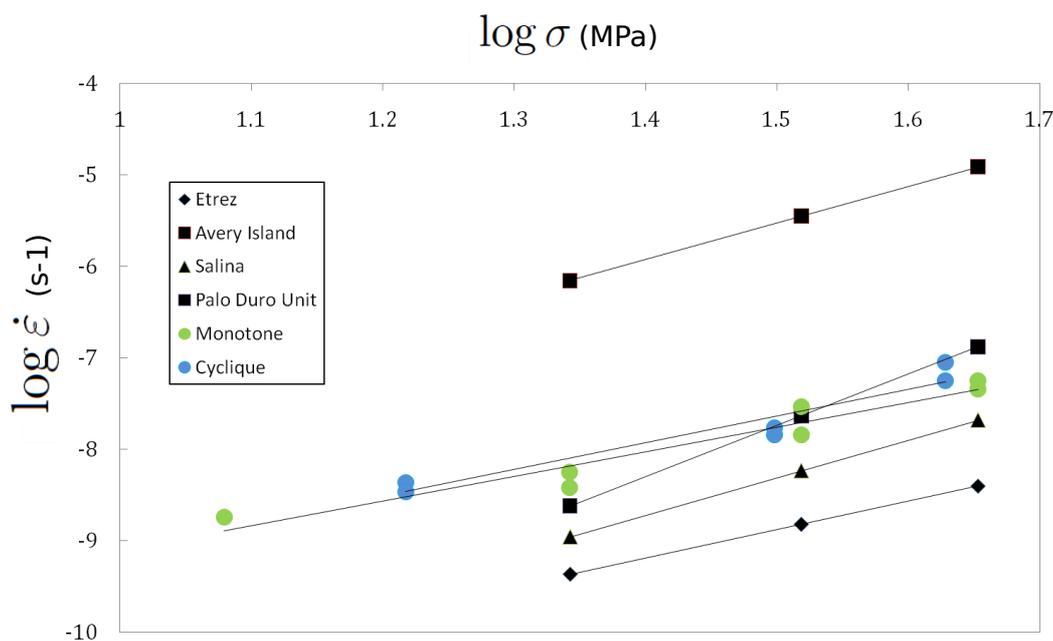


FIG. 2.7 – Graphique  $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$  pour différents sels naturels.

que le comportement de notre sel synthétique est similaire à celui des autres sels naturels en terme de vitesse de déformation pour une contrainte donnée. Les exposants de contraintes de notre matériau, sont sensiblement plus faibles, se situant un peu en dessous de 3, tandis que pour les matériaux naturels présentés la valeur varie entre 3 et 4. Un matériau se démarque des autres, le sel Avery Island, qui a pour caractéristique de se déformer plus rapidement que les autres à un même niveau de contrainte déviatorique. Les différents résultats obtenus sont notés dans le tableau 2.1. La première conclusion de ces tests est que notre matériau synthétique a un comportement macroscopique comparable à celui des sels naturels. Les essais cycliques, nous informent qu'aux conditions expérimentales adoptées (sur des temps d'expérience de 1 à 3 mois) il n'y a pas d'effet notable du chargement mécanique cyclé. Il convient néanmoins de préciser qu'il est dangereux d'extrapoler ces conclusions à des conditions autres que celles du laboratoire. En effet, il a été montré qu'avec les constantes  $n$  et  $A$  déduites d'essais en laboratoire sous des contraintes entre 10 et 40 MPa, l'extrapolation à des faibles contraintes conduit à des vitesses  $10^5$  fois plus faibles que les vitesses mesurées par Bérest et al. (2004). Cet aspect est abordé dans la section suivante.

Sels	Contrainte déviatorique (MPa)	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	$n$
Sel synthétique : Fluage Monotone	12	$1,8 \cdot 10^{-9}$	3.4
	22	$5,6 \cdot 10^{-9}$	
	33	$2,9 \cdot 10^{-8}$	
	45	$5,5 \cdot 10^{-8}$	ou 2.6
	22	$3,7 \cdot 10^{-9}$	
	33	$1,4 \cdot 10^{-8}$	
	45	$4,5 \cdot 10^{-8}$	
Sel Synthétique : Fluage Cyclique	16.5	$4,32 \cdot 10^{-9}$	2.9
	31.5	$1,42 \cdot 10^{-8}$	
	42.5	$5,55 \cdot 10^{-8}$	
	16.5	$3,43 \cdot 10^{-9}$	
	31.5	$1,7 \cdot 10^{-8}$	
	42.5	$8,83 \cdot 10^{-8}$	
Etrez	22	$4,28 \cdot 10^{-10}$	3.1
	33	$1,5 \cdot 10^{-9}$	
	45	$3,9 \cdot 10^{-9}$	
Avery Island	22	$6,9 \cdot 10^{-7}$	4
	33	$3,51 \cdot 10^{-6}$	
	45	$1,2 \cdot 10^{-5}$	
Salina	22	$1,1 \cdot 10^{-9}$	4.1
	33	$5,8 \cdot 10^{-9}$	
	45	$2,1 \cdot 10^{-8}$	
Palo Duro Unit	22	$2,37 \cdot 10^{-9}$	5.6
	33	$2,3 \cdot 10^{-8}$	
	45	$1,3 \cdot 10^{-7}$	

TAB. 2.1 – Tableau récapitulatif des vitesses de déformation en fonction du déviateur des contraintes imposé pour les différents matériaux ainsi que l'exposant  $n$  obtenu.

## 2.2 Fluage sous faible charge

Cette partie présente dans un premier temps l'intérêt et l'importance des essais à des contraintes et des vitesses très faibles. Nous évoquons aussi les difficultés de mise œuvre d'une telle expérience. On présente ensuite le protocole expérimental et des résultats préliminaires.

### 2.2.1 Fluage dans les cavités salines

De récents travaux ont montré (Bérest et al., 2004, 2012) que l'extrapolation des données obtenues en laboratoire ne reflète pas le comportement mécanique réel d'une cavité saline. En effet, les essais en laboratoire sont la plupart du temps effectués avec des charges supérieures à 10 MPa. Bérest et al. (2012) montrent que dans le cas d'une cavité sphérique idéale, à 800m de profondeur, une différence entre la pression géostatique et la pression interne de la cavité est égale à 8 MPa, avec un exposant de contrainte égal à 4 et en utilisant la loi de Norton-Hoff généralisée, la contrainte d'écoulement au niveau de ses parois est autour de 3 MPa. Ceci signifie que le comportement des cavernes répond à des conditions assez différentes de celles des essais en laboratoire. L'extrapolation des données de laboratoire conduit à un calcul des vitesses de déformation de 4 à 5 ordres de grandeur plus lentes que des vitesses mesurées dans les cavités (figure 2.8).

Le fluage est régi par des micro-mécanismes de déformation. Munson and Dawson (1984) proposent une carte des mécanismes de déformation du sel en fonction de la charge appliquée et de la température (figure 2.9). Cette carte montre que pour les gammes de contraintes comprises entre 0 et 5 MPa, les mécanismes de déformation sont encore inconnus. Ainsi, les prédictions sur le comportement mécanique du sel dans de telles conditions sont purement empiriques car elles ne sont basées sur aucune considération théorique. Spiers et al. (1990) ont observé que sous de faibles contraintes, le mécanisme de fluage par pression-dissolution est important. Les théories suggèrent que pour ce comportement, la relation entre contrainte déviatorique et vitesse de déformation est linéaire. Néanmoins, des études réalisées par Banderdt and Sammis (1985) sur un monocristal de sel, où il ne peut y avoir de pression-dissolution, ont aussi montré cette linéarité. Des discussions quand à l'utilisation d'une loi de Norton-Hoff modifiée sont développées dans (Campos de Orellana, 1998; Breunese, 2003; Urai and Spiers, 2007; Bérest et al., 2009).

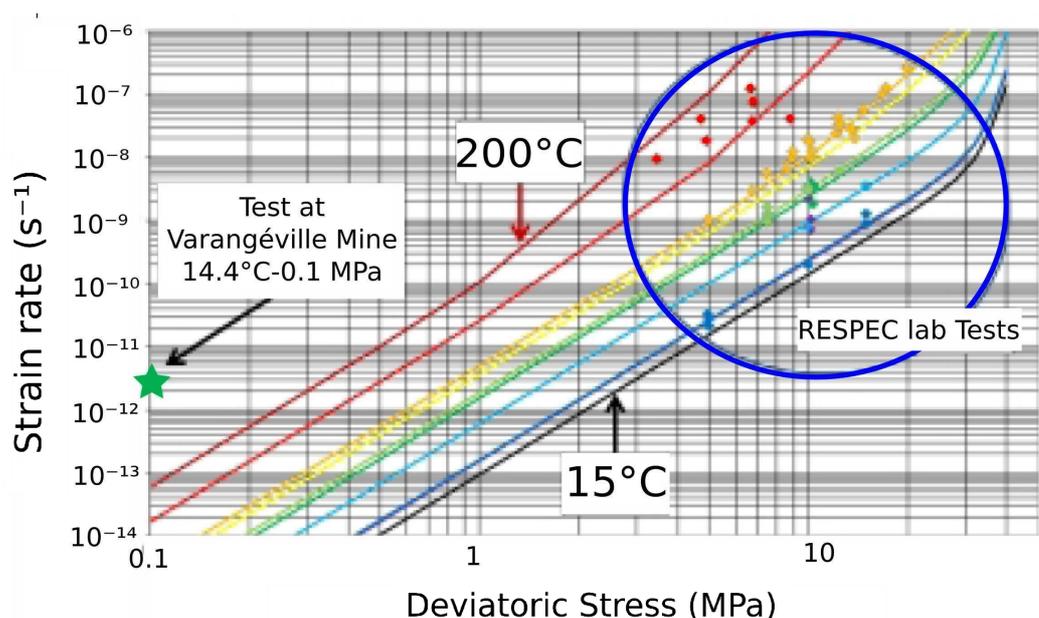


FIG. 2.8 – Graphique proposé par RESPEC pour le sel “Avery Island” avec une extrapolation de la loi Norton au faibles charges. L'étoile verte représente une vitesse mesurée en fluage sous très faible charge (Bérest et al, 2005).

## 2.2.2 Essais de fluage sous faibles charges

### 2.2.2.1 Difficultés expérimentales

Le fluage sous faibles charges présente des difficultés expérimentales détaillées par Bérest et al. (2004). Par exemple sur un essai de 12 jours pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-12} s^{-1}$ , la déformation cumulée est de l'ordre de  $10^{-7}$ . Le coefficient d'expansion thermique du sel étant de  $\alpha = 4.10^{-5} / ^\circ C$ , on conçoit que pour une variation de quelques degrés, la déformation thermique ( $\alpha\Delta T$ ) sera supérieure de plusieurs ordres de grandeurs à la déformation cumulée. Des difficultés peuvent aussi être rencontrées avec la variation d'hygrométrie (Hunsche and Schultze, 2002). Une autre difficulté vient du matériel d'application de la charge, généralement dimensionnée pour des gammes de contraintes minimum entre 5 et 10 MPa. Enfin, une dernière difficulté vient de la mesure de déformation :  $d\varepsilon/dt = (\varepsilon_2 - \varepsilon_1)/(t_2 - t_1)$ . Si  $d\varepsilon/dt = 10^{-12} s^{-1}$  et  $(t_2 - t_1) = 10^6 s$  alors  $(\varepsilon_2 - \varepsilon_1) = 10^{-7}$ . Pour que les capteurs soient capables de mesurer une telle déformation, ils doivent avoir une résolution de l'ordre de  $10^{-8}$ . Pour pallier certaines de ces difficultés,

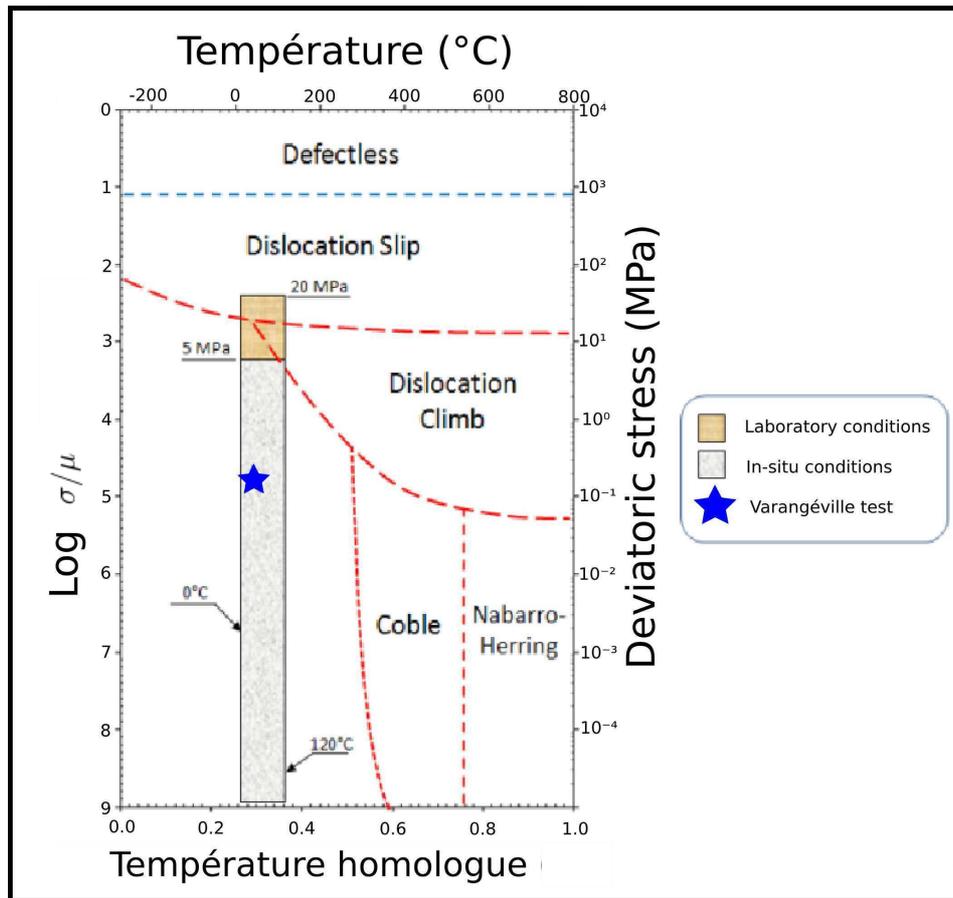


FIG. 2.9 – Carte des mécanismes de déformation proposée par Munson et Dawson (1984). Bérest et al (2012) ont superposé à la carte le domaine des essais classiques et celui des conditions naturelles. L'étoile bleue correspond aux seules mesures actuelles de vitesse de déformation expérimentale sous très faible charge (Bérest et al., 2004).

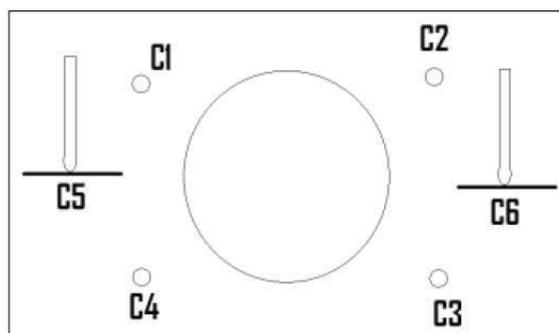


FIG. 2.10 – Disposition des capteurs sur le premier bâti. De C1 à C4 capteurs verticaux. C5 et C6 capteurs horizontaux.

les expériences sont menées dans une galerie de la mine de sel de Varangéville (Compagnie des Salins du Midi et des Salines de l'Est). Son environnement stable en terme de température et d'humidité, un bâti de fluage permettant d'appliquer de faibles charges et des capteurs ayant une résolution suffisante donnent la possibilité de réaliser des essais exploitables sur des périodes de plusieurs mois à plusieurs années.

### 2.2.2.2 Protocole expérimental

Deux bâtis de fluage ont été installés. Le premier accueille un échantillon de sel naturel et le second le sel synthétique à très gros grains ("sel commercial").

Les deux bâtis sont similaires (figure 2.11), des charges mortes sont appliquées sur la partie rigide inférieure du bâti. La charge est appliquée à l'aide d'un balancier centré par rapport au bâti. Le balancier est constitué d'un panier sur lequel on dépose les poids morts (calibrés), d'une tige de renvoi et d'un système de répartition de la charge qui exerce la force de façon centrée (au moyen d'une bille de roulement) sur le talon en acier qui comprime l'échantillon. La contrainte appliquée est calculée en divisant l'ensemble du poids de l'armature en acier par la section initiale du cylindre de sel. La gamme de contrainte applicable se situe entre 0.05 et 1 MPa. Sur le premier bâti (accueillant le sel naturel) quatre capteurs "Solartron linear encoders" de résolution  $0.0125 \mu\text{m}$  et de précision  $0.5 \mu\text{m}$  sont disposés verticalement. Deux autres sont disposés horizontalement de manière à avoir une information sur une éventuelle rotation d'ensemble. La figure 2.10 montrent leur disposition sur le bâti. Le second bâti possède seulement 3 capteurs verticaux pour des raisons financières.

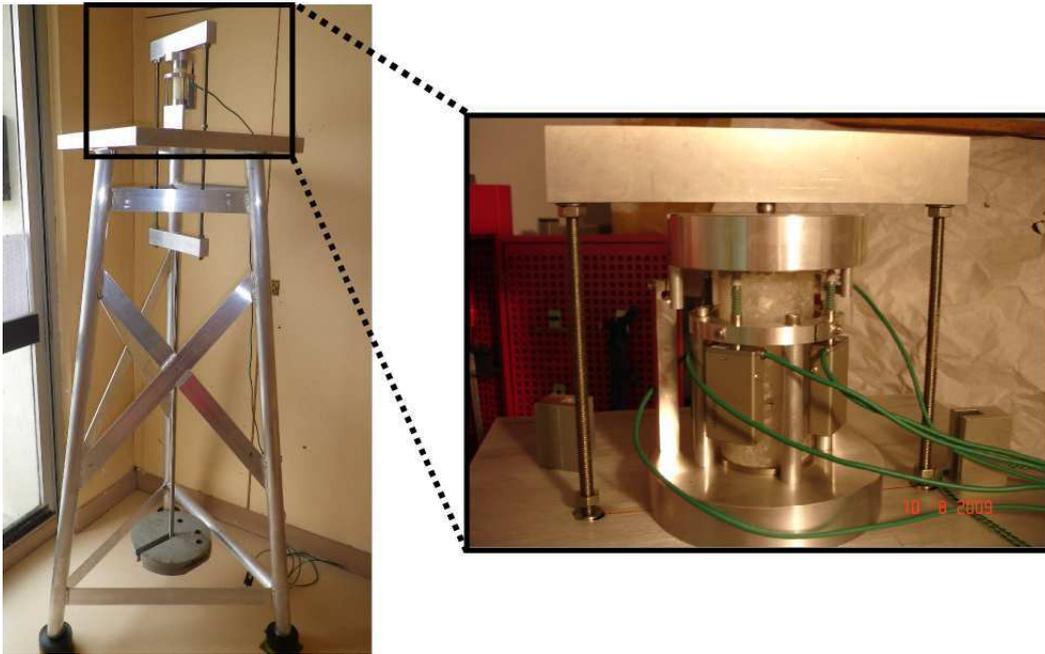


FIG. 2.11 – Bâti de fluage installé dans une galerie de la mine de Varangéville.

Le premier bâti est dimensionné pour recevoir des échantillons cylindriques de diamètre 70 mm et de hauteur 140 mm. Un échantillon de sel naturel "Avery Island" est mis en place et on applique une contrainte de 0.1 MPa. Le second bâti reçoit un échantillon de sel synthétique carotté au laboratoire. Son diamètre est de 40 mm et sa hauteur est de 80 mm. On applique une contrainte égale à 0.24 MPa.

### 2.2.3 Résultats préliminaires

Une expérience plus ancienne menée par Bérest entre 1997 et 1998 dans la même mine mais avec un bâti de fluage différent, a fourni les premiers résultats de fluage sous faible charge (Bérest et al., 2004).

Pour être concluant, ce type d'essai doit être très long. De plus la panne d'un capteur sur le second bâti, nous a conduit à arrêter l'essai en cours. Nous ne présentons ici que des résultats préliminaires puisque nous ne disposons que de 56 jours d'essais. Les figures 2.12 et 2.13, montrent respectivement la déformation et la vitesse de déformation pour le sel naturel et le sel synthétique. Les courbes sont lissées car les données sont acquises toutes les deux minutes ce qui donne un signal relativement bruité. Afin de le diminuer les parasites on moyenne les valeurs mesurées.

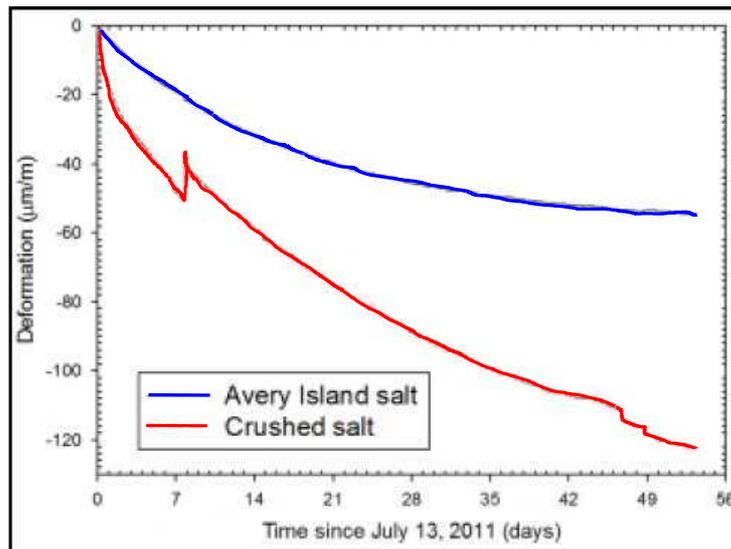


FIG. 2.12 – Courbes déformation en fonction du temps. En bleu le sel naturel Avery Island avec une contrainte appliquée de 0.1 MPa. En rouge, sel synthétique “commercial” avec une contrainte appliquée de 0.24 MPa (Bérest et al., 2012).

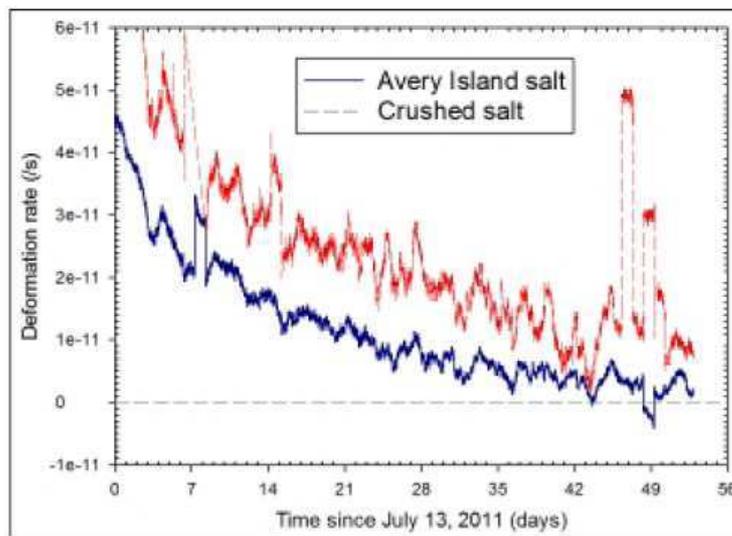


FIG. 2.13 – Courbe vitesse de déformation en fonction du temps. En bleu le sel naturel Avery Island avec une contrainte appliquée de 0.1 MPa. En rouge, sel synthétique “commercial” avec une contrainte appliquée de 0.24 MPa (Bérest et al., 2012).

La première remarque que l'on peut faire est que le fluage stationnaire n'est toujours pas atteint après deux mois d'expérience. Le saut sur la courbe rouge au huitième jour correspond à un tir de dynamite dans un secteur en exploitation. On peut noter la déformation plus rapide du sel synthétique probablement due à la charge plus élevée qu'il reçoit. Les vitesses de déformation moyennes sont  $\dot{\epsilon} = -10^{-11} s^{-1}$  pour le sel synthétique et  $\dot{\epsilon} = -3 \times 10^{-12} s^{-1}$  pour le sel "Avery Island". On peut aussi noter qu'après avoir moyenné les données, il existe toujours des fluctuations visibles, qui peuvent être expliquées par l'expansion thermique (mentionnée dans la partie précédente) due aux fluctuations de température.

Pour finir, si l'on s'intéresse aux résultats du sel naturel, les vitesses mesurées sous faibles charges sont bien plus rapides que les vitesses extrapolées à partir d'expérience menées sous charges plus élevées (figure 2.8).

Les essais de fluage sous très faibles charges démontrent que l'extrapolation des vitesses à partir d'expériences en laboratoire n'est pas possible et que les mécanismes de déformation restent mal connus.

## 2.3 Essais uniaxiaux

Les essais de compression uniaxiale ont l'avantage d'avoir une mise en œuvre rapide, ce qui nous a permis d'effectuer des essais sur les trois microstructures élaborées. Il s'agit d'essais en déplacement contrôlé, donc l'objectif est d'observer les effets de la vitesse et de la microstructure sur le comportement global des différents matériaux. La première partie décrit la presse utilisée et le comportement classique d'un essai uniaxial en viscoplasticité, la seconde partie présente les essais et les résultats. Nous terminons sur une discussion sur le comportement de notre sel synthétique.

### 2.3.1 Presse

On utilise une presse (figure 2.14) conçue et développée par Dipl. Ing. Michael Neumann. Elle a une capacité 10 kN avec une course de piston limité à 10 mm. Initialement prévue pour faire des expériences de compression à haute température, elle est équipée d'un four pouvant chauffer jusqu'à 1000 °C qui vient se positionner autour de l'échantillon. L'échantillon est isolé des éléments chauffants par un tube d'alumine, ce qui permet aussi de faire circuler des gaz et contrôler l'atmosphère



FIG. 2.14 – Presse utilisée pour les essais de compression uniaxiale, équipée de caméras optiques pour la Corrélation d’Images Numériques. A gauche, configuration pour les essais à température ambiante. A droite, configuration avec le four.

autour de l’échantillon. Ce bâti comporte un système de refroidissement. Le déplacement est contrôlé en tours moteur avec une précision inférieure à  $0.1 \mu m$ . Dans le cas de tests à chaud, un thermo-couple peut être inséré dans le four. La compression est assurée par des pistons en céramique (alumine) de longueurs différentes selon les échantillons testés. Ces pistons ont un diamètre égal à 25.4 mm. Le contrôle de la presse ainsi que l’acquisition des données sont assurés par logiciel développé au laboratoire sous Labview.

### 2.3.2 Types de comportements couramment observés pour les matériaux cristallins

La figure 2.15 montre une courbe modèle que l’on peut obtenir lors d’un essai de compression uniaxiale en déplacement imposé pour un matériau isotrope. La première partie linéaire de cette courbe correspond à la phase élastique. Il s’agit d’un mécanisme réversible dont la limite (limite d’élasticité) est définie par l’entrée en plasticité du matériau. La pente de cette courbe correspond au module élastique du matériau appelé module de Young ( $E$ ). Dans la littérature, le module de Young

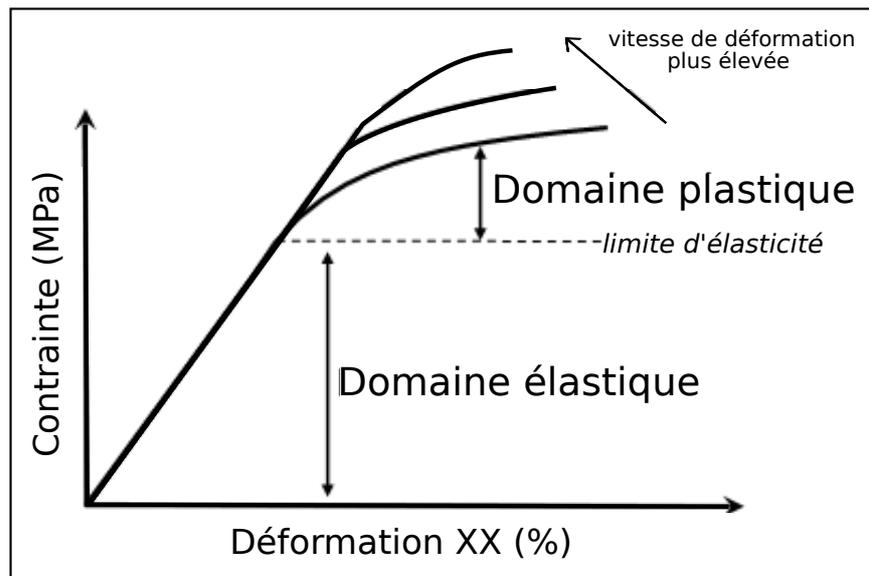


FIG. 2.15 – Courbe classique obtenue lors d'un essai uniaxial en déplacement continu.

du sel est estimé à  $\sim 40$  MPa. La seconde partie de la courbe de pente plus faible correspond à la phase plastique. Il s'agit d'un mécanisme irréversible présentant un durcissement du matériau appelé écrouissage. Pour les matériaux viscoplastiques, il y a une dépendance à la vitesse de déformation. Si on augmente la vitesse de déformation, la limite d'élasticité augmente et le durcissement du matériau s'intensifie. Par contre, l'endommagement et la rupture surviennent plus vite.

### 2.3.3 Essais et résultats

Deux séries d'essais ont été réalisés. Une première série de tests a visé à mettre au point le protocole expérimental. Une seconde a permis d'étudier l'influence de la vitesse de déformation et des différentes microstructures sur le comportement viscoplastique du sel synthétique.

#### 2.3.3.1 Première série d'essais

La première série d'essais a été effectuée sur deux microstructures, la bi-modale notée par la suite GG-PG et celle à gros grains, notée GG (table 2.2). Les essais sont réalisés à température ambiante et à vitesse de déplacement constante, fixée à  $0,5 \mu\text{ms}^{-1}$ ,  $1 \mu\text{ms}^{-1}$  et  $5 \mu\text{ms}^{-1}$ .

Nom	Dimensions (mm)	Volume ( $mm^3$ )	Vitesse de déplacement ( $\mu m.s^{-1}$ )	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )
GG-2	$11.16 \times 13.16 \times 19.07$	2909	1	$5.2 \times 10^{-5}$
GG-3	$9.38 \times 10.99 \times 15.59$	1607	5	$3.2 \times 10^{-4}$
GG-PG-3	$11.38 \times 15.82 \times 18.95$	3412	0.5	$2.6 \times 10^{-5}$
GG-PG-1	$11.07 \times 12.26 \times 20.93$	2840	1	$4.8 \times 10^{-5}$
GG-PG-2	$10.02 \times 12.28 \times 17.26$	2124	5	$2.9 \times 10^{-4}$

TAB. 2.2 – Tableau récapitulatif de la première série d'essais uniaxiaux réalisés.

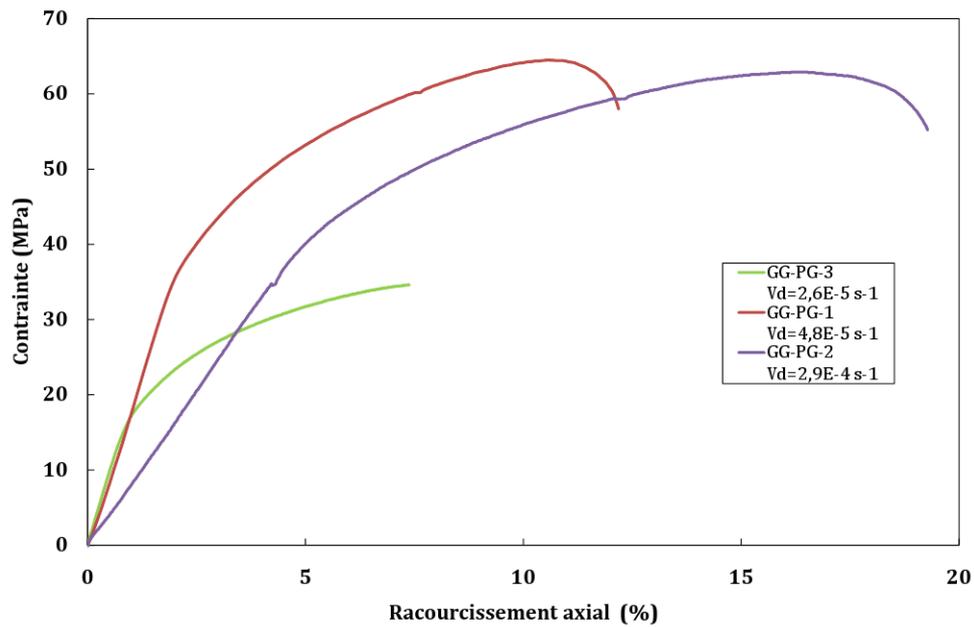


FIG. 2.16 – Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour les différents essais de la première série sur le matériau brut.

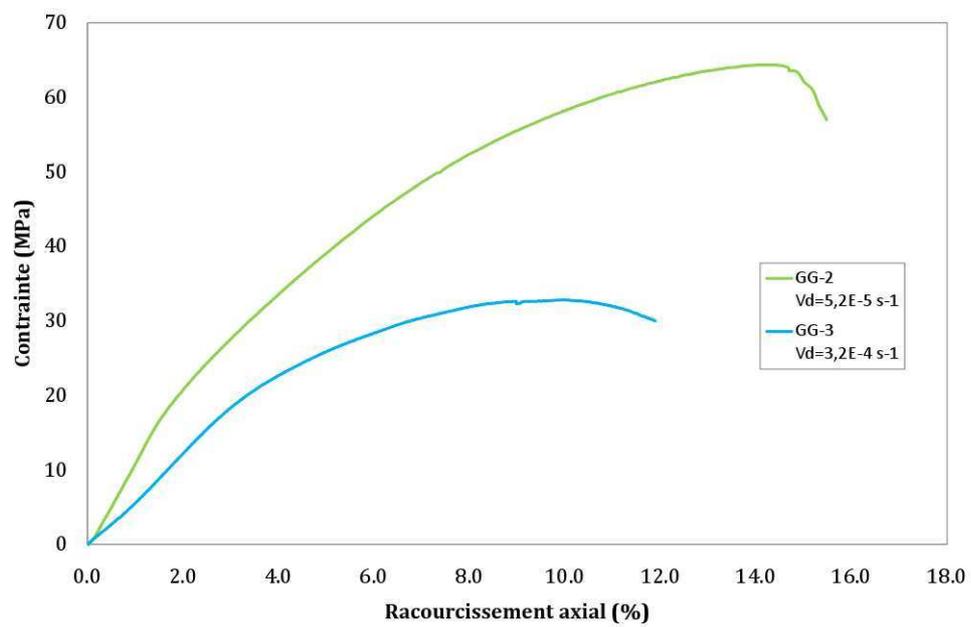


FIG. 2.17 – Courbes Contrainte-Racourcissement axial pour les différents essais de la première série sur le matériau à gros grains.

Les résultats de cette première série d'essais sont présentés sur les courbes 2.17. Ces premiers résultats ne correspondent pas aux résultats classiques attendus. Une première remarque porte sur la partie linéaire (en début de déformation) des courbes présentées. Dans un premier temps, on pourrait considérer cette partie comme la phase élastique. Il s'avère, si l'on y regarde de plus près qu'il s'agit d'un comportement plus complexe. Premièrement, cette partie linéaire s'étend sur plusieurs pourcents de déformation. Typiquement (à quelques exceptions près) la déformation élastique d'un matériau est inférieure à 1 %. Ensuite, les modules élastiques apparents calculés sont autour de quelques MPa, bien en dessous des 40 GPa attendus. Enfin certaines pentes semblent varier avec la vitesse. Une hypothèse, serait que la machine est relativement souple, et que notre phase élastique est influencée par le module élastique de la presse. Un étalonnage doit être effectué pour vérifier qu'il s'agit bien de ce phénomène. Enfin, la différence de pente sur certains essais peut s'expliquer par le fait d'une vitesse trop élevée de déformation ayant pour conséquence de fracturer notre échantillon et changer son comportement.

Pour l'échantillon à gros grains, les deux courbes de chargement obtenues sont très différentes. L'échantillon GG-2 se comporte de manière classique avec une résistance pic autour de 65 MPa pour une vitesse de déformation de  $5.2 \times 10^{-5}$ . Le matériau GG-3, est déformé à une vitesse supérieure. On s'attend donc à ce qu'il présente un écrouissage plus fort et qu'il soit plus résistant avant fracture. Or la courbe contrainte déformation montre une très faible résistance pic aux alentours de 32 MPa et un écrouissage apparent plus faible. On peut proposer deux explications à ce comportement. La première tient à un problème de représentativité car le volume de l'échantillon est assez faible par rapport à la taille des grains. La seconde explication vient de la vitesse de déformation trop élevée à laquelle le matériau montre un comportement semi-fragile. Les échantillons GG-PG-1 et GG-PG-3 présentent un comportement viscoplastique plus classique, avec une résistance plus élevée lorsque la vitesse de déformation augmente. Cependant, le matériau GG-PG-2 qui est déformé avec une vitesse plus élevée ne montre pas le comportement attendu. La vitesse de déformation trop élevée pourrait être l'explication. Afin de confirmer cette hypothèse, nous réalisons de nouveaux essais de compression uniaxiale sur une autre presse. Il s'agit d'une presse MTS de capacité 100 kN. Trois vitesses de déformation sont testées avec un ordre de grandeur d'écart entre chacune d'elles. Les résultats (figure 2.18) montrent que pour les deux vitesses les plus faibles les

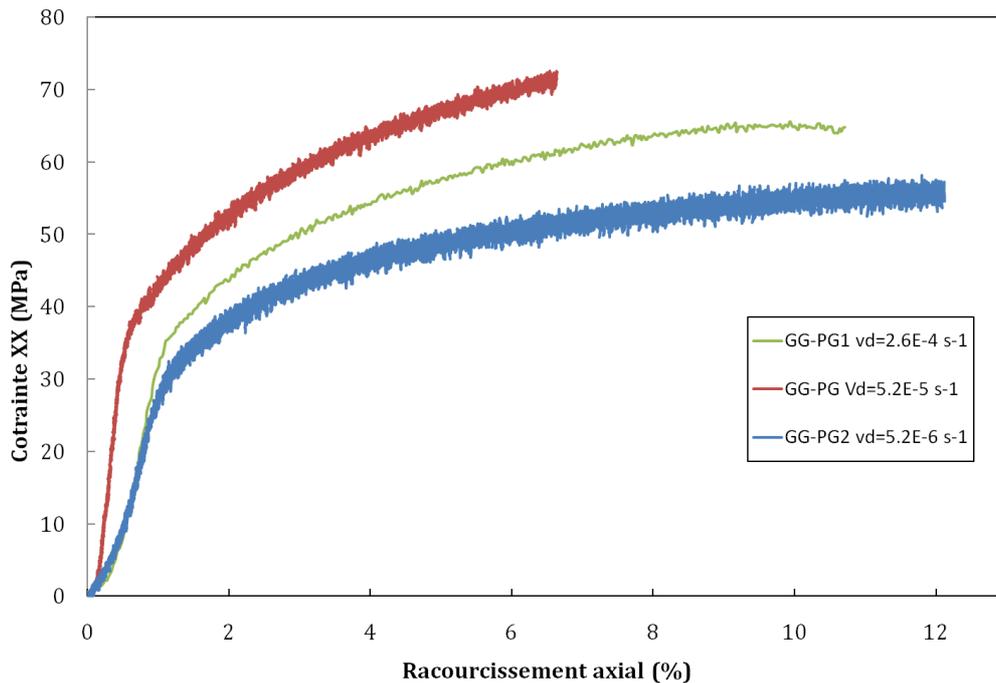


FIG. 2.18 – Courbes Contrainte-Raccourcissement axial obtenues pour le matériau brut sur la presse MTS de capacité 100kN.

échantillons ont un comportement attendu mais que pour la vitesse de déformation la plus élevée, la résistance du matériau diminue.

Cette première série d'essais nous a donc permis de définir une vitesse limite de déformation au delà de laquelle le comportement n'est plus un comportement visco-plastique. Nous avons aussi pu déterminer une taille d'échantillon minimum pour le matériau à gros grains, le plus critique.

### 2.3.3.2 Seconde série d'essais

Lors de cette seconde série d'essais, les trois microstructures élaborées au laboratoire ont été testées, chacune à trois vitesses de déformation différentes. Les essais sont réalisés sur la presse uniaxiale présentée dans la première section. Le déplacement est mesuré en tours moteurs. Le tableau 2.3 récapitule les essais réalisés.

Les résultats de la seconde série d'essais viennent compléter les informations obtenues précédemment. Les échantillons bruts (figure 2.19) et à grains fins (figure 2.20) montrent un comportement viscoplastique classique. Quant au matériau à gros grains, il est difficile de présenter les résultats, le volume des échantillons étant

Nom	Dimensions (mm)	Volume ( $mm^3$ )	Vitesse de déplacement ( $\mu m.s^{-1}$ )	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )
GG-PG-03	$10.29 \times 11.77 \times 18.68$	2262	0.3	$1.61 \times 10^{-5}$
GG-PG-01	$9.0 \times 10.90 \times 20.20$	1982	0.1	$4.95 \times 10^{-6}$
GG-PG-003	$8.70 \times 9.30 \times 14.75$	1193	0.03	$2.03 \times 10^{-6}$
GG-03	$9.86 \times 10.60 \times 17.60$	1839	0.3	$1.07 \times 10^{-5}$
GG-01	$10.05 \times 10.79 \times 16.69$	1810	0.1	$5.99 \times 10^{-6}$
GG-003	$8,30 \times 8,33 \times 13$	1607	0.03	$2.31 \times 10^{-6}$
PG-03	$5.70 \times 7.64 \times 12.96$	561	0.3	$2.31 \times 10^{-5}$
PG-01	$8.92 \times 9.24 \times 14.37$	1184	0.1	$6.96 \times 10^{-6}$
PG-003	$8.32 \times 8.94 \times 13.15$	978	0.03	$2.28 \times 10^{-6}$

TAB. 2.3 – Tableau récapitulatif de la première série d’essais uniaxiaux réalisés.

encore une fois trop petit par rapport à la taille des grains. Néanmoins, si l’on se place pour un même ordre de vitesse de déformation, on peut observer un effet des microstructures (figure 2.22), avec le matériau à grains fins présentant une résistance plus élevée que le matériau brut. Un essai sur le matériau à gros grains avec un volume suffisant serait nécessaire pour conclure quant à un effet de microstructures. Ces résultats rhéologiques d’essais uniaxiaux sont complétés dans le chapitre suivant par de la mesure de champs par Corrélation d’Image Numérique.

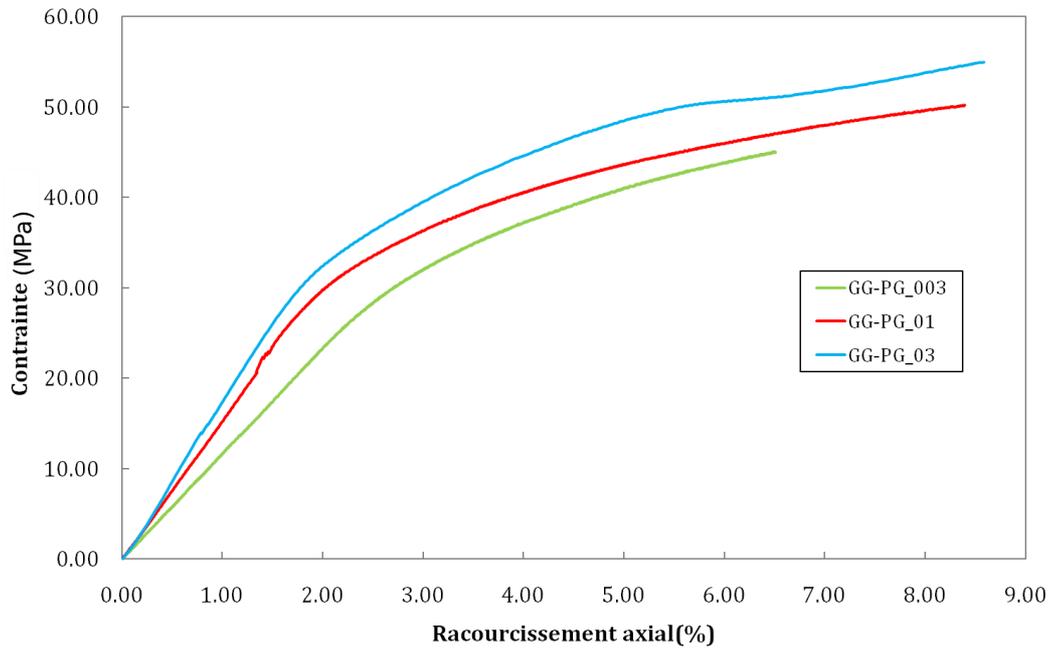


FIG. 2.19 – Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour le matériau brut à différentes vitesses de déformation.

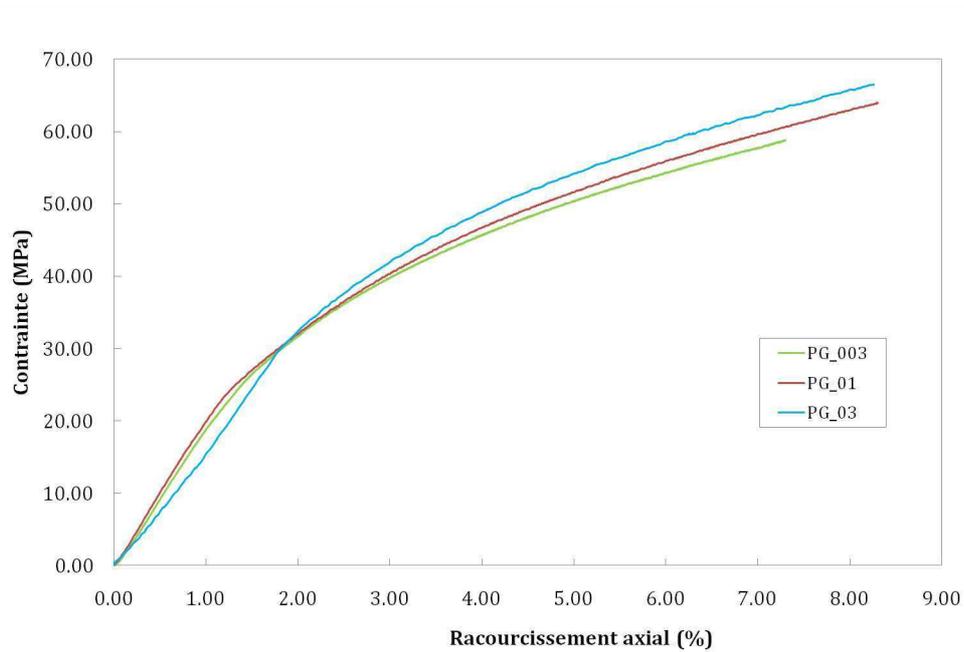


FIG. 2.20 – Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour le matériau à grains fins à différentes vitesses de déformation.

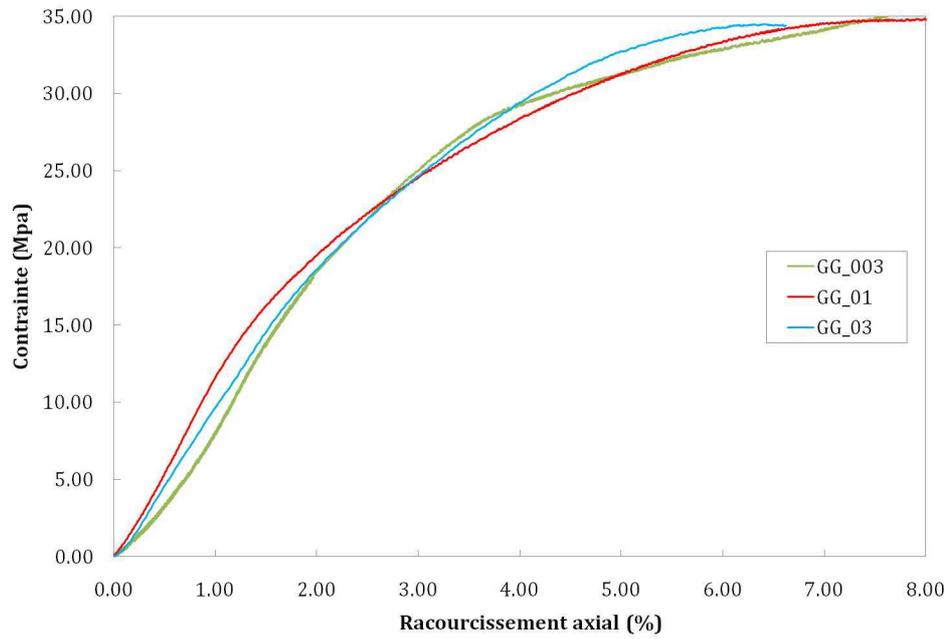


FIG. 2.21 – Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour le matériau à gros grains à différentes vitesses de déformation.

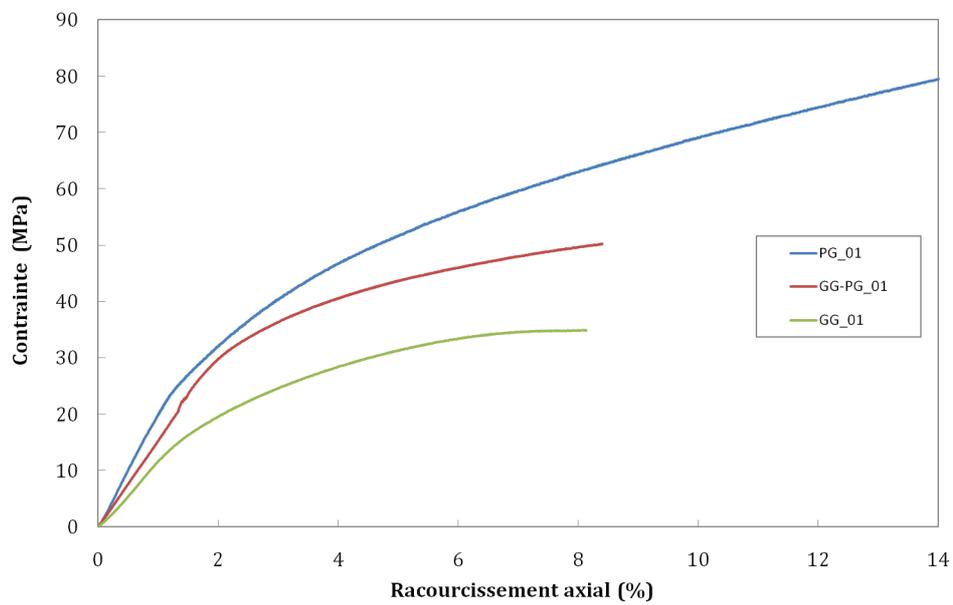


FIG. 2.22 – Comparaison des courbes Contraintes-Raccourcissement axial pour les différentes microstructures pour des vitesses de déformation comparables.

# Identification des mécanismes de déformation en plasticité polycristalline par Corrélation d'Images Numérique.

---

*Le chapitre précédent nous renseignait sur le comportement macroscopique du sel synthétique. Ce chapitre décrit l'approche micro-mécanique que nous suivons, afin de rendre compte des mécanismes de déformation et d'endommagement qui régissent la réponse non-linéaire macroscopique du polycristal de sel. Une première partie présente le principe des mesures de champs, puis dans les deuxième et troisième parties sont présentés les résultats de déformation plastique du polycristal, allant de l'échelle macroscopique (de l'échantillon) à une échelle très locale (du grain individuel). Enfin, une dernière partie présente les résultats d'un essai de compression avec enregistrement d'émissions acoustiques.*

## Sommaire

---

<b>3.1 Mesures de champs</b> . . . . .	<b>64</b>
3.1.1 Principe de la corrélation d'image numérique . . . . .	65
3.1.2 Calcul des déformations . . . . .	67
3.1.3 Évaluation des incertitudes . . . . .	72
<b>3.2 Hétérogénéité macroscopique</b> . . . . .	<b>73</b>
3.2.1 Protocole expérimental . . . . .	75
3.2.2 Champs de déformations . . . . .	76
3.2.3 Séparation d'échelles : Estimation de la taille du Volume Élémentaire représentatif . . . . .	85
<b>3.3 Échelle microscopique</b> . . . . .	<b>89</b>
3.3.1 Protocole expérimental . . . . .	89
3.3.2 Identification des micromécanismes de déformation par corrélation d'images numériques . . . . .	92
3.3.3 Couplage entre plasticité intracristalline et glissement aux interfaces . . . . .	104
<b>3.4 Localisation de micro-fissures en volume par émissions acoustiques.</b> . . . . .	<b>108</b>
3.4.1 Présentation du montage expérimental . . . . .	110
3.4.2 Enregistrement et localisation des émissions acoustiques . . . . .	111
3.4.3 Vitesses des ondes élastiques $V_p$ et $V_s$ . . . . .	113

---

### 3.1 Mesures de champs

Le développement des mesures de champs 2D par Corrélation d'Image Numérique (CIN) a commencé au début des années 1980 dans le domaine de la mécanique des solides et des fluides (Sutton et al., 1983; Chu et al., 1985). Aujourd'hui, ces techniques se sont énormément développées et améliorées et sont couramment utilisées en mécanique expérimentale car elle fournissent un moyen précis et rapide de mesure de déformation sur l'ensemble de l'échantillon au contraire d'une jauge de déformation (mesure locale), ou d'un capteur de déplacement (mesure globale).

Peu utilisées jusqu'alors sur les géomatériaux, ces techniques commencent néanmoins à se répandre notamment dans le cas des matériaux semi fragiles ayant un très faible taux de déformation tels que les carbonates et les grès (Dautriat et al., 2011; Charalampidou et al., 2011), ou les argilites (Bornert et al., 2010; Yang et al., 2012; Hedan et al., 2012) qui avec les problématiques de stockage géologique (CO<sub>2</sub>, déchets nucléaires,...) présentent un intérêt croissant.

Le sel quant à lui présente une assez grande ductilité qui le rapprocherait des métaux polycristallins déjà amplement étudiés (Doumalin et al., 2000, 2003; Tatschl and Kolednik, 2003; Héripré et al., 2007). Le sel présente aussi quelques avantages pour l'application de ces méthodes : une microstructure maîtrisée et assez simple, la possibilité d'un marquage très fin, et la "transparence" aux rayons X pour les mesures en volume.

La partie qui suit présentera particulièrement la technique de CIN en deux dimensions, mais on se doit de préciser que plusieurs types de nouvelles techniques CIN ont vu le jour, telles que la corrélation d'images 3D avec mesures de champs en volume dont la méthode est décrite au chapitre 6 et la stéréo-corrélation (ou 2D 1/2) permettant de faire de la corrélation d'image sur des surfaces non planes et avec des mesures de déplacement hors plan (Orteu et al., 1998; Cornille, 2005; Viguié et al., 2011; Besnard et al., 2012), qu'on n'utilisera pas dans cette étude. Toutes ces techniques sont basées sur le même principe de mesures de champs de déplacement et nécessitent généralement des moyens d'acquisition performants selon les échelles d'observations :

- 2D : Caméras CCD avec optique macroscopique et microscopique, MEB.
- 2D 1/2 : Banc de montage de stéréo-corrélation (au moins 2 caméras optiques), MEB.
- 3D : Rayons X par faisceau synchrotron ou tomographe de laboratoire.

### 3.1.1 Principe de la corrélation d'image numérique

Le principe de la Corrélation d'Image Numérique (CIN) repose d'abord sur la mesure d'un champ de déplacement. Cette technique peut être décrite par deux étapes successives (figure 6.1). Une troisième étape est le calcul du champ de déformation.

- La première étape consiste à acquérir des images lors de la déformation d'un matériau. La fréquence d'acquisition des images devra être choisie en fonction de

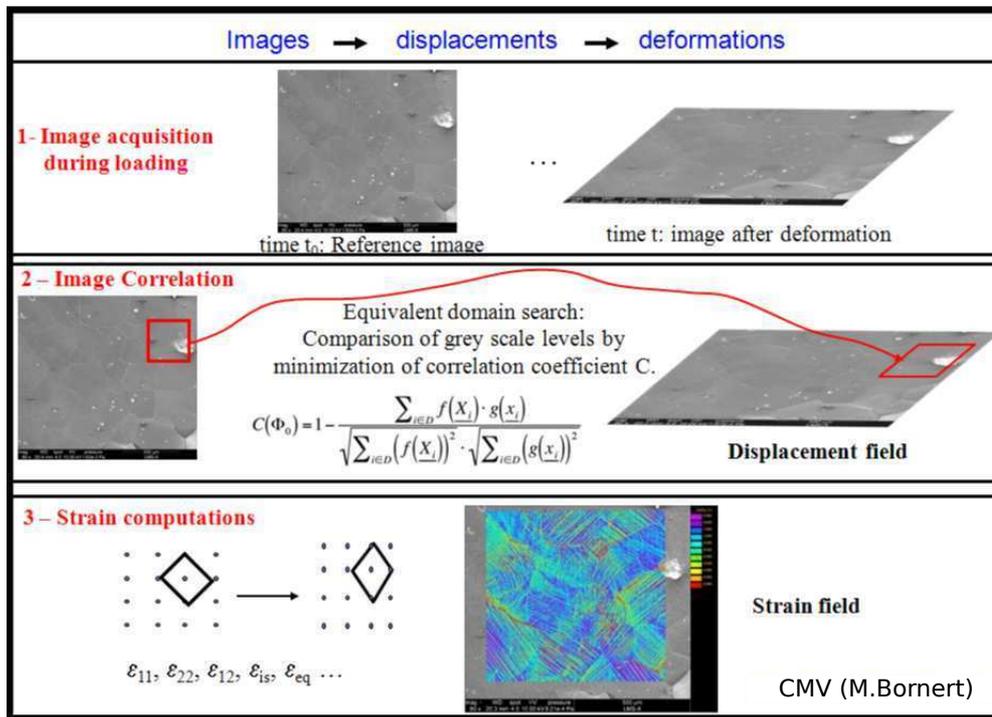


FIG. 3.1 – Illustration des trois étapes nécessaires pour la mesure de champ de déplacement et le calcul de la déformation.

la vitesse de la déformation. Ainsi, on aura à disposition une bibliothèque d'images rendant compte de l'histoire de la déformation du matériau, allant de l'état non-déformé à l'état final.

- La seconde étape repose sur la mesure du champ de déplacements, avec l'utilisation d'un logiciel de CIN. Les résultats présentés dans cette thèse ont été obtenus à l'aide du logiciel CMV développé au LMS par M. Bornert. La mesure du champ de déplacements se base sur un suivi de marqueurs à la surface de l'échantillon, entre une image de référence et une image "déformée". Pour cela, on définit un domaine (quelques pixels) appelé domaine de corrélation dans l'image de référence que l'on essaiera de retrouver sur l'image "déformée". Cette étape utilise une hypothèse forte de la technique : la conservation locale du contraste (répartition des niveaux de gris) entre les deux images et son transport matériel. La procédure permettant de retrouver le domaine dans l'image déformée consiste à minimiser un coefficient de corrélation défini par :

$$C(\Phi) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} [g(\Phi(X_i)) - g_D] \cdot [f(X_i) - f_D]}{\sqrt{\sum_{i \in D} [g(\Phi(X_i)) - g_D]^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} [f(X_i) - f_D]^2}} \quad (3.1)$$

où,  $C$  le coefficient de corrélation,  $D$  le domaine de corrélation,  $\Phi$  la transformation mécanique supposée être suivant l'option retenue une simple translation, ou une transformation affine,  $X_i$  et  $x_i = \Phi(X_i)$  respectivement la position des domaines dans l'image de référence et dans l'image déformée,  $f(X)$  et  $g(x)$  les niveaux de gris respectifs des domaines de pixels de l'image de référence et de l'image déformée,  $f_D$  et  $g_D$  les moyennes des niveaux de gris sur  $D$ .

Cette technique de minimisation nous permet de mesurer le déplacement au pixel près. Une recherche "sub-pixel" est ensuite effectuée par interpolation des niveaux de gris de l'image "déformée" de manière à minimiser l'incertitude à une valeur de l'ordre du dixième de pixel voire moins. Cette incertitude est principalement fonction du bruit d'image (croissance avec le bruit) et du contraste d'image (décroissance). Il sera donc important d'avoir un maximum d'information en termes de niveaux de gris pour une taille de domaine choisie. Dans certains cas le contraste naturel sera entièrement suffisant pour les mesures, dans d'autres cas, comme notre étude, des marqueurs qui suivent le déplacement devront être déposés à la surface de l'échantillon. C'est la raison de la mise au point des techniques présentées au chapitre 1.

A partir de ce champ de déplacements mesuré, on peut calculer un champ de déformations 2D. La méthode de calcul utilisée fait l'objet de la section suivante.

### 3.1.2 Calcul des déformations

On propose dans cette partie un bref rappel des définitions de mécanique des milieux continus (Malvern, 1969; Salençon, 2005) ainsi que les hypothèses formulées (Allais et al., 1994) qui permettent d'expliquer comment, à partir de mesures discrètes de déplacements, sont calculées les déformations dans le logiciel CMV.

Soit une particule  $X$  ayant pour position  $\mathbf{X}$  dans une configuration initiale et  $\mathbf{x}$  dans une configuration actuelle ou déformée. Ces positions peuvent être exprimées dans le même référentiel par une approche Lagrangienne qui exprime chaque quantité dans la configuration de référence. On relie ces deux positions par une transformation bijective  $\Phi$ .

$$\mathbf{x} = \Phi(\mathbf{X}) \quad (3.2)$$

Le déplacement entre la position actuelle et celle de référence est donc défini par :

$$\mathbf{u} = \mathbf{x} - \mathbf{X} = \Phi(\mathbf{X}) - \mathbf{X} \quad (3.3)$$

$\mathbf{F}$  est le gradient de transformation défini par :

$$\mathbf{F} = \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{X}} \quad (3.4)$$

qui peut être écrit :

$$\mathbf{F} = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{X}} \quad \text{ou} \quad \mathbf{F} = \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial \mathbf{X}} + \mathbf{1} \quad (3.5)$$

où  $\mathbf{1}$  correspond au tenseur identité du second ordre. Il décrit le transport dans le voisinage de  $\mathbf{X}$  de tous les vecteurs infinitésimaux  $d\mathbf{X}$  tel que :

$$d\mathbf{x} = \mathbf{F}(\mathbf{X}) \cdot d\mathbf{X} \quad (3.6)$$

Une mesure standard et appropriée des déformations, permettant de quantifier les variations de longueurs et d'angles, est le tenseur des déformations de Green-Lagrange  $\mathbf{E}$  défini par :

$$\mathbf{E}(\mathbf{X}) = \frac{1}{2}(\mathbf{F}^T \mathbf{F} - \mathbf{1}) \quad (3.7)$$

Où l'exposant  $T$  désigne la transposée d'un tenseur et  $\mathbf{F}$  exprimé par (3.5) est la dérivée du champ de déplacement. Lors de faibles déformations ou rotations de corps rigide, une expression linéarisée de  $\mathbf{E}$  sera préférée, correspondant au "tenseur des petites déformations".

$$\varepsilon = \frac{1}{2}(\mathbf{F}^T + \mathbf{F}) - \mathbf{1} = \frac{1}{2} \left( \left( \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial \mathbf{X}} \right)^T + \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial \mathbf{X}} \right) \quad (3.8)$$

Cette définition de la déformation dépend fortement du calcul du gradient (3.5). En pratique, cette évaluation comporte deux difficultés :

- La première est qu'expérimentalement le champ de déplacement  $\mathbf{u}$  est seulement mesuré par une série de points discrets. La dérivée ne peut donc pas être connue de manière rigoureusement exacte et doit être estimée par différence finie.
- La seconde est que la dérivée (3.5) n'est pas bien définie à cause de la nature multi-échelle de la transformation, ce qui implique de très forte fluctuations de  $\mathbf{F}(\mathbf{X})$  avec  $\mathbf{X}$  et une dépendance de  $\mathbf{F}(\mathbf{X})$  avec les vecteurs matériaux infinitésimaux  $d\mathbf{X}$  utilisés en (3.6).

On choisit donc de remplacer cette dérivée théorique par une différence finie qui respecte une base de mesure  $\Delta L$  définie. La dérivée d'une fonction unidimensionnelle  $f$ , définie sur une série de points discrets est :

$$\left(\frac{df(X)}{dX}\right)_{\Delta L} = \frac{f(X + \Delta L/2) - f(X - \Delta L/2)}{\Delta L} \quad (3.9)$$

Cette quantité peut être calculée à partir d'une mesure discrète de  $f$  du moment que les mesures sont effectuées sur un ensemble de points régulièrement espacés de  $\Delta L$ . Une telle définition de "  $\Delta L$  - dérivée " de  $f$  coïncide avec la moyenne spatiale sur tout le domaine  $D(X) = [X + \Delta L/2, X - \Delta L/2]$  du gradient classique (3.10), et peut être définie et calculée de manière univoque.

$$\left(\frac{df(X)}{dX}\right)_{\Delta L} = \frac{f(X + \Delta L/2) - f(X - \Delta L/2)}{\Delta L} = \frac{1}{\Delta L} \int_{X-\Delta L/2}^{X+\Delta L/2} \frac{df}{dX}(v)dv = \left\langle \frac{df}{dX} \right\rangle_{D(X)} \quad (3.10)$$

Cette relation unidimensionnelle peut être étendue aux quantités tensorielles nécessaires à la caractérisation des déformations en surface. Le gradient de déformation local au point  $\mathbf{X}$  est défini comme la moyenne du gradient sur une surface  $S(\mathbf{X})$  centré au point  $\mathbf{X}$  et peut être transformée en intégrale de contour par l'application du théorème de Green :

$$\mathbf{F}(\mathbf{X}) \approx \left\langle \mathbf{F} \right\rangle_{S(\mathbf{X})} = \frac{1}{|S(\mathbf{X})|} \int_{\partial S(\mathbf{X})} \Phi(v) \otimes \mathbf{n}(v) dl_v = \mathbf{F}^s(x), \quad (3.11)$$

où  $S(\mathbf{X})$  est le domaine autour du point  $\mathbf{X}$ ,  $|S(\mathbf{X})|$  est l'aire de ce domaine,  $\partial S(\mathbf{X})$  le contour fermé de  $S(\mathbf{X})$  qui en pratique passe par les points de mesures et  $\mathbf{n}$  la normale sortante de ce contour. La base de mesure utilisée pour la détermination de  $\mathbf{F}$  au point  $\mathbf{X}$  est donc cette surface  $S(\mathbf{X})$ , qui peut être adaptée en fonction de l'application envisagée, ou de la performance de la mesure de déplacement.

On rappelle que le déplacement est mesuré en des points discrets qui vont permettre de définir des contours de différentes sortes (forme et taille) que l'on choisira de manière pertinente en fonction de la mesure souhaitée (figure 3.2). On notera que l'intégrale (3.11) peut être remplacée par une somme de valeurs discrètes. Dans le plan (x,y) les composantes estimées de  $\mathbf{F}$  sont :

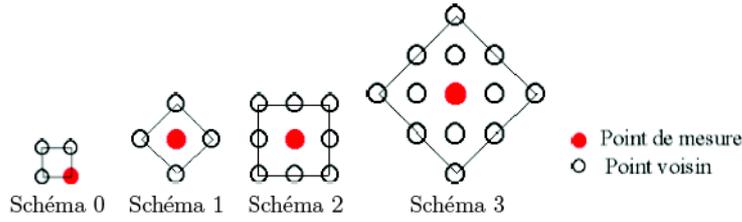


FIG. 3.2 – Différents schémas d'intégration.

$$\begin{aligned}
 F_{xx}^S &= \langle F_{xx} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\
 F_{xy}^S &= \langle F_{xy} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \\
 F_{yx}^S &= \langle F_{yx} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\
 F_{yy}^S &= \langle F_{yy} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (X_{n+1} - X_{n-1})
 \end{aligned} \tag{3.12}$$

où  $x_n$  et  $y_n$  sont respectivement les abscisses et les ordonnées du  $n^{i\grave{e}me}$  point de contour dans la configuration déformée mesurée par CIN et  $X_n$  et  $Y_n$  abscisses et ordonnées du  $n^{i\grave{e}me}$  point dans la configuration initiale choisie dans l'image de référence (par convention et simplicité, le point (n+1) coïncide avec le premier point et le point 0 avec le dernier).

On pourra noter ici, tout en précisant bien que base de mesure et domaine de corrélation sont indépendants, que le choix de la taille du domaine de corrélation pourra être influencé par la base de mesure. En effet, lors de la mesure du déplacement, on cherchera à avoir le plus d'informations possible en terme de niveaux de gris, c'est à dire un domaine de corrélation ayant une surface suffisante. On cherchera donc à avoir des domaines de corrélation les plus proches les uns des autres sans pour autant qu'ils se chevauchent (ce qui pourrait poser des problèmes lors de l'estimation des incertitudes car une partie de l'information utilisée dans un domaine serait utilisé par le domaine voisin dans la recherche du déplacement). Typiquement, pour un schéma d'intégration de type 2 (figure 3.2), un domaine de corrélation égale 1/2 de la base de mesure.

Le tenseur de déformation de Green-Lagrange  $\mathbf{E}^S(\mathbf{X})$  relatif à la surface S est

déduit de  $\mathbf{F}^S$  par la relation (3.8) dans laquelle  $\mathbf{F}$  est substitué par  $\mathbf{F}^S$ . On note qu'il n'est pas possible d'évaluer exactement les composantes  $\mathbf{E}^S(\mathbf{X})$  à partir des composantes dans le plan de  $\mathbf{F}^S$ . On peut seulement calculer les composantes dans le plan du tenseur des petites déformations :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{xx}^S &= F_{xx}^S - 1 \\ 2\varepsilon_{xy}^S &= F_{xy}^S + F_{yx}^S \\ \varepsilon_{yy}^S &= F_{yy}^S - 1\end{aligned}\tag{3.13}$$

Nous avons donc des hypothèses supplémentaires à faire afin d'estimer les trois composantes manquantes de ce tenseur. On supposera tout d'abord que l'axe normal au plan (x,y) est un axe principal de la déformation et qu'il n'y a pas de rotation hors plan, donnant ainsi  $\mathbf{F}_{zx} = \mathbf{F}_{zy} = 0$ .

Une hypothèse supplémentaire est nécessaire pour calculer  $\varepsilon_{zz}$ , trois choix peuvent être fait dans CMV :

- déformation plane,  $\varepsilon_{zz} = 0$ ,
- déformation isochore  $\varepsilon_{zz} = -(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy})$ ,
- déformation axisymétrique ,  $\varepsilon_{zz} = \varepsilon_1$  si  $|\varepsilon_1| < |\varepsilon_2|$ , et  $\varepsilon_{zz} = \varepsilon_1$  sinon. Avec  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  déformations principales dans le plan.

Connaissant les six composantes du tenseur des petites déformations, il peut être pratique de représenter la déformation déviatorique par un scalaire tel que la déformation équivalente au sens de von Mises :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}(\varepsilon^{\mathbf{dev}} : \varepsilon^{\mathbf{dev}})},\tag{3.14}$$

avec  $\varepsilon^{\mathbf{dev}}$  la partie déviatorique de  $\varepsilon$ . Pour notre étude, on fait l'hypothèse de déformation axisymétrique, la déformation au sens de von Mises s'exprime alors par :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{3}|\varepsilon_1 - \varepsilon_2|.\tag{3.15}$$

Ces définitions de gradient de déformation local et de tenseur de déformation, peuvent être étendues à des quantités relatives à n'importe quelle surface. Si l'on se place dans le cas de l'ensemble de la zone d'intérêt, on aura accès à la moyenne du gradient de déformation et de la déformation sur l'ensemble de cette zone. Les

courbes contrainte-déformation macroscopique présentées par la suite, sont calculées ainsi, la contrainte étant calculée classiquement à partir de la mesure de force et de la section initiale de l'échantillon. Si l'on se place dans le cas où la surface étudiée correspond à un grain, les composantes du gradient de déformation et de la déformation calculée seront celles du grain. Cette approche est utilisée et précisée au chapitre 5.

### 3.1.3 Évaluation des incertitudes

Comme toute mesure expérimentale, la mesure de champs par CIN comporte des incertitudes. Les erreurs qui en sont responsables peuvent être de natures différentes. Elles peuvent être dues soit aux défauts optiques des appareils et accessoires, soit à la technique de corrélation elle-même. Plusieurs études menées au LMS sur des géomatériaux (Dautriat et al., 2011; Yang et al., 2012) se sont intéressées à l'estimation et à la minimisation de ces erreurs. Du fait des très faibles déformations ( $< 1\%$ ) de certains matériaux tels que les carbonates et les argilites, la quantification des erreurs est une condition nécessaire à l'interprétation des résultats. Nous avons vu dans le chapitre précédent que notre matériau peut se déformer plastiquement largement au delà du pourcent, l'analyse des erreurs liées aux mesures de champs n'est donc pas aussi critique mais reste tout de même importante. On rappelle ici les principaux résultats d'études récentes au LMS.

Les incertitudes liées aux déplacements locaux, sont pour la plupart fonctions de la qualité d'acquisition des images. Pour les mesures optiques macroscopiques (caméra CCD), les erreurs sont relativement faibles et la plupart du temps dues à un déplacement hors plan, entraînant un changement de taille de la surface. Ces erreurs peuvent être corrigées par un petit calcul géométrique.

Les images acquises lors d'essais in-situ (4.3) dans un MEB, vont être entachées d'erreurs provenant de quatre sources principales (Doumalin, 2000) :

- le bruit inhérent à cette technique d'imagerie que l'on peut réduire, en réduisant les vitesses de balayage, afin d'amplifier et moyenniser le signal reçu par le capteur.
- la variation de grandissement, liée aux mouvements globaux de l'échantillon ;
- le balayage qui peut générer des sauts de lignes ou des rapports de forme de pixels incorrects ;
- la dérive du faisceau d'électrons, qui peut engendrer une distorsion d'image.

Une partie de ces erreurs peut être quantifiée en corrélant deux images acquises

à des temps différents sans imposer de déformation ou de déplacement à l'échantillon. Les déformations apparentes calculées par le logiciel permettent de quantifier le bruit de mesure minimum engendré par l'utilisation d'images MEB. Par un comparatif de mesures d'erreurs estimées par Hériprié (2006) sur un ancien MEB (FEI XL40) et sur un MEB plus récent (FEI Quanta600), Dautriat (2009) montre une nette réduction de ces erreurs, due essentiellement à l'amélioration de la carte de pilotage du faisceau (figure 3.3), et la réduction du bruit d'image. Nos essais sont réalisés sur le MEB que Dautriat (2009) a utilisé, avec la différence que nos images ont un meilleur contraste car on utilise comme marqueurs des microbilles d'or alors qu'il n'utilisait que le contraste naturel de ses échantillons. On estime donc que l'erreur maximale due au bruit d'image sera identique à celle qu'il a estimée.

D'autres erreurs viennent s'ajouter à celles définies ci-dessus. Des erreurs que l'on qualifie de systématiques entraînant l'apparition de bandes de moiré sur les cartes de déformation. Ce type d'erreur est lié à la nature du marquage, au mode d'échantillonnage du signal et à la méthode d'interpolation des niveaux de gris sur le domaine de corrélation pour des calculs de déplacements de points sub-pixels. Cette erreur est maximale lorsque le déplacement d'un point approche la valeur d'un pixel entier et dépend de la partie fractionnaire du déplacement exprimé en pixel. Cette erreur dépend de la qualité de l'interpolation et du contraste local dans le domaine de corrélation. Elle peut être minimisée grâce à une méthode permettant de quantifier cette erreur (Yang et al., 2012) et qui permet de choisir les meilleures conditions expérimentales. Cette méthode permet d'identifier les meilleurs éclairages, ouverture de diaphragme et type de marquage qui minimiseront cette erreur pour chaque matériau.

## 3.2 Hétérogénéité macroscopique

Cette partie présente les résultats obtenus par les mesures de champs à une échelle macroscopique qui est celle de tout l'échantillon. Pour cela, on considère des échantillons de taille centimétrique (1 à 3 cm de côté), contenant plusieurs milliers de grains dans le volume. On cherche ici à voir si les différentes microstructures (taille de grains, distribution de taille de grains, morphologie) vont influencer le champ de déformation macroscopique.

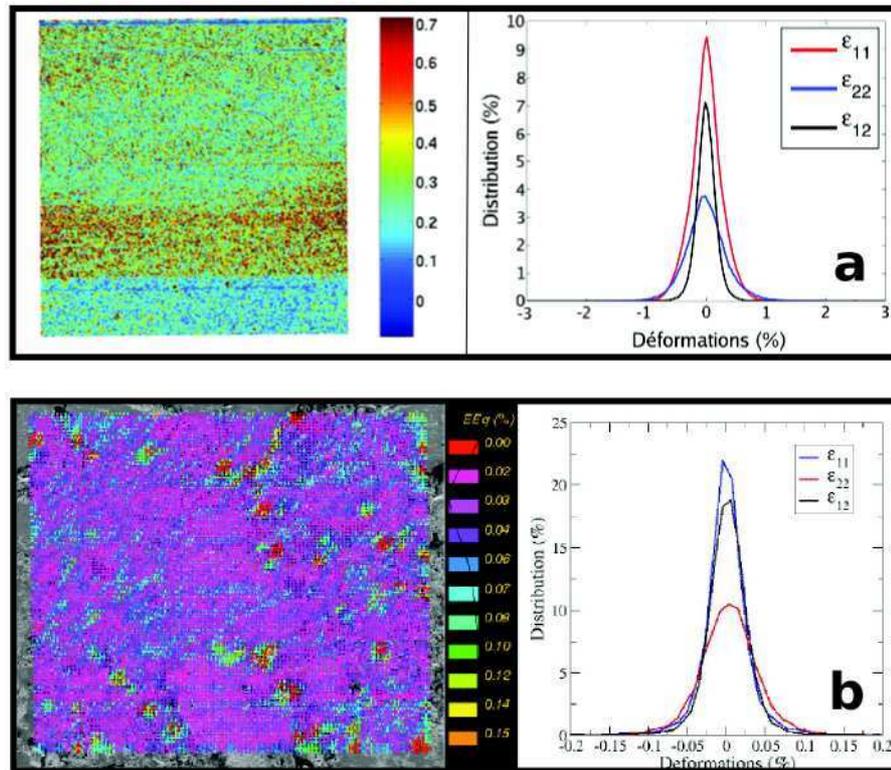


FIG. 3.3 – Résultats de la corrélation de deux images obtenues sur un MEB sans translation ni déformation. Cartographie des déformations équivalentes et distribution des composantes de la déformation. a) Résultats obtenus par Héripéré (2006) sur un MEB XL40 filament tungstène. b) Résultats obtenus par Dautriat (2009) sur un MEB FEG Quanta600 (NB : les échelles sont différentes sur les deux graphiques d'un facteur 10).

### 3.2.1 Protocole expérimental

Les essais mécaniques réalisés sont des essais de compression uniaxiale, comme ceux présentés au chapitre 2. On se propose ici, de décrire l'installation et le matériel d'acquisition d'images utilisé. La presse de capacité 10 kN, décrite au chapitre 2, est équipée de deux caméras optiques permettant l'acquisition d'images numériques : une caméra CCD "macroscopique" permettant de visualiser l'intégralité de l'échantillon et une caméra CCD "microscopique" permettant une étude plus locale que nous n'avons pas utilisée.

La caméra macroscopique est une caméra de marque JAI de type AM-1600 GE. Il s'agit d'une caméra 16 mégapixels avec un capteur monochrome de 43.3 mm de diagonale ( $24 \times 36$  mm) donnant une taille d'un pixel sur la cellule de  $7.4 \mu\text{m}$ . Cette caméra est équipée d'un objectif de marque Schneider et de type Makro-Symmar 5.6/120. Il s'agit d'un objectif de grandissement nominal X1 permettant des grossissements compris entre 0.88X et 1.13X. Il est associé à un tube de type Makro unifoc 100/77. Ce montage optique a été réglé afin de voir l'ensemble de l'échantillon, donnant une taille de pixel de  $6 \mu\text{m}$ . La caméra est posée sur une platine manuelle de déplacement de précision micrométrique suivant l'axe d'observation permettant une mise au point précise. L'acquisition des images se fait avec un logiciel développé au laboratoire sous labview, permettant l'acquisition d'images en 8 bits ou 16 bits avec un pas de temps donné.

Le premier échantillon (section suivante : matériau brut) a été testé sur un autre dispositif que celui présenté ci-dessus car il s'agit du premier échantillon testé et le dispositif n'était pas encore en fonctionnement. L'essai est réalisé sous une presse électro-mécanique d'une capacité de 100 kN et les images sont acquises avec une caméra CCD macroscopique, IMPERX, équipée du même capteur que la caméra JAI, ayant une taille de pixel de  $7.4 \mu\text{m}$ . Pour plus de détail, le lecteur pourra se référer à Yang et al. (2011). L'échantillon quant à lui présente une forme spéciale, il s'agit d'un cylindre de 29 mm de hauteur et 23.45 mm de diamètre avec deux méplats diamétralement opposés de 15 mm de largeur pour l'observation.

Une fine couche de Téflon est appliquée entre chaque piston et l'échantillon afin de lubrifier l'interface et minimiser les forces de friction.

## 3.2.2 Champs de déformations

### 3.2.2.1 Matériau brut : bi-modal

Les champs de déformation présentés ont été calculés avec une base de mesure de  $222 \mu m$  (espacement entre points de mesure de 15 pixels pour une taille de pixel de  $7.4 \mu m$  et schéma d'intégration 2 (figure 3.2)). Le marquage est un mouchetis de peinture noire de fines particules de peinture comprises entre 60 et  $200 \mu m$  de diamètre. Les images utilisées pour la corrélation sont codées en 16 bits et ont une résolution de  $4872 \times 3248$  pixels.

Les résultats présentés (figure 3.5) montrent l'évolution du champ de déformation au cours d'une compression uniaxiale. La courbe macroscopique présentée est obtenue en calculant la déformation par le logiciel CMV. Le contour considéré est l'ensemble de la zone étudiée correspondant à l'ensemble du méplat. Cette courbe est préférée à celle obtenue par les capteurs de déplacement de la presse, car elle s'affranchit de la mise en place de l'échantillon, mais surtout car elle résulte d'un calcul de la déformation et pas seulement d'une mesure de déplacement de traverse (figure 3.4). Les résultats présentés sur les cartes de déformations, correspondent à une déformation équivalente au sens de von Mises (3.14) avec une hypothèse de déformation axisymétrique. L'essai mécanique de déformation uniaxiale a été réalisé avec une vitesse de déplacement des pistons constante de  $1 \mu m/s$  sur un échantillon de longueur initiale égale à 23,45 mm, ce qui correspond à une vitesse de déformation de  $4,3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$  dans l'hypothèse d'une déformation axiale homogène.

La première observation que l'on peut faire au vu de ces cartes de déformation est l'hétérogénéité du champ de déformation calculé. On peut en effet observer une localisation de la déformation en bandes qui forment un réseau dense et qui vont s'intensifier tout au long du chargement.

On notera aussi deux zones non déformées aux extrémités de l'échantillon, dues à la friction entre ce dernier et les pistons. Cette friction a pour effet de limiter la déformation aux extrémités de l'échantillon et de l'intensifier vers son centre, ce qui entraîne la mise en forme de barillet. Ce type de déformation est classique lors d'un essai de compression uniaxiale même avec la présence de Téflon aux interfaces.

Cantonons nous maintenant à la zone centrale de l'échantillon, où l'on peut observer un réseau de bandes de déformation séparées par des zones non déformées. Il est important ici de relier base de mesure et microstructure (taille de grains) afin d'avoir une idée pertinente de l'échelle d'observation et de calcul. La déformation

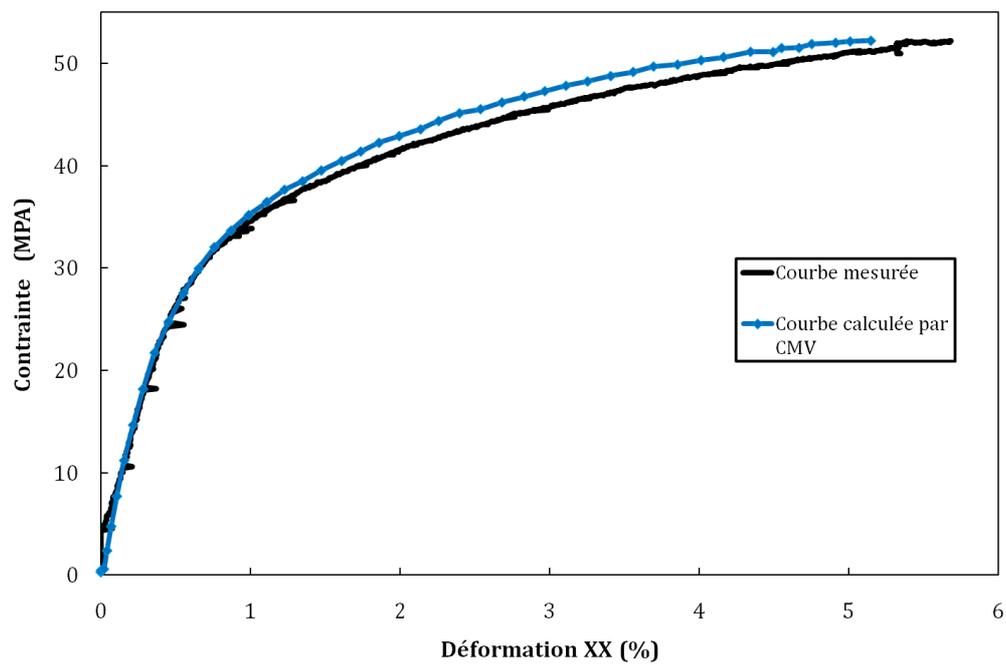


FIG. 3.4 – Comparaison de courbes contrainte déformation. En noir la déformation correspond a un raccourcissement dans l'axe de compression mesuré par le capteur LVDT. En bleu, la déformation est calculée par CMV.

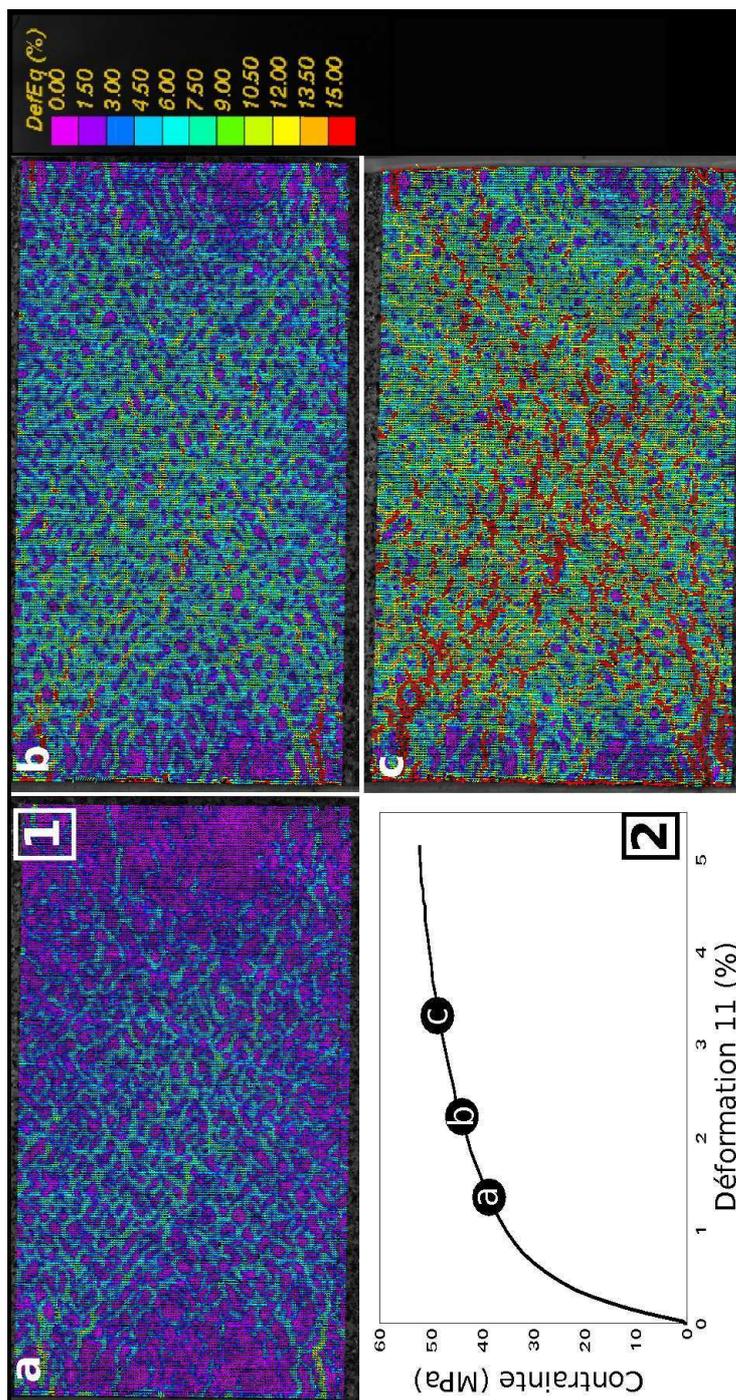


FIG. 3.5 – Matériau brut : 1) Carte de déformation calculées par CMV (déformation équivalente au sens de von Mises) à trois étapes de chargement (a,b,c) notées sur la courbe en (2). 2) Courbe macroscopique contrainte-déformation calculée par CMV. L'axe de compression est horizontal dans le sens de l'image.

locale est calculée avec une base de mesure de  $222 \mu m$ , inférieure à la dimension caractéristique du Volume Élémentaire Représentatif (VER) (qui sera précisé à la section 3.2.3) pour ce matériau. On peut donc observer les effets de la microstructure sur les champs de déformation calculés. Avec l'augmentation du chargement, on voit se dessiner peu à peu une localisation de la déformation plus marquée en deux très larges bandes de localisation, elles sont elles aussi caractéristiques d'un essai de compression uniaxial. Elles concentrent l'endommagement et préfigurent d'une rupture macroscopique. Une observation précise à l'étape (c) révèle de nombreuses micro-fissures d'extension (en rouge sur la carte) parallèles à la direction de compression. Ces fissures qui apparaissent séparément, s'organisent en réseau et se rejoignent provoquant une rupture macroscopique généralisée.

### 3.2.2.2 Matériau à gros grains

Les champs de déformations présentés ici pour le matériau à gros grains et le matériau à grains fins, ont été calculés de la même façon : une base de mesure de  $240 \mu m$ , un espacement entre points de mesure de 20 pixels pour une taille de pixel de  $6 \mu m$  et schéma d'intégration 2 (figure 3.2). Pour le marquage, on applique un mouchetis de peinture noire à l'aide d'un aérographe, permettant de déposer de très fines particules de peinture comprises entre 30 et  $150 \mu m$  de diamètre. Les images utilisées pour la corrélation sont codées en 8 bits et ont une résolution de  $4872 \times 3248$  pixels.

L'échantillon a une taille de  $10.05 \text{ mm} \times 10.79 \text{ mm} \times 16.69 \text{ mm}$  et est déformé avec une vitesse de déplacement de  $0.1 \mu m/s$  correspondant à une vitesse de déformation de  $5,9 \cdot 10^{-5} s^{-1}$  (pour un essai homogène).

Les champs de déformation observés pour le matériau à gros grains (figure 3.6) montrent un champ de déformation hétérogène organisé en réseau de bandes de déformations et zones non-déformées. Une localisation de bandes macroscopique est aussi observée. Les différences observées pour cette microstructure par rapport au matériau brut tiennent dans la localisation de la déformation qui est plus marquée avec des bandes de déformations plus larges et plus espacées que pour le matériau précédent. Cela peut être expliqué par une taille de grains plus grande qui permettrait l'expression de l'hétérogénéité à une échelle plus large. Une étude à l'échelle de la microstructure s'avère donc nécessaire pour confirmer cette première hypothèse d'un lien entre la taille de grain et l'échelle caractéristique de l'hétérogénéité locale

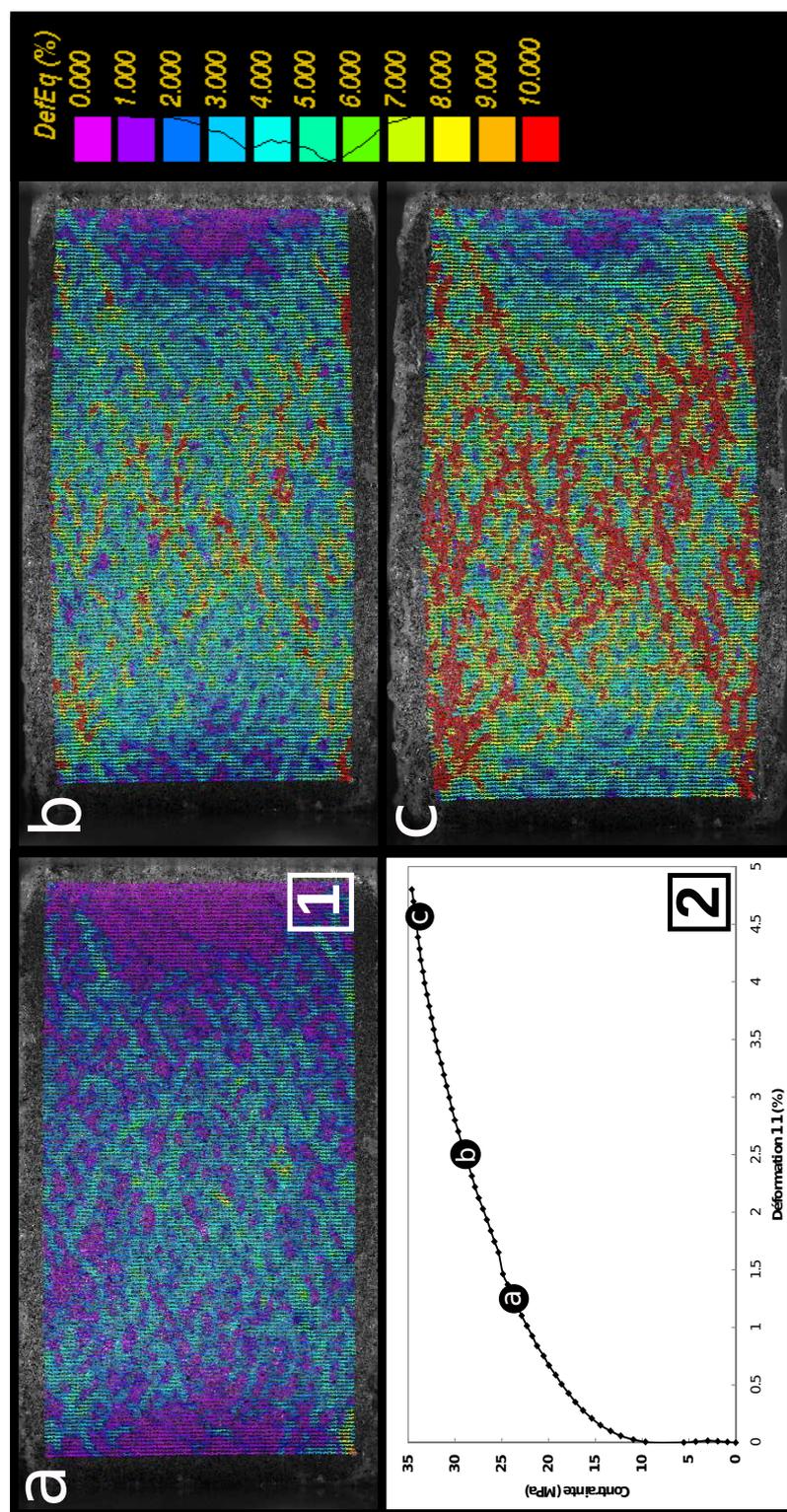


FIG. 3.6 – Matériau à gros grains : 1) Carte de déformation calculées par CMV (déformation équivalente au sens de von Mises) à trois étapes de chargement (a,b,c) notées sur la courbe en (2). 2) Courbe macroscopique contrainte-déformation calculée par CMV. L'axe de compression est horizontal dans le sens de la figure.

de la déformation.

### 3.2.2.3 Matériau à grains fins

Ce matériau présentant une microstructure plus fine avec des grains de cinq à dix fois moins gros, permet de mettre en évidence un effet d'échelle. En effet, nous avons commencé cette partie en précisant que pour tous les calculs de déformations, nous avons conservé la même base de mesure. Or, si pour les deux microstructures précédentes, le calcul local s'effectuait sur quelques grains (deux ou trois en moyenne), pour ce cas ci, le calcul englobe une dizaine de grains. L'influence individuelle de chaque grain ne va donc pas être prise en compte dans le calcul. Le résultat du calcul local est ainsi une moyenne sur un nombre de grains relativement important. Le résultat obtenu est un champ de déformation relativement homogène excepté aux bords, où la friction entre pistons et échantillon est toujours présente.

Ces résultats macroscopiques montrent donc un comportement différent selon la microstructure. En effet, pour une même base de mesure, nous avons pu voir une hétérogénéité très marquée du champ de déformation pour le matériau à gros grains, et un champ de déformation quasiment homogène pour le matériau à grains fins. De plus, le matériau à gros grains est plus sensible à la micro-fracturation qui entraîne la rupture. Cette dépendance du champ de déformation sur la microstructure nécessite une étude microscopique plus locale afin de mettre en évidence les différents mécanismes et comprendre l'origine des différences observées.

### 3.2.2.4 Mise en évidence des effets de vitesse de déformation par la Corrélation d'Image Numérique.

En parallèle à l'étude rhéologique du chapitre 2, la corrélation d'images nous permet aussi de mesurer les effets de vitesse de déformation sur nos matériaux. Les courbes calculées par corrélation d'image ainsi que les cartes de déformation associées, nous permettent de confirmer les résultats du chapitre 2 (effets visqueux du matériau) et de montrer l'apport visuel que peut apporter la CIN. A la différence du chapitre 2, les courbes calculées par CMV, montrent une déformation équivalente "vraie" au sens mécanique. Elles montrent le même type de résultats, c'est à dire une déformation plus importante pour des vitesses faibles pour un même niveau de chargement. Les cartes de déformations apportent une illustration des courbes calculées.

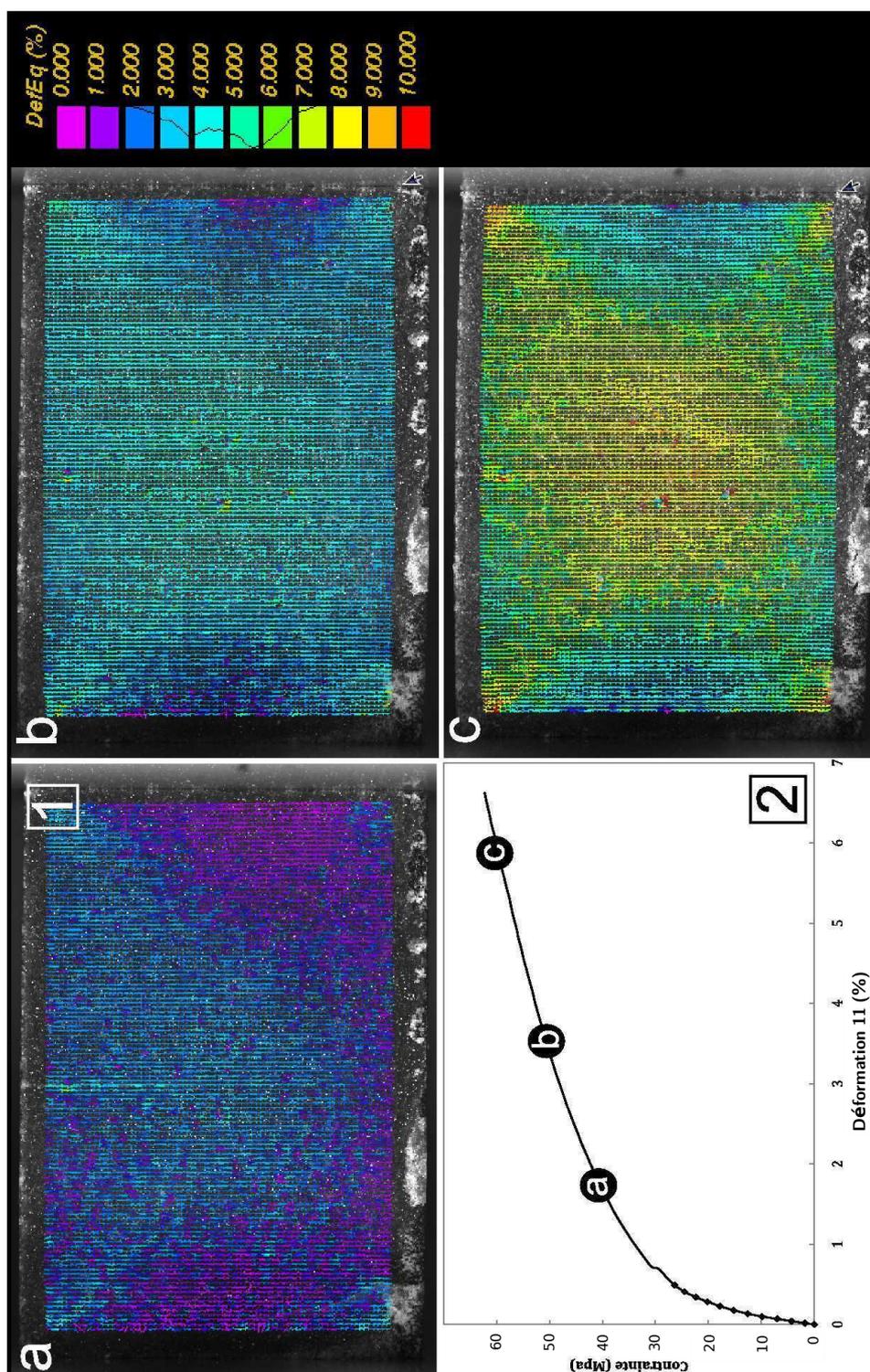


FIG. 3.7 – Matériau à grains fins : 1) Carte de déformation calculées par CMV (déformation équivalente au sens de von Mises) à trois étapes de chargement (a,b,c) notées sur la courbe en (2). 2) Courbe macroscopique contrainte-déformation calculée par CMV. L'axe de compression est horizontal dans le sens de la figure.

Pour le matériau bi-modal (figure 3.8) qui semble le plus affecté par le changement de vitesse, on voit clairement des différences apparaître pour une même contrainte. La vitesse la plus élevée (a), entraîne une localisation de la déformation en bandes de cisaillement par rapport à la compression, présage d'une rupture macroscopique. Ce résultat nous renseigne aussi sur le fait que la vitesse de déformation était sans doute trop élevée, privilégiant un comportement plus fragile que ductile. A l'inverse, la vitesse la plus lente (c) résulte en un champ de déformation hétérogène plus intense sur toute la surface de l'échantillon, sans montrer une localisation en bandes macroscopiques. On note que les cartes a et b présentent une bande verticale de localisation de la déformation correspondant à des fissurations.

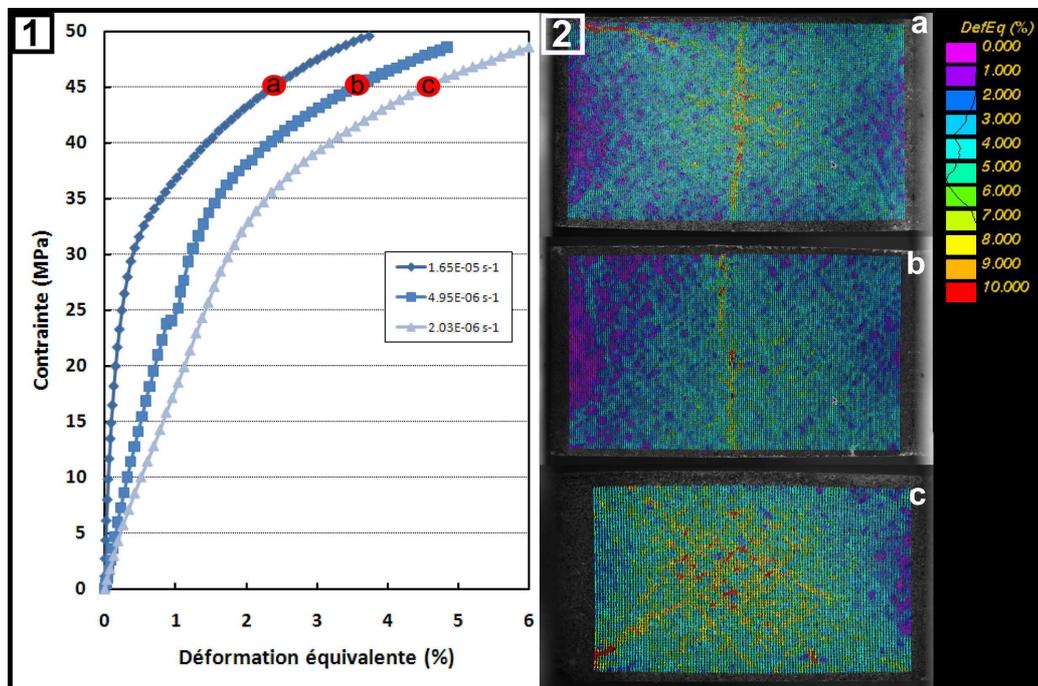


FIG. 3.8 – Effets de la vitesse de déformation sur le matériau bi-modal a) plus rapide, c) plus lent. 1) Courbes contraintes-déformation pour trois vitesses différentes. 2) Champs de déformation calculés pour une contrainte de 45 MPa. La compression est horizontale.

Nous n'avons fait des essais qu'à deux vitesses différentes pour le matériau à gros grains (figure 3.9). Il en ressort les mêmes résultats : une déformation totale plus importante pour le matériau déformé plus lentement, et une localisation plus marquée de l'endommagement pour le matériau déformé plus rapidement.

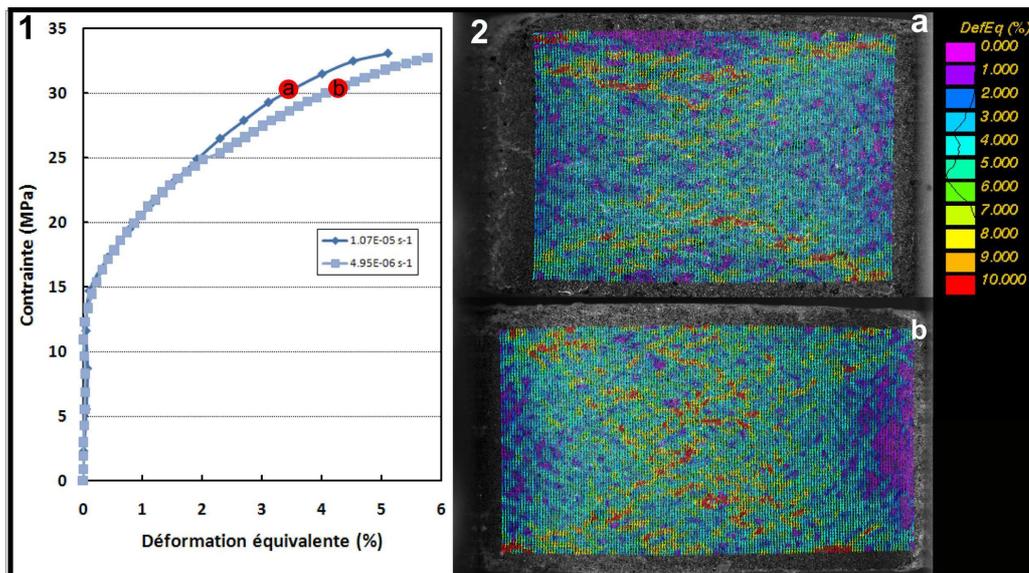


FIG. 3.9 – Effets de la vitesse de déformation sur le matériau à gros grains a) plus rapide, c) plus lent. 1) Courbes contraintes-déformation pour trois vitesses différentes. 2) Champs de déformation calculés pour une contrainte de 30 MPa. La compression est horizontale.

Pour le matériau à grains fins on ne voit pas de différence entre les deux vitesses les plus élevées, on constate tout de même une déformation plus importante sur toute la surface de l'échantillon pour la plus faible vitesse (figure 3.10).

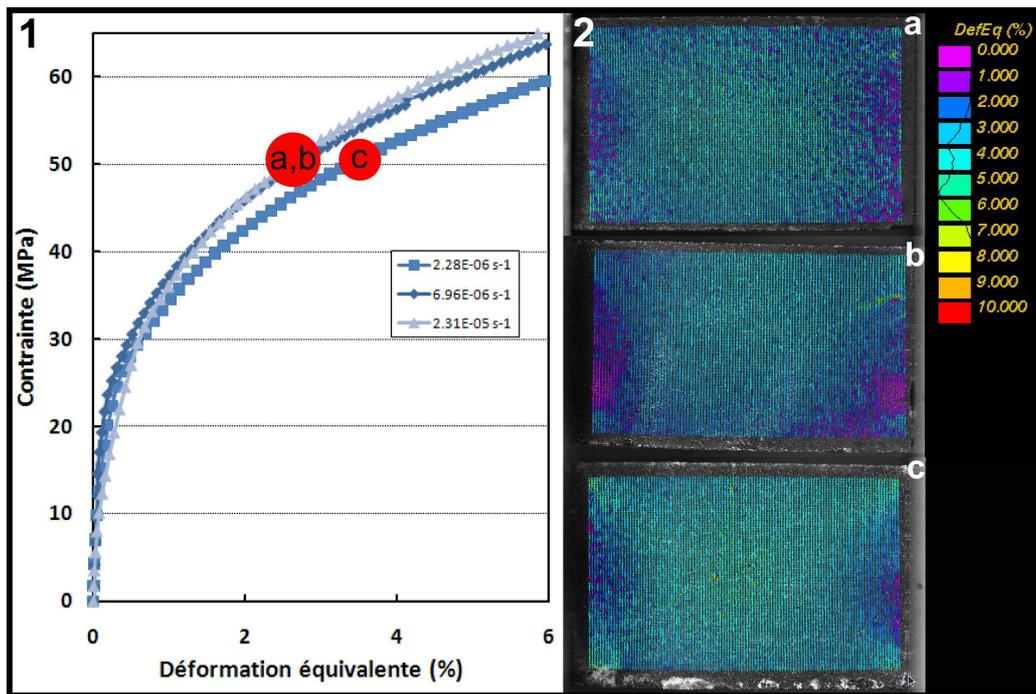


FIG. 3.10 – Effets de la vitesse de déformation sur le matériau à grains fins a) plus rapide, c) plus lent. 1) Courbes contraintes-déformation pour trois vitesses différentes. 2) Champs de déformation calculés pour une contrainte de 50 MPa. La compression est horizontale.

### 3.2.3 Séparation d'échelles : Estimation de la taille du Volume Élémentaire représentatif

Les résultats précédents illustrent bien les effets d'échelles d'observation et de mesures, c'est-à-dire que si l'on mesure une déformation avec une base de mesure suffisamment grande ( $>$  taille du VER) on obtiendra un champ de déformation homogène (figure 3.11). Le VER est un concept central dans l'analyse micromécanique des matériaux. Une revue bibliographique des différentes définitions proposées peut être lue dans Salmi et al. (2012). Ce que l'on essaye de réaliser dans cette partie, c'est un outil de quantification de ces effets qui puisse donner une estimation de la taille du VER. L'idée est d'augmenter petit à petit la base de mesure jusqu'à obtenir en chacun des points de mesure le même calcul de déformation et ainsi estimer la surface élémentaire représentative à partir de laquelle la réponse du matériau sera la même sur tout l'échantillon. On pourra extrapoler cette surface au volume (VER). La figure 3.11 montre le calcul d'un champ de déformation en déformation

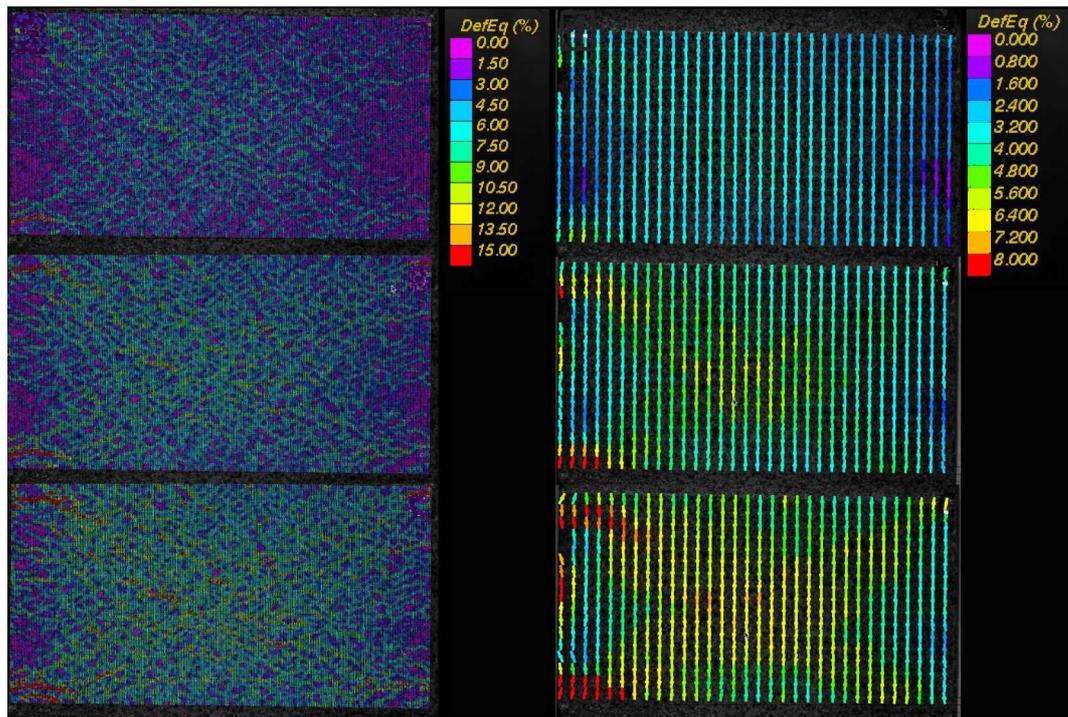


FIG. 3.11 – Exemple d’augmentation de base de mesure sur un même essai pour le matériau brut. A gauche la base de mesure est de  $222 \mu m$ . A droite la base de mesure est de  $1776 \mu m$ .

équivalente pour un même essai mais avec une base de mesure différente. On passe d’une base de mesure égale à  $222 \mu m$  qui permet de mesurer les effets de la microstructure, à une base de mesure égale à  $1776 \mu m$  qui moyenne la déformation sur de nombreux grains.

Afin d’estimer un VER pour les trois microstructures étudiés, nous avons fait différents calculs avec différentes bases de mesures. Nous représentons les mesures de déformations locales dans des histogrammes. Un histogramme étalé illustrera un champ de déformation hétérogène et un champ homogène présentera un histogramme serré. Dans un souci visuel mais statistiquement juste, les histogrammes présentés figure 3.12, sont des histogrammes à classes variables c’est à dire des histogrammes dont les classes n’ont pas toutes la même largeur. On représente aussi l’évolution de l’écart type des histogramme où l’on prend une limite de 10 % pour considérer qu’on a un VER. Cette approche montre que l’on pourra considérer pour le matériau à gros grains un VER à partir d’une taille supérieure à  $2000 \mu m$ , pour le matériau brut une taille supérieure à  $1500 \mu m$  et pour le matériau à grains fins

une taille supérieure à  $100 \mu m$ .

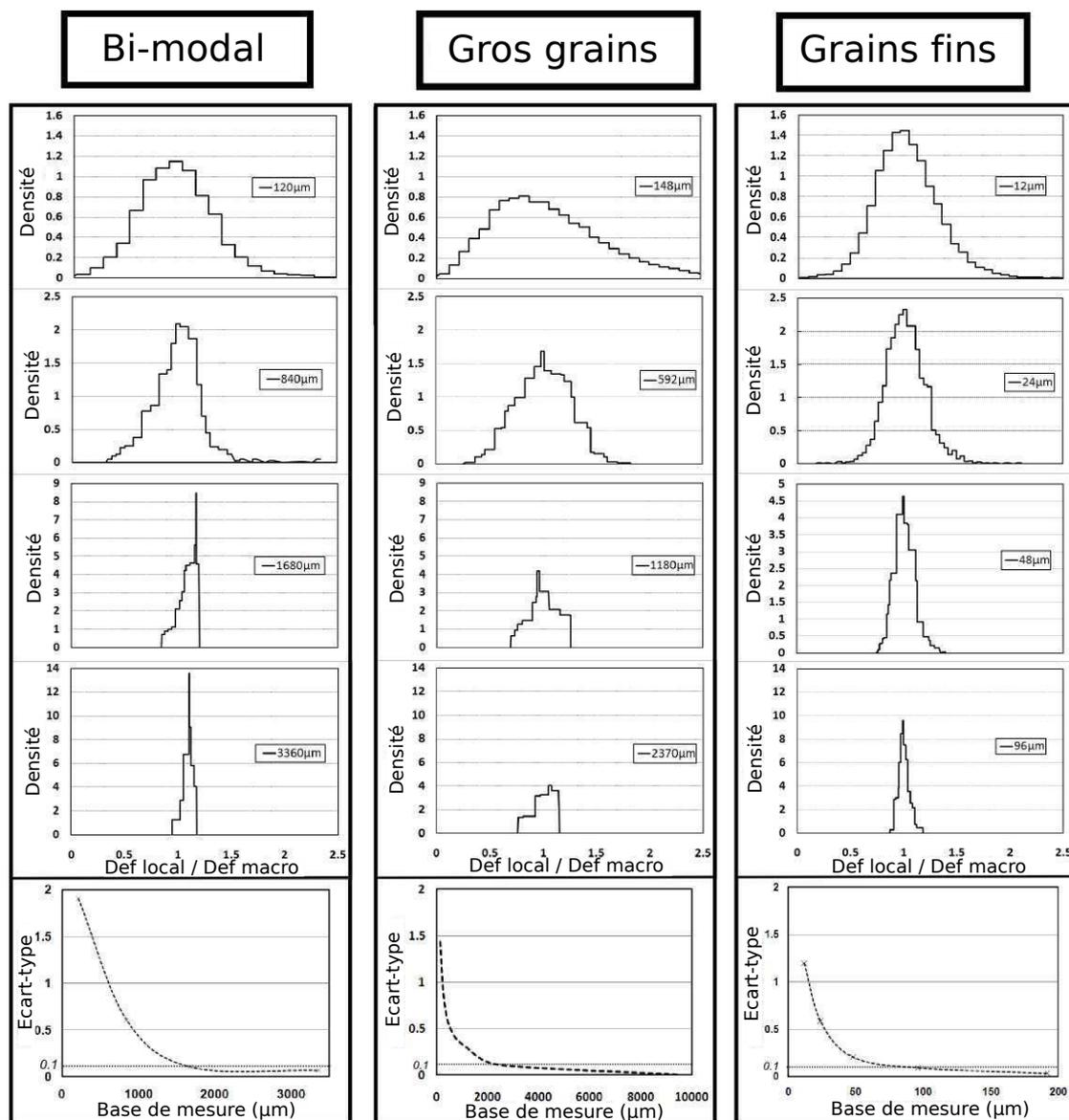


FIG. 3.12 – Évolution des histogrammes à classes variables en fonction de la base de mesure pour chacune des microstructures. Évolution des écarts-types de chacun des histogrammes pour les différentes microstructures.

## 3.3 Échelle microscopique

L'échelle macroscopique nous a montré une hétérogénéité des champs de déformations, que l'on suppose due à la microstructure. Il apparaît donc nécessaire de descendre d'une échelle d'observation, afin d'identifier les mécanismes qui régissent la déformation plastique. La partie qui suit présente des essais micro-mécaniques sous MEB permettant l'acquisition d'images de haute résolution durant l'essai. On utilise la technique de corrélation d'images pour calculer les champs de déformation locaux, mais aussi identifier les différents mécanismes de déformation pour les différentes microstructures.

### 3.3.1 Protocole expérimental

On décrit tout d'abord le système d'imagerie utilisé puis le dispositif permettant l'essai mécanique de compression réalisé dans le MEB.

#### 3.3.1.1 Microscope Électronique à Balayage (MEB) et acquisition d'images

Le Microscope Électronique à Balayage (MEB) utilisé pour l'acquisition des images est un modèle Quanta 600 environnemental FEG (canon à émission par effet de champ) développé par FEI. Le principe d'un MEB repose sur l'émission d'un faisceau primaire d'électrons émis par un canon à électrons (dans notre cas un canon à émission par effet de champ) fortement accéléré par des tensions pouvant aller de 0.2 à 30 kV. Ce faisceau est focalisé sur la surface de l'échantillon, une partie des électrons est absorbée par le matériau et une autre partie est réémise sous différentes formes. Les deux principaux types d'électrons réémis qui nous intéressent sont les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés (figure 3.13). Les électrons secondaires sont des électrons issus de chocs inélastiques entre les électrons du faisceau primaire et les électrons des atomes proches de la surface, qui provoquent l'éjection d'électrons de faible énergie ( $\sim 50eV$ ). Ils sont émis dans des couches atomiques proches de la surface et ont une faible énergie. Une petite différence de potentiel pourra les dévier en grand nombre vers un capteur (Everhardt Thornley) et on obtiendra ainsi une image de bonne qualité. Ces électrons sont sensibles aux variations de surface, ce qui modifiera la quantité d'électrons collectés. Ils nous renseigneront donc sur la topographie de l'échantillon.

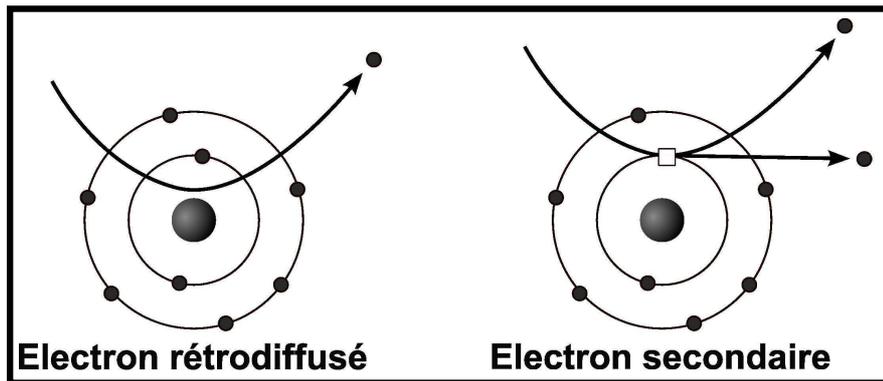


FIG. 3.13 – Illustrations des deux types d'électrons utilisés en imagerie MEB.

Le second type d'électrons qui nous intéresse sont les électrons rétrodiffusés. Ils sont issus de l'interaction élastique entre les électrons du faisceau primaire et des atomes de notre échantillon. Ils réagissent de façon quasi-élastique et sont réémis avec une très faible perte d'énergie. Ces électrons sont sensibles au numéro atomique des atomes de l'échantillon et vont nous renseigner sur la composition chimique de l'échantillon en fournissant un contraste de phase. En effet, les atomes les plus lourds réémettront plus d'électrons que les légers créant ainsi un contraste. Ces deux types d'électrons sont récupérés par des capteurs différents. L'acquisition des images se fait par le balayage de la surface de l'échantillon par le faisceau avec un pas que l'on pourra définir, chaque pixel sur l'image créée correspondant à un point de balayage du faisceau.

Notre matériau étant monphasé, et le signal étant meilleur avec les électrons secondaires, toutes les images présentées pour les essais micro-mécaniques, sont des images acquises en électrons secondaires (SE). Pour les matériaux non-conducteurs, des électrons primaires s'accumulent à la surface, il convient donc de les évacuer pour éviter des problèmes de charge (problèmes liées à l'interaction entre électrons émis et électrons présents à la surface de l'échantillon) qui altèrent la qualité des images. Pour les matériaux conducteurs, les électrons sont directement évacués. Pour les géomatériaux, on métallise la surface de l'échantillon afin de la rendre conductrice. Le MEB Quanta 600 peut être utilisé en low vacuum (pression résiduelle contrôlée) et environnemental (quelques centaines de Pascals). Ce mode permet de travailler dans un "mauvais" vide (quelques dizaines de Pascal), permettant de faire des images sans métalliser les échantillons non-conducteurs. Ce mode

peut s'avérer très pratique dans certains cas, mais les images sont plus bruitées. Les résultats présentés dans cette partie ont donc tous été obtenus en mode "normal" (non environnemental) avec une métallisation de la surface à l'or.

La CIN nous oblige à faire les meilleures images possibles afin de réduire les incertitudes, notamment liées aux fluctuations de contraste. On va ici faire la liste des réglages du MEB à effectuer pour obtenir la meilleure image. On peut faire varier la taille du faisceau incident, la vitesse de balayage et la tension d'accélération :

- La taille du faisceau va déterminer la zone que l'on appelle taille de sonde sur laquelle les électrons vont renvoyer l'information. On peut gérer plusieurs paramètres pour jouer sur celle-ci, l'ouverture du diaphragme ou bien la taille de spot. Plus grande sera la taille de sonde, plus important sera le signal, ce qui permettra d'augmenter le rapport signal/bruit. Néanmoins, si la taille de sonde est trop élevée, on va tendre à réduire la résolution de l'image et augmenter les effets de charge.

- La vitesse de balayage, va conditionner le temps d'exposition du faisceau par point de mesure c'est à dire par pixel. Le MEB Quanta 600 permet des vitesses de balayage allant de 100 ns/px à 1 ms/px. Typiquement des vitesses entre 30 et 60  $\mu s$ /px ont été utilisées pour cette étude.

- La résolution en pixel indiquant le pas du balayage pourra aussi être réglée, avec pour résolution maximale, 4096 x 3775 pixels.

Le MEB nous donne un histogramme des niveaux de gris de l'image que l'on va essayer d'avoir le plus large possible en jouant sur le contraste et la brillance afin d'éviter la saturation de l'image et la discrétisation des niveaux de gris.

Pour les essais présentés dans la section suivante, les échantillons ont été métallisés à l'or pour acquérir des images en "vide secondaire". Les conditions d'acquisition, sont :

- résolution maximale : 4096 x 3775 pixels ;
- ouverture de diaphragme 5 et taille de spot 3.5 ;
- vitesse de balayage : 30  $\mu s$ /px.

### 3.3.1.2 Essais micromécaniques

Des essais mécaniques peuvent être réalisés à l'intérieur du MEB. On va alors pouvoir observer les mécanismes de déformations à une échelle très fine ( $\mu m$ ) lors de la déformation. Nous avons effectué des essais de compression uniaxiale. Pour cela, on utilise une micro-presse mise au point au laboratoire. Il s'agit d'une presse

dont la capacité peut varier selon les capteurs de 10 N à 5000 N. Elle est pilotée en déplacement, mesuré par un capteur de déplacement axial (LVDT) de précision micrométrique. La vitesse de déplacement lors des chargements ne peut pas être inférieure à  $1 \mu m.s^{-1}$ .

Une amélioration permet à cette presse d'être équipée d'un four (figure 3.14). Il s'agit d'une résistance chauffante ayant une capacité de chauffage jusqu'à  $1000^\circ C$ . Cette résistance est protégée par une couche de tissus en fibres de céramique pour l'isolation thermique qui est elle même recouverte d'un bouclier thermique, le tout formant l'enceinte chauffante. Celle-ci est percée en son sommet d'un trou de diamètre d'environ 1 mm, permettant l'observation d'une partie de la surface supérieure de l'échantillon au MEB. Un autre trou, plus fin est placé sur le coté, pour permettre le passage d'un thermocouple qui assure le contrôle de la température à l'intérieur de l'enceinte. La température du four est régulée en contrôlant la puissance fournie par la résistance.

Plusieurs tests ont été réalisés afin de connaître la différence entre la température donnée par la résistance et la température mesurée par le thermocouple. Il apparait que lorsque la température de la résistance est de  $550^\circ C$ , la température à l'intérieur de l'enceinte est de  $450^\circ C$ . Une perte d'environ  $100^\circ C$  est due à la mauvaise isolation du four (trou d'observation, fuite au niveau des pistons). Un autre test a été effectué afin de savoir si le bouclier thermique était suffisamment efficace pour la protection de la colonne du MEB. Nous avons placé un thermocouple au niveau de la sortie d'observation et mesuré la température. Il s'avère qu'à  $550^\circ C$  (température résistance), la température mesurée en sortie n'est que d'une centaine de degrés ce qui semble raisonnable pour son utilisation dans le MEB. Notre étude ne nécessitant pas de température plus élevée, nous n'avons pas fait des mesures à plus haute température. Il semblerait tout de même que pour des températures plus élevées, il faudrait soit améliorer le bouclier thermique du four, soit protéger la colonne du MEB.

### **3.3.2 Identification des micromécanismes de déformation par corrélation d'images numériques**

Deux types d'essais ont été réalisés dans le MEB. Des essais de compression sont faits à température ambiante sur les différentes microstructures, afin d'identifier les mécanismes de déformation plastique et d'étudier l'influence de la microstructure

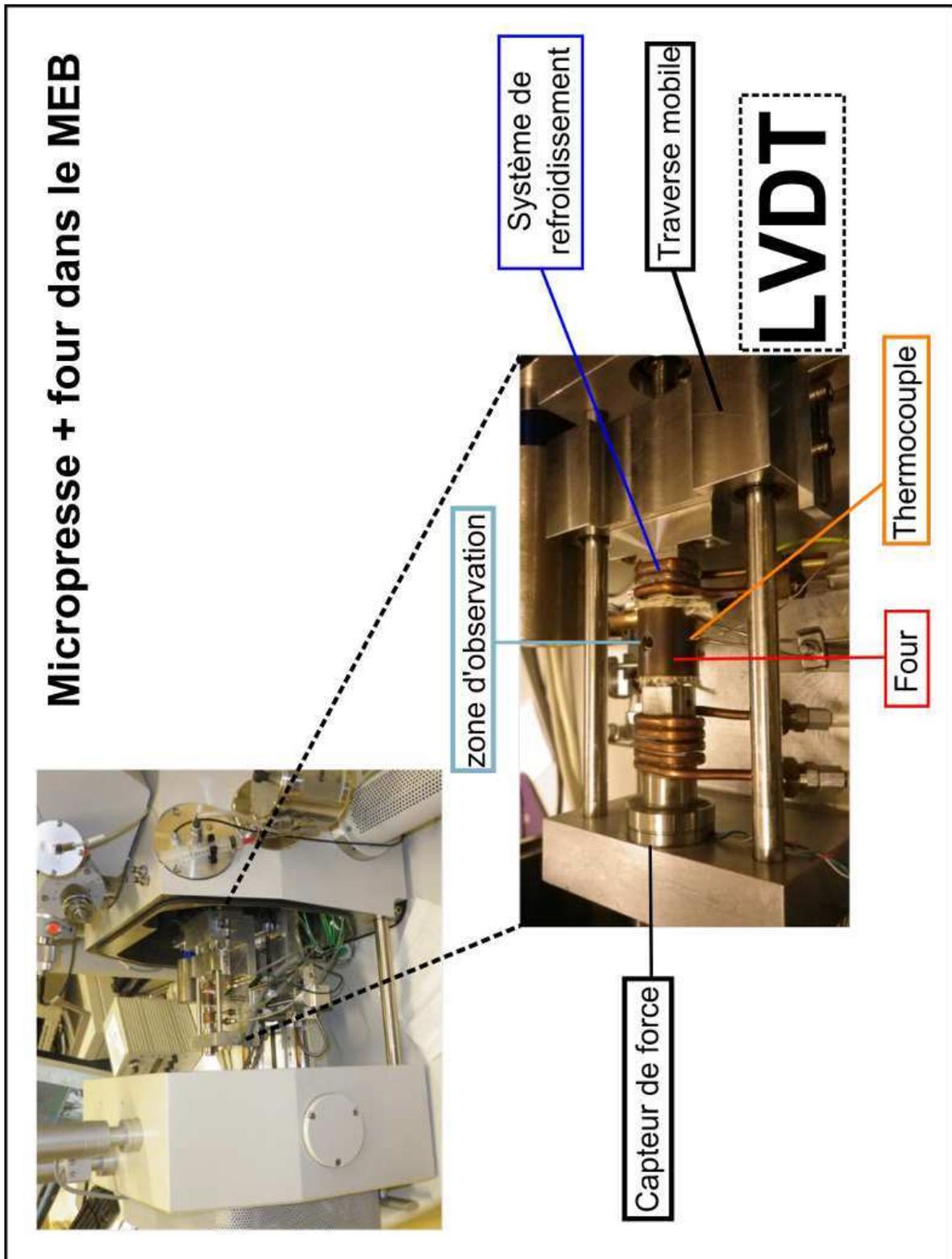


FIG. 3.14 – Schéma de l'installation de la micro-pressée équipée d'un four dans le MEB Quanta600.

sur le déclenchement de ces mécanismes et sur les champs de déformation qu’ils entraînent. De plus, des essais de compression à chaud sont réalisés. Ceux-ci ont été les premiers à mettre en oeuvre les dispositifs du four et ont nécessité de nombreux réglages afin d’obtenir des images de bonne qualité. On présente ces derniers résultats pour une seule microstructure.

### **3.3.2.1 Essais à Température ambiante : Influence de la microstructure**

**Matériau à gros grains** Ce matériau est étudié à deux échelles différentes :

- une échelle mésoscopique (quelques mm). Les calculs sont réalisés sur une surface ayant quasiment la taille du VER avec une base de mesure fine, permettant ainsi d’observer les mécanismes et les interactions entre les grains. L’étendue importante de la zone d’analyse garantit une bonne représentativité statistique des mécanismes observés.
- une échelle locale, un point triple ( $\sim 100\mu m$ ) qui permet d’identifier les mécanismes de déformation.

Les champs de déformations calculés pour le matériau à gros grains ont pour base de mesure :

- échelle mésoscopique : base de mesure =  $8\mu m$ , avec un espacement entre points de mesure de 10 pixels pour une taille de pixel =  $0.4\mu m$  et un schéma d’intégration 2 (figure 3.2).
- échelle locale (Point triple) : base de mesure =  $1.6\mu m$ , avec un espacement entre points de mesure de 40 pixels pour une taille de pixel =  $0.02\mu m$  et un schéma d’intégration 2.
- un marquage aux micro-billes d’or est utilisé pour mesurer les déplacements.

Deux types de mécanismes de déformations sont observés à l’échelle mésoscopique (figure 3.15). La déformation plastique intracristalline (figure 3.16) est révélée en imagerie MEB par des lignes de glissement à la surface (figure 3.17) et en CIN par l’apparition de bandes rectilignes et étroites de déformation à l’intérieur des grains. De surcroît, un mécanisme de glissement aux joints (mouvement relatif des grains adjacents) est révélé par la CIN. Cette échelle nous renseigne aussi sur l’importance des orientations cristallographiques des grains lors de la déformation plastique. En effet, des bandes de déformations relativement

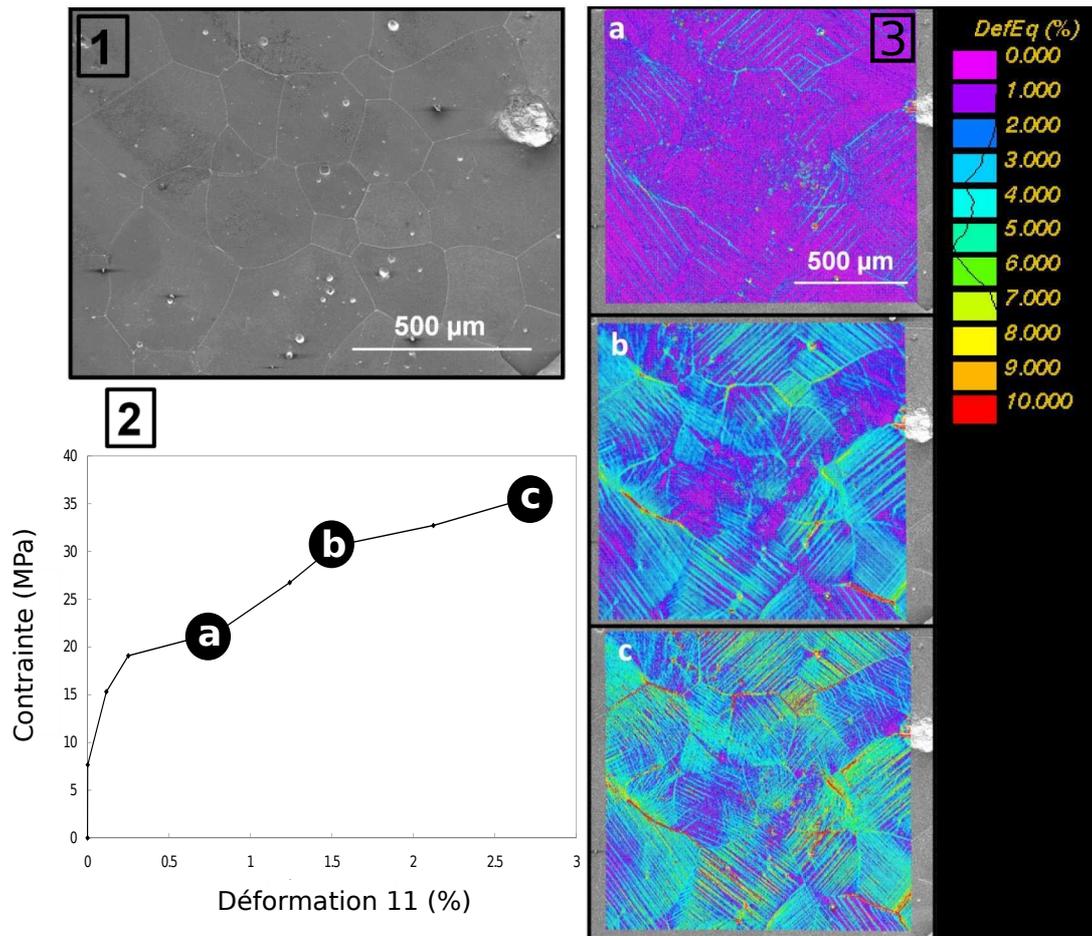


FIG. 3.15 – Résultats de CIN 2D à partir d’essais in-situ au MEB sur le matériau à gros grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale.

larges et se propageant sur plusieurs grains alternent avec des “zones d’ombres”, correspondant à des grains peu ou pas déformés. Ces zones peuvent aussi s’étendre à plusieurs grains montrant l’influence de l’orientation cristalline des grains voisins dans un polycristal. La nécessité de maintenir la compatibilité de déformation entre des grains voisins orientés plus ou moins favorablement, entraîne l’apparition de champs de déformation hétérogènes. Les hétérogénéités sont directement liées à la microstructure (taille et distribution de taille de grains, morphologie et orientations cristallines).

A une échelle très locale (un point triple)(figure 3.18), on peut observer de ma-

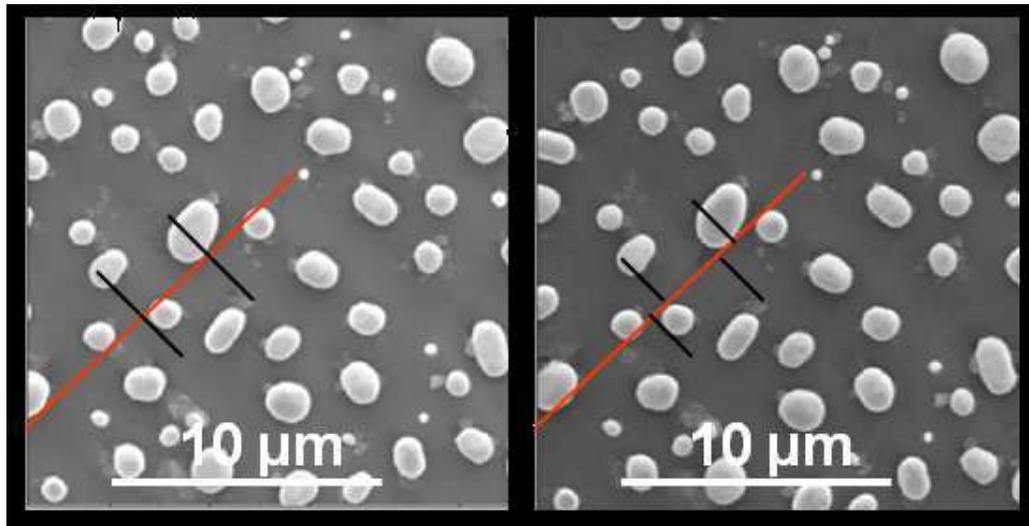


FIG. 3.16 – Identification de plasticité intracristalline grâce à la présence des marqueurs à la surface de l'échantillon.

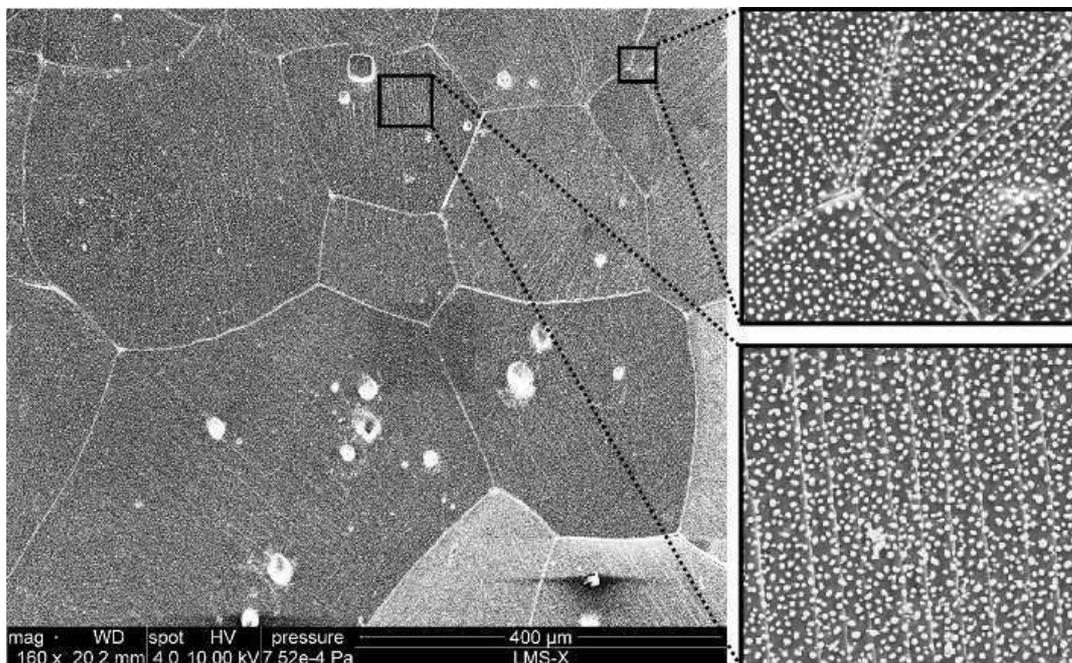


FIG. 3.17 – Lignes de glissement observées au MEB en électrons secondaires attestant de la plasticité intracristalline.

nière plus précise ces deux mécanismes de déformation. Ces observations locales nous permettent de préciser de manière détaillée l'activité de ces mécanismes et de retrouver l'historique de leur activation ainsi que leurs interactions. Pour plus de facilité de lecture, nous avons numéroté les grains 1, 2 et 3. Dans un premier temps, on peut observer l'activation de plasticité intracristalline dans le grain 1, identifiée par l'apparition de bandes de déformations étroites et rectilignes, alignées dans la même direction. Une incompatibilité cristallographique entre les grains 1 et 3 va entraîner l'activation d'un glissement le long de l'interface. Avec l'augmentation de la charge, on peut observer une activation de la plasticité intracristalline dans le grain 2. On notera aussi l'intensification des bandes de déformation dans le grain 1 ainsi que leur augmentation en nombre. L'augmentation de la charge entraîne l'apparition de bandes de déformation dans le grain 3 ayant quasiment la même orientation que celles du grain 2 traduisant ainsi une compatibilité entre les grains 2 et 3 et la propagation de la plasticité intracristalline grâce à la compatibilité des orientations cristallines. Ce premier exemple montre que le glissement aux interfaces intervient dans la déformation plastique comme un mécanisme secondaire permettant l'accommodation des incompatibilités cristallographiques. Le comportement viscoplastique des matériaux géologiques, en général, indique la coexistence de ces deux mécanismes coopératifs (Dimanov et al., 2011). Le mécanisme de glissement aux interfaces peut être présent dès le début de la déformation irréversible.

La première microstructure, nous a permis d'identifier les mécanismes élémentaires qui régissent la déformation plastique. Les deux autres microstructures vont nous permettre d'identifier l'influence de la taille et de la distribution de taille de grain sur la contribution et l'activité de ces mécanismes.

**Matériau à grains fins** Les champs de déformations calculés pour le matériau à grains fins ont pour base de mesure :

- échelle macroscopique : base de mesure =  $18 \mu m$ , avec un espacement entre points de mesure de 30 pixels pour une taille de pixel =  $0.3 \mu m$  et un schéma d'intégration 2.
- échelle mésoscopique : base de mesure =  $6 \mu m$ , avec un espacement entre points de mesure de 30 pixels pour une taille de pixel =  $0.1 \mu m$  et un schéma d'intégration 2.

Le matériau à grains fins est aussi étudié à différentes échelles. La première

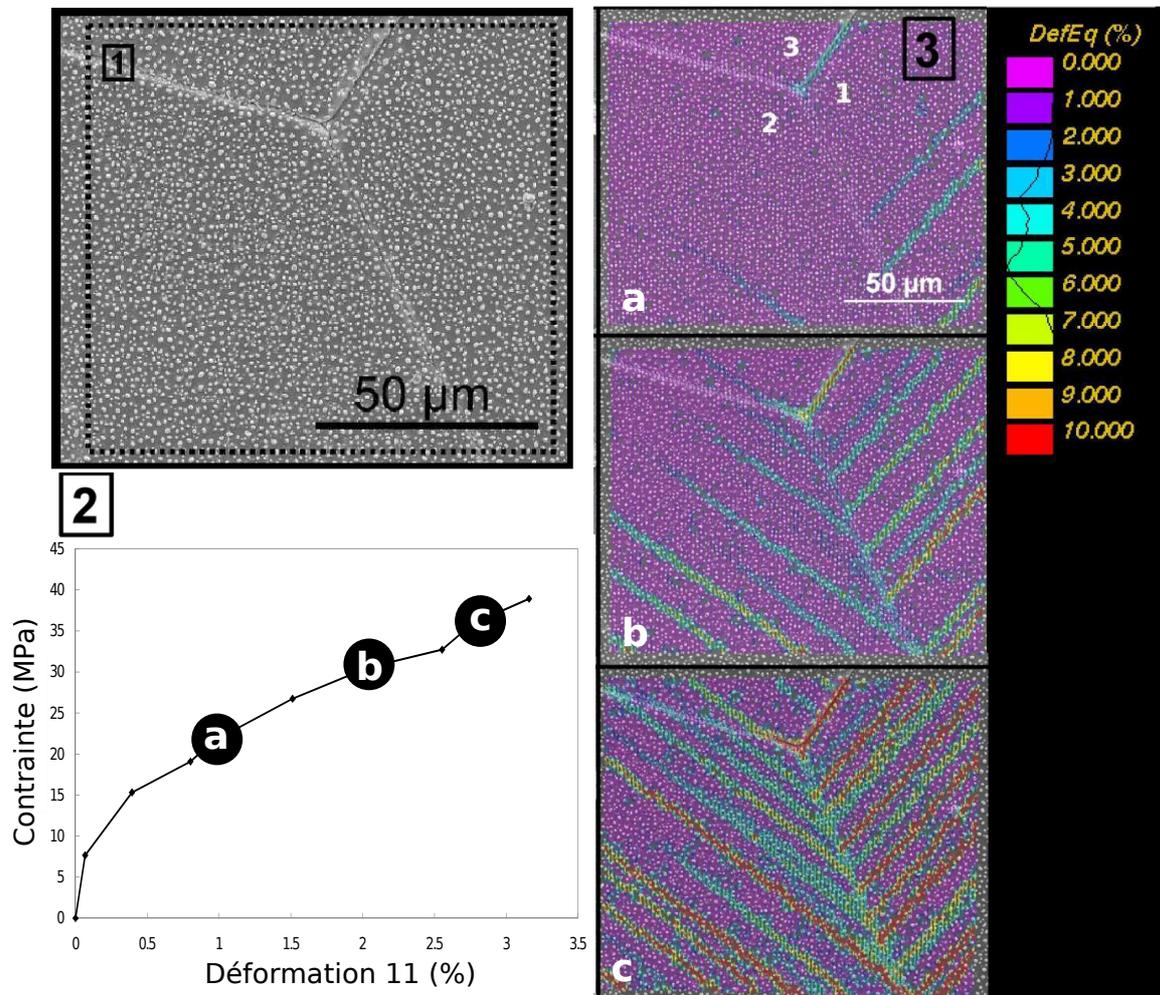


FIG. 3.18 – Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau à gros grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation au niveau d'un point triple données en déformation équivalente. La compression est horizontale.

échelle est identique à l'échelle mésoscopique du matériau précédent (zone d'intérêt  $\sim 1.5mm$ ). Cependant la taille de grain étant entre 5 et 10 fois plus petite, cette échelle correspond à un VER, on qualifie donc cette échelle d'observation de macroscopique (figure 3.19). On choisit une échelle plus fine mésoscopique (zone d'intérêt  $\sim 400\mu m$ ), par augmentation du grandissement au MEB, afin d'étudier les champs de déformation locaux (figure 3.20). L'échelle macroscopique est trop grande, la taille du pixel ne nous permet pas d'avoir une base de mesure minimale, inférieure à la taille de grains, pour mesurer des déformations locales. L'information fournie par la CIN en chaque point est donc une moyenne des déformations sur plusieurs grains. On observe un champ de déformation relativement hétérogène, organisé en bandes de déformation ressemblant aux champs de déformation macroscopiques étudiés précédemment (figure 3.5). Cette organisation indique des effets de microstructures, mais ce résultat nous informe peu sur les micromécanismes de déformation et les interactions locales entre grains.

La seconde échelle d'étude (figure 3.20) permet de mieux visualiser des localisations de la déformation. Ce que l'on peut observer dans un premier temps est que ce sont les mêmes micromécanismes que pour le matériau à gros grains qui entrent en jeu. La différence majeure que l'on peut observer, est une localisation de la déformation beaucoup plus marquée au niveau des interfaces. Cette localisation ne correspond pas uniquement à du glissement, mais aussi à de la localisation de plasticité dans le voisinage des interfaces. Néanmoins, cette plus forte localisation suggère une forte proportion de glissement aux interfaces pour ce matériau. Une méthode de quantification de ces mécanismes par la CIN est proposée en chapitre 5 de cette thèse. Une première explication de ce comportement, serait l'augmentation du nombre d'interfaces pour un même volume de matériau, ce qui naturellement tendrait à favoriser les mécanismes de plasticité inter cristalline.

**Matériau brut** Les champs de déformation calculés pour le matériau à distribution de taille de grains bi-modale ont une base de mesure égale à  $3\mu m$ , avec un espacement entre points de mesure de 15 pixels pour une taille de pixel =  $0.1\mu m$  et un schéma d'intégration 2.

Ce matériau avec une distribution de taille de grain bi-modale, est présenté en dernier car il correspond, au moins du point de vue de la taille des grains, à une microstructure intermédiaire aux deux précédentes. Seule une échelle intermédiaire (zone d'intérêt  $\sim 500\mu m$ ) est présentée (figure 3.21). Les résultats des mesures de

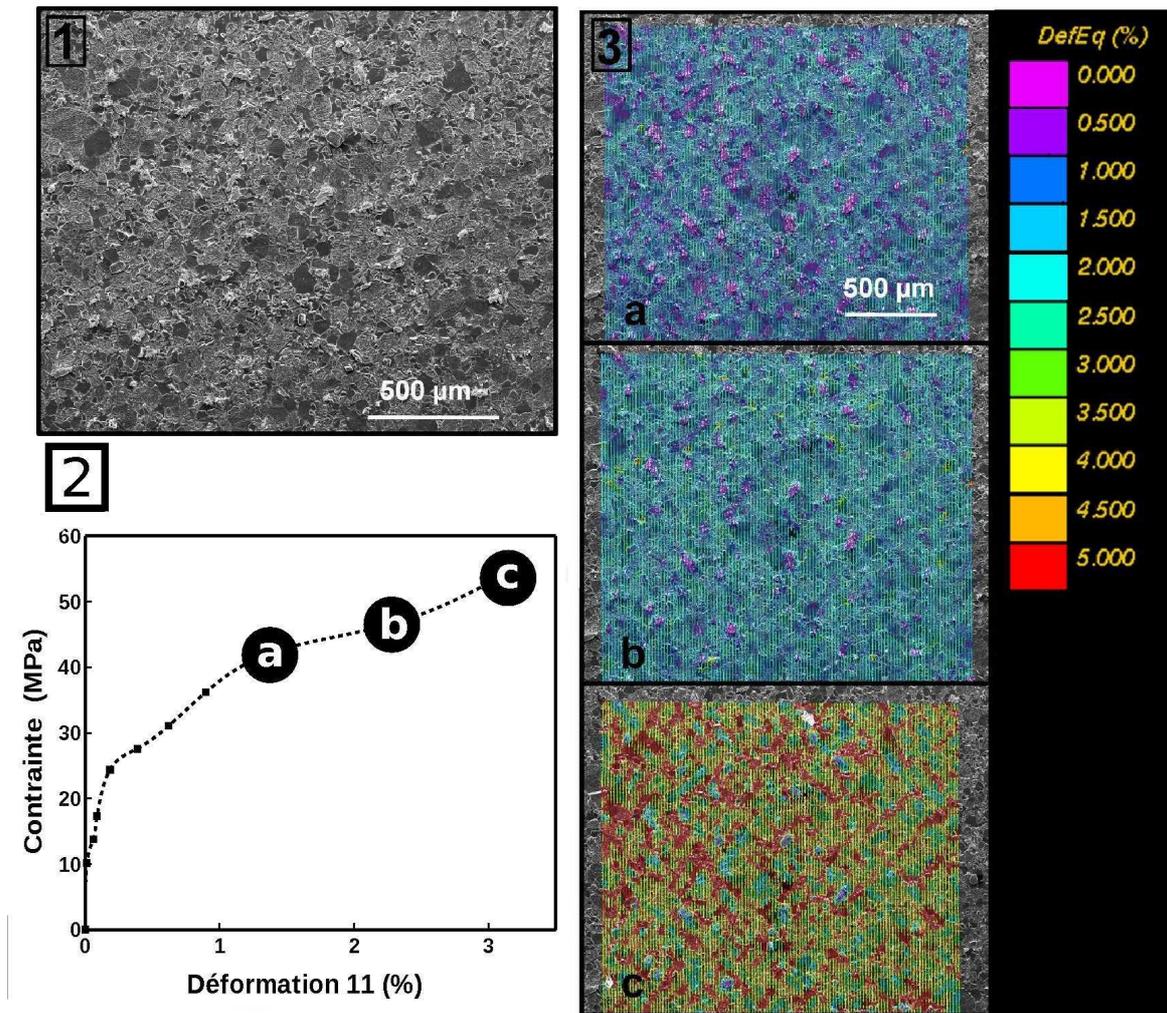


FIG. 3.19 – Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau à grains fins. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale.

champ correspondent aux attentes, c'est-à-dire que dans les zone à gros grains, on observe principalement de la plasticité intracristalline et dans les zones à grains fins, on peut noter une plus forte localisation aux interfaces. Une autre information est à tirer de ces résultats, il s'agit du nombre de bandes de déformation présentes dans les grains en fonction de leur taille. En effet, il semblerait qu'un petit grain ne puisse pas avoir plus d'une ou deux bandes de déformation. Il est ainsi tentant de parler d'un espacement caractéristique entre les bandes ou de longueur caractéristique

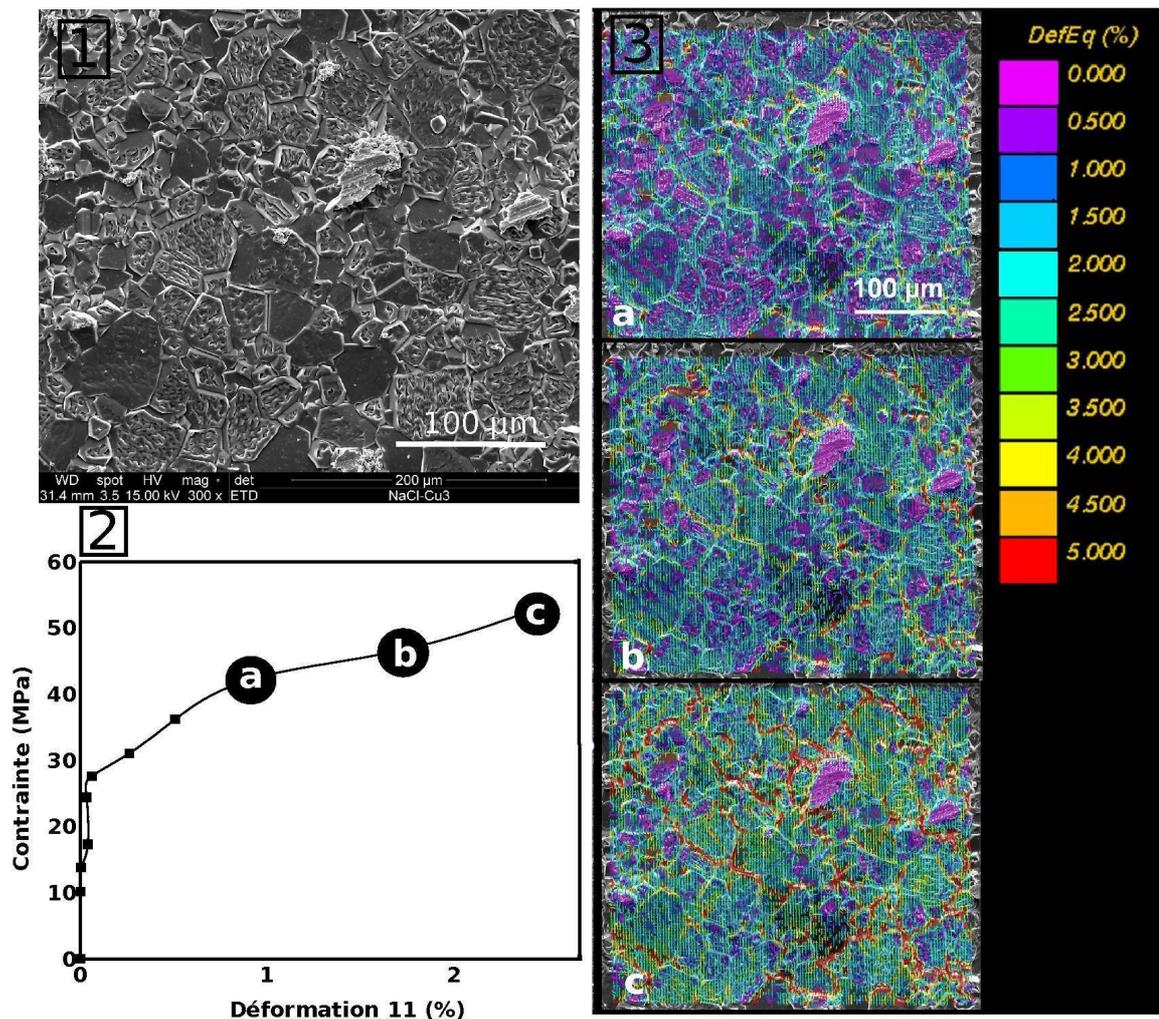


FIG. 3.20 – Résultats de CIN 2D à partir d’essais in-situ au MEB sur le matériau à grains fins. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale.

d’organisation des bandes. Il n’a malheureusement pas été possible, par manque de temps, de s’intéresser davantage à cet aspect d’hétérogénéité de plasticité au sein du grain. Cependant, une étude menée au LMS (David Picard) sur des monocristaux de NaCl semble indiquer que cette longueur caractéristique dépend de la taille du cristal et évolue dans le temps et avec la déformation. Dans tous les cas, il est peu probable que cette hétérogénéité soit liée aux interactions entre systèmes de

glissements activés (voir chapitre 4) et aux interactions entre dislocations mobiles, ce qui correspond à des échelles bien inférieures à celles concernées par ce travail de thèse.

On notera enfin que la courbe contrainte-déformation calculée pour ce matériau montre un comportement étrange, c'est-à-dire très peu de déformation enregistré jusqu'à 35 MPa. Ce comportement peut être expliqué par le fait que la zone d'intérêt sur laquelle est calculée la déformation macroscopique ne correspond pas à un VER et que l'on peut se trouver dans une zone non-représentative du comportement global entraînant de ce fait très peu de déformation. Une autre explication peut venir d'un défaut de chargement (faces de chargement non-planes et pas parfaitement parallèles) entraînant ainsi une concentration de la contrainte et de la déformation sur une zone de l'échantillon non-observée. Si cette hypothèse est la bonne, ce résultat montrerait une des limites de la CIN en surface. Cependant, ce comportement montrant très peu de déformation en début de chargement apparaît aussi pour le matériau à grains fins à l'échelle mésoscopique, mais pas à l'échelle macroscopique. On privilégiera donc la première hypothèse formulée.

### **3.3.2.2 Essais à 350 ° C : Vers une homogénéisation du champ de déformation**

Les essais à chaud n'ont été réalisés que sur un seul type de sel : le matériau à gros grains. Des difficultés ont été rencontrées lors de la mise en œuvre de cet essai, notamment des problèmes électriques créant du bruit lors de l'acquisition d'images MEB, empêchant l'acquisition d'images de haute résolution. Il s'agit d'un essai de compression uniaxiale in-situ à une température de 350 ° C, donnée par le thermocouple au centre du four, proche de l'échantillon. Les images ont été acquises en haut vide, avec des électrons secondaires, une résolution de 4096 x 3775 pixels, une ouverture de diaphragme 5, une taille de spot de 3.5 et une vitesse de balayage de 30  $\mu\text{m}/\text{s}$ . Une seule échelle locale (dizaine de grains) a été retenue pour la corrélation d'images numériques, l'échelle plus mésoscopique étant trop bruitée pour tout traitement d'image. Le marquage utilisé pour la CIN est le mouchetis de billes d'or dont la morphologie et la taille est stable à 350 ° C. L'intérêt de cette expérience est double. D'un point de vue technique, réaliser un essai in-situ à chaud était une première. D'un point de vue scientifique, il était important d'observer le comportement de notre matériau à chaud ( $\sim 0.4T_f$ ).

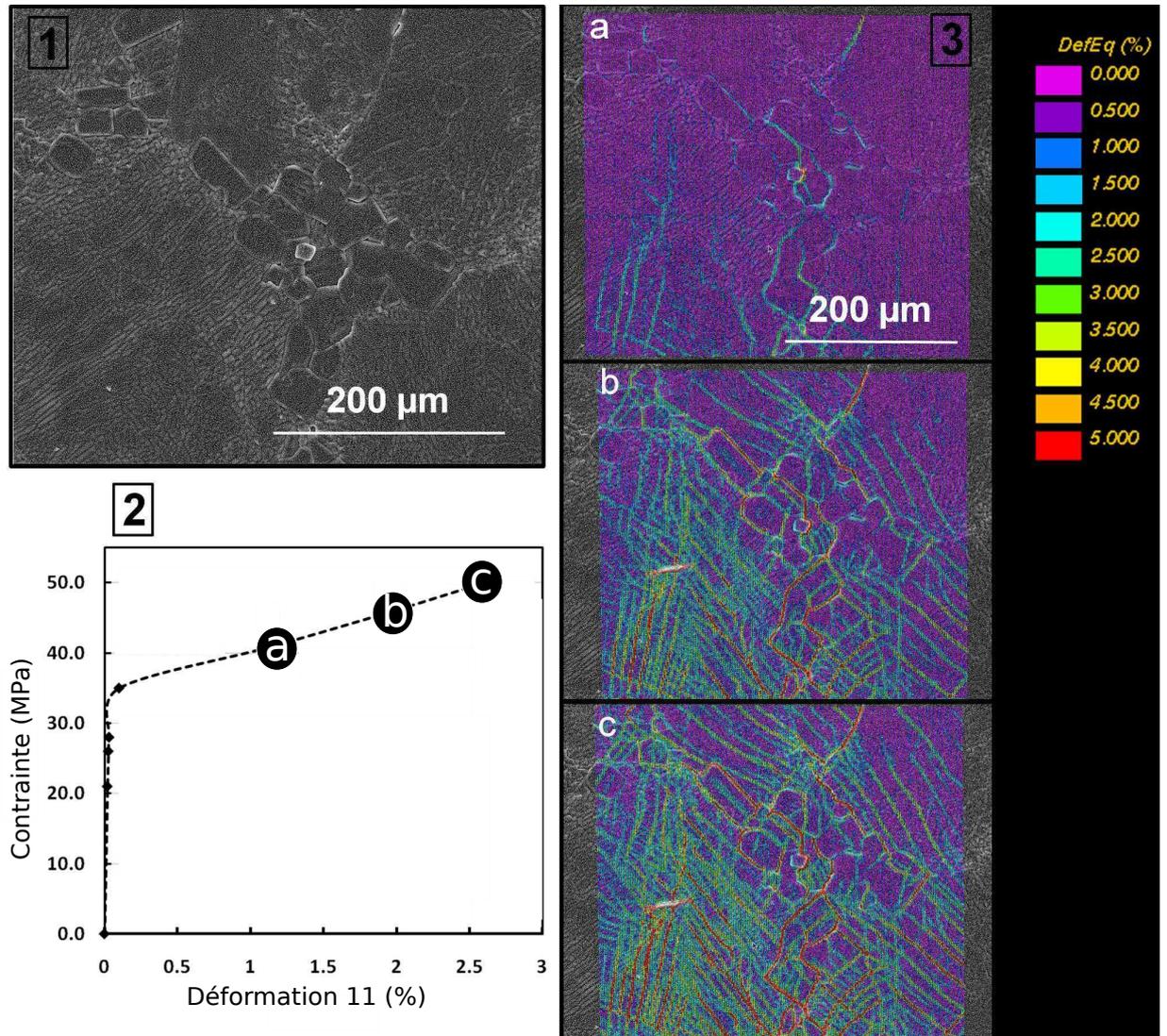


FIG. 3.21 – Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau avec une distribution bi-modale de la taille des grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale.

Le calcul de corrélation d'image est réalisé avec une base de mesure égale à  $3 \mu m$ , avec une taille de pixel de  $0.1 \mu m$ , un espacement entre point de mesure de 15 pixel, et un schéma d'intégration 2.

A cette échelle locale, on observe les mêmes mécanismes de déformations : plasticité intracristalline et glissement aux interfaces (figure 3.22). Ce qui semble changer lors de cet essai est l'intensification et l'augmentation des bandes de déformation rendant la déformation plus homogène. De plus, lorsque l'on trace la courbe contrainte-déformation calculée par CMV, on note une forte augmentation de la déformation par rapport à l'essai à température ambiante pour la même contrainte et pour une même microstructure. La déformation va être plus homogène avec l'augmentation de la température. Cette dernière conclusion est à prendre avec précaution car la zone étudiée n'est pas un VER et elle ne rend pas forcément compte de la déformation globale de l'échantillon. Néanmoins, si l'on trace les histogrammes de déformations locales des échantillons à gros grains, déformés à la température ambiante et à  $350^\circ C$  pour une même quantité de déformation (figure 3.23), on observe que l'histogramme de l'échantillon déformé à température ambiante est plus étalé que celui déformé à chaud, traduisant ainsi une homogénéisation de la déformation avec l'augmentation de température.

### **3.3.3 Couplage entre plasticité intracristalline et glissement aux interfaces**

Une fois identifiés, il est intéressant de comprendre l'interaction des deux mécanismes de déformation. Sont-ils complémentaires ou en compétition ? Plusieurs résultats tendent à montrer un couplage, avec la plasticité intracristalline comme mécanisme principal et le glissement aux interfaces intervenant pour accommoder les incompatibilités locales. L'exemple du point triple pour les essais à température ambiante en est l'exemple type. Le glissement intervient lorsque localement la déformation plastique intracristalline est bloquée (incompatibilité cristallographique entre grains voisins). Dans ce cas, la contrainte est trop élevée localement et la seule façon qu'a le matériau de se déformer est la dissipation d'énergie par micro-fissuration au niveau des zones de faiblesse que sont les joints de grains. Ces microfissurations permettent le mouvement à l'interface, ce qui entraîne une relaxation des sollicitations locales et la reprise de la plasticité intracristalline. Les mécanismes d'activation de plasticité intracristalline sont développés dans le cha-

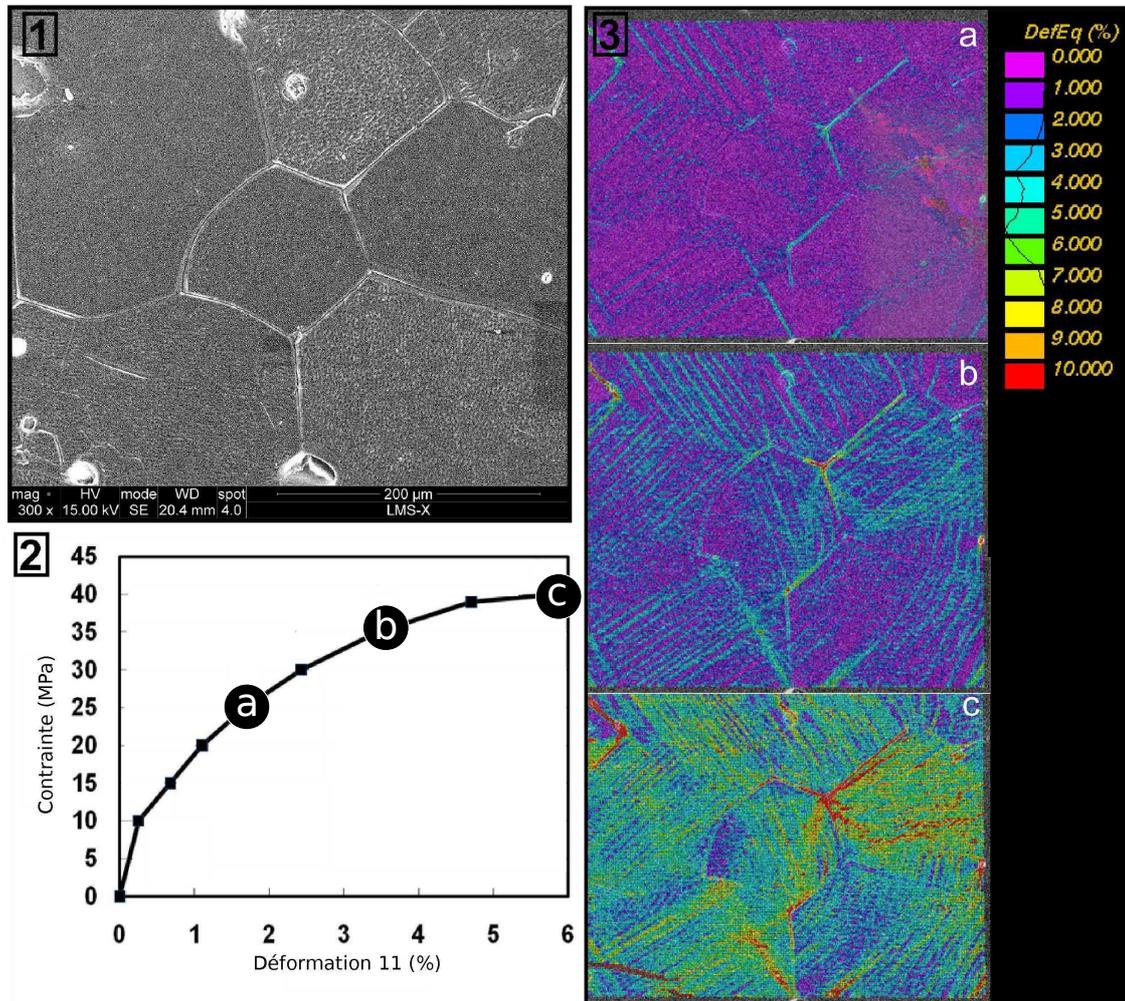


FIG. 3.22 – Résultats de CIN 2D à partir d’essais in-situ au MEB à chaud sur le matériau à gros grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente.

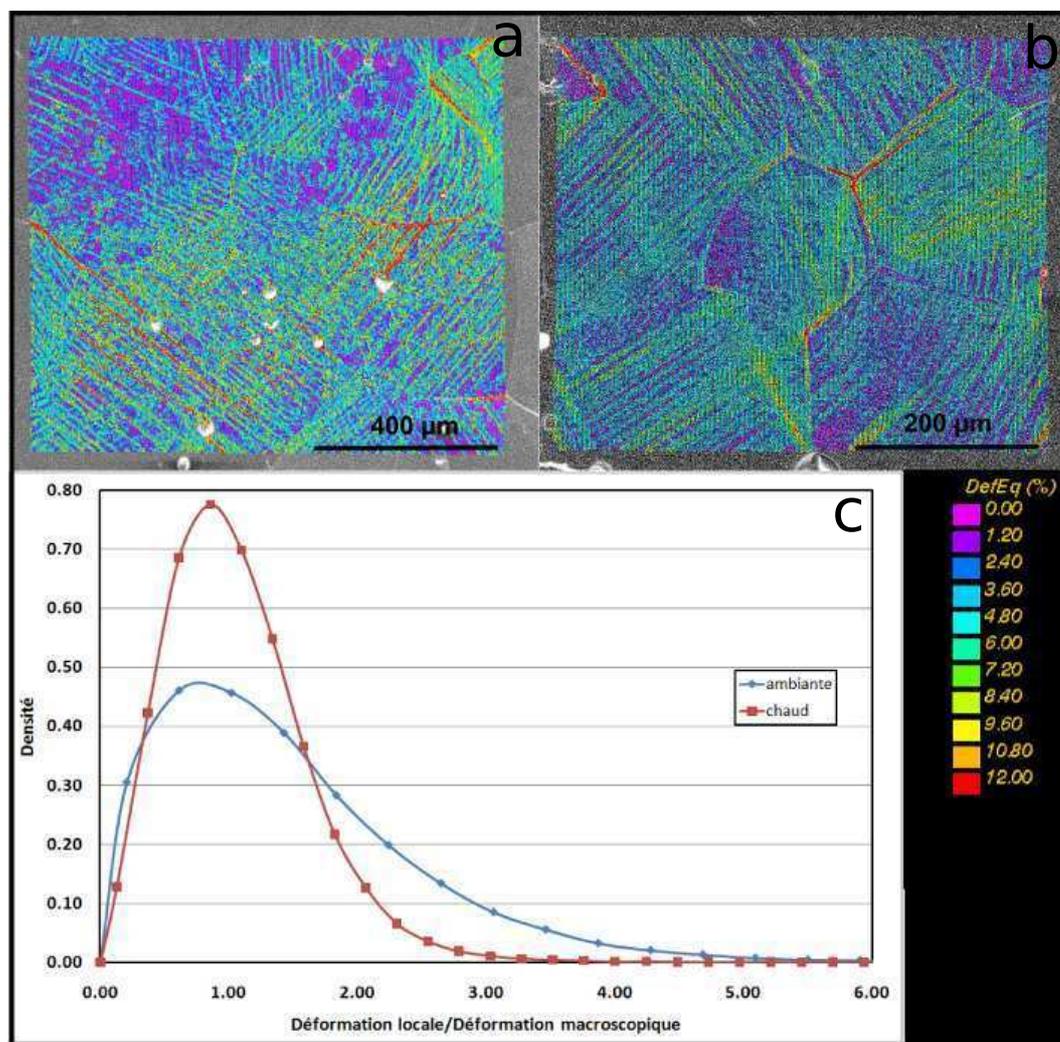


FIG. 3.23 – a) Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB à température ambiante. b) à 350 ° C sur le matériau à gros grains. c) Fonction de distribution des déformations locales.

pitre suivant (chapitre 4). Un autre exemple, nous montre le couplage entre ces deux mécanismes (figure 3.24). Cette figure montre qu'un glissement aux interfaces (flèches rouges) entraîne du micro-endommagement (cavités et micro-fissures) et la concentration de plasticité intracristalline (ellipse jaune) au niveau du point triple du fait du mouvement du grain supérieur droit qui va indenter le grain supérieur gauche. On est donc bien en présence de mécanismes couplés et non en compétition.

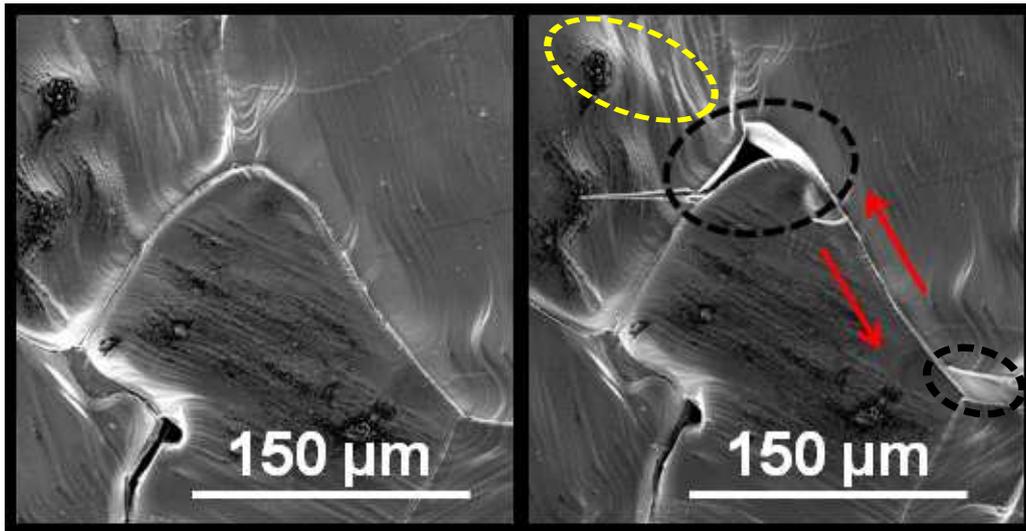


FIG. 3.24 – Illustration d'un glissement au joint lors d'une compression. Les ellipses noires représentent de l'ouverture de micro-cavités aux points triples. L'ellipse jaune montre la plasticité intracristalline induite par l'indentation du grain qui glisse.

D'autres exemples montrent ce couplage, qui peut parfois donner des résultats surprenants tels que l'activation de plasticité sur seulement une partie du grain. Comme pour le point triple étudié précédemment, il est parfois possible de reconstituer l'historique des déformations afin de comprendre l'activation des mécanismes. La figure 3.25, concerne un essai à température ambiante sur un matériau à gros grains. On peut observer dans cet exemple un gros grain (ellipse noire), qui présente des bandes de déformations sur seulement une partie de sa surface. Cela peut s'expliquer par la forme spéciale du grain et l'activation du glissement aux interfaces. En effet ce grain est mal orienté par rapport à ses voisins immédiats. Comme pour l'exemple précédent, c'est le glissement au joints qui va permettre sa déformation intracristalline, mais en revanche, c'est un effet de morphologie locale qui entrainera une plasticité intracristalline partielle.

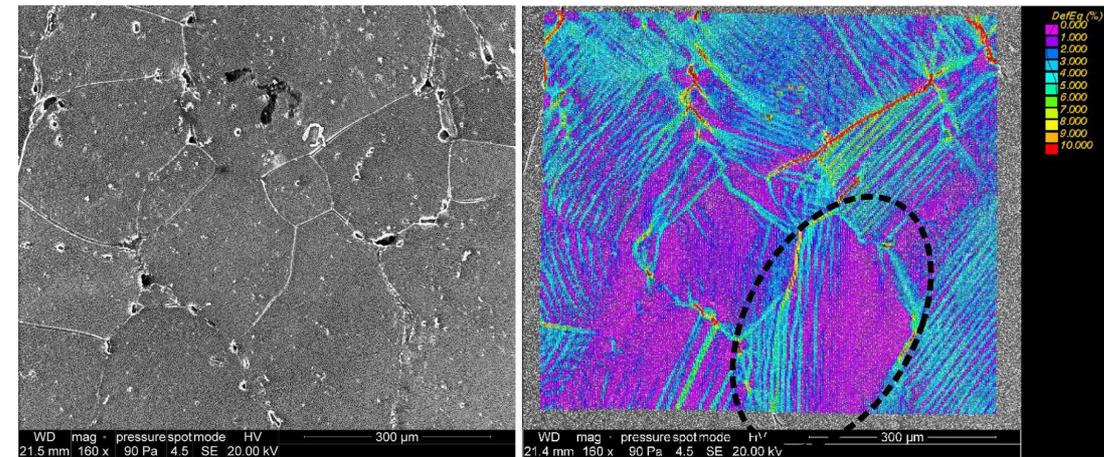


FIG. 3.25 – Exemple de la coopération des deux mécanismes lors de la déformation plastique d'un polycristal. L'ellipse noire montre un grain dont seulement la moitié est déformée.

L'essai à chaud présente aussi des zones peu déformées à l'intérieur des grains. L'exemple de la figure 3.26 montre un petit grain central qui subit une indentation provenant du grain de droite provoquée par du glissement aux interfaces (ligne rouge). Les deux autres zones d'ombres observées, ne peuvent s'expliquer par le couplage plasticité/glissement d'interface mais plutôt par l'activation de systèmes de glissement secondaires proches des interfaces. Ce dernier phénomène sera développé dans le chapitre suivant.

En regardant de près les expériences réalisées, on trouve de nombreux exemples à l'image des précédents qui attestent du couplage entre plasticité cristalline et glissement d'interface. Cet aspect sera très importante pour la modélisation numérique en plasticité polycristalline. Aujourd'hui aucun calcul en plasticité polycristalline sur le sel ne prend en compte le glissement aux interfaces.

### 3.4 Localisation de micro-fissures en volume par émissions acoustiques.

Le laboratoire de géologie de l'Ecole Normale Supérieure de Paris, nous a donné l'accès le temps d'une expérience à sa presse tri-axiale pouvant être équipée de capteurs d'émissions acoustiques. La possibilité d'avoir un accès direct au module élastique de notre matériau ainsi qu'une localisation des micro-cracks, nous est

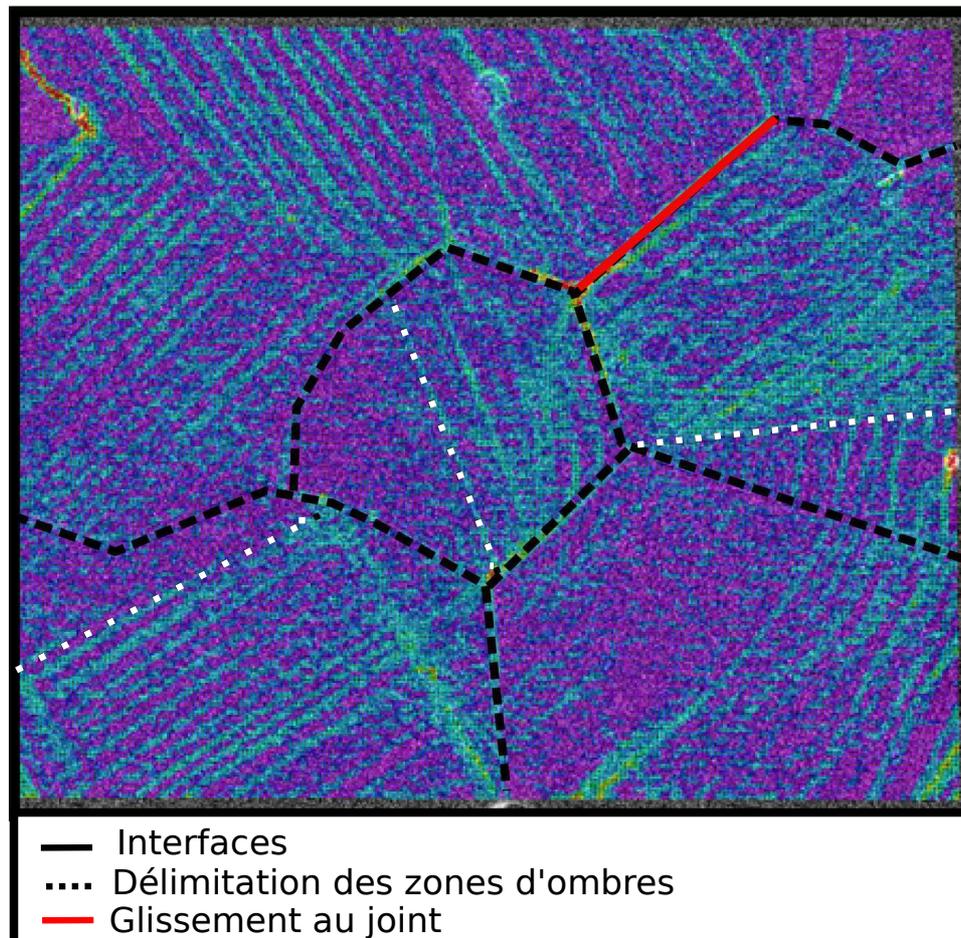


FIG. 3.26 – Carte de déformation de l'essai à chaud (déformation équivalente). Les gros pointillés délimitent les grains. Les petits pointillés délimitent les zones non-déformées à l'intérieur des grains. Le trait rouge indique du glissement à l'interface.

apparue comme une information supplémentaire importante à intégrer dans cette étude. La partie qui suit présente brièvement le protocole expérimental mis en place par l'ENS ainsi que les résultats obtenus.

### **3.4.1 Présentation du montage expérimental**

La presse triaxiale utilisée, est le modèle ST100/200 conçue par Sanchez Technologies (figure 3.27). Elle est dimensionnée pour des pressions de confinement allant jusqu'à 100 MPa et une charge axiale de 650 MPa pour un échantillon de 40 mm de diamètre et de 80 mm de hauteur. Les essais peuvent être réalisés en charge constante ou en déplacement constant. Le déplacement axial est mesuré par trois capteurs à courant de Foucault. La cellule est équipée de 34 passages de fils internes permettant de positionner jusqu'à 16 capteurs acoustiques et 9 jauges de déformations. Les capteurs utilisés sont des capteurs piézoélectriques qui suivant leur polarisation peuvent enregistrer des ondes de compression (Ondes P) ou de cisaillement (ondes S). Pour plus d'information sur l'ensemble du montage le lecteur pourra se référer à Brantut (2010).



FIG. 3.27 – Presse triaxiale ST100/200 au laboratoire de géologie de l'Ecole Normale Supérieure.

Nous avons réalisé un essai en déplacement continu à une vitesse de déformation

### 3.4. Localisation de micro-fissures en volume par émissions acoustiques

de  $2,0 \cdot 10^{-6} s^{-1}$  avec une pression de confinement minimale de 5 MPa. L'essai a été réalisé sur un échantillon de sel "commercial" à gros grains. La figure 3.28 montre la courbe contrainte-déformation obtenue.

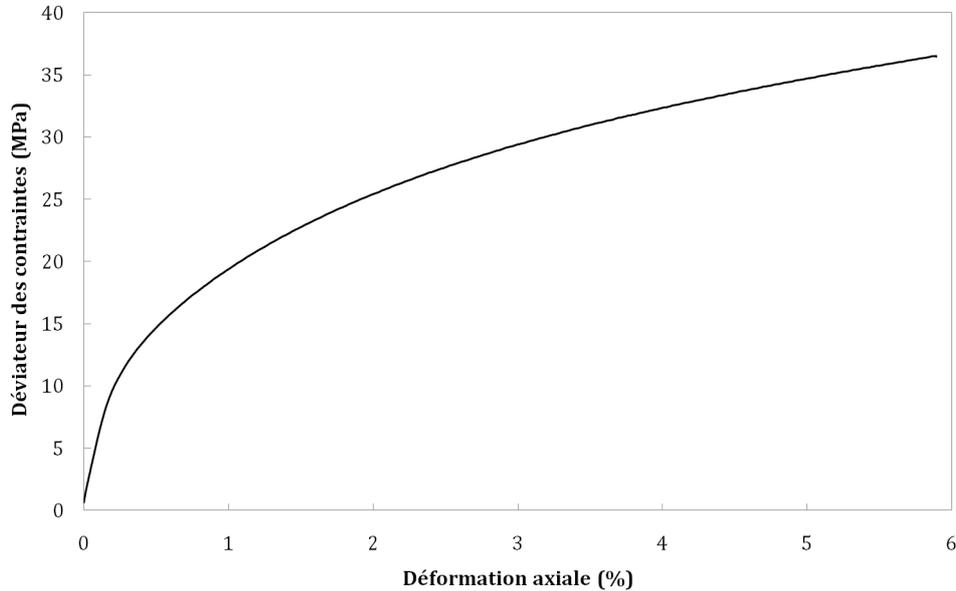


FIG. 3.28 – Courbe contrainte-déformation obtenue lors de la déformation du Sel synthétique commercial" dans la presse tri-axiale de l'ENS.

#### 3.4.2 Enregistrement et localisation des émissions acoustiques

Les mesures d'émissions acoustiques sont dites "passives", c'est-à-dire qu'elles sont enregistrées tout au long de l'essai. On définit un seuil correspondant à une amplitude limite de signal et un nombre de capteurs minimum recevant ce signal. Si le seuil est franchi, le système accepte le signal comme une émission acoustique et l'enregistre.

Le principe de la localisation des émissions repose sur un problème inverse consistant à retrouver la position d'un évènement, connaissant les temps d'arrivées des ondes. Si l'on suppose que le matériau est homogène de vitesse  $V$ , le temps d'arrivée  $t_i$  sur le capteur  $i$  peut être calculé par la fonction suivante :

$$t_{calc}^i = t_0 + \frac{1}{V} \sqrt{(x - x_i)^2 + (y - y_i)^2 + (z - z_i)^2}, \quad (3.16)$$

avec  $(x, y, z)$  la position de l'évènement,  $t_0$  son temps origine et  $(x_i, y_i, z_i)$  la position du capteur  $i$ .

Cette procédure est automatisée. Un pointage manuel est effectué pour les premières arrivées, puis une reconnaissance automatique est effectuée par ordinateur. Les résultats figure 3.29 présentent les différentes localisations d'évènements dans le volume et dans le temps.

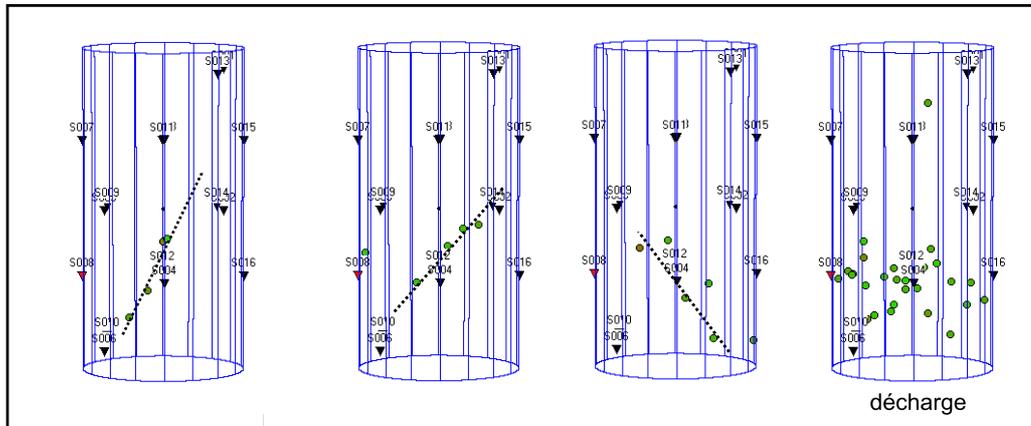


FIG. 3.29 – Localisation d'émissions acoustiques au cours d'un essai de compression en déplacement constant. Les points correspondent à la localisation des émissions acoustiques dans le volumes. Les triangles correspondent aux capteurs positionnés sur la surface de l'échantillon.

Comme le montre Manthei (1995), les différents évènements que l'on observe dans le volume s'alignent selon des bandes à  $\sim 45^\circ$ . Ces localisations sont des micro-cracks dans le volume correspondant à une décohésion au niveau des interfaces. Ces localisations volumiques montrent que les micro-cracks observés en surface au MEB, permettant les glissements aux joints de grains, ne sont pas un effet de surface mais apparaissent aussi dans le volume. Ces évènements se produisent de manière constante tout au long de la compression (figure 3.30), montrant ainsi que ce mécanisme de micro-endommagement est continu tout au long du chargement. La dernière étape montrant une forte localisation d'émissions acoustiques à la base de l'échantillon, correspond à la phase de décharge.

### 3.4. Localisation de micro-fissures en volume par émissions acoustiques

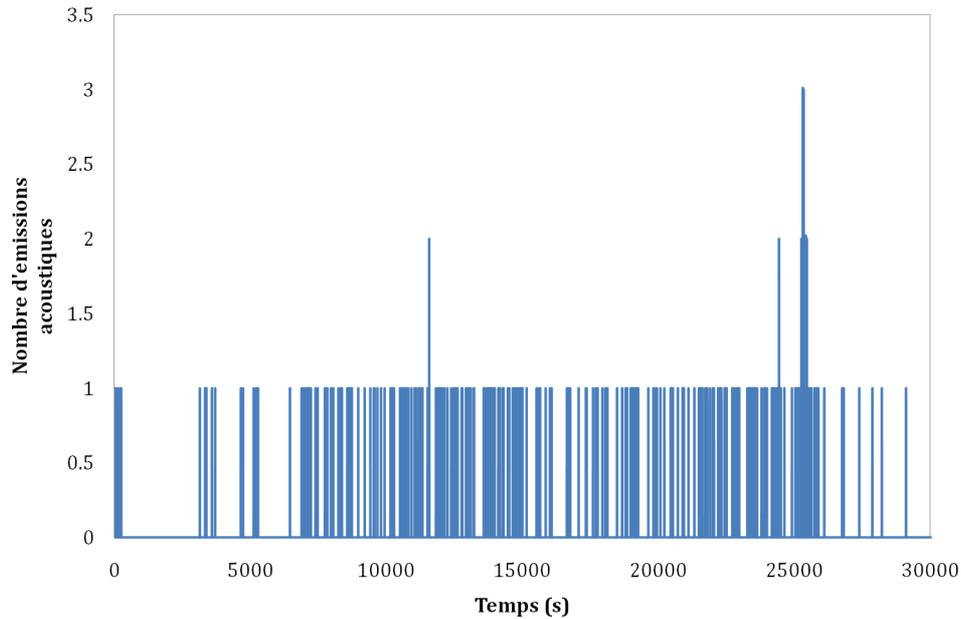


FIG. 3.30 – Émissions acoustiques en fonction du temps.

#### 3.4.3 Vitesses des ondes élastiques $V_p$ et $V_s$

Il est possible avec ce système d’effectuer des mesures “actives”, c’est à dire que l’on va utiliser les capteurs comme sources. Ces mesures vont nous permettre de mesurer les vitesses d’ondes élastique P et S dans notre matériau et ainsi calculer ses constantes élastiques. Des mesures de vitesses ont été réalisés tout au long de l’essai avec un intervalle de deux minutes.

La figure 3.31 montre une diminution de la vitesse d’ondes P dans notre matériau au cours du chargement. Cette diminution est directement liée au micro-endommagement de notre matériau. Cette information est importante car elle montre qu’à 30 MPa ( $\sim 3\%$  de déformation axiale) le matériau est relativement endommagé (forte diminution des vitesses) mais tient encore la charge. Cette expérience montre que bien qu’étant assimilé à un mécanisme d’accommodation plastique, à température ambiante le glissement aux interfaces s’accompagne de micro-endommagement qui va s’accroître tout au long du chargement.

La mesure de ces vitesses, nous permet aussi d’avoir accès au module de Young et au coefficient de Poisson de notre matériau :

$$\nu_0 = \left( \frac{1}{2} \left( \frac{V_p}{V_s} \right)^2 - 1 \right) / \left( \left( \frac{V_p}{V_s} \right)^2 - 1 \right) \quad (3.17)$$

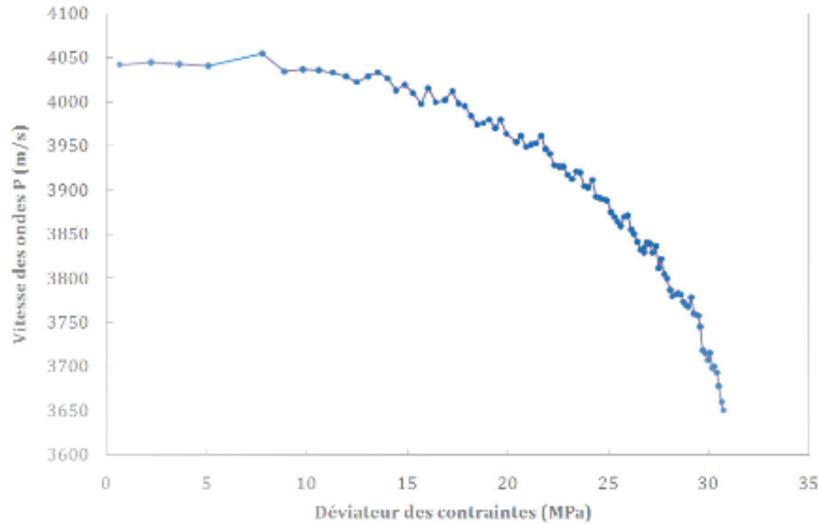


FIG. 3.31 – Évolution de la vitesse d’ondes P lors d’un essai de compression sur un échantillon de sel synthétique.

$$E_0 = 2\rho(1 + \mu_0)V_s^2 \quad (3.18)$$

Avec  $V_p = 4060\text{ms}^{-1}$ ,  $V_s = 1908\text{ms}^{-1}$  et  $\rho = 2170\text{kgm}^{-3}$ .

On obtient ainsi, un module de Young  $E_0 = 21\text{GPa}$  et un coefficient de Poisson  $\nu_0 = 0.35$  pour le sel “commercial”. Ce module calculé, est plus faible que le module moyen que l’on trouve dans la littérature d’environ 40 GPa. Cette différence doit provenir de la forte porosité du matériau.

Cet essai unique nous a apporté de nombreuses informations, notamment le fait que le micro-endommagement n’est pas uniquement du à des effets de surface. Il nous a aussi renseigné sur la nature de ce mécanisme qui est constant tout au long de la déformation. A ce jour, un seul échantillon a été testé. Il serait intéressant d’observer si il y a un effet de la microstructure sur la localisation d’évènements et sur la valeur des coefficients élastiques.

# Plasticité : Identification de systèmes de glissement.

---

*Dans ce chapitre, on s'intéresse particulièrement au mécanisme de plasticité intracrystalline, notamment à l'activation des différents systèmes de glissement dans un polycristal. Ce chapitre se divise en trois parties, une partie bibliographique rappelant les concepts généraux en cristallographie et plasticité appliqués au sel. Une seconde partie présente les résultats expérimentaux en présentant l'apport considérable de la corrélation d'images numériques dans l'identification des systèmes de glissement. Une dernière partie se concentre sur des calculs numériques par éléments finis, avec tout d'abord l'identification d'une loi de comportement du monocristal, puis un calcul de comportement polycristallin.*

---

## Sommaire

<b>4.1</b>	<b>Plasticité cristalline</b>	<b>116</b>
4.1.1	Cristallographie du NaCl	116
4.1.2	Déformation plastique	117
4.1.3	Technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)	124
4.1.4	Angles d'Euler et matrice de rotation	125
<b>4.2</b>	<b>Systèmes de glissement actifs : Apport de la Corrélation d'Images Numérique</b>	<b>128</b>
4.2.1	Identification des plans de glissement	128
4.2.2	Identification des directions de glissement	130
4.2.3	Discussion	133
<b>4.3</b>	<b>Calculs par éléments finis : Code Zébulon</b>	<b>136</b>
4.3.1	Identification des paramètres de la loi de comportement monocristalline du sel.	136
4.3.2	Calculs polycristallins	143
4.3.3	Résultats	144

---

## 4.1 Plasticité cristalline

### 4.1.1 Cristallographie du NaCl

Un cristal est une structure régulière et périodique formée d'un empilement ordonné d'atomes de molécules ou d'ions. Le chlorure de sodium est un composé ionique constitué d'un motif de deux atomes, le chlore et le sodium, appartenant au groupe d'espace  $Fm\bar{3}m$  selon la notation de Herman-Mauguin. Cela signifie qu'il s'agit d'un système cubique dans le réseau Bravais  $F$  ayant des plans de symétrie perpendiculaires aux axes cristallographiques, des axes de rotation-inversion d'ordre 3 parallèles aux diagonales spatiales et des plans de symétrie perpendiculaires aux diagonales des faces. Cette notation nous renseigne aussi sur la translation la plus petite qui sera de  $1/2 \langle 110 \rangle$ . Les arêtes du cube représentent le paramètre de maille,  $a$ , qui est égal à  $5.64 \text{ \AA}$ .

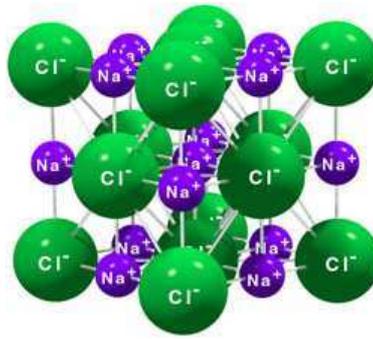


FIG. 4.1 – Structure cristalline du chlorure de sodium ([www.chemistry.wustl.edu](http://www.chemistry.wustl.edu)).

## 4.1.2 Déformation plastique

La déformation plastique d'un cristal est due au cisaillement résultant d'un mouvement d'ensemble de dislocations qui sont des défauts élémentaires.

### 4.1.2.1 Rappel sur les dislocations

Naturellement, un réseau cristallin n'est jamais parfait. Il présente de nombreux défauts qui apparaissent lors de la cristallisation du monocristal. Il y a les défauts planaires (surfaces, interfaces, ...). Il y a les défauts 3D (inclusions, pores, ...). Et il y a les défauts linéaires que l'on appelle dislocations. Ce sont elles qui en se déplaçant sous l'effet d'un chargement mécanique vont permettre la déformation plastique d'un matériau. Les dislocations présentent deux types de caractères : les dislocations coins et les dislocations vis (figure 4.2).

Dans la réalité, les dislocations ont un caractère mixte. Elles peuvent être courbes et présenter des tronçons vis, coins et mixtes. Une dislocation est définie par un vecteur unitaire  $\vec{u}$  de la ligne de dislocation  $L$  et un vecteur  $\vec{v}$  qui définit la direction de déplacement. Ce vecteur est perpendiculaire ou colinéaire à  $\vec{u}$  selon que l'on considère une dislocation coin ou vis. Le vecteur qui caractérise la translation du réseau liée à la dislocation est appelé "vecteur de Burgers"  $\vec{b}$  et sa norme correspond à l'amplitude du cisaillement  $|\vec{b}| = 1/2 \langle 110 \rangle$ . Une dislocation s'annihile en émergeant sur un joint de grains ou une surface libre, ou bien en se recomposant avec une autre dislocation. Elle peut aussi s'immobiliser en se recomposant sur elle-même et en formant une boucle, ou en s'accrochant sur d'autres dislocations, ou sur des précipités et des inclusions.

La déformation plastique d'un monocristal va donc résulter du mouvement de

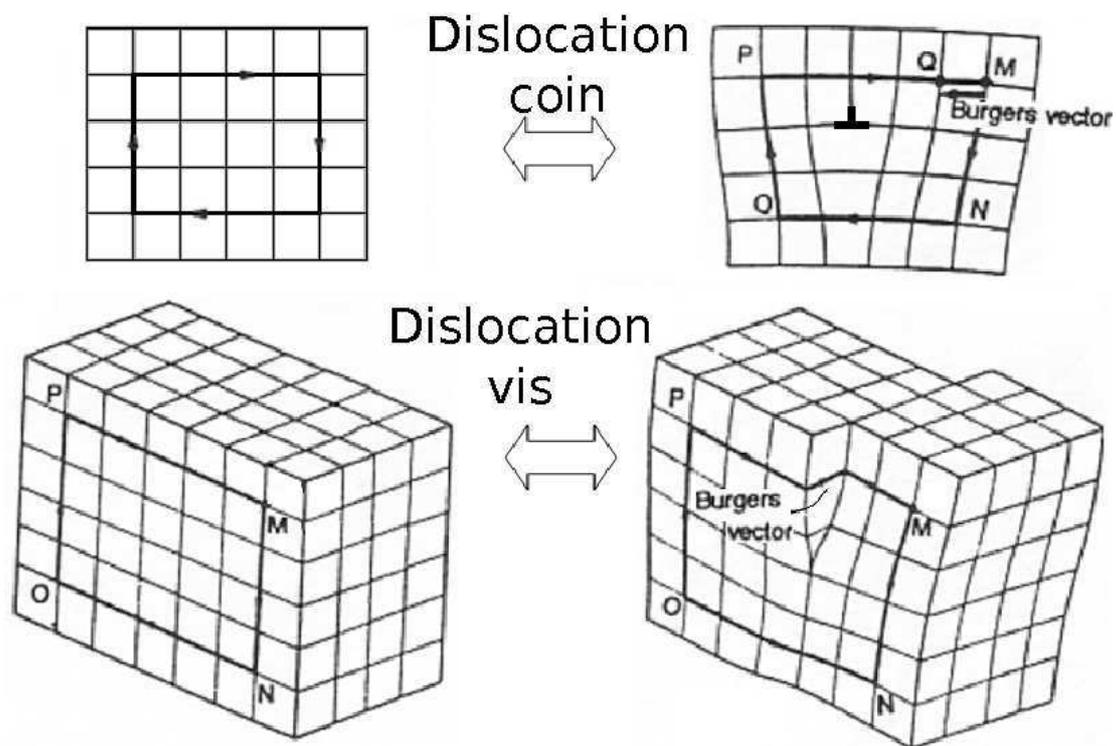


FIG. 4.2 – Schéma représentant les deux types de caractère de dislocations.

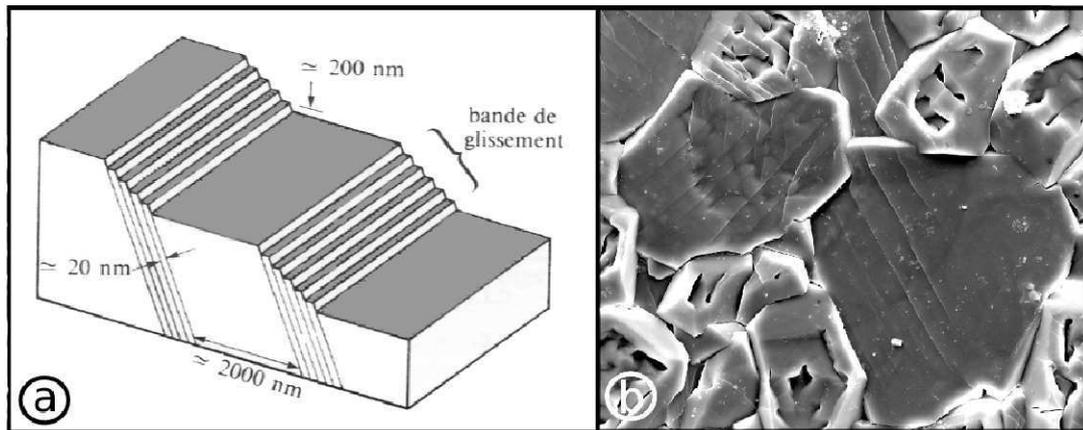


FIG. 4.3 – a) Schéma montrant l'apparition des marches d'escalier (Y.Chastel : cours de plasticité de l'École des Mines). b) Micrographie MEB en électrons secondaires lors d'un essai de compression qui montre la présence de lignes de glissement à la surface de l'échantillon.

nombreuses dislocations qui glissent dans les plans cristallographiques ( $hkl$ ). Ces glissements peuvent être visibles au MEB en électrons secondaires grâce à l'apparition de lignes à la surface des grains appelées lignes de glissement. Elles représentent un mouvement hors plan résultant du passage d'un grand nombre de dislocations dans un même plan cristallin (figure 4.3) correspondant à l'activation d'un système de glissement.

#### 4.1.2.2 Systèmes de glissement dans les cristaux ioniques

Un système de glissement est l'association d'un plan et d'une direction dense contenue dans ce plan. Pour un composé ionique, les plans de glissement doivent être neutres. Ainsi, pour le NaCl il y a trois familles de plans possibles  $\{110\}$ ,  $\{111\}$ ,  $\{100\}$  qui contiennent les directions de glissement  $\langle 110 \rangle$  soit un total de six directions et treize plans. Nous obtenons vingt quatre systèmes groupés en trois familles qui sont listés dans la Table 4.1. Pour le NaCl, la famille de systèmes de glissement la plus facile est  $\{110\} \langle 110 \rangle$  (Haasen, 1974; Skrotzki et al., 1981; Skrotzki and Haasen, 1981)

Famille	Nom du Système	Indices de Miller	
		Plan	Direction
Dodécaédrique	I2	( 1 1 0 )	[1 -1 0]
	II1	( 1 -1 0 )	[1 1 0]
	III4	( 1 0 1 )	[-1 0 1]
	IV3	(-1 0 1 )	[ 1 0 1]
	V6	(-1 1 0 )	[ 1 1 0]
	VI5	( 1 1 0 )	[-1 1 0]
Octaédrique	A2	(-1 1 1 )	[0 -1 1]
	A3	(-1 1 1 )	[1 0 1]
	A6	(-1 1 1 )	[1 1 0]
	B1	( 1 1 1 )	[0 1 1]
	B4	( 1 1 1 )	[-1 0 1]
	B5	( 1 1 1 )	[-1 1 0]
	C1	(-1 -1 1 )	[ 0 1 1]
	C3	(-1 -1 1 )	[ 1 0 1]
	C5	(-1 -1 1 )	[-1 1 0]
	D1	( 1 -1 1 )	[ 0 1 1]
	D4	( 1 -1 1 )	[-1 0 1]
	D6	( 1 -1 1 )	[ 1 1 0]
Cubique	X1	( 1 0 0 )	[ 0 1 1]
	X2	( 1 0 0 )	[ 0 -1 1]
	Y3	( 0 1 0 )	[ 1 0 1]
	Y4	( 0 1 0 )	[-1 0 1]
	Z5	( 0 0 1 )	[-1 1 0]
	Z6	( 0 0 1 )	[ 1 1 0]

TAB. 4.1 – Définition des 24 systèmes de glissement dans le NaCl

### 4.1.2.3 Condition d'activation d'un système

Lors de l'activation mécanique d'un système, seule intervient la composante de contrainte de cisaillement dans le plan du système et dans la direction du glissement. Un glissement ne pourra être activé que lorsque la projection de la contrainte sur le système de glissement appelée cission résolue franchira un seuil que l'on appelle cission critique. Cette cission critique initiale, va dépendre du matériau et du système de glissement. Au cours de la déformation elle va évoluer, il s'agit de l'auto-écrouissage qui prend en compte les interactions entre dislocations du système considéré. L'activation d'un système va faire évoluer sa cission critique mais aussi celle des autres systèmes, il s'agit de l'écrouissage latent.

### 4.1.2.4 Cission résolue et facteur de Schmid

Pour un état de contrainte imposé quelconque, il importe de calculer la cission résolue pour chaque système de glissement, c'est à dire la projection sur les plans de glissement suivant la direction de glissement du vecteur contrainte (figure 4.4).

**Cas uniaxial** Dans le cas de chargement uniaxial, la cission résolue vaut :

$$\tau = \sigma \cos \lambda \cos \phi \quad (4.1)$$

Avec  $\sigma = F/S_0$ .

On appelle facteur de Schmid le coefficient  $\cos \lambda \cos \phi$  dont l'interprétation géométrique se lit sur la figure 4.4. Sa valeur est comprise entre 0 et 0.5.

**Cas général** Si on généralise, on projette  $\sigma$  sur un système (s) défini par  $\mathbf{n}^s$  et  $\mathbf{m}^s$ , correspondant respectivement à la normale et à la direction de glissement.

En petites transformations, si  $\sigma$  est la contrainte de Cauchy, alors :

$$\tau^s = \mathbf{m}^s \sigma \mathbf{n}^s \quad (4.2)$$

En tenant compte de la symétrie de  $\sigma$  :

$$\tau^s = \frac{1}{2}(\mathbf{m}^s \otimes \mathbf{n}^s + \mathbf{n}^s \otimes \mathbf{m}^s) : \sigma \quad (4.3)$$

Où :  $\frac{1}{2}(\mathbf{m}^s \otimes \mathbf{n}^s + \mathbf{n}^s \otimes \mathbf{m}^s)$  correspond au tenseur de Schmid  $\mathbf{S}^s$ .

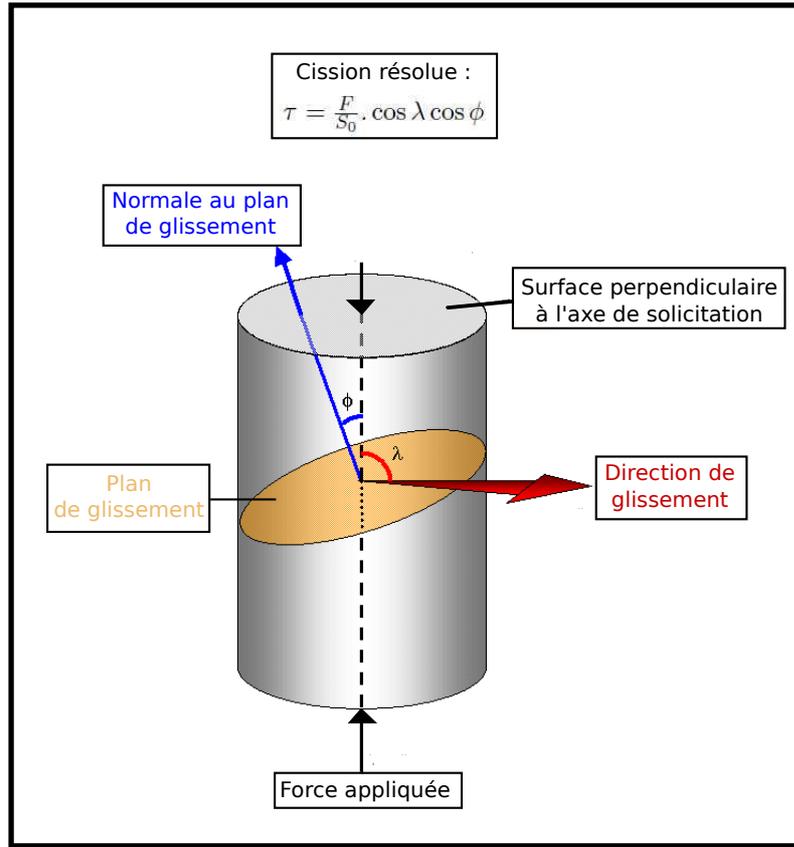


FIG. 4.4 – Figure illustrant le calcul de la cission résolue. Avec :  $F$  la force appliquée à l'échantillon,  $S_0$  la surface perpendiculaire à l'axe de sollicitation et  $\cos \phi$  l'angle entre l'axe de sollicitation et la direction de glissement.

#### 4.1.2.5 Evolution des cissions critiques

Certains modèles de plasticité cristalline (Needleman et al., 1985; Raphanel et al., 2004), définissent l'évolution de la cission critique telle que :

$$\frac{d\tau_c^s}{dt} = \sum_u h^{su} |\gamma^{(s)}| \quad (4.4)$$

Avec  $h^{su}$  la matrice d'érouissage d'un système et  $\gamma^{(s)}$  le taux de glissement du système.

Ce dernier évolue en lois puissance tel que :

$$\gamma^{(s)} = \gamma_0 \left( \frac{|\tau^{(s)}|}{\tau_c^{(s)}} \right)^n \text{sign} \tau^{(s)} \quad (4.5)$$

Dans ce type de modèle, les évolutions du taux de glissement et de la cission

critique sont inter-dépendants. On a donc un système itératif fortement non-linéaire donnant lieu à des calculs numériques en plasticité cristalline très longs.

La loi d'interaction définie en (4.4), permet de représenter l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent sous la forme d'une matrice. En 1965, Mandel (1965) dissocie l'auto-écrouissage (durcissement dû aux interactions des systèmes de glissement sur eux mêmes) représenté par les termes diagonaux, de l'écrouissage latent (autres interactions des différents systèmes les uns avec les autres) représenté par les autres termes de la matrice. Franciosi et al. (1980) propose une écriture dans laquelle douze interactions du système octaédrique sont prises en compte, et qui sont ramenées à 6 pour des raisons de symétrie. Des simulations en dynamique des dislocations (Madec, 2001; Devincere et al., 2006) ont classé ces interactions :

coplanaire(h1) < auto-écrouissage(h0) < Hirth(h2) < Lomer(h5) < glissile(h4) < colinéaire(h3).

Il est très difficile expérimentalement d'estimer ces interactions. Une méthode consiste à solliciter l'échantillon une première fois en glissement simple puis une seconde fois en glissement simple selon un autre axe (Bassani and Wu, 1991).

Très peu d'identifications d'interactions ont été effectuées sur les systèmes dodécaédriques et cubiques. Les calculs numériques présentés à la fin de ce chapitre, ne différencient pas les interactions entre les termes non-diagonaux de la matrice d'interaction. Seuls l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent seront pris en compte.

#### 4.1.2.6 Cas du polycristal

Un polycristal peut être considéré comme un agrégat de grains d'orientations cristallines différentes, créant ainsi une structure hétérogène. Lors d'un essai de compression uniaxiale, on impose une contrainte macroscopique qui donne des conditions aux limites complexes :

- Déplacement d'une face ;
- Contrainte nulle sur les faces perpendiculaires.

Les contraintes locales vont différer de la contrainte macroscopique et les déformations locales vont elles aussi différer d'un grain à un autre. Si l'on suppose un état de contrainte homogène, il faut à la fois tenir compte des cissions critiques et des facteurs de Schmid sur chaque système pour déterminer si le grain est bien orienté et va se déformer facilement.

### 4.1.3 Technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)

L'identification des systèmes de glissement nécessite de connaître les orientations cristallographiques. La technique EBSD, permet en utilisant la diffraction d'électrons rétrodiffusés d'obtenir les orientations cristallines des grains en surface d'un échantillon. Elle repose sur deux principes essentiels : La diffraction d'électrons rétrodiffusés suivant la loi de Bragg (fig 4.5) et l'indexation des lignes de "Kikuchi" (fig 4.6).

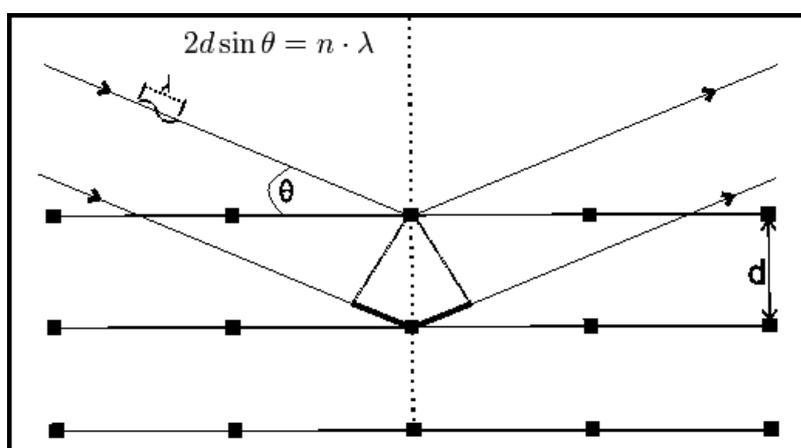


FIG. 4.5 – Schéma illustrant la loi de Bragg. Avec :  $\theta$  l'angle du faisceau incident et du plan,  $d$  la distance entre deux plans réticulaires et  $\lambda$  la longueur d'onde des électrons réfractés.

Lorsque les électrons incidents impactent l'échantillon, une partie des électrons rétrodiffusés interagissent avec un plan cristallographique suivant la loi de Bragg formant ainsi un cône de diffraction appelé "cône de Kossel". L'intersection entre ce cône et un écran phosphorescent forme des lignes dites de "Kikuchi" dont le nombre, la disposition, l'intensité et la largeur sont caractéristiques du réseau cristallin étudié et de son orientation par rapport à un référentiel lié au MEB. Une caméra enregistre ces lignes sous forme de clichés, qui sont ensuite traités en utilisant la transformée de Hough. Pour d'obtenir une carte d'orientations cristallographiques d'une zone voulue, cette technique de diffraction est appliquée grâce à un logiciel de pilotage automatique du faisceau afin d'obtenir pour chaque pointé une orientation cristallographique donnée en angles d'Euler, ainsi que la matrice de passage entre le repère du cristal et le repère du MEB (fig 4.6). Pour la réalisation de nos

cartes EBSD, nous utilisons un MEB FEG Quanta 600 équipé pour l'observation d'électrons rétrodiffusés et piloté par le logiciel Flamenco (hkl technology).

Les paramètres utilisés pour nos cartes EBSD sont les suivants :

- Échantillon tilté à 70 ° (pour optimiser la quantité d'électrons diffractés) avec une distance de travail (espacement entre le canon à électron et l'échantillon) de 20 mm.
- Vide partiel avec une pression de 80 Pa, afin d'éviter les problèmes de charges car une métallisation à l'or perturbe la diffraction des électrons.
- Ouverture du diaphragme 3 (en imagerie classique ouverture à 5) permettant d'envoyer plus d'électrons sur la surface et donc avoir plus de signal.
- Taille de spot 4 pour les mêmes raisons que précédemment.

#### 4.1.4 Angles d'Euler et matrice de rotation

Il est important de pouvoir repérer l'orientation d'un monocristal par rapport à un repère lié à l'observateur (Laboratoire, MEB, Machine d'essai,...). Un cristal cubique possède trois axes caractéristiques, définissant un repère orthonormé, les axes  $\langle 100 \rangle$  que nous appellerons (OXYZ). Notons qu'il y a vingt quatre façons équivalentes de fixer un tel repère. Il s'agit maintenant de définir l'orientation par rapport à un repère orthonormé quelconque (Oxyz) lié à l'observateur.

On sait que tout changement de repère orthonormé peut s'exprimer par une matrice de rotation, matrice définie par la propriété :

$$R^T R = R R^T = I \quad (4.6)$$

On peut donner une interprétation physique à cette matrice, puisqu'on sait que dans un espace 3D, il suffit de composer trois rotations pour passer d'un repère donné à n'importe quel autre repère orthonormé.

Ceci conduit à la définition de trois angles qui sont appelés angles d'Euler, représentés sur la figure 4.7.

Selon les conventions, les signes des angles et l'ordre des rotation autour des axes peuvent être différents. On utilise pour cette étude la convention suivante :

- les axes cubiques du réseau cristallin sont parallèles au axes de références du laboratoire ;
- la première rotation d'angle  $\varphi_1$  est une rotation autour de l'axe Z du cristal passant de l'axe Oxyz à l'axe Ouvz ;

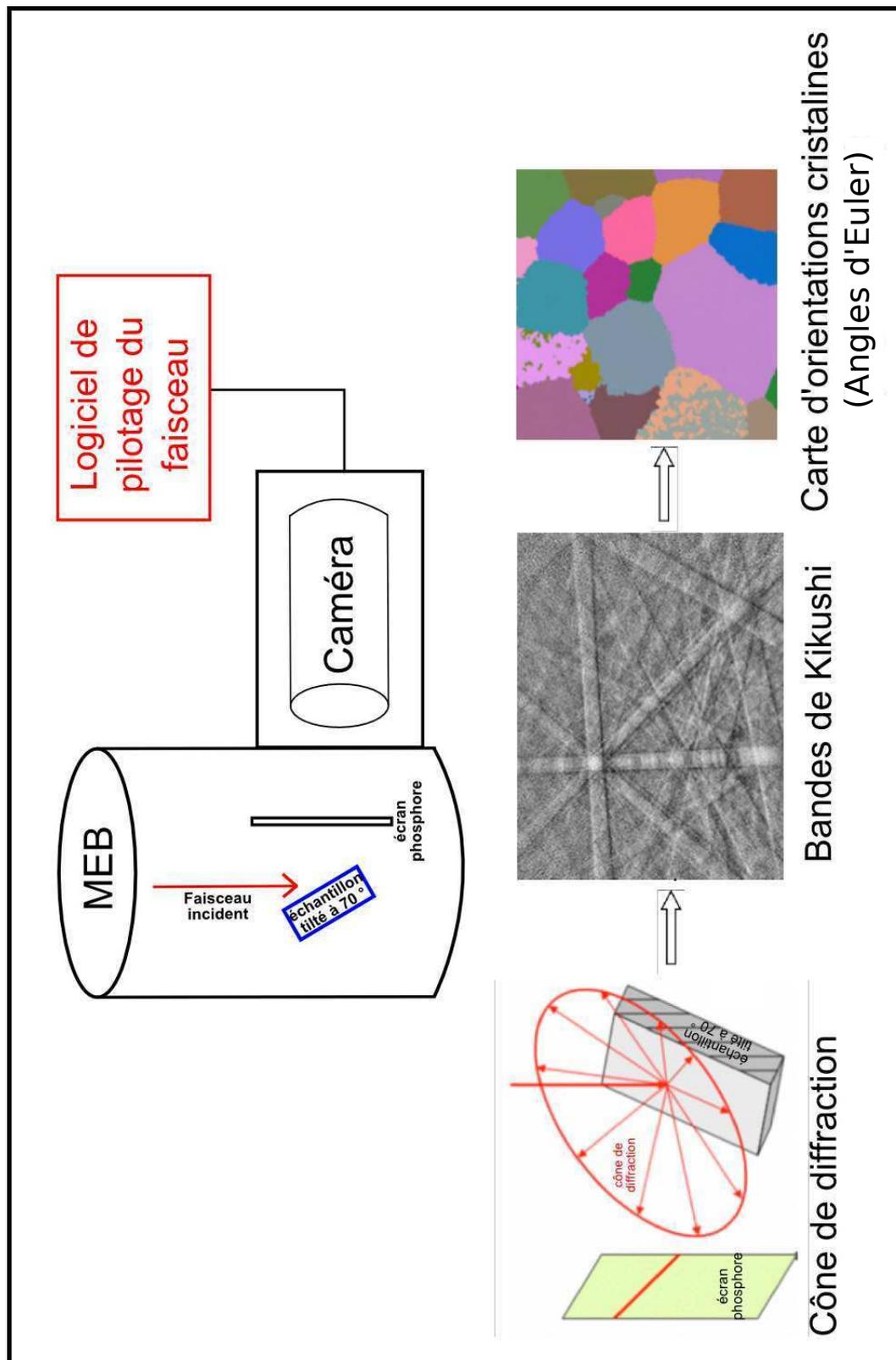


FIG. 4.6 – Schéma du fonctionnement de la technique EBSD. a) Illustration de configuration du MEB pour l'EBSD. b) Cône de diffraction de "Kossel". c) Lignes de "Kikuchi" observées sur un cliché. d) Carte d'orientations en angles d'Euler.

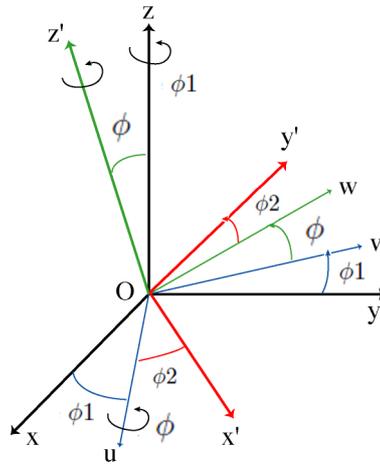


FIG. 4.7 – Schéma représentant les trois rotations des angles d'Euler.

- la seconde rotation d'angle  $\phi$  est une rotation autour du nouvel axe Ou passant de l'axe Ouvz à l'axe Ouvz' ;
- la troisième correspond à une rotation d'angle  $\varphi_2$  autour du dernier axe Oz' passant de l'axe Ouvz' à l'axe Ox'y'z'.

La matrice de rotation correspondante est :

$$(4.7) \quad R = \begin{pmatrix} \cos \varphi_2 \cos \varphi_1 - \sin \varphi_2 \cos \phi \sin \varphi_1 & -\cos \varphi_2 \sin \varphi_1 - \sin \varphi_2 \cos \phi \cos \varphi_1 & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_2 \cos \varphi_1 + \cos \varphi_2 \cos \phi \sin \varphi_1 & -\sin \varphi_2 \sin \varphi_1 + \cos \varphi_2 \cos \phi \cos \varphi_1 & -\cos \varphi_2 \cos \phi \\ \sin \phi \sin \varphi_1 & \sin \phi \cos \varphi_1 & \cos \varphi_2 \end{pmatrix}$$

Cette matrice est importante pour l'identification des systèmes de glissement. Les calculs du vecteur de la normale au plan de glissement "n" et de la direction de glissement "m" pour un système de glissement "s" dans le repère de référence de l'échantillon s'écrira :

$$\mathbf{N}^s = R \cdot \mathbf{n}^s \quad (4.8)$$

$$\mathbf{M}^s = R \cdot \mathbf{m}^s \quad (4.9)$$

## 4.2 Systèmes de glissement actifs : Apport de la Corrélation d'Images Numérique

Cette partie traite des techniques d'identification des systèmes de glissement activés lors de la déformation plastique. Dans un premier temps nous présentons les méthodes classiques utilisées pour l'identification des plans de glissement en montrant l'apport considérable de la CIN pour cette étude. Une seconde partie traite de l'identification des directions de glissement.

### 4.2.1 Identification des plans de glissement

#### 4.2.1.1 Principe

Classiquement, l'identification des plans de glissement actifs se fait à partir de l'observation des lignes de glissement à la surface. Il s'agit de résoudre un problème géométrique qui consiste, en connaissant l'orientation cristalline du grain (obtenue par EBSD), à tracer toutes les intersections possibles entre les plans de glissements et la surface de l'échantillon. On superpose ces traces sur une micrographie MEB, les traces qui se superposent aux lignes de glissements correspondent aux plans actifs (fig4.8). L'innovation de cette étude est dans l'apport d'une information jusqu'ici manquante. En effet, les lignes de glissement visibles au MEB correspondent comme dit précédemment à des marches d'escaliers, elles sont visibles au MEB en électrons secondaires qui sont sensibles à la topographie de l'échantillon. Les lignes de glissement visibles à la surface de l'échantillon nous indiquent donc seulement les plans de glissement dont le glissement a une composante hors plan. Dans le cas contraire, seul le calcul à partir des mesures de champs à l'échelle microscopique (voir chapitre 3) mettra en évidence du glissement intracristallin. On propose d'utiliser ces bandes de déformation comme une information supplémentaire pour l'identification des plans de glissement.

#### 4.2.1.2 Résultats

L'étude d'identification s'est faite à partir des essais présentés dans le chapitre précédent :

- Essai microscopique à température ambiante sur le matériau à microstructure à gros grains ;

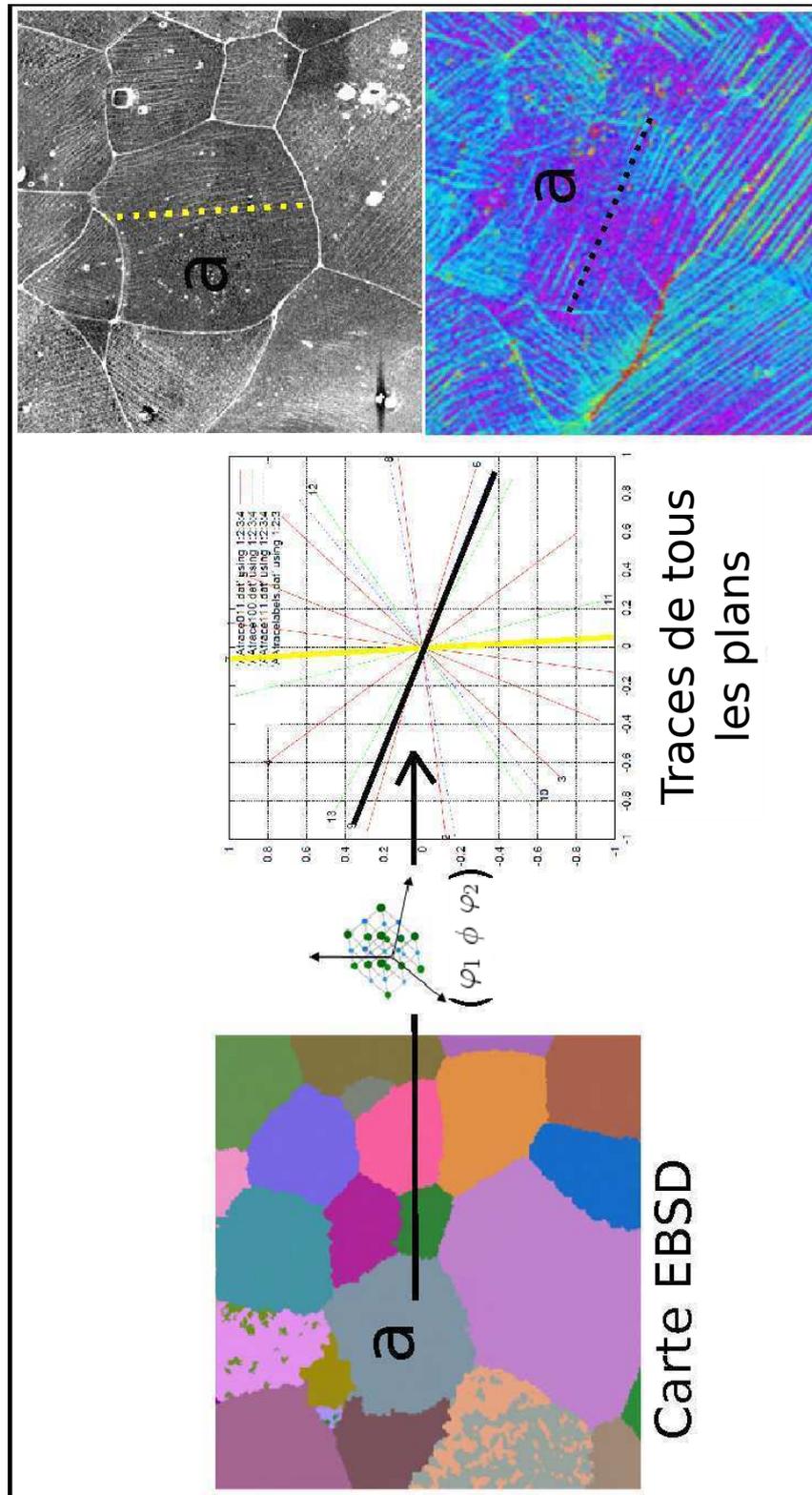


FIG. 4.8 – Schéma de la méthode employée pour l'identification des plans de glissement.

- Essai microscopique à 350 ° C sur le matériau à microstructure à gros grains.

Les résultats de l'identification des plans à température ambiante (fig4.9) montrent que toutes les familles sont représentées. On peut noter l'importance des plans identifiés grâce aux mesures de champs (traits noirs). De plus, il est important de noter l'activation de plans de glissement localisés (traits jaunes) proches des interfaces. Ils sont activés de manière très locale en complément d'un ou plusieurs systèmes de glissement qui dominent sur l'ensemble du grain. Cette localisation témoigne des variations des états de contrainte, près des interfaces. La localisation entraîne parfois du glissement aux interfaces qui peut être accompagné d'une rotation très locale du grain. Du glissement dévié est aussi observé (traits verts).

Les résultats de l'essai à chaud sont présentés sur une zone plus petite montrant moins de grains (fig 4.10). On peut observer le même type de résultats que pour les résultats à température ambiante. Les systèmes activés très localement (jaune) correspondent aux "zones d'ombres" observées par CIN (voir chapitre 3). Cette géométrie indique de complexes interactions entre systèmes au sein des grains mais aussi l'influence des interfaces et des jonctions multiples.

#### **4.2.1.3 Discussion**

Ces résultats doivent tout de même être nuancés. En effet, l'identification des plans a été effectuée à partir d'une carte EBSD réalisée avant la déformation. On ne prend donc pas en compte d'éventuelles rotations cristallographiques qui auraient pu apparaître lors de la déformation. Il serait pertinent de réaliser une carte EBSD après déformation car il serait possible de voir et de quantifier les rotations cristallographique. Cela nous permettrait aussi de valider l'identification des plans de glissement activés. Malheureusement, la déformation entraîne la formation près de la surface de nombreux défauts (planéité, dislocations) rendant la réalisation d'une carte EBSD difficile. Nous présentons donc ici des résultats intéressants qu'il serait bon de confirmer.

### **4.2.2 Identification des directions de glissement**

Pour les systèmes dodécaédriques, il y a seulement une direction par plan, l'identification du plan suffira donc pour identifier le système complet. Pour les deux

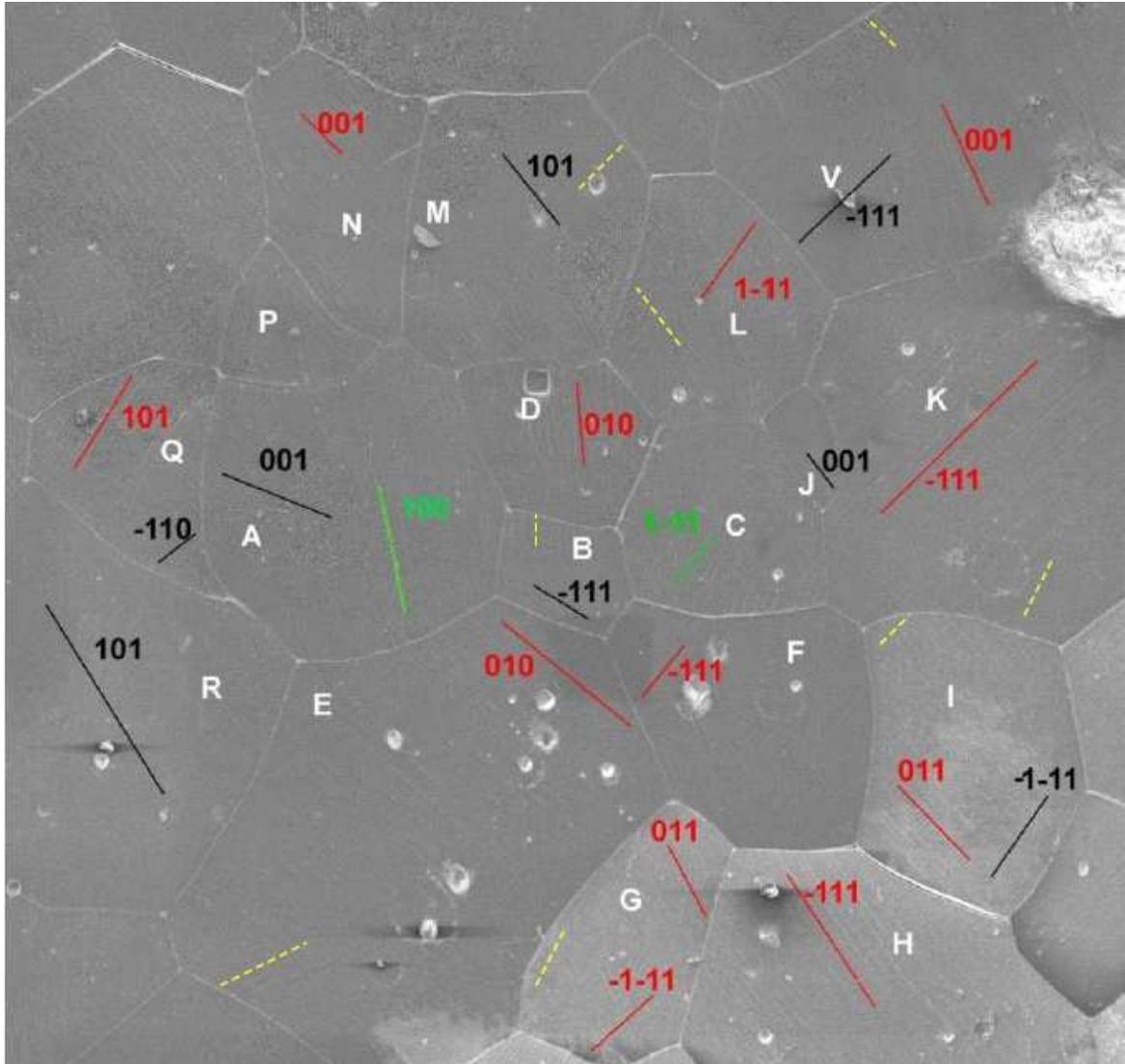


FIG. 4.9 – Carte des plans de glissement actifs lors d'un essai de compression uniaxial à température ambiante. En rouge on représente les plans visibles par MEB et CIN, en vert le glissement dévié, en noir les plans identifiés seulement par CIN et en jaune les plans de glissement secondaires activés proches des interfaces.

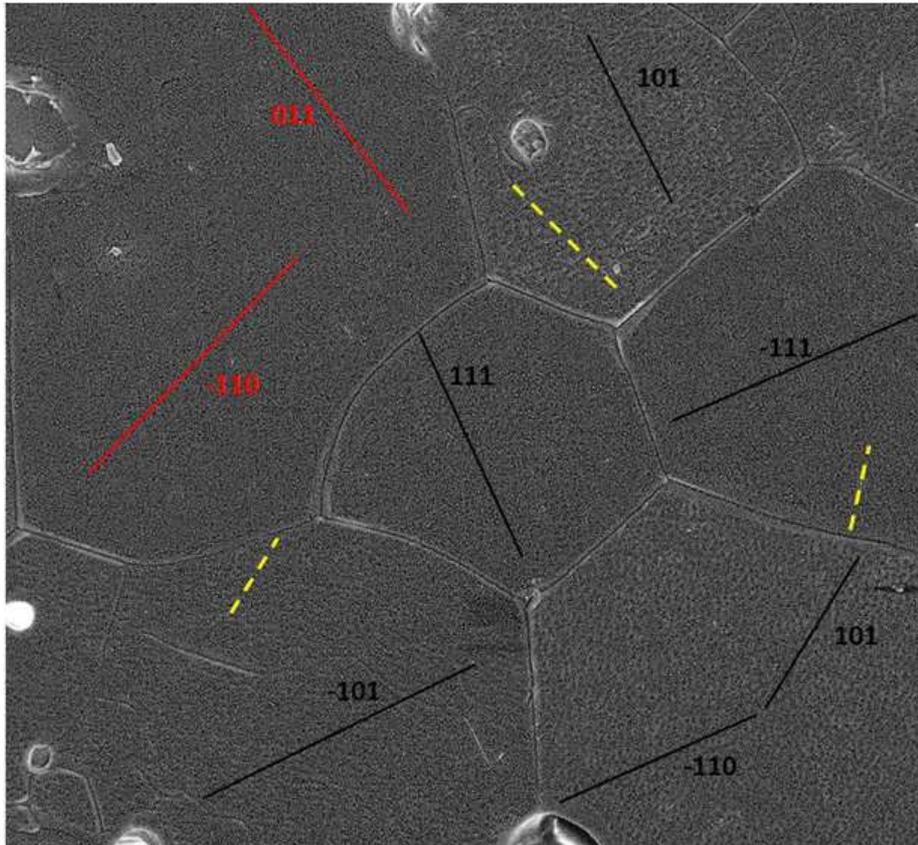


FIG. 4.10 – Carte des plans de glissement actifs lors d'un essai de compression uniaxial à 350 ° C. En rouge on représente les plans visibles par MEB et CIN, en vert le glissement dévié, en noir on représente les plans identifiés seulement par CIN et en jaune les plans de glissement secondaires activés proche des interfaces.

autres familles, une identification est nécessaire. Elle va s'effectuer à partir des calculs de facteurs de Schmid. Ils vont être calculés pour chaque grain avec l'hypothèse que la contrainte locale est identique à la contrainte macroscopique. On calcule pour chaque grain les facteurs de Schmid des systèmes de glissement et pour chaque plan identifié on choisit la direction correspondant au facteur de Schmid le plus élevé. Les résultats sont données dans le tableau 4.2.

La première remarque que l'on peut faire à la vue de ces résultats, est que au premier ordre d'approximation, les systèmes activés sur l'ensemble des grains corroborent l'hypothèse d'identité entre la contrainte macroscopique et la contrainte locale de chaque grain. En effet, la majorité des systèmes identifiés font partie des systèmes les plus facilement activables.

La seconde remarque se porte sur les systèmes précédemment identifiés qui se localisent près des interfaces (\* dans le tableau 4.2). Ces systèmes ont pour la plupart de faibles facteurs de Schmid. On en déduit que proche des joints de grains, on ne peut pas faire d'hypothèse a priori sur la contrainte locale, et donc on ne peut pas identifier la direction du glissement. Une manière d'avoir accès à ces contraintes locales passe par la modélisation numérique par éléments finis en plasticité cristalline.

### **4.2.3 Discussion**

Nous avons vu que lors d'un essai de compression macroscopique, la déformation aura tendance à se propager en créant des bandes de localisation à environ  $45^\circ$  de la direction de chargement. Dans ces conditions, les contraintes principales locales ont en moyenne, les mêmes directions que les contraintes principales macroscopiques. Si un grain présente une orientation peu favorable à la déformation plastique (facteur de Schmid faible sur les systèmes facilement activables), deux évènements peuvent se produire.

- Soit la contrainte locale va augmenter jusqu'à atteindre la cission critique d'une autre famille et activer un des systèmes appartenant à cette famille.
- Soit le grain va s'orienter différemment (rotation) de sorte à pouvoir activer les systèmes facilement activables, c'est à dire avec une cission critique faible et facteur de Schmid élevé.

Si la contrainte locale augmente trop, le mécanisme de glissement aux interfaces peut intervenir pour relâcher l'excès de contrainte et éventuellement permettre au

Noms des grains	Plans	Directions	Facteurs de Schmid associés
A	(001)	[-110]	0.31
	(100)	[011]	-0.47
B	(-111)	[0-11]	-0.36
	(1-11)*	[011]*	-0.17*
C	(1-11)	[-101]	-0.46
D	(010)	[-101]	-0.11
E	(010)	[-101]	-0.46
	(-111)*	[0-11]/[110]*	0.29/0.28*
F	(-111)	[110]	-0.44
G	(-1-11)	[0-11]	-0.45
	(011)	[0-11]	-0.46
	(-111)*	[0-11]/[-110]*	-0.32/0.31*
H	(-111)	[0-11]	-0.45
I	(011)	[0-11]	-0.4
	(-1-11)*	[-110]*	-0.47*
J	(001)	[0-11]	0.35
K	(-111)*	[110]*	-0.43*
	(111)	[-101]	-0.41
L	(1-11)	[-101]/[011]	-0.42/-0.40
	(101)*	[-101]*	-0.19*
M	(101)	[-101]	0.21
N	(001)	[-110]	0.36
Q	(101)	[-101]	-0.45
	(-110)	[110]	-0.46
R	(101)	[-101]	0.22
V	(-111)	[0-11]/[110]	0.36/-0.34
	(001)	[110]	-0.48
	(0-11)*	[011]*	0.1*

TAB. 4.2 – Tableau récapitulatif des systèmes de glissement identifiés. Certaines directions n'ont pas pu être identifiés, on donne donc deux solutions.

grain une rotation. Dans les deux cas, il s'agit de permettre une propagation de la déformation à travers l'agrégat.

Si l'on se réfère aux cartes de déformation obtenues par mesures de champs, on remarque que les premières localisations apparaissent au niveau des interfaces et que leur apparition coïncide avec le coude sur la courbe macroscopique de chargement mesurée. Cela signifie qu'à partir d'une certaine contrainte macroscopique seuil, typiquement 20 MPa pour le matériau à gros grains, la contrainte locale de certaines interfaces est trop élevée, ce qui va entraîner la décohésion de ces dernières et le glissement des grains adjacents correspondant au glissement aux joints de grains. Ces premiers glissements localisés vont permettre de débloquent des configurations locales défavorables du point de vue de la plasticité cristalline, en relaxant les contraintes et en accommodant les incompatibilités qui les engendrent. Cette contrainte seuil dépend de la microstructure : elle est de  $\sim 20$  MPa dans le matériau à gros grains, de  $\sim 30$  MPa dans matériau à grains fins et de  $\sim 35$  MPa dans le matériau à distribution de taille de grains bi-modale.

### 4.3 Calculs par éléments finis : Code Zébulon

Cette partie présente une première approche de calcul par éléments finis (EF) sur un polycristal de sel à l'aide du code de calcul Zébulon. Une première section porte sur une première identification de paramètres pour une loi de comportement monocristalline. Une seconde section porte sur un calcul polycristallin effectué en compression uniaxiale avec un chargement homogène.

#### 4.3.1 Identification des paramètres de la loi de comportement monocristalline du sel.

Les cissions critiques des différents systèmes dans le sel sont peu connues. Si l'on active un seul système de glissement, on pourra définir une cission critique. Il est relativement aisé d'activer des plans de glissement dodécaédrique car avec une compression uniaxiale selon l'axe  $[100]$ , quatre systèmes de cette famille ont un facteur de Schmid égal à 0.5. Pour les deux autres familles, cela est moins évident car il est difficile de trouver des orientations de sollicitations qui activeront seulement une famille.

Carter and Heard (1970) ont pour cela réalisé une batterie d'essais mécaniques triaxiaux en extension (contrainte de confinement  $>$  contrainte axiale), avec trois directions de sollicitations différentes. Elles ont été choisies de manière à ce que les facteurs de Schmid soient forts pour un système et faibles pour les autres (table 4.3). Des observations sont faites a posteriori afin d'identifier les systèmes activés. Les résultats obtenus montrent que :

- suivant la sollicitation  $[100]$  : Seulement les systèmes dodécaédriques  $\{110\}\langle 110\rangle$  sont activés.
- suivant la sollicitation selon  $[110]$  ( $45^\circ$ ) par rapport à  $[100]$  : Les systèmes dodécaédriques et octaédriques  $\{111\}\langle 110\rangle$  sont activés.
- suivant une sollicitation à  $30^\circ$  par rapport  $[100]$  sur  $(110)$  : seulement le système cubique  $\{100\}\langle 110\rangle$  est activé.

A partir de leur résultats, ils ont pu donner un ratio entre les cissions critiques des différentes familles de systèmes de 1, 3 et 4.5 à température ambiante par rapport à la famille dodécaédrique. Ils ont aussi montré qu'à haute température,  $>350^\circ\text{C}$ , les cissions critiques diminuent et se rapprochent d'une même valeur traduisant une activation plus facile de tous les systèmes (figure 4.11).

	(110), [1-10]	(100), [110]	(111), [1-10]
Sollicitation parallèle à l'axe 100	4 avec 0.5	6 avec 0	8 avec 0.41
une sollicitation à 30 ° par rapport (100) sur (110)	4 avec 0.07	2 avec 0.47 1 avec 0.43	2 avec 0.34
sollicitation selon 110 (45 ° par rapport à 100)	4 avec 0.25	4 avec 0.35	4 avec 0.41

TAB. 4.3 – Résultats issus de Carter et Heard (1970).

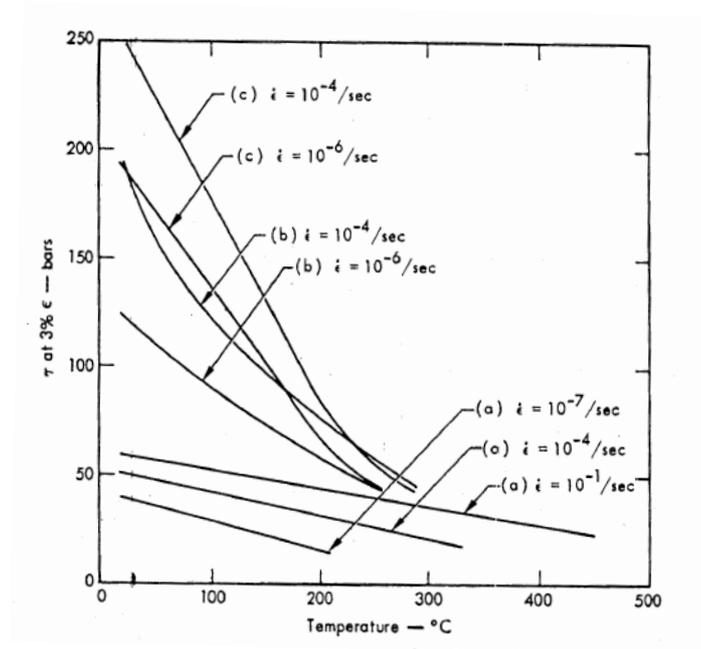


FIG. 4.11 – Évolution des cissions critiques en fonction de la température à 3% de déformation (Carter et Heard 1970).

Une première identification a été effectuée par Pouya (2000), mais il s'intéresse seulement à l'activation des systèmes  $\{110\}\langle 110\rangle$  et  $\{111\}\langle 110\rangle$ . De plus il fait l'hypothèse d'un écrouissage linéaire.

#### 4.3.1.1 Identification des paramètres par optimisation

Nous choisissons pour notre approche le modèle de visco-plasticité "genevp" du code de calcul Zébulon.

Pour la partie élastique on considère une élasticité anisotrope. Pour un matériau cubique, le tenseur des modules élastiques n'a que trois coefficients distincts : C11, C12 et C44. Les coefficients utilisés pour les calculs ont été trouvés dans la littérature.  $C_{11} = 48500$ ,  $C_{12} = 12300$  et  $C_{44} = 12610$  MPa (Boch and Nièpce, 2010). Nous choisissons dans un premier temps de ne pas prendre en compte la viscosité du matériau, il n'y aura donc pas de dépendance à la vitesse de déformation. Pour terminer, nous choisissons pour la partie plastique un écrouissage non-linéaire avec interaction entre les systèmes. La cission critique sur le système i, à un instant est donné par :

$$\tau_i = \tau_0 + \sum_{k=1}^n h_{ik}(\tau_k - \tau_k^0) \quad (4.10)$$

Avec  $\tau_k^0$  la cission critique initiale sur le système k et  $h_{ik}$  la matrice d'interaction. La cission critique sur un système évolue avec le glissement plastique sur ce système selon :

$$\tau^k = \tau_0^k + Q \times (1 - \exp^{-b\gamma_k}) \quad (4.11)$$

Avec Q une saturation de l'écrouissage, b un taux de saturation et  $\gamma_k$  la déformation plastique cumulée sur le système k.

L'interaction entre systèmes de glissement est donnée par :

$$\tau_i = \tau_i^0 + Q \sum_{k=1}^n (1 - \exp^{-b\gamma_k}) h_{ik} \quad (4.12)$$

Nous choisissons de fixer, les cissions critiques avec les ratios donnés par Carter and Heard (1970) avec 1 MPa pour le système dodécaédrique. Nous choisissons

	Dodécaédrique	Octaédrique	Cubique
Q	21.9 MPa	36.4 MPa	42.8 MPa
b	3.7	87.3	10.4
$h_{do}$	-0.5	-0.5	
$h_{oc}$		-0.4	-0.4
$h_{dc}$	-0.1		-0.1

TAB. 4.4 – Coefficients retenus pour la partie plastique de la loi de comportement du monocristal.

aussi de ne pas prendre en compte les interactions pour chaque système. Il reste à identifier les deux paramètres Q et b par système et les trois interactions entre les différents systèmes. L'identification de ces paramètres se fait dans Zébulon en utilisant l'option d'optimisation, contenant plusieurs algorithmes. On retient l'algorithme "levenberg marquardt", un algorithme qui utilise une régression non-linéaire à travers la méthode des moindres carrés.

Notre approche, consiste dans un premier temps à optimiser les paramètres du système dodécaédrique ( $\{110\}\langle 110\rangle$ ), s'ajustant à la courbe de Carter and Heard (1970) pour la sollicitation dans la direction  $\langle 100\rangle$ , qui est censée activer seulement quatre systèmes de la famille dodécaédrique. Ensuite nous fixons les paramètres pour le système dodécaédrique et nous optimisons sur les deux courbes suivantes en même temps. Les valeurs des coefficients retenus sont notés dans le tableau 4.4.

#### 4.3.1.2 Résultats et discussion

Les résultats suivants (figure 4.12) présentent les courbes contrainte-déformation de Carter and Heard (1970) et des simulations numériques sur un point avec les paramètres optimisés.

L'optimisation est très satisfaisante pour l'orientation [100] (systèmes dodécaédriques) mais pose des problèmes pour les autres orientations. Cependant à ce stade du travail nous nous limiterons à ces résultats. Les orientations testées par Carter and Heard (1970) sont en nombre limité et leurs essais en extension sous confinement ne correspondent pas à nos conditions. Toutes ces raisons nous amènent à penser qu'il n'est pas possible d'optimiser plus sur la base des données de Carter and

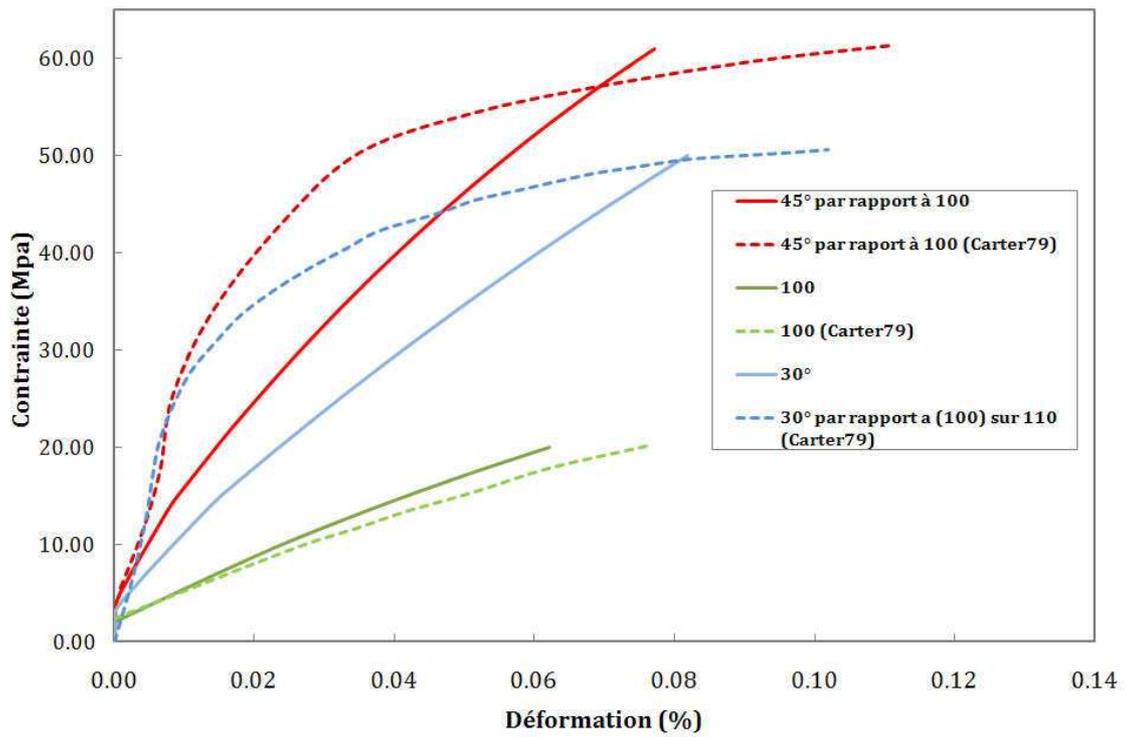


FIG. 4.12 – Comparaison courbes Contrainte-Déformation expérimentales (Carter and Heard, 1970) et numériques calculées par Zébulon.

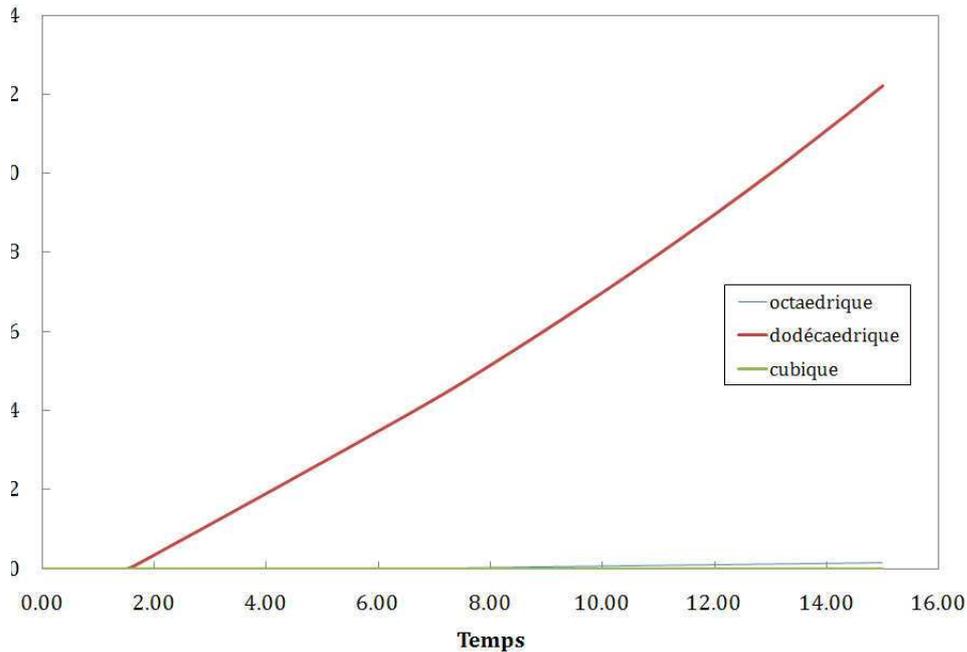


FIG. 4.13 – Quantité de glissement suivant la sollicitation 100

Heard (1970). Mais en l'absence de données récentes et plus précises nous avons été obligés de nous y tenir. C'est une des raisons pour laquelle dans un premier temps tous les coefficients d'interactions des systèmes sont fixés à 1.

Les courbes contrainte-déformation obtenues semblent cohérentes, elle ne présentent pas autant de déformation que les courbes expérimentales, mais leur comportement est satisfaisant. Afin de vérifier la cohérence des résultats, on trace le taux de glissement sur chaque système pour les différentes configurations. L'analyse des taux de glissement cumulés de chaque famille de système pour les trois sollicitations différentes révèle d'importantes informations. La sollicitation selon l'axe [100], corrobore la théorie, c'est à dire que l'on active des systèmes octaédriques et des systèmes dodécaédriques, mais avec des taux de glissement extrêmement différents. Le taux de glissement cumulé sur les systèmes dodécaédriques sont 85 fois supérieurs aux taux de glissements cumulés sur les systèmes octaédriques. Cette importante différence s'explique par une cission critique plus faible et des facteurs de Schmid plus élevés pour la famille dodécaédrique. Les systèmes cubiques, dont les facteurs de Schmid valent zéro ne sont pas activés.

La sollicitation selon [110] montre que l'on active des systèmes dans les trois

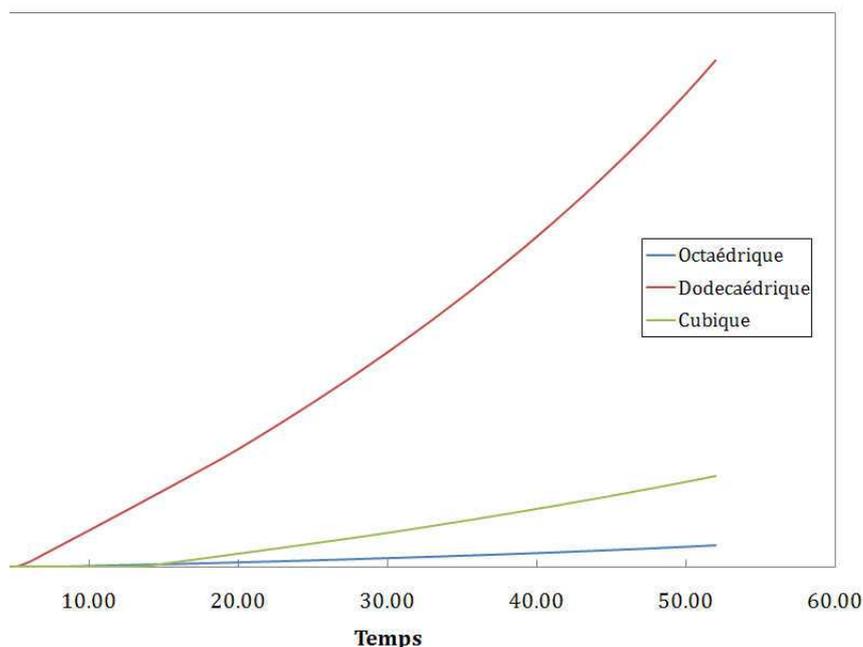


FIG. 4.14 – Quantité de glissement suivant la sollicitation selon 110 ( $45^\circ$  par rapport à 100).

familles, mais avec des taux de glissement de valeurs très différentes. Ainsi, le glissement opéré sur des systèmes dodécaédriques est vingt fois supérieur à celui des systèmes octaédriques et cinq fois supérieur au glissement intervenant sur des systèmes cubiques. Ce résultat pose des questions quant à ceux Carter and Heard (1970) qui dans cette configuration, affirment activer des systèmes octaédriques.

La dernière configuration, nous montre l'activation des trois familles, avec un taux de glissement plus important sur le système dodécaédrique, ensuite le cubique puis l'octaédrique. Pour cette configuration aussi, des questions se posent quant aux observations de Carter and Heard (1970) lesquels n'identifiaient que des systèmes cubiques.

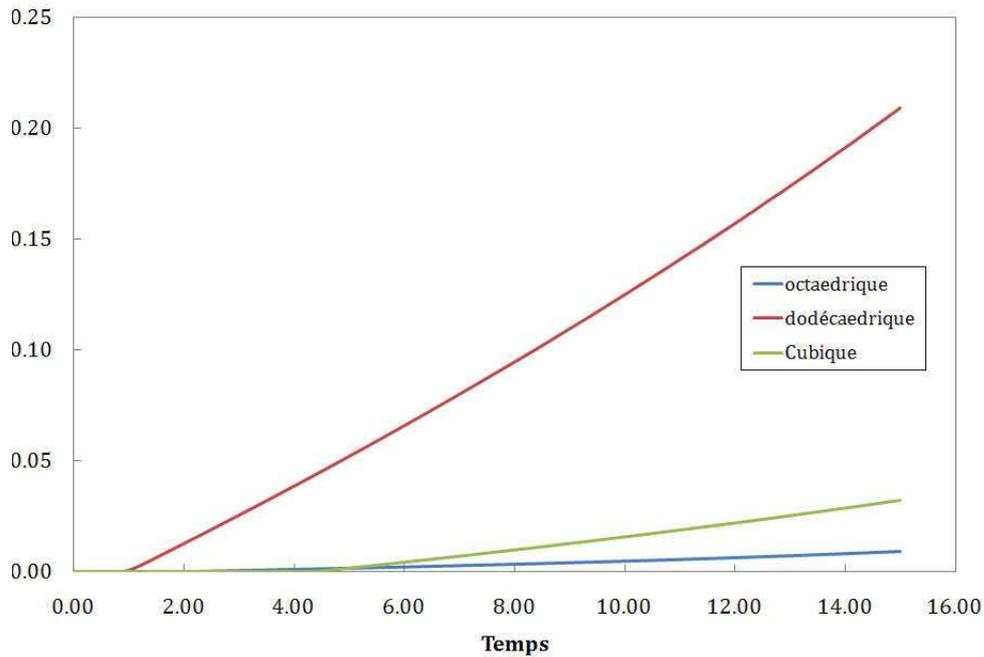


FIG. 4.15 – Quantité de glissement suivant une sollicitation à  $30^\circ$  par rapport (100) sur (110).

### 4.3.2 Calculs polycristallins

Les calculs polycristallins sont effectués sur un maillage 2D réalisé à partir de la microstructure réelle d'une zone de l'échantillon à gros grains présenté au chapitre 3 (figure 4.16).

On utilise la loi élasto-visco-plastique identifiée précédemment, c'est à dire avec un écrouissage non-linéaire et une interaction entre les différents systèmes de glissement et on tient compte des orientations cristallines.

Dans un souci de gain de temps, les calculs sont effectués en 2,5D, c'est à dire sur un maillage plan avec une hypothèse de déformation plane généralisée.

Les conditions aux limites utilisées pour le calcul sont un déplacement homogène dans le sens de la sollicitation, des nœuds des cotés perpendiculaires à la direction de compression et des bords libres pour les deux autres cotés.

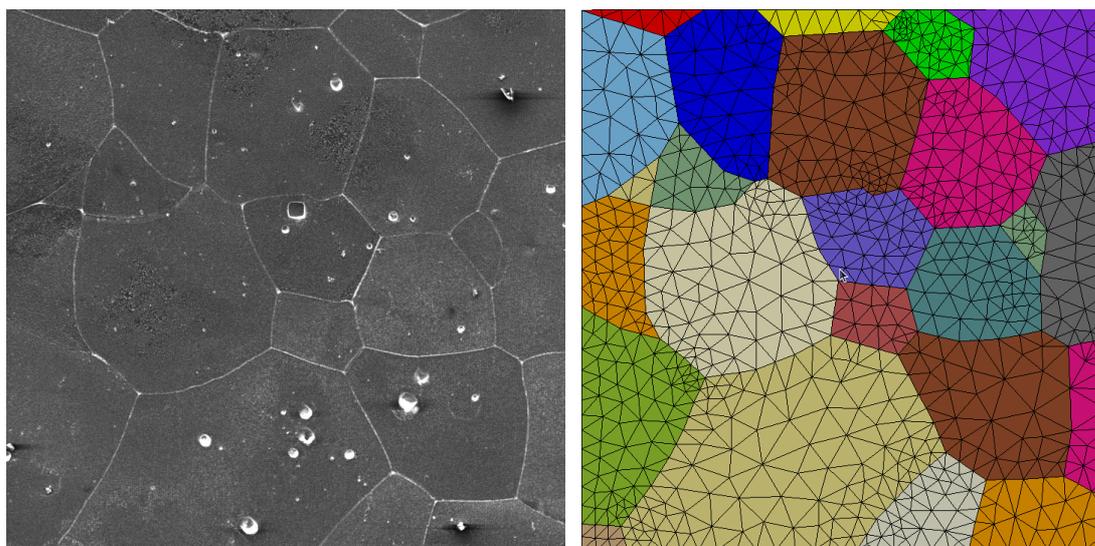


FIG. 4.16 – Maillage Zébulon d'un polycristal de sel à partir d'une structure réelle.

### 4.3.3 Résultats

On procède incrémentalement jusqu'à des déplacements équivalents à une déformation de 3%.

La figure 4.17 montre la comparaison des courbes contrainte-déformation axiales calculés par CMV et par Zébulon. L'entrée en plasticité du calcul semble être en cohérence avec les mesure de champs c'est à dire autour de 8 MPa. Les différences notables entre le calcul par éléments finis et la CIN résident dans le régime transitoire, plus long dans la mesure. Ce comportement rappelle celui noté sur la figure 4.12. Le taux d'érouissage calculé est bien plus élevé que celui observé. Ceci est qualitativement explicable par le fait que dans le calcul il n'est pas tenu compte du mécanisme de glissement aux joints. Or, le glissement intervient aux interfaces où les incompatibilités plastiques entre grains voisins sont les plus marquées et où la contrainte locale atteint rapidement le seuil de cohésion interfaciale. Ce mécanisme d'accommodation permet de relaxer les contraintes locales pour poursuivre la déformation plastique d'ensemble. Au contraire, dans le calcul, les contraintes locales se maintiennent à des valeurs très élevées, ce qui entraine un érouissage plus fort.

La figure 4.18 compare les cartes de déformations selon la composante  $\varepsilon_{11}$  obtenue par le calcul éléments finis et par la CIN. Les cartes présentées ont la même

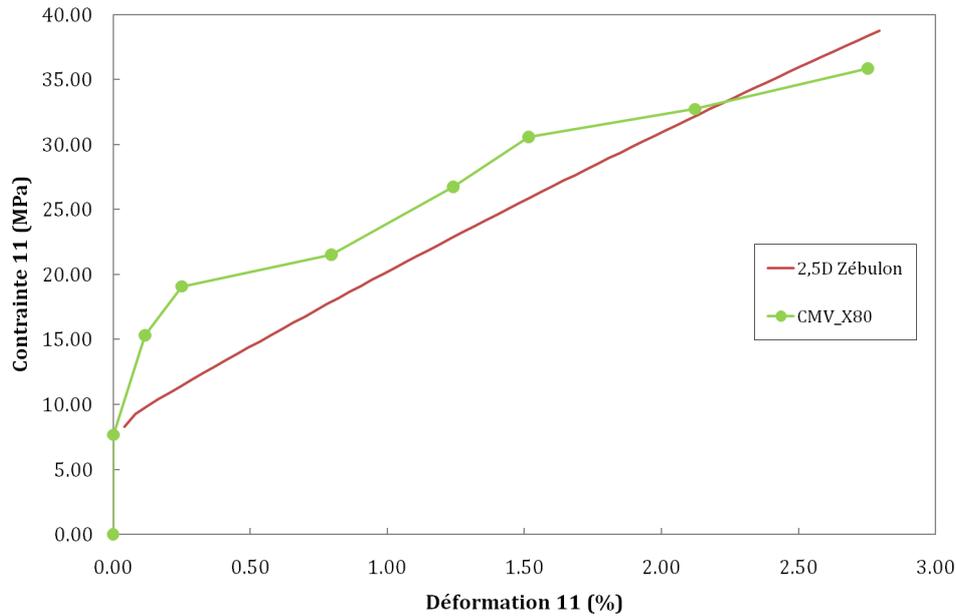


FIG. 4.17 – Courbes Contrainte-Déformation obtenues par CIN et par calcul éléments finis.

échelle de couleurs et ont le même niveau de déformation. Il est intéressant de noter qu'avec des conditions aux limites ne représentant pas la réalité, les cartes présentent des similarités. En effet, les zones peu déformées (jaune) coïncident en partie avec la carte obtenue par CMV. On peut aussi noter que l'on observe des déformations élevées dans des zones où l'on observe du glissement aux interfaces (cercle bleu).

Un composante intéressante du tenseur de déformation est la composante 12, le glissement intracristallin correspondant à du cisaillement. Lorsque l'on compare les cartes de champ calculé par CMV et les cartes obtenues par le calcul EF, la similitude est frappante (figure4.19).

On s'intéresse maintenant à l'activation des systèmes de glissement dans les grains. Pour cela on trace le taux de glissement cumulé des différents systèmes sur notre maillage.

La figure 4.20 présente la carte d'identification des plans de glissement effectuée dans la partie précédente, ainsi que des cartes montrant les différents taux de glissement des systèmes de glissement. On note que certains grains n'ont pas été pris

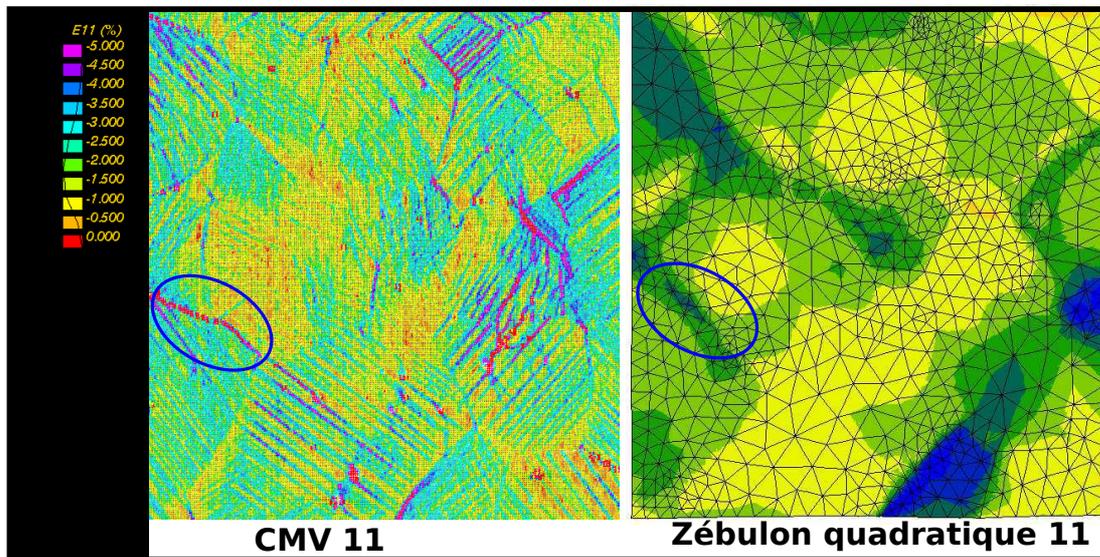


FIG. 4.18 – Comparaison des cartes de déformations obtenues par CMV et par Zébulon Pour la composante 11 du tenseur des déformation.

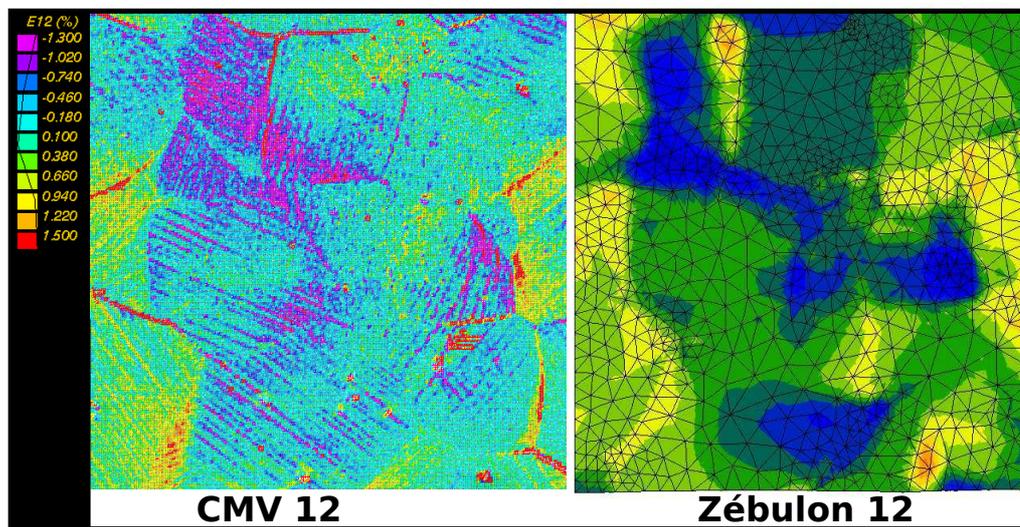


FIG. 4.19 – Comparaison des cartes de déformations obtenues par CMV et par Zébulon pour la composante 12 du tenseur des déformations.



en compte lors de l'identification des plans, on ne les prendra donc pas en compte pour cette comparaison. Les taux de glissement les plus importants sur les systèmes dodécaédriques interviennent principalement sur quatre grains. Nous avons identifié expérimentalement l'activation des plans dodécaédriques sur ces grains. On peut aussi noter qu'il s'agit également des zones dans lesquelles on observe la plus forte déformation. La comparaison sur les systèmes octaédriques est moins évidente. Les plus forts taux de glissement n'interviennent pas toujours sur des grains dont on a identifié les plans. Néanmoins, la zone en bas à droite localise du glissement octaédrique sur des grains où nous avons identifié des plans octaédriques.

On peut faire deux remarques sur l'activation des systèmes cubiques, premièrement les grains qui ont activé des systèmes dodécaédriques, ne présentent pas, ou très peu, de glissement sur les systèmes cubiques. La seconde remarque est que pour des grains tels que le grain B (figure 4.20), qui est un gros grain où l'on avait identifié un plan principal cubique, seulement du glissement cubique intervient. Si l'on se réfère aux facteurs de Schmid avec l'hypothèse de compression axiale, ce grain a des facteurs de Schmid très faibles ( $\sim 0.02$ ) sur les plans  $\{110\}$  et forts (0.47) sur les plans  $\{100\}$ .

Ce premier calcul montre des résultats intéressants car même avec une approche très simplifiée (uniquement de la plasticité cristalline, lois de glissement très simples et conditions aux limites homogènes) il permet déjà d'obtenir des points de comparaison. Ces résultats doivent tout de même être pris avec précaution, par exemple on ne retrouve pas par le calcul certains systèmes locaux identifiés expérimentalement. Cela pourrait venir des rotations cristallines locales qui ne sont pas prises en compte dans le calcul.

Des améliorations futures impliquent nécessairement l'obtention expérimentale de lois de comportement du monocristal plus fiables que celle dont on dispose actuellement, ou du moins obtenues dans des conditions plus proches de celle de nos essais. Par ailleurs, il serait aussi nécessaire de tenir compte de la structure réelle 3D, à savoir la morphologie des couches de grains sous-jacents à la zone d'observation. Dans un calcul par éléments finis, les conditions aux limites sont très importantes, on pourrait appliquer un champ de déplacement aux bords du motif, mesuré expérimentalement. Des études montrent que la mise en œuvre n'est pas évidente (Héripré et al., 2007).

En opposition aux techniques d'homogénéisation qui visent à caractériser le

comportement global représentatif (Lebensohn et al., 2003; Liu et al., 2005), la modélisation par éléments finis quant à elle, se limite à des investigations locales (partiellement représentatives) pour des raisons de moyens de calculs, mais par contre, permet de tenir compte de façon très précise des effets locaux des microstructures et des interactions des micro-mécanismes actifs. Il sera donc primordial dans une étape ultérieure d'intégrer dans la modélisation le comportement particulier des interfaces qui permettrait de rendre compte du glissement aux joints.



# Quantification de la part de glissement aux interfaces

---

*Nous avons clairement établi au chapitre 3, que deux mécanismes intervenaient lors de la déformation plastique : la plasticité intra-cristalline et le glissement aux joints. Il convient à présent de quantifier leurs parts respectives dans la déformation. Ce chapitre présente une technique issue de la CIN, pour atteindre cet objectif. Une première section expose le principe utilisé pour quantifier le mécanisme de glissement aux interfaces. Une deuxième section montre des résultats obtenus avec CMV. Dans une dernière section, on propose une amélioration de l'évaluation en prenant en compte un facteur correctif.*

## Sommaire

---

<b>5.1 Principe</b> . . . . .	<b>152</b>
<b>5.2 Application dans CMV</b> . . . . .	<b>153</b>
5.2.1 Méthode . . . . .	153
5.2.2 Résultats à température ambiante . . . . .	155
5.2.3 Discussion . . . . .	157
5.2.4 Résultats à 350 °C . . . . .	158
<b>5.3 Application d'un facteur correctif</b> . . . . .	<b>159</b>
5.3.1 Principe . . . . .	159
5.3.2 Résultats . . . . .	160
5.3.3 Discussion . . . . .	163

---

## 5.1 Principe

Le principe de cette quantification a été développé par Rupin (2007), exprimé dans le cas d'un acier inox bi-phasé. Nous l'avons adapté pour un matériau cristallin présentant du glissement aux interfaces.

Considérons un domaine  $\Omega$  constitué de deux grains occupant respectivement des domaines  $\Omega^+$  et  $\Omega^-$  – séparés par une interface  $I$ . La moyenne du gradient de déformation sur le domaine entier  $\Omega$  est :

$$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} = \frac{\Omega^+}{\Omega} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^+} + \frac{\Omega^-}{\Omega} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^-} . \quad (5.1)$$

Le gradient moyen de déformation calculé est donc une somme pondérée du gradient de déformation moyen dans chaque grain. S'il y a du glissement au niveau de l'interface  $I$ , il y a une contribution supplémentaire  $\Delta \mathbf{F}$  qui peut être exprimée comme une fonction de la discontinuité du déplacement à l'interface.

$$\Delta \mathbf{F} = \int_I [[\mathbf{u}]] \otimes \mathbf{n} ds, \quad (5.2)$$

d'où  $[[\mathbf{u}]] = \mathbf{u}^+ - \mathbf{u}^-$  est un saut de déplacement sur l'interface  $I$  de normale  $\mathbf{n}$  orientée du “-” vers le “+”.

L'équation (5.1) devient alors :

$$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} = \frac{\Omega^+}{\Omega} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^+} + \frac{\Omega^-}{\Omega} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^-} + \Delta \mathbf{F}. \quad (5.3)$$

Ce concept peut être facilement généralisé en considérant que chaque grain  $g$ , occupant un domaine  $\Omega^g$ , constitue une phase (figure 5.1). Il est possible de calculer la moyenne du gradient de déformation de chaque grain sans prendre en compte les interfaces dans la zone d'intérêt considérée  $\Omega$  pour chaque étape de la déformation. On note que pour les grains qui se situent à la frontière de la zone d'intérêt, seulement la partie du grain qui est à l'intérieur de la zone est prise en compte. Le gradient de déformation global est aussi calculé par intégration sur le contour de la zone d'intérêt et la contribution du glissement est obtenue par la différence entre le gradient global et la moyenne pondérée des gradients de déformations de tous les grains dans la zone d'intérêt :

$$\Delta \mathbf{F} = \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} - \sum_{\text{grains } g} \frac{|\Omega^g|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g \quad (5.4)$$

## 5.2 Application dans CMV

### 5.2.1 Méthode

En pratique, l'implémentation est basée sur le calcul des moyennes  $\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$  et  $\langle \mathbf{F} \rangle_g$  avec la méthode décrite au chapitre 3 dans la partie calcul des déformations. Dans CMV, les contours sont définis par les points de mesures de la CIN. Pour le gradient de déformation globale, on prendra en compte les points du cadre de la zone d'intérêt. Pour un grain particulier  $g$  le contour sera défini par les points strictement à l'intérieur du grain. La limite est représentée sur la figure 5.1 par les lignes pointillées.

Une telle quantification doit être effectuée sur un domaine statistiquement représentatif, c'est à dire un VER. On fait donc le choix de l'échelle mésoscopique définie au chapitre 3 pour les trois microstructures.

Afin de différencier chaque grain individuellement, on définit chaque grain de la zone d'intérêt comme une phase différente. Cette étape n'est pas automatisée dans CMV, elle est donc effectuée à la main. Tous les points de mesure doivent avoir une phase attribuée, dans le cas où un point se trouve sur une interface, un choix doit être fait sur le grain auquel il appartient. Une fois cette étape réalisée, CMV calcule

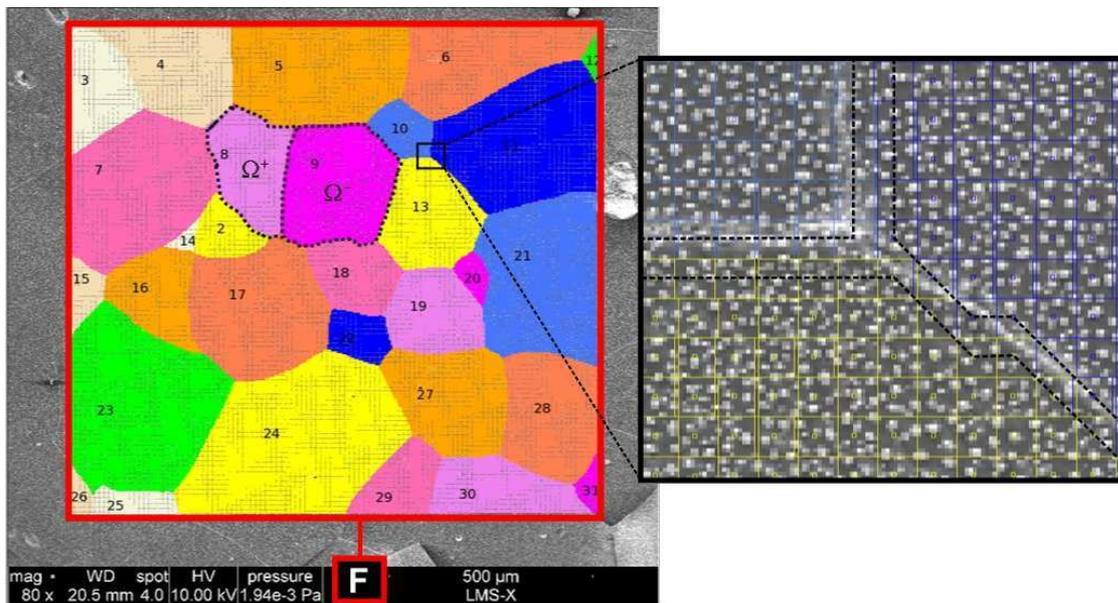


FIG. 5.1 – Application de la quantification du mécanisme de glissement aux interfaces dans CMV. L'ensemble de la zone d'intérêt est représenté par le carré rouge. Le zoom montre comment sont définis les contours pour le calcul des gradients de déformation à l'intérieur des grains.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-9,99.10^{-3}$	$-9,54.10^{-3}$	$-4,51.10^{-4}$	4,5	0.97
F12	$-5,09.10^{-4}$	$-4,30.10^{-4}$	$-7,89.10^{-5}$		
F21	$5,00.10^{-4}$	$4,30.10^{-4}$	$7,04.10^{-5}$		
F22-1	$6,33.10^{-3}$	$5,86.10^{-3}$	$4,77.10^{-4}$	7,5	

TAB. 5.1 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-9,11.10^{-3}$	$-8,71.10^{-3}$	$-4,01.10^{-4}$	4,4	0.97
F12	$8,10.10^{-4}$	$8,08.10^{-4}$	$1,35.10^{-6}$		
F21	$-7,99.10^{-4}$	$-8,04.10^{-4}$	$5,27.10^{-6}$		
F22-1	$4,60.10^{-3}$	$4,23.10^{-3}$	$3,68.10^{-4}$	8,0	

TAB. 5.2 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.

les gradients de déformation pour chaque phase définie, ainsi que le gradient moyen sur l'ensemble de la zone d'intérêt. Lors de l'estimation de  $\Delta \mathbf{F}$ , chaque valeur de gradient moyen par grain devra être pondérée par la surface du grain. On exprime le taux de glissement aux joints en pourcentage de la composante du gradient de déformation considérée.

### 5.2.2 Résultats à température ambiante

Cette quantification a été réalisée sur les trois microstructures étudiées précédemment. Nous avons effectué une quantification de la part du glissement à deux étapes différentes, respectivement à 1.5% et 2.5% de déformation macroscopique totale. Cependant, afin de rendre compte de l'évolution de la part de chaque mécanisme tout au long du chargement, nous présentons des déformations calculées de manières incrémentales. Les déformations sont calculés à partir de l'étape déformée précédente. Ceci explique que les composantes  $F_{11} - 1$  et  $F_{22} - 1$  des résultats présentés, ne correspondent pas aux 1.5% et 2.5% de déformation totale annoncée.

Ces données quantitatives doivent être prises avec précaution. Dans l'approche

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-7,11 \cdot 10^{-3}$	$-6,65 \cdot 10^{-3}$	-0,00046	6,5	0.96
F12	$-5,11 \cdot 10^{-4}$	$-4,93 \cdot 10^{-4}$	-0,00002		
F21	$5,06 \cdot 10^{-4}$	$4,65 \cdot 10^{-4}$	0,00004		
F22-1	$2,85 \cdot 10^{-3}$	$2,66 \cdot 10^{-3}$	0,00019	6,6	

TAB. 5.3 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 1.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-1,08 \cdot 10^{-2}$	$-1,01 \cdot 10^{-2}$	-0,00072	6,7	0.96
F12	$9,76 \cdot 10^{-5}$	$9,62 \cdot 10^{-5}$	0		
F21	$-9,61 \cdot 10^{-5}$	$-1,20 \cdot 10^{-4}$	0,00002		
F22-1	$4,44 \cdot 10^{-3}$	$4,13 \cdot 10^{-3}$	0,0003	6,9	

TAB. 5.4 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-3,34 \cdot 10^{-3}$	-0,00231	-0,00103	30,8	0.8
F12	$-1,20 \cdot 10^{-3}$	-0,0008	-0,0004		
F21	$1,19 \cdot 10^{-3}$	0,00091	0,00029		
F22-1	$2,70 \cdot 10^{-3}$	0,00181	0,00089	33,1	

TAB. 5.5 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 1.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-6,68 \cdot 10^{-3}$	-0,0041	-0,00258	38,6	0.8
F12	$2,38 \cdot 10^{-4}$	0,00024	0		
F21	$-2,35 \cdot 10^{-4}$	-0,00028	0,00004		
F22-1	$4,86 \cdot 10^{-3}$	0,00341	0,00144	29,7	

TAB. 5.6 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.

décrite précédemment, l'interface est idéalisée comme étant une surface de discontinuité. En raison de la nature discrète des mesures de CIN, il existe un domaine proche des interfaces (espace entre les lignes pointillées de la figure 5.1) qui n'est associé à aucun grain. Cette zone se déforme plastiquement et contribue à la déformation totale. Cette contribution est faible du fait de la faible extension de cette zone, mais non-nulle. Cette déformation intracristalline, va donc être prise en compte dans l'estimation du glissement aux interfaces, ce qui risque d'en surestimer légèrement la quantification. En outre, les mesures de CIN sont basées sur des domaines de corrélation pouvant s'étendre aux grains voisins, ainsi l'information sur le déplacement pourrait être biaisée. Il est difficile d'évaluer précisément les erreurs associées à ces limitations. Cependant, CMV nous donne accès aux valeurs des surfaces considérées pour chaque grain. On peut ainsi avoir une idée de la perte d'information en sommant toutes ces surfaces et en comparant cette somme à la surface globale de la zone d'intérêt. Pour le matériau à gros grains on perd environ 3.5% de la surface totale, pour le matériau bi-modal on perd environ 5.5 % de la surface totale et pour le matériau à grains fins on perd 20% de la surface totale. Cette dernière information nous oblige à nuancer les résultats obtenus sur ce matériau. Néanmoins, la part élevée de glissement ( $\sim 30\%$ ) estimé nous permet tout de même d'affirmer que le glissement aux interfaces dans le matériau à grains fins tient une part plus importante que pour le matériau à gros grains.

### 5.2.3 Discussion

La part de glissement aux interfaces est nettement plus prononcée pour le matériau à grains fins ( $\sim 30\%$ ) que pour le matériau à gros grains ( $\sim 4.5\%$ ). Cette information vient compléter les résultats du chapitre 3 où l'on peut observer sur les cartes de déformation une plus forte localisation de la déformation au niveau des interfaces. Le matériau bi-modal présente un taux de glissement aux interfaces plus important que le matériau à gros grains. On peut ainsi affirmer que la part de grains fins dans ce matériau va favoriser le glissement aux interfaces. Les résultats obtenus pour ce matériau "intermédiaire" viennent confirmer que la microstructure va jouer un rôle dans la part des mécanismes de déformation.

La diminution de la taille de grain va avoir tendance à durcir le matériau. En effet, le nombre d'obstacles (interfaces) plus important étant la distance de libre parcours moyen pour les dislocation est plus faible, ce qui va rendre la plasticité

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-1,83.10^{-2}$	-0,01754	-0,0008	4,3	0.98
F12	$1,61.10^{-3}$	0,00147	0,00014		
F21	$-1,56.10^{-3}$	-0,00159	0,00003		
F22-1	$8,66.10^{-3}$	0,00832	0,00033	3,9	

TAB. 5.7 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C.

intra-cristalline plus difficile. Cet effet, bien connu des métallurgistes, se nomme l'effet "Hall-Petch" (Hall, 1951; Petch, 1953). Dans notre matériau, le mécanisme principal de déformation est la plasticité intra-cristalline, le glissement aux joints intervient essentiellement pour accommoder les incompatibilités. La part importante d'interfaces durcit le matériau (Hall-Petch) et accroît les incompatibilités locales. Ces effets entraînent l'augmentation du glissement aux interfaces afin de permettre la continuité de la déformation.

D'autre part, si l'on regarde tous les résultats qui sont calculés de manière incrémentale, on peut se rendre compte que la part de glissement aux interfaces et la part de plasticité intra-cristalline restent constantes et n'évoluent pas au cours de la déformation. Cette information importante peut être reliée aux résultats obtenus par mesure d'émissions acoustiques où l'on observait que ces dernières apparaissaient de manière constante tout au long du chargement. Ces observations confirment le caractère coopératif des deux mécanismes.

#### 5.2.4 Résultats à 350 ° C

Une quantification de la part du glissement a aussi été réalisée pour l'expérience menée en température. Nous avons des données uniquement sur le matériau à gros grains et à une échelle relativement locale (dizaine de grains).

Ces résultats à chaud nous montrent une faible diminution de la part de glissement aux interfaces par rapport aux résultats obtenus à l'ambiante. On notera que la part de volume perdue n'est que de 2 % au lieu des 3.5 % pour l'essai à température ambiante du fait d'un plus faible espacement entre points de mesure, ce qui permet une meilleure délimitation des interfaces. Ce raffinement peut entraîner une diminution de la quantification du mouvement aux interfaces. Cependant, cet

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{grains } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega } \langle \mathbf{F} \rangle_g$	$\Delta \mathbf{F}$	Taux	$\sum_{\text{grain } g} \frac{ \Omega^g }{ \Omega }$
F11-1	$-1,81.10^{-2}$	-0,01756	-0,00058	3,2	0.98
F12	$5,00.10^{-3}$	0,0049	0,0001		
F21	$-4,85.10^{-3}$	-0,00483	-0,00002		
F22-1	$1,07.10^{-2}$	0,01032	0,00038	3,5	

TAB. 5.8 – Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C.

effet peut aussi avoir une explication physique liée à l'augmentation de la température. En effet, comme l'ont montré Carter and Heard (1970), lorsque l'on augmente la température, les cissions critiques des différents systèmes vont diminuer et se rapprocher. Il sera ainsi possible d'activer plus de systèmes et donc de favoriser la plasticité intracristalline en diminuant les incompatibilités locales. Le glissement aux interfaces pourrait donc diminuer avec la température. Afin de confirmer cette dernière hypothèse, d'autres essais in-situ en température seront nécessaires.

## 5.3 Application d'un facteur correctif

### 5.3.1 Principe

Dans cette section, on essaie d'appliquer une correction de déformation à la zone non-nulle située près des interfaces qui n'est pas prise en compte dans le calcul. L'objectif est donc de corriger  $\Delta \mathbf{F}$  pour prendre en compte la déformation des grains dans cette zone.

La zone totale occupée par un grain est notée  $|\Omega|_g^T$ , on a :

$$|\Omega|_g^T = |\Omega|_g + |\Delta \Omega|_g \quad (5.5)$$

La correction en première approximation serait :

$$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}} = \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} - \sum_{\text{all grains } g} \frac{|\Omega^g|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g - \sum_g |\Delta \Omega|_g \langle \mathbf{F} \rangle_g \quad (5.6)$$

où  $\sum_g |\Delta \Omega|_g \langle \mathbf{F} \rangle_g$  est le facteur correctif apporté.

Cette première approximation est valable si l'on admet que la déformation moyenne

calculée précédemment s'applique proche des interfaces.

On ne connaît pas chaque  $|\Delta\Omega|_g$  mais seulement :

$$\sum |\Delta\Omega|_g = |\Omega| - \sum_g |\Omega|_g \quad (5.7)$$

En deuxième approximation, on aura à remplacer :

$$\sum_g |\Delta\Omega|_g \langle \mathbf{F} \rangle_g \quad (5.8)$$

par :

$$\left( |\Omega| - \sum_g |\Omega|_g \right) \times \frac{\sum_g \frac{|\Omega|_g}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g}{\sum_g \frac{|\Omega|_g}{|\Omega|}} \quad (5.9)$$

Le deuxième terme est la moyenne sur le volume calculé des grains du gradient de déformation moyen par grain, pondéré par la fraction volumique. Le nouveau  $\Delta\mathbf{F}_{\text{corrigé}}$  est donc égal à :

$$\Delta\mathbf{F}_{\text{corrigé}} = \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} - \sum_{\text{all grains } g} \frac{|\Omega|_g}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g - \left( |\Omega| - \sum_g |\Omega|_g \right) \times \frac{\sum_g \frac{|\Omega|_g}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g}{\sum_g \frac{|\Omega|_g}{|\Omega|}} \quad (5.10)$$

En simplifiant on obtient :

$$\Delta\mathbf{F}_{\text{corrigé}} = \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} - \frac{|\Omega|}{\sum_g |\Omega|_g} \left( \sum_g \frac{|\Omega|_g}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g \right) \quad (5.11)$$

### 5.3.2 Résultats

Cette section présente les nouvelles quantifications du glissement aux interfaces pour les différentes microstructures à température ambiante et pour l'essai chaud. L'application du facteur correctif prenant en compte une déformation dans la zone proche des interfaces diminue la part de glissement comme attendu.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-9,99.10^{-3}$	$-9,54.10^{-3}$	$-2,35.10^{-4}$	$-2,16.10^{-4}$	2,2
F12	$-5,09.10^{-4}$	$-4,30.10^{-4}$	$-1,06.10^{-5}$	$-6,83.10^{-5}$	
F21	$5,00.10^{-4}$	$4,30.10^{-4}$	$1,06.10^{-5}$	$5,99.10^{-5}$	
F22-1	$6,33.10^{-3}$	$5,86.10^{-3}$	$1,44.10^{-4}$	$3,32.10^{-4}$	5,2

TAB. 5.9 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-9,11.10^{-3}$	$-8,71.10^{-3}$	$-2,26.10^{-4}$	$-1,75.10^{-4}$	1,9
F12	$8,10.10^{-4}$	$8,08.10^{-4}$	$2,10.10^{-5}$	$-1,96.10^{-5}$	
F21	$-7,99.10^{-4}$	$-8,04.10^{-4}$	$-2,09.10^{-5}$	$2,61.10^{-5}$	
F22-1	$4,60.10^{-3}$	$4,23.10^{-3}$	$1,10.10^{-4}$	$2,59.10^{-4}$	5,6

TAB. 5.10 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-7,11.10^{-3}$	$-6,65.10^{-3}$	$-2,97.10^{-4}$	$-1,65.10^{-4}$	2,3
F12	$-5,11.10^{-4}$	$-4,93.10^{-4}$	$-2,20.10^{-5}$	$3,91.10^{-6}$	
F21	$5,06.10^{-4}$	$4,65.10^{-4}$	$2,08.10^{-5}$	$2,07.10^{-5}$	
F22-1	$2,85.10^{-3}$	$2,66.10^{-3}$	$1,19.10^{-4}$	$6,88.10^{-5}$	2,4

TAB. 5.11 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 1.5% de déformation macroscopique.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-1,08.10^{-2}$	$-1,01.10^{-2}$	$-4,53.10^{-4}$	$-2,70.10^{-4}$	2,5
F12	$9,76.10^{-5}$	$9,6.10^{-5}$	$4,31.10^{-6}$	$-2,85.10^{-6}$	
F21	$-9,61.10^{-5}$	$-1,20.10^{-4}$	$-5,36.10^{-6}$	$2,88.10^{-5}$	
F22-1	$4,44.10^{-3}$	$4,13.10^{-3}$	$1,85.10^{-4}$	$1,19.10^{-4}$	2,7

TAB. 5.12 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-3,34.10^{-3}$	-0,00231	$-5,93.10^{-4}$	$-6,90.10^{-4}$	20,7
F12	$-1,20.10^{-3}$	-0,0008	$-2,06.10^{-4}$	$-1,98.10^{-4}$	
F21	$1,19.10^{-3}$	0,00091	$2,32.10^{-4}$	$3,84.10^{-4}$	
F22-1	$2,70.10^{-3}$	0,00181	$4,64.10^{-4}$	$4,49.10^{-4}$	16,6

TAB. 5.13 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 1.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-6,68.10^{-3}$	-0,0041	$-1,05.10^{-3}$	$-4,67.10^{-4}$	7,0
F12	$2,38.10^{-4}$	0,00024	$6,15.10^{-5}$	$1,80.10^{-4}$	
F21	$-2,35.10^{-4}$	-0,00028	$-7,19.10^{-5}$	$-2,53.10^{-4}$	
F22-1	$4,86.10^{-3}$	0,00341	$8,76.10^{-4}$	$1,09.10^{-3}$	22,5

TAB. 5.14 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-1,83.10^{-2}$	-0,01754	$-3,41.10^{-4}$	$-4,55.10^{-4}$	2,5
F12	$1,61.10^{-3}$	0,00147	$2,85.10^{-5}$	$1,10.10^{-4}$	
F21	$-1,56.10^{-3}$	-0,00159	$-3,10.10^{-5}$	$5,90.10^{-5}$	
F22-1	$8,66.10^{-3}$	0,00832	$1,62.10^{-4}$	$1,72.10^{-4}$	2,0

TAB. 5.15 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C.

Composantes	$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$	$\sum_{\text{all grains } g}$	Facteur correctif	$\Delta \mathbf{F}_{\text{corrigé}}$	Taux
F11-1	$-1,81.10^{-2}$	-0,01756	$-3,41.10^{-4}$	$-2,34.10^{-4}$	1,3
F12	$5,00.10^{-3}$	0,0049	$9,53.10^{-5}$	6,52E-007	
F21	$-4,85.10^{-3}$	-0,00483	$-9,39.10^{-5}$	$7,04.10^{-5}$	
F22-1	$1,07.10^{-2}$	0,01032	$2,01.10^{-4}$	$1,77.10^{-4}$	1,7

TAB. 5.16 – Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C.

### 5.3.3 Discussion

Le facteur correctif apporté entraîne donc une diminution dans la quantification du glissement, ce qui est normal puisqu'il estime une déformation intracristalline supplémentaire proche des interfaces. Il est important de noter que ce facteur comporte des approximations et que son objectif n'est que d'estimer la part de plasticité dans une zone proche des interfaces (zone entre pointillés figure 5.1). La première approximation est que l'on admet que la déformation moyenne calculée s'applique proche des interfaces. D'après les résultats obtenus dans les parties précédentes, il semblerait que la déformation dans les zones proches des interfaces est plus élevée, cette approximation aura donc tendance sous-estimer la part de déformation intracristalline dans cette zone. D'un point de vue quantitatif, ce facteur correctif apporte une vision plus juste de la quantité de glissement mise en œuvre lors de la déformation de notre matériau car un taux de glissement trop élevé ( $\sim 50\%$ ) à quelques pourcents de déformation signifierait une décohésion totale de notre matériau ce qui n'est pas le cas. La quantification du glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins pose un problème même avec l'ajout du facteur correctif. Il dépend fortement de la zone sur laquelle on veut estimer une déformation. Plus cette dernière sera grande, plus les approximations faites seront grandes. Ces résultats sont donc intéressants mais à nuancer car la surface perdue lors de la quantification est relativement élevée.



## CHAPITRE 6

# Vers la 3D

---

*Ce dernier chapitre présente les travaux réalisés au cours de la thèse en 3D. Dans un premier temps, on rappelle les techniques d'imagerie tridimensionnelle. On présente ensuite la technique de Corrélation d'Images en 3D ainsi que les différents résultats obtenus au cours d'essais de compression uniaxiale sous faisceau synchrotron à l'ESRF de Grenoble.*

## Sommaire

---

<b>6.1 Tomographie par absorption des rayons X (RX)</b> . . . . .	<b>166</b>
6.1.1 Principe physique . . . . .	166
6.1.2 Dispositif synchrotron . . . . .	167
<b>6.2 Corrélation numérique d'images volumiques</b> . . . . .	<b>168</b>
<b>6.3 Essais à l'ESRF</b> . . . . .	<b>170</b>
6.3.1 Essais et imagerie . . . . .	170
6.3.2 Discussion . . . . .	175

---

## 6.1 Tomographie par absorption des rayons X (RX)

### 6.1.1 Principe physique

La tomographie par absorption des rayons X est une méthode non-destructive, qui permet de reconstruire la structure interne d'un volume à partir de plusieurs radiographies X.

Cette technique fournit une information liée à la densité locale de la matière. L'atténuation des RX ( $\mu$ ) dans un matériau dépend de la densité du matériau ( $\rho$ ) et des numéros atomiques ( $Z$ ) constituant les atomes.

$$\mu = \rho \sum_i (f_i \mu_{mi}) \quad (6.1)$$

Avec  $f_i$  la fraction massique de l'élément  $i$  et  $\mu_{mi}$  l'atténuation massique de cet élément.

Le principe de cette technique est de dresser une carte tridimensionnelle de la valeur de  $\mu$  en chaque point de l'échantillon. Pour un matériau homogène  $\mu$  est le même en tout point et l'absorption des RX est homogène et isotrope. Si le matériau est polyphasé et/ou hétérogène,  $\mu$  varie dans l'espace et sa cartographie 3D fournit une représentation de la microstructure et de la distribution des phases. Concrètement, on effectue des radiosopies 2D d'absorption des rayons X pour différentes orientations de l'échantillon. Le contraste d'une radioscopie est décrit par la loi de

Beer-Lamber :

$$N = N_0 \exp(-\mu x) \quad (6.2)$$

Avec  $N_0$  est le nombre de photons incidents et  $N$  le nombre de photons transmis après un trajet de longueur  $x$  dans un échantillon qui présente un coefficient d'absorption  $\mu$ . Dans un matériau hétérogène  $\mu$  varie le long du trajet, on utilise donc l'intégrale de  $\mu$  sur le trajet. Avec un nombre suffisant de radioscopies 2D ( $\sim 1500$  sur la ligne ID 19, ESRF), on peut reconstruire un volume dont le contraste dépendra de  $\mu$ . Cette étape se fait grâce à un algorithme de reconstruction comme celui de Feldkamp et al. (1984).

### 6.1.2 Dispositif synchrotron

Le synchrotron est un anneau de stockage d'électrons accélérés par un accélérateur linéaire et maintenus à des vitesses relativistes (proche de  $c$ ) par l'application de champs magnétiques générés par des électro-aimants disposés en anneau. Les électrons sont ainsi forcés à adopter une trajectoire circulaire. L'accélération des électrons due à la courbure de la trajectoire génère une onde électromagnétique : c'est le rayonnement synchrotron. Ce rayonnement est collecté sur les "lignes de lumière" (tangentes à l'anneau) où l'on sélectionne la longueur d'onde voulue et l'on conditionne la géométrie du faisceau selon l'expérience à réaliser.

Tous les dispositifs utilisés pour la tomographie comprennent une source, une platine de rotation et un détecteur de RX. Ces trois éléments vont définir la résolution finale de l'image.

Les RX produits par un synchrotron ont des propriétés idéales pour la tomographie comme leur large gamme d'énergie comprise entre 6 et 100 KeV, ce qui permet à la fois d'imager des matériaux de numéro atomique faible (polymère, matériaux du vivants, NaCl, ...) et des matériaux relativement absorbants (titane, fer, ...). Un autre aspect important est la forte intensité des faisceaux produits, c'est-à-dire le nombre de photons par unité de surface irradiée, ce qui permet des temps de pose très courts pour un excellent rapport signal sur bruit. Un monochromateur placé entre la source et l'échantillon, permet de filtrer les RX en énergie et d'éliminer certains phénomènes qui vont perturber l'imagerie. La platine de rotation doit être très précise pour ne pas engendrer des artefacts lors des scans. Typiquement, les translations parasites devront être inférieures au micron durant toute la rotation.

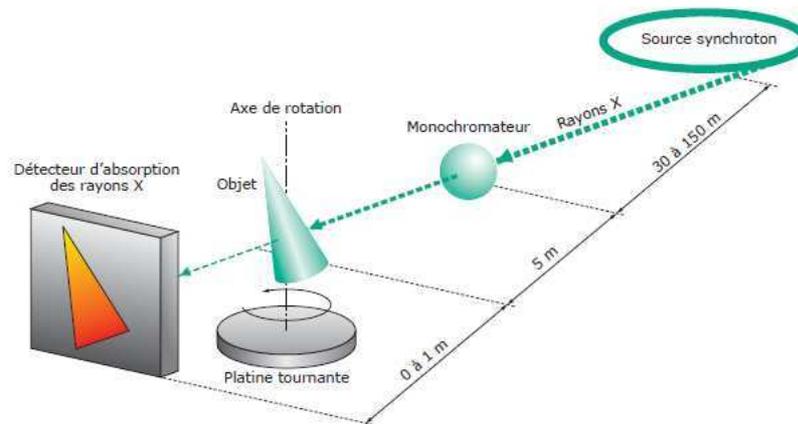


FIG. 6.1 – Illustration d'un dispositif de tomographie par absorption des rayons X au synchrotron (Maire et al., 2004).

Enfin, le principe des détecteurs repose sur la conversion des RX en lumière visible par un matériau luminescent ("scintillateur"). L'image formée est agrandie et projetée sur une caméra CCD. La caméra doit avoir un temps de lecture très court tout en limitant au maximum le bruit, l'ESRF utilise une caméra spécifique, la "FRELON" (Fast Readout Low Noise) (Labiche et al., 1996). Pour plus de détail le lecteur peut se référer à Maire et al. (2004).

## 6.2 Corrélation numérique d'images volumiques

La technique de corrélation présentée ici est une extension en volume de la technique de CIN développée au chapitre 3. La démarche est la même, c'est-à-dire que dans un premier temps, on va mesurer le champ de déplacement. Pour cela, on crée une grille tridimensionnelle virtuelle sur le volume de référence (figure 6.2) et on cherche à retrouver les points de cette grille sur le volume déformé en se basant sur la reconnaissance des niveaux de gris dans un domaine autour du point. Ce domaine de corrélation est un ensemble de voxels (extension volumique du pixel) que l'on choisira préférentiellement de forme cubique. La recherche consiste à minimiser le coefficient de corrélation défini au chapitre 3. Elle est effectuée dans un premier temps au voxel près. Une optimisation par interpolation trilinéaire des niveaux de gris peut être utilisée pour évaluer les variations de niveaux de gris entre deux voxels adjacents permettant ainsi d'obtenir une précision "sub-voxels".

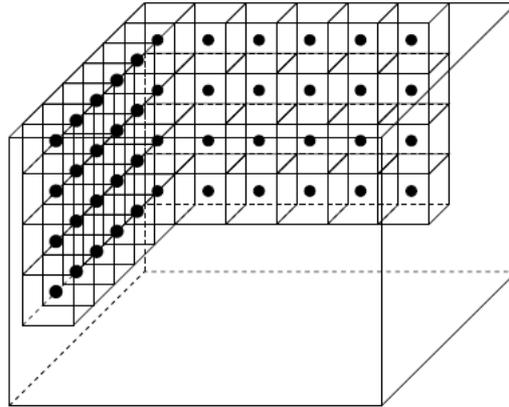


FIG. 6.2 – Grille des points analysés dans le volume (Bornert et al., 2004)

Le domaine (cube) est modifié par la déformation subie (figure 6.3). Comme pour la CIN 2D, la transformation matérielle liant la configuration de référence et la configuration déformée est une translation simple.

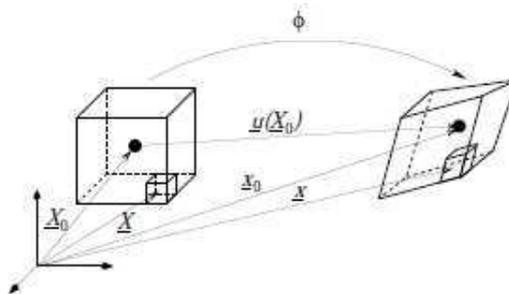


FIG. 6.3 – Transformation matérielle volumique (Bornert et al., 2004)

Enfin, le calcul des déformations, nécessite de connaître les valeurs du déplacement en tout point. La mesure des déplacements étant discrète, on interpole le déplacement entre les points de mesure. Cette interpolation est effectuée à l'aide d'une fonction de forme d'éléments finis cubiques à huit nœuds basée sur une interpolation trilineaire du déplacement. Le post-traitement est mené avec le code de calcul Cast3m (<http://www-cast3m.cea.fr/>) qui nous donne accès au champ de déplacement, nous permet de calculer les valeurs des déformation locales et de visualiser les champs en volume. La technique est développée plus précisément dans Bornert et al. (2004).

## 6.3 Essais à l'ESRF

Quatre campagnes d'essais ont été réalisés à l'ESRF sur des lignes différentes, respectivement ID11, ID19 et BM5. Chaque ligne présente des aspects différents, spécialement en terme de résolution ou de type de mesures. Leurs caractéristiques sont présentées sur le site (<http://www.esrf.eu>).

Les résultats présentés sont issus d'essais effectués sur ID11 et ID19. Il s'agit des essais des trois premières campagnes. Lors de la dernière mission sur la ligne BM5, nous nous sommes focalisés sur des essais de diffraction des rayons X sur un monocristal.

### 6.3.1 Essais et imagerie

#### 6.3.1.1 Premiers essais sur la ligne ID11

Les tests de compression uniaxiale sont réalisés avec une micro-presse manuelle (figure 6.4) développée par W.Luwig. Le déplacement du piston s'effectue par un système de vis à l'aide d'une clef allen. On ne contrôle donc pas la vitesse de chargement. On sait uniquement, d'après le pas de vis, qu'un tour complet correspond à  $250 \mu\text{m}$ . La colonne de chargement comporte une cellule de force permettant de mesurer la charge.

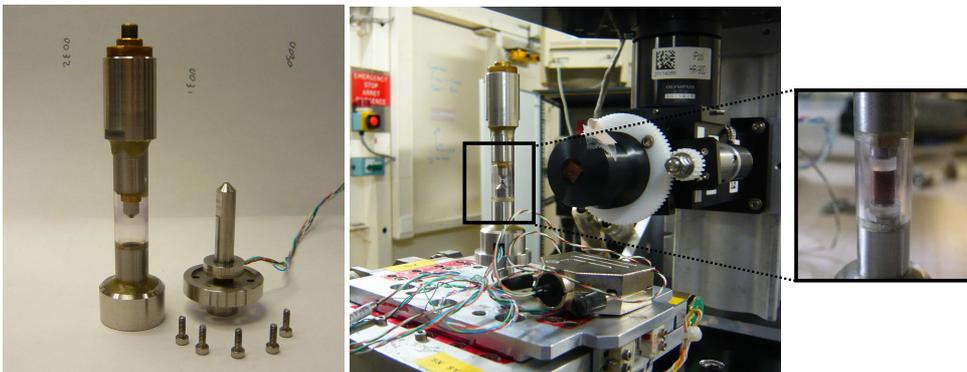


FIG. 6.4 – Presse uniaxiale manuelle, permettant d'effectuer des essais de compression uniaxiale sous faisceau synchrotron.

Le premier objectif de cette mission est de mesurer en mode absorption le déplacement des marqueurs de cuivre au sein du matériau lors d'un chargement. Le second objectif de cette campagne était d'effectuer de la diffraction des rayons X

dans l'optique d'obtenir une reconstruction des orientations cristallines en 3D. Malheureusement ces deux objectifs imposent des contraintes antagonistes quant à la microstructure et à la taille des échantillons. La mesure du champs de déformations 3D nécessite des échantillons représentatifs, donc relativement grands. Au contraire, la reconstruction des orientations cristalline 3D, nécessite un nombre limité de gros grains. Typiquement, il faut moins d'un dizaine de grains le long du côté de l'éprouvette. Le matériau testé, présentait trop de grains de trop petite taille pour que la technique fonctionne.

Le matériau utilisé pour ces essais est le premier matériau élaboré avec des particules de cuivre, c'est à dire un matériau avec du cuivre mal distribué et présentant de la porosité (figure 6.5).

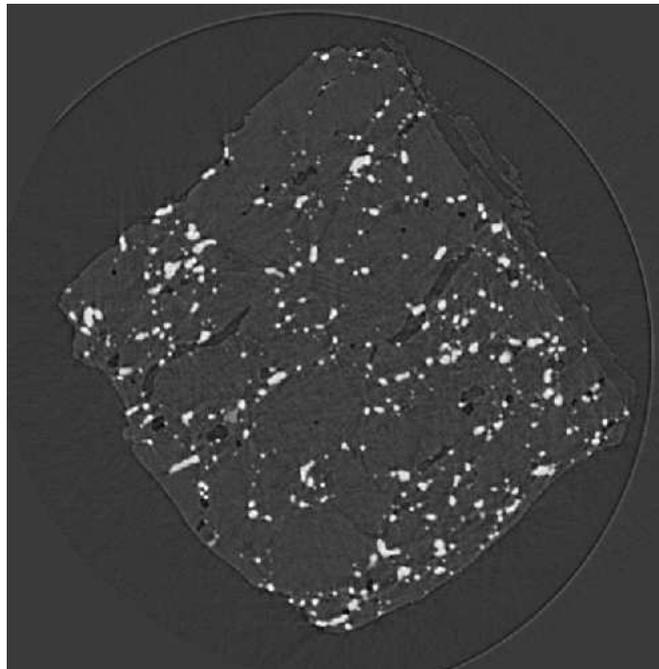


FIG. 6.5 – Tranche d'un volume reconstruit du matériau testé sur ID11.

La taille des échantillons dépend de la taille du faisceau, les échantillons testés sont donc de taille sub-millimétrique ( $\sim 800\mu m$  de côté). La préparation d'échantillons d'une telle taille est très compliquée, particulièrement pour obtenir des interfaces parallèles. De plus le nombre de grains est trop faible et le matériau devient trop fragile et non représentatif. Les scans d'absorption nous donnent une taille de voxel de  $1.7\mu m$ . La CIN est effectuée avec un espacement entre les points de mesure de 25 voxels donnant une base de mesure de  $85\mu m$ . Le cuivre étant mal réparti, de

nombreuses zones ne contiennent pas de marqueurs, il nous est donc impossible de mesurer un déplacement dans ces zones. Ces premiers résultats ne montrent pas de déformation plastique. Les résultats présentés à la figure 6.6, montrent une localisation de la déformation correspondant à de la fracturation. L'étape présentée est la dernière du chargement, correspondant à une contrainte appliquée de 26.9 MPa.

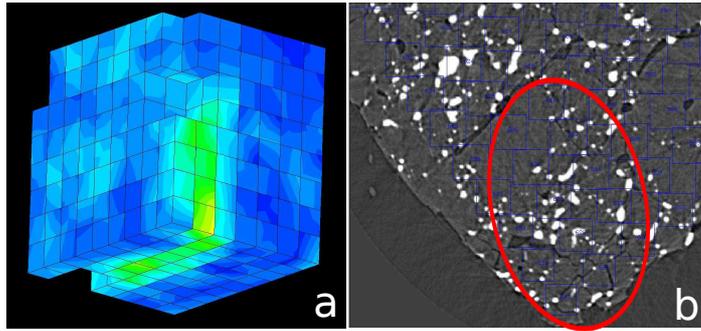


FIG. 6.6 – Premiers résultats sur un échantillon de sel-cuivré. a) Champ de déformation calculé. b) Localisation de la fissuration.

Cette technique nous permet d'avoir accès au tenseur de déformation moyen complet. Le voici pour la dernière étape de chargement :

$$(6.3) \quad \varepsilon = \begin{pmatrix} 3.4 \times 10^{-03} & 3.2 \times 10^{-04} & 2.2 \times 10^{-05} \\ 3.2 \times 10^{-04} & 2.2 \times 10^{-03} & -9.3 \times 10^{-06} \\ 2.2 \times 10^{-05} & -9.2 \times 10^{-06} & -3.5 \times 10^{-03} \end{pmatrix}$$

Le niveau de déformation maximum atteint est d'environ 3,5 pour mille sur les composantes principales. Ces valeurs sont très faibles en comparaison avec les résultats obtenus en 2D et ne sont pas suffisant pour l'observation de champs 3D plastiques.

Cette première campagne d'essai nous a permis d'avoir des volumes 3D de notre premier matériau et de vérifier que les techniques appliquées fonctionnent. Par contre nous avons pu nous rendre compte de la mauvaise distribution du Cu, de la forte porosité et de la difficulté à rentrer en plasticité avec des échantillons trop petits,

qui présentent trop d'interfaces. La technique de corrélation d'image tridimensionnelle nous a permis de localiser de la fissuration. Il est donc nécessaire d'avoir un matériau moins poreux, avec des marqueurs mieux distribués et des échantillons de plus grande taille. Il est aussi nécessaire de contrôler la vitesse de déformation afin d'éviter la fracturation rapide du matériau du fait d'un chargement trop rapide.

### 6.3.1.2 Seconde et troisième campagnes d'essais sur la ligne ID19

Les essais effectués sur la ligne ID19 sont uniquement en absorption car le principal objectif est de calculer un champ de déformation plastique en 3D. La taille du faisceau nous permet de faire des essais sur des échantillons plus grands, de taille centimétrique pour une résolution d'environ  $5 \mu\text{m}$  par voxel.

Les essais ont été effectués sur une presse motorisée développée par le laboratoire Mateis de l'INSA de Lyon (figure 6.7).

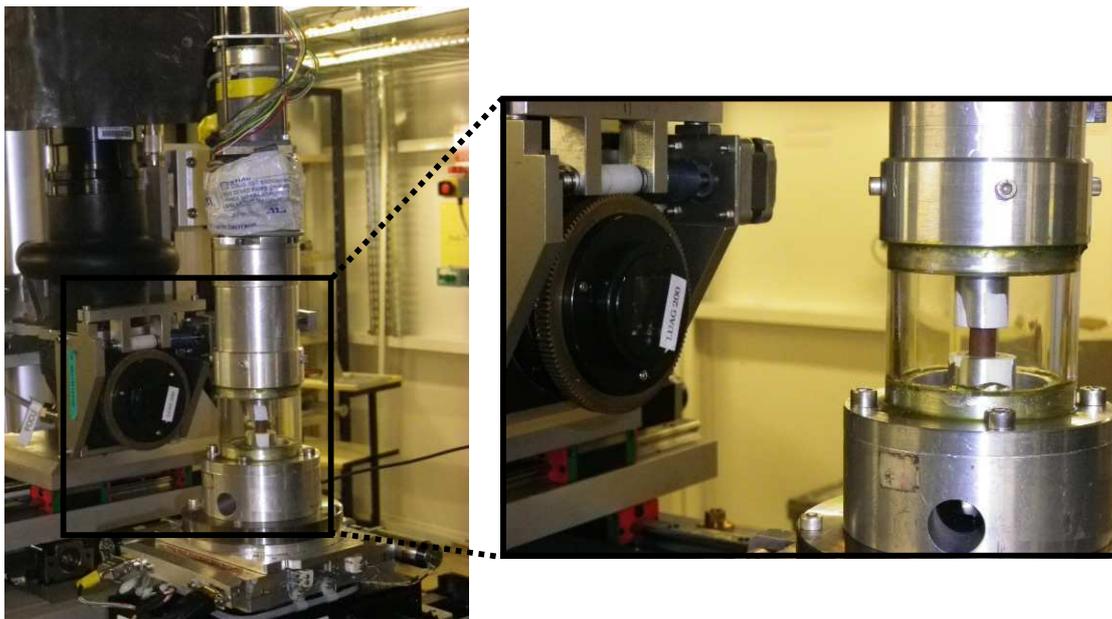


FIG. 6.7 – Installation de la presse sur ID19

Deux campagnes d'essais ont été réalisées sur cette ligne, une première série d'essais pendant une nuit et une seconde série pendant trois jours.

**Première série** La figure 6.8, montre l'évolution du champ de déformation en volume lors d'une compression uniaxiale. Les essais sont réalisés sur le matériau

“cuivré” bien réparti (figure 1.26), on peut donc mesurer un champ de déplacement sur l’ensemble de l’échantillon. La taille du voxel est de  $5 \mu m$  et l’espacement entre les points de mesure est de 25 voxels. La base de mesure vaut donc  $250 \mu m$

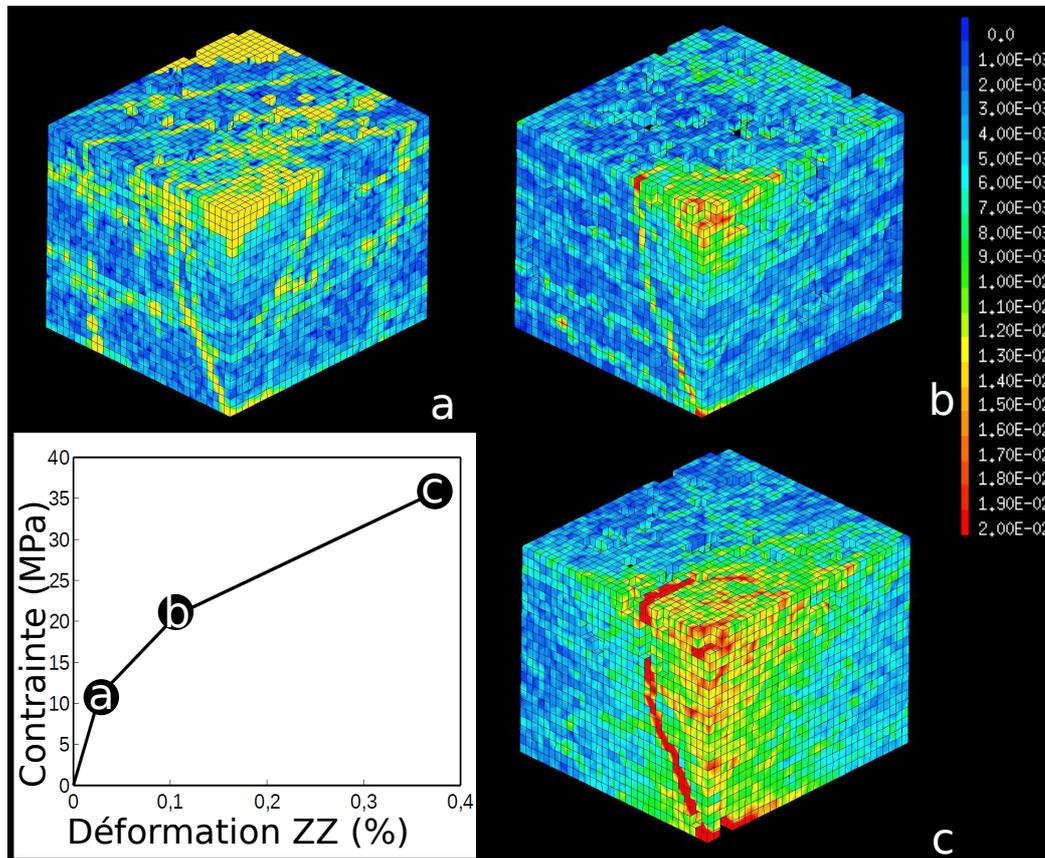


FIG. 6.8 – Évolution du champ de déformations volumiques donnés en déformations équivalentes lors d’une compression uniaxiale du premier échantillon. La compression est selon l’axe vertical.

Ce premier échantillon, présente une localisation de la déformation diffuse dans un coin associée à une fissure qui traverse l’échantillon. Les bandes de déformation parallèles et régulières que l’on peut observer aux étapes a et b correspondent à de l’erreur systématique donnant un effet de moiré. La localisation est probablement due à un défaut de planéité des faces de chargement. La figure 6.9 confirme le fait que le chargement n’est pas homogène. En effet la zone diamétralement opposée à la zone en compression présente de l’extension localisée, probablement associée à une ouverture de fissure. Ces résultats montre une flexion de notre échantillon.

Un second échantillon testé montre aussi ce défaut de planéité (figure 6.10),

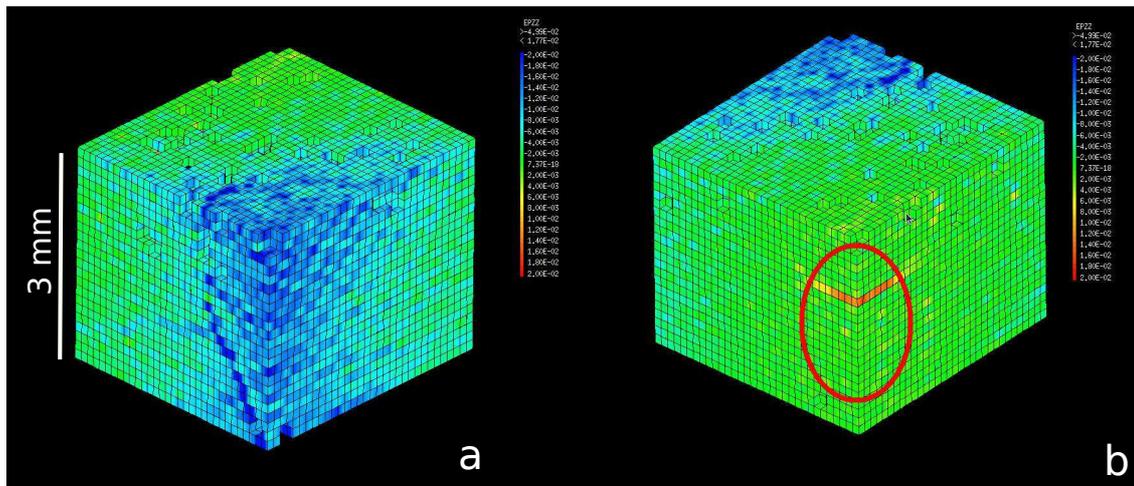


FIG. 6.9 – Vision de deux faces opposées du premier échantillon pour la composante de déformation axiale. a) La localisation montre de la compression. b) Localisation marquée d'extension signe d'une probable ouverture de fissure.

mettant en cause les pistons de la machine. La machine est prévue pour fonctionner en traction, aussi les pistons pour effectuer de la compression sont collés. Il est possible que lors de la mise en place des pistons de compression la planéité ou le parallélisme des faces opposées n'ait pas été respectée.

Les défauts de planéité ont été réglés pour la campagne d'essais suivante, en installant sur l'un des pistons un système de rotule permettant d'accommoder les défauts de parallélisme (figure 6.11).

**Seconde série** Pour ces derniers essais, le matériau utilisé est le matériau avec des marqueurs bien distribués mais recuit afin d'avoir des plus gros grains et des marqueurs dans les grains. Comme nous l'avons précisé au chapitre 1, ce type de matériau contient une forte porosité. Il s'avère que les essais présentés montrent essentiellement de la fissuration, initiée au niveau des pores (figure 6.12).

### 6.3.2 Discussion

Les résultats obtenus ne nous ont pas permis d'observer de la plasticité intracristalline à l'échelle des éprouvettes. Néanmoins, nous avons pu observer des localisations de déformation grâce à la technique de corrélation d'images tridimension-

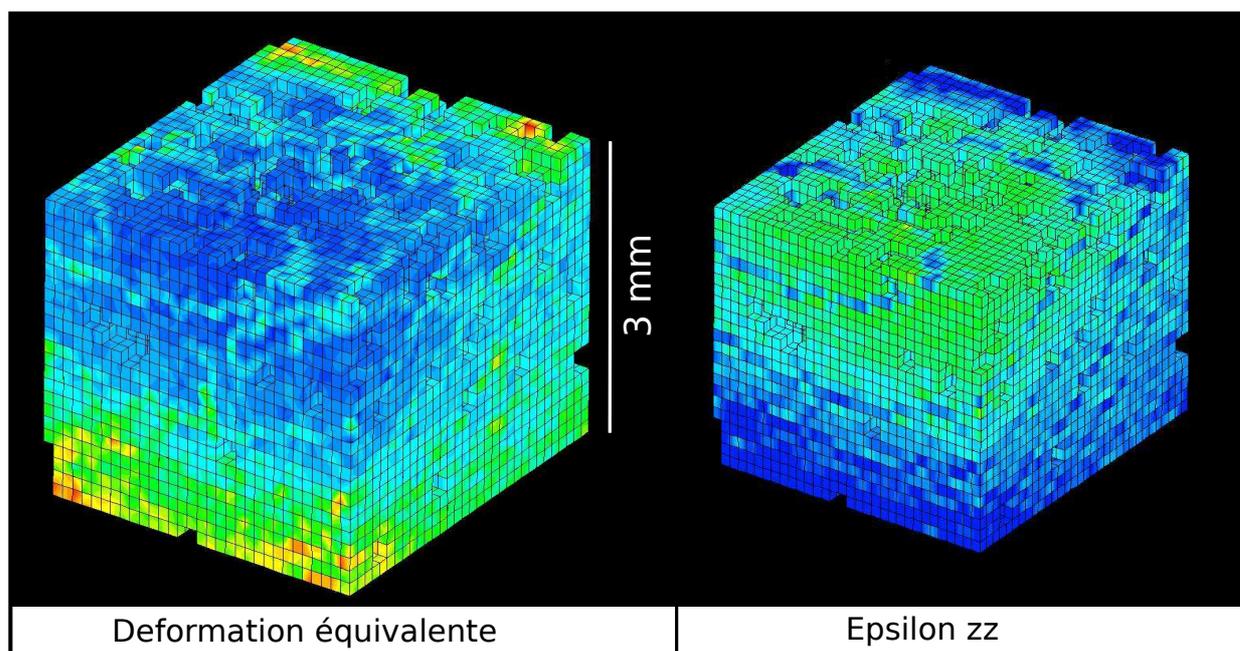


FIG. 6.10 – Second échantillon testé, montrant aussi une localisation de la déformation attestant d'un défaut de planéité du chargement.



FIG. 6.11 – Système de rotule, qui vient remplacer un piston dans l'optique d'accommoder les défauts de planéité.

nelle et ainsi démontrer que nos outils fonctionnent. Il s'agit maintenant d'améliorer la mise en place des essais (géométrie et vitesse de chargement), ainsi que les matériaux. Ces différents essais nous ont poussé à améliorer les techniques d'élaboration d'échantillons. Une technique de recuit des échantillons sous contrainte a été déve-

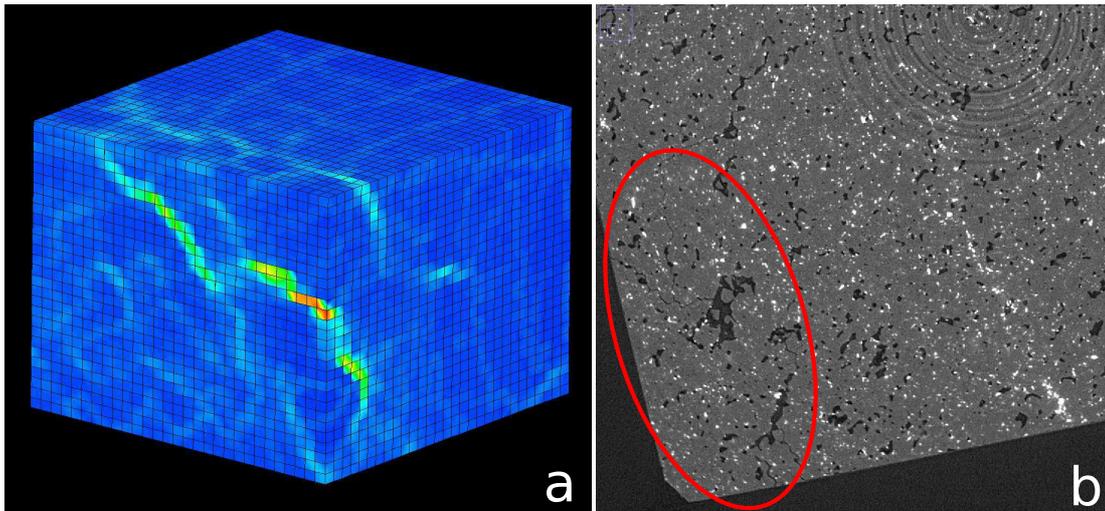


FIG. 6.12 – Localisation de la fissuration au niveau des pores. a) CIN. b) Scan d'absorption.

loppée récemment au laboratoire afin de limiter le développement de porosité lors des recuits. Des essais doivent être faits prochainement sur ces matériaux. Une cellule de compression uniaxiale a aussi été développée au laboratoire, dans l'optique de faire des essais in-situ avec le tomographe de laboratoire Navier. Elle a été testée avec du sel "cuvré" hors faisceau et semble très bien fonctionner. Des essais in-situ sont prochainement prévus sur le tomographe de laboratoire.



# Conclusion

Ce travail de thèse a présenté une approche multi-échelle et pluridisciplinaire de l'étude du comportement visco-plastique du sel synthétique. Il a été motivé par deux problématiques distinctes :

- La première concerne le stockage d'énergie dans les cavités salines. Pour modéliser l'évolution de telles structures dans le temps, il est important de connaître les mécanismes qui régissent le comportement visco-plastique du sel à différentes échelles.
- La seconde concerne l'étude d'un matériau synthétique modèle, élaboré de façon à présenter différentes microstructures, permettant ainsi une étude des mécanismes de déformation en fonction de la microstructure. Ce matériau modèle a aussi permis le développement de nouvelles techniques expérimentales et numériques en mécanique et science des matériaux.

Mes travaux de thèse, à forte composante expérimentale, ont consisté à synthétiser le matériau puis à étudier son comportement sous contrainte uniaxiale pour différentes microstructures à différentes échelles, en utilisant des marqueurs d'observations appropriés et la CIN (Corrélation d'Images Numériques). Des outils ont été développés afin de caractériser les effets d'échelle, mettre en évidence les mécanismes de déformation et les quantifier. Des essais en 3D sous faisceau synchrotron ont aussi été réalisés. Enfin des calculs numériques aux éléments finis ont été effectués sur la base de microstructures observées.

La première partie essentielle de ma thèse s'est portée sur l'élaboration du matériau synthétique et la maîtrise des microstructures. C'est en s'inspirant de techniques pré-existantes auxquelles nous avons ajouté notre savoir faire qu'il a été possible de maîtriser l'élaboration de matériaux aux microstructures variées. L'élaboration du matériau avec marqueur en volume constitue un point novateur important de cette étude car il permet une ouverture vers les mesures en 3D. Le marquage, qu'il soit en volume ou en surface, a constitué un point fort de cette étude. En effet, sans un marquage fin et dense, nous n'aurions pu observer tous les mécanismes présentés. Le marquage par micro-billes d'or est un marquage fin dont la mise en œuvre est simple et rapide et qui permet des observations à très petite échelle. Le marquage de motifs spéciaux à partir de techniques de micro-lithographie, est une technique plus complexe mais qui offre des perspectives intéressantes pour la mesure des déformations et la quantification de mouvements aux interfaces. Les techniques

innovantes présentées dans cette première partie ont été essentielles pour la suite de cette thèse et seraient assez facilement transposables à d'autres matériaux.

La seconde partie du travail, qui traite du comportement macroscopique du matériau et de l'influence des différentes microstructures a permis de mieux caractériser notre matériau synthétique. Les essais en fluage sous presse triaxiale et sous très faibles charges, nous ont permis de le comparer aux matériaux naturels, montrant ainsi que leur comportement est similaire. Les essais uniaxiaux ont donné des résultats intéressants tels que l'effet de la microstructure, de la taille de l'échantillon et de la vitesse de chargement sur le comportement. Ils ont aussi montré leur limite, car un essai uniaxial "parfait" est difficile à réaliser puisque les conditions aux limites en sont difficilement maîtrisables. Et, sans confinement, la fissuration intervient rapidement. Il aurait fallu disposer du temps nécessaire pour la caractérisation du comportement à chaud et l'influence de l'humidité.

Cette thèse multi-échelle à forte composante micro-mécanique a permis d'identifier et de quantifier deux mécanismes qui régissent le comportement visco-plastique du sel : la plasticité intra-cristalline et le glissement aux joints de grains. Ces mécanismes ont été identifiés à température ambiante et à 350 ° C à partir des essais in-situ de compression uniaxiale effectués dans le MEB. Nous avons aussi développé un outil statistique permettant une estimation du VER (Volume Élémentaire Représentatif) à partir de mesures de champs. Cet outil, très utile, nous a permis de définir les différentes échelles d'observations selon la microstructure tout au long de l'étude. La Corrélation d'Images Numérique s'est avérée être un outil indispensable dans cette étude, tant pour l'observation des hétérogénéités de déformation que pour l'identification et la quantification des mécanismes actifs. L'identification des mécanismes a été très efficace, grâce à un couplage entre observation MEB et cartes de déformation obtenues par CIN. La CIN, nous a apporté des informations supplémentaires sur l'influence de la microstructure dans l'activation des mécanismes. Par exemple, le glissement aux interfaces est beaucoup plus important dans une microstructure à grains fins.

L'identification des systèmes de glissement actifs, était nécessaire pour la modélisation numérique. L'originalité de cette partie est d'utiliser les résultats très fins obtenus par mesures de champs pour apporter des informations supplémentaires par rapport aux observations directes de lignes de glissement en surface. En effet, les cartes de déformation montrent clairement les bandes de glissement intra-cristallin,

y compris lorsque ces derniers n'ont pas de composante hors-plan suffisante pour laisser émerger des lignes de glissement physiquement observables.

Enfin, la CIN nous a permis d'estimer la part de glissement aux interfaces dans la déformation globale. Cette technique nécessite d'être améliorée, mais nous a permis une première quantification qui vient compléter les résultats obtenus avec les cartes de déformation. A ce jour, une étude est menée par le LMS et le laboratoire Navier afin d'améliorer cette technique en s'affranchissant des problèmes de zones proches des interfaces.

Les calculs numériques présentés sont une première approche de calcul polycristallin en plasticité. Le manque de temps m'a empêché d'aller plus loin et de nombreuses interrogations subsistent. Cependant, cette première application a montré des résultats concluants, c'est à dire des cartes de déformation similaires à celles obtenues par CIN et des systèmes de glissements activés identiques à ceux identifiés expérimentalement. Restent les problèmes d'optimisation des lois de comportement sur chaque système, du passage 2D/3D, des conditions aux limites et du glissement aux interfaces ; problèmes complexes qui auraient pu faire le sujet d'une thèse entière.

Les essais en 3D au synchrotron ont été d'une grande richesse même si les résultats présentés n'en sont pas un réel témoin. Ils nous ont apporté une connaissance nouvelle du matériau et nous ont obligé à nous poser de nouvelles questions tant sur son élaboration que sur les essais eux-mêmes. Les problèmes de porosité du matériau sont sur le point d'être résolus grâce au développement d'une machine de recuit sous contrainte qui devrait permettre de réduire la porosité. Les soucis de vitesse de chargement sont quant à eux réglés grâce à une machine développée au laboratoire permettant des vitesses de chargement inférieures au  $\mu\text{m}/\text{s}^{-1}$ .

A notre connaissance, cette étude est la première en science des matériaux à caractériser aussi précisément les mécanismes de déformation plastique du polycristal en mettant en évidence le caractère complémentaire et coopératif de la plasticité cristalline et du glissement aux joints de grains ainsi que les contributions de chacun de ces mécanismes à la déformation globale.

Les premiers résultats de cette thèse ont été le point de départ d'un projet ANR autour du comportement du Sel synthétique, projet entrepris en 2011 et impliquant le LMS, le laboratoire Navier, le CdM et le laboratoire MATEIS. Comme pour tout sujet innovant, il a fallu mettre en place de nombreux essais et outils, adaptés au

comportement de ce matériau “nouveau”. De nombreuses questions ont été posées, quelques réponses ont été apportées, mais beaucoup de questions restent encore ouvertes.

On peut citer : l'évolution de l'endommagement lié au glissement aux joints, qui entraîne de fait, aux conditions d'expérience, la décohésion et parfois l'ouverture des interfaces. Il serait important de caractériser si ce type de glissement persiste à haute température, ou si au contraire il se produit sans décohésion (fluage de type coble). Dans le même état d'esprit, on est en droit de se poser la question sur les phénomènes de dissolution précipitation en présence de saumure, qui permettrait également le glissement aux joints avec transport diffusif en solution, et éventuellement la cicatrisation des endommagements d'interfaces. Cet aspect est d'autant plus important que, dans les conditions naturelles de stockage, la présence de saumure est avérée. Enfin, bien que nous ayons montré que la mesure de vitesse de fluage sous faibles charges est de plusieurs ordres de grandeurs supérieure à celle calculée par extrapolation des données de laboratoire, le mécanisme de déformation reste toujours non-identifié. Il est donc crucial de mener plus loin ce type d'essais, en les associant à l'observation des défauts de la microstructure au Microscope Électronique à Transmission.

Pour terminer, il est important de préciser les implications sur les conditions d'exploitation et de stockage dans les formations salines des mécanismes de fluage que nous avons identifiés. En particulier, il faut considérer l'apport du micro-endommagement lié au glissement aux joints sur l'intégrité et l'étanchéité à long terme des structures de stockage. En effet, nous avons montré que l'écoulement visco-plastique du sel implique plasticité cristalline couplée au glissement d'interfaces. Ce dernier entraîne le micro-endommagement diffus du matériau, d'où le risque d'accroissement de perméabilité. Il est crucial pour les aspects de stockage, de mener une investigation détaillée sur l'évolution à long terme de cet endommagement.

# Bibliographie

- Allais L., Bornert M., Bretheau T. and Caldemaison D. (1994) Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metallurgica et materialia* **42**, 3865–3880. (Cité en pages 25 et 67.)
- Banderdt W. and Sammis C. (1985) Low-Stress High- Temperature Creep in Single Crystal NaCl. *Phys. Earth Planet. Interiors* **41**, 108–124. (Cité en page 47.)
- Bassani J. and Wu T.Y. (1991) Latent Hardening in Single Crystals II. Analytical Characterization and Predictions. In *Mathematical and Physical Sciences*. volume 435, pp. 21–41. (Cité en page 123.)
- Bérest P., Béraud J., Bourcier M., Dimanov A., Gharbi H., Brouard B., De Vries K. and Tribout D. (2012) Very slow creep tests on rock samples. In *7th conf. Mech. Beh. of Salt*. Balkema, volume 7. (Cité en pages 47, 52 et iii.)
- Bérest P., Blum P.A., Charpentier J.P., Gharbi H. and Valès F. (2004) Fluage du sel gemme sous très faibles charges. *C. R. Geoscience* **336**, 1337–1344. (Cité en pages 45, 47, 48, 49, 51 et iii.)
- Bérest P., Brouard B. and Karimi-Jafari M. (2009) The effect of small deviatoric stresses on cavern creep behaviour. In *Proc 9th World symposium*. pp. 574–589. (Cité en page 47.)
- Besnard G., Hild F., Lagrange J., Martinuzzi M. and Roux S. (2012) Analysis of necking in high speed experiments by stereocorrelation. *International Journal of Impact Engineering* **49**, 179–191. (Cité en page 65.)
- Boch P. and Nièpce J.C. (2010) *Ceramic materials : Processes, Properties and Applications*.. ISTE, john wiley & sons edition. (Cité en page 138.)
- Bornert M., Chaix J.M., Doumalin P., Dupré J.C., Fournel T., Jeulin D., Maire E., Moreaud M. and Moulinec H. (2004) Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l’analyse des matériaux et des structures. *Instrumentation, Mesure, Métrologie* **4**, 43–88. (Cité en pages 169 et ix.)

- Bornert M., Valès F., Gharbi H. and Nguyen Minh D. (2010) Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks. *Strain* **46**, 33–46. (Cité en page 65.)
- Brantut N. (2010) *Couplages thermo-hydro-mécaniques et chimiques lors de la rupture et du glissement sismiques*. Ph.D. thesis, Laboratoire de Géologie, CNRS UMR 8538, École Normale Supérieure, Paris ED109 Institut de Physique du Globe, Paris Université Denis Diderot – Paris VII. (Cité en page 110.)
- Breunese J. (2003) Observation and prediction of the relation between salt creep and land subsidence in solution-mining-The Barradeel case. In *Proc. SMRI Fall Meeting*. pp. 38–57. (Cité en page 47.)
- Brouard B. (1998) *Sur le comportement des cavités salines*. Ph.D. thesis, Ecole Polytechnique. (Cité en page 43.)
- Brouard B. and Bérest P. (1998) A tentative classification of salts according to their creep properties. (Cité en page 43.)
- Campos de Orellana A. (1998) Non-Associated Pressure Solution Creep in Salt Rock Mines. In *Proc. 4th Conf. Mech. Beh. of Salt..* Trans Tech Pub, pp. 429–444. (Cité en page 47.)
- Carter N. and Hansen F.D. (1983) Creep of rock salt. *Tectonophysics* **92**, 275–333. (Cité en page 42.)
- Carter N. and Heard H. (1970) Temperature and rate dependent deformation of halite. *American Journal of Science* **269**, 193–249. (Cité en pages 136, 138, 139, 140, 142, 159 et viii.)
- Charalampidou E.M., Hall S., Stanchits S., Lewis H. and Viggiani G. (2011) Characterization of shear and compaction bands in a porous sandstone deformed under triaxial compression. *Tectonophysics* , 8–17. (Cité en page 65.)
- Chu T., Ranson W., Sutton M. and Peters W. (1985) Applications of the digital image correlation techniques to experimental mechanics. *Exp. Mech.* **25**, 232–244. (Cité en page 64.)

- Cornille N. (2005) *Accurate 3D Shape and Displacement Measurement using a Scanning Electron Microscope*. Ph.D. thesis, l'Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France ; Université de Caroline du Sud Columbia, USA. (Cité en page 65.)
- Dautriat J. (2009) *Comportement hydro-mécanique de roches réservoir sous contraintes : Relations entre évolution de perméabilité et échelles des mécanismes d'endommagement*. Ph.D. thesis, Ecole Polytechnique. (Cité en pages 73, 74 et iv.)
- Dautriat J., Bornert M., Gland N., Dimanov A. and Raphanel J. (2011) Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation. *Tectonophysics* **503**, 100–116. (Cité en pages 65 et 72.)
- Desbois G., Urai J., Kukla P., Konstanty J. and Baerle C. (2011) High-resolution 3D fabric and porosity model in a tight gas sandstone reservoir : a new approach to investigate microstructures from mm- to nm-scale combining argon beam cross-sectioning and SEM imaging. *Journal of petroleum science & engineering* **78**, 243–257. (Cité en page 13.)
- Devincre B., Kubin L. and Hoc T. (2006) Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations. *Scripta Materialia* **54**, 741–746. (Cité en page 123.)
- Dimanov A., Raphanel J. and Dresen G. (2011) Newtonian flow of heterogeneous synthetic gabbros at high strain : Grain sliding, ductile failure, and contrasting local mechanisms and interactions. *European Journal of Mineralogy* **23**, 303–323. (Cité en page 97.)
- Doumalin P. (2000) *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques : application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. Ph.D. thesis, École polytechnique. (Cité en page 72.)
- Doumalin P., Bornert M. and Crepin J. (2003) Caractérisation de la déformation dans les matériaux hétérogènes. *Mécanique et Industrie* **4**, 607–617. (Cité en page 65.)
- Doumalin P., Bornert M. and Soppa S. (2000) Computational and Experimental investigations of the local strain field in elastoplastic two phase materials. In

- Advances in mechanical behaviour, plasticity and damage*. pp. 323–328. (Cité en page 65.)
- Dresen G. and Evans B. (1993) Brittle and semibrittle deformation of synthetic marbles composed of 2 phases. *J. Geophys. Res* **98**, 11921–11933. (Cité en page 16.)
- Feldkamp L.A., Davis L.C. and Kress J.W. (1984) Practical cone-beam algorithm. *J. Opt. Soc.* **1**, 612–619. (Cité en page 167.)
- Franciosi P., Berveiller M. and Zaoui A. (1980) Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metall.* **28**, 273–283. (Cité en page 123.)
- Haasen P. (1974) Dissociation of dislocations and plasticity of ionic crystals. *Journal de physique* **35**, 167–172. (Cité en page 119.)
- Hall E.O. (1951) The deformation and aging of mild steel. 3. discussion and results. *Proc. Phy. Soc. of London* **B64-381**, 747–753. (Cité en page 158.)
- Hedan S., Cosenza P., Valle P., Dudoignon P., Fauchille A.L. and Cabrera J. (2012) Investigation of the damage induced by desiccation and heating of Tournemire argillite using digital image correlation. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences* **51**, 64–75. (Cité en page 65.)
- Héripé E. (2006) *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl.* Ph.D. thesis, Ecole Polytechnique. (Cité en pages 73, 74 et iv.)
- Héripé E., Dexet M., Crepin J., Gélébart L., Roos A., Bornert M. and Caldemaison D. (2007) Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *International Journal of Plasticity* **23**, 1512–1539. (Cité en pages 65 et 148.)
- Hunsche U. and Schultze O. (2002) Humidity induced creep and its relation to the dilatancy boundary. In *Proc. 5th Conf. Mech. Beh. Salt*. Balkema, volume 5, pp. 73–87. (Cité en page 48.)
- Karimi-Jafari M. (2007) *Sur le comportement transitoire des cavités salines profondes*. Ph.D. thesis, Ecole Polytechnique. (Cité en page 42.)

- Labiche J.C., Segura-Puchades J., Van Brussel D. and Moy J.P. (1996) FRELON camera : Fast Readout Low Noise. *ESRF Newsletter* **25**. (Cité en page 168.)
- Lebensohn R., Dawson P., Kern H. and Wenk H.R. (2003) Heterogeneous deformation and texture development in halite polycrystals : comparison of different modeling approaches and experimental data. *Tectonophysics* **370**, 287–311. (Cité en page 149.)
- Lemaitre J. (1970) *Sur la détermination des lois de comportement des matériaux élastoviscoplastiques*,. Ph.D. thesis, ONERA. (Cité en page 42.)
- Liu Y., Gilormini P. and Ponte Castaneda P. (2005) Homogenization estimates for texture evolution in halite. *Tectonophysics* **406**, 179–195. (Cité en page 149.)
- Madec R. (2001) *Des intersections entre dislocations à la plasticité du monocristal cfc ; étude par dynamique des dislocations*.. Ph.D. thesis, Université Paris Sud - Paris XI - Orsay. (Cité en page 123.)
- Maire E., Salvo L., Cloetens P. and DiMichel M. (2004) *Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux*. MATEIS, innovation edition. (Cité en pages 168 et ix.)
- Malvern L. (1969) *Introduction to the mechanics of a continuum medium*.. Englewood Cliffs, NJ USA, prentice-hall,inc edition. (Cité en page 67.)
- Mandel J. (1965) Une généralisation de la théorie de la plasticité de W. T. Koiter. *Int. J. Solids Structures* **48**, 273–295. (Cité en page 123.)
- Manthei G. (1995) Characterization of acoustic emission sources in a rock salt specimen under triaxial compression. *Bulletin of the Seismological Society of America* **95**, 1674–1700. (Cité en page 112.)
- Mendelson M. (1969) Average Grain Size in Polycrystalline Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* **52**. (Cité en page 11.)
- Morawiec A. and Field D. (1996) Rodrigues parameterization for orientation and misorientation distributions. *Phil.Mag.* **73**, 1113–1130. (Cité en page 20.)
- Munson D. and Dawson P. (1984) Salt constitutive modeling using mechanism maps. In *1st conf. Mech. Beh. of Salt*. volume 1, pp. 717–737. (Cité en pages 42 et 47.)

- Needleman A., Assaro R., Lemonds J. and Pierce D. (1985) Finite element analysis of crystalline solids. *Comput. Meth. Appl. Mech. Eng.* **52**, 689–708. (Cité en page 122.)
- Odqvist F. (1966) *Mathematical theory of creep and creep structure*. Pergamon Press. (Cité en page 42.)
- Orteu J.J., Al Haddad H. and Lacroix S. (1998) Mesure de déformations 3D par stéréocorrélation. In *Congrès Photomécanique*. (Cité en page 65.)
- Peach C. and Spiers C.J. (1995) Influence of crystal plastic deformation on dilatancy and permeability development in synthetic salt rock. *Tectonophysics* **256**, 101–128. (Cité en page 7.)
- Petch N.J. (1953) The cleavage strength of polycrystal. *J. of the Iron and Steel Institute* **174-1**, 25–28. (Cité en page 158.)
- Pouya A. (2000) Micro–macro approach for the rock salt behaviour. *European journal of mechanics. A. Solids* **19**, 1015–1028. (Cité en page 138.)
- Randle V. (1990) Representation of grain misorientations in Rodrigues-Franck space. *Proc. Roy. Soc.* **413A**, 61–69. (Cité en page 20.)
- Raphanel J., Ravichandran G. and Leroy Y. (2004) Three-dimensional rate-dependent crystal plasticity based on Runge-Kutta algorithms for update and consistent linearization. *Int. J. Solids Structures* **41**, 5995–6021. (Cité en page 122.)
- Rupin N. (2007) *Déformation à chaud de métaux biphasés : modélisation théoriques et confrontations expérimentales..* Ph.D. thesis, Ecole Polytechnique. (Cité en page 152.)
- Salençon J. (2005) *Mécanique des milieux continus.*, volume Tome I. Ellipses, Paris, éditions de l'école polytechnique edition. (Cité en page 67.)
- Salmi M., Ausslender F., Bornert M. and Folgi M. (2012) Various estimates of Representative Volume Element sizes based on statistical analysis on apparent behavior of random linear composites. *Compte-rendus Mécanique* **340**, 230–246. (Cité en page 85.)

- Senseny P. (1984) Creep properties of four rock salts. In *Proc. 2nd Conf. Mech. Beh. of Salt*. Trans Tech Pub., volume II, pp. 431–444. (Cité en page 43.)
- Skrotzki W., Frommeyer G. and Haasen P. (1981) Plasticity of polycrystalline ionic solids. *Phys. stat. sol (a)* **66**, 219–228. (Cité en page 119.)
- Skrotzki W. and Haasen P. (1981) Hardening mechanisms of ionic crystals on 110 and 100 slip planes. *Journal de physique* **42**, 119–147. (Cité en page 119.)
- Spiers C.J. and Schutjens P.M.T.M. (1999) Pressure Solution in Nacl : Grain-To-Grain Contact Experiments under the Optical Microscope. *Oil and Gas Science and Technology* **54**. (Cité en page 43.)
- Spiers C.J., Schutjens P.M.T.M., Brzesowsky R., Peach C., Liezenberg J. and H.J. Z. (1990) *Experimental determination of the constitutive parameters governing creep of rocksalt by pressure solution.*, volume 54. Geological Society special Publication, knipe r.j. and rutter e.h.(eds). edition. (Cité en page 47.)
- Sutton M., Wolters W., Peters W., Ranson W. and McNeill S. (1983) Determination of displacement using an improved digital correlation method. *Image Visual. Comput.* **1**, 133–139. (Cité en page 64.)
- Tatschl A. and Kolednik O. (2003) On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals. *Materials Science and Engineering* **A342**, 152–168. (Cité en page 65.)
- Urai J. and Spiers C.J. (2007) The effect of grain boundary water on deformation mechanisms and rheology of rocksalt during long-term deformation. In *Proceedings of the 6th Conference on the Mechanical Behavior of Salt - Understanding of THMC Processes in Salt, Taylor and Francis.*. In : Wallner, M., Lux, K.H., Minkley, W. and Hardy H.R., Jr. (eds.). (Cité en page 47.)
- Urai J., Spiers C.J., Zwart H. and Lister G. (1986) Weakening of rock salt by water during long term creep. *Nature* **324**, 534–557. (Cité en page 43.)
- Viguié J., Dumont P., Orgéas L., Vacher P., Desloges I. and Mauret E. (2011) Surface stress and strain fields on compressed panels of corrugated board boxes. An experimental analysis by using Digital Image Stereocorrelation. *Composite Structures* **93**, 2861–2873. (Cité en page 65.)

- 
- Wurst J. and Nelson J. (1972) Lineal Intercept Technique for Measuring Grain Size in Two-Phase Polycrystalline Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* **55**, 109. (Cité en page 11.)
- Yang D., Bornert M., Chanchole S., Gharbi H. and Gatmiri B. (2012) Dependence of elastic properties of argillaceous rocks on moisture content investigated with optical full-field strain measurement techniques. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences* **53**, 45–55. (Cité en pages 65, 72 et 73.)
- Yang D., Bornert M., Chanchole S., Wang L., Valli P. and Gatmiri B. (2011) Experimental investigation of the delayed behavior of unsaturated argillaceous rocks by means of Digital Image Correlation techniques. *Applied Clay Science* **54**, 53–62. (Cité en page 75.)

# Table des figures

1.1	Différences macroscopiques et microscopiques entre le sel naturel et synthétique. Deux variétés de sels naturels : a) Sel très pur (Allemagne). b) Sel comportant de nombreuses impuretés (France). c) Sel synthétique, très pur. d) Micrographie MEB du sel naturel montrant sa micro-fracturation ( <i>μcrack</i> ). d) Micrographie MEB du sel synthétique à microstructure homogène. . . . .	8
1.2	Cellule oedométrique utilisée pour la compression des poudres . . .	9
1.3	Presse MTS (1000 kN) et four Instron avec la cellule oedométrique.	9
1.4	Exemple de courbe de compaction de la poudre : Courbe de Déplacement axial (mm) en fonction du temps (h). Le premier palier correspond à la compression à température ambiante, le second correspond à la mise en température et au maintien à 200 ° C. . . . .	10
1.5	Bloc brut de sel synthétique à la sortie de la cellule oedométrique. .	11
1.6	Matériau brut : Images MEB × 80 et zoom × 300 sur un agrégat de grains fins encerclés de gros grains. . . . .	12
1.7	Histogramme de taille du grand axe de chaque grain considéré comme un ellipsoïde pour le matériau brut. . . . .	12
1.8	Observation MEB du matériau brut préparé au BIB, à trois échelles différentes. . . . .	13
1.9	Images MEB du matériau à gros grains à deux échelles différentes : X40 et X160. . . . .	14
1.10	Histogramme de taille du grand axe de chaque grain considéré comme un ellipsoïde pour le matériau à gros grains. . . . .	15
1.11	Observation MEB des microporosités et cristaux négatifs qui présentent des facettes cristallographiques révélés par BIB. . . . .	16
1.12	Microstructure du matériau à grain fins à différentes échelles : X40 et X300. Les particules blanches les plus brillantes correspondent aux particules de cuivre. . . . .	17
1.13	Histogramme de taille du grand axe de chaque grain considéré comme un ellipsoïde pour le matériau à grains fins. . . . .	17
1.14	Image MEB du sel "commercial" en électrons secondaires. . . . .	19

1.15	Représentation des orientations cristallines dans un espace de Rodrigues. a) Texture isotrope simulée. b) Texture de notre sel synthétique.	21
1.16	Distribution des orientations cristallographiques du matériau synthétique représentées par des figures de pôle. . . . .	22
1.17	Principe physique du démouillage. . . . .	23
1.18	Instruments permettant le dépôt d'or. Pulvérisateur cathodique : bombardement ionique par plasma et dépôt cinétique. Évaporateur : évaporation thermique sous vide, dépôt par condensation. . . . .	23
1.19	Evolution du démouillage : a) Dendrites d'or formées à la surface du matériau. b) Micro-billes d'or (état final). . . . .	24
1.20	Schéma explicatif du protocole expérimental développé pour le dépôt de microgrilles à la surface de l'échantillon par la technique de microlithographie. (Doumalin 2001). . . . .	26
1.21	Exemple de microgrilles d'or sur la surface d'un matériau de NaCl synthétique. . . . .	27
1.22	Illustration des deux types de marqueurs que l'on souhaite déposer à la surface de l'échantillon. a) Point de suture au niveau d'une interface. b) Cible à l'intérieur des grains. . . . .	29
1.23	Exemple de microgrilles en nickel et de microbilles d'or sur la surface d'un matériau de NaCl synthétique. . . . .	30
1.24	Schéma synoptique du protocole expérimental utilisé pour le dessin de motifs spéciaux sur la surface d'un échantillon de sel synthétique.	31
1.25	Image MEB en électrons rétrodiffusés d'un sel synthétique avec particules de cuivre aux les interfaces des grains de NaCl. Les points brillants correspondent aux fines particules de Cu. . . . .	33
1.26	Tranche reconstruite d'un échantillon de sel synthétique avec marqueur Cu à partir des scans en absorption aux rayons X (ESRF, ID19). Le matériau est brut de pressage. . . . .	34
1.27	Image MEB en électrons secondaires d'un sel synthétique avec particules de cuivre après recuit. Les points brillants correspondent aux fines particules de Cu. . . . .	35
2.1	Essai de compression triaxial en fluage monotone. Courbes : En bleu variation de la déformation en fonction du temps. En rouge déviateur des contraintes en fonction du temps. . . . .	39

2.2	Essai de compression triaxial en fluage monotone. Courbes Déformation/Temps en bleu et vitesse de déformation/Temps (rouge) . . . . .	40
2.3	Essai de compression triaxial en fluage cyclique. Courbes : Variation de la déformation en fonction du temps (bleu). Variation du déviateur des contraintes en fonction du temps (rouge). . . . .	41
2.4	Essai de compression triaxial en fluage cyclique. Courbes Déformation/Temps (bleu) et vitesse de déformation/Temps (rouge) . . . . .	42
2.5	Graphique $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ pour l'essai de fluage monotone. . . . .	44
2.6	Graphique $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ pour l'essai de fluage cyclique. . . . .	44
2.7	Graphique $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ pour différents sels naturels. . . . .	45
2.8	Graphique proposé par RESPEC pour le sel "Avery Island" avec une extrapolation de la loi Norton au faibles charges. L'étoile verte représente une vitesse mesurée en fluage sous très faible charge (Bérest et al, 2005). . . . .	48
2.9	Carte des mécanismes de déformation proposée par Munson et Dawson (1984). Bérest et al (2012) ont superposé à la carte le domaine des essais classiques et celui des conditions naturelles. L'étoile bleue correspond aux seules mesures actuelles de vitesse de déformation expérimentale sous très faible charge (Bérest et al., 2004). . . . .	49
2.10	Disposition des capteurs sur le premier bâti. De C1 à C4 capteurs verticaux. C5 et C6 capteurs horizontaux. . . . .	50
2.11	Bâti de fluage installé dans une galerie de la mine de Varangéville. . . . .	51
2.12	Courbes déformation en fonction du temps. En bleu le sel naturel Avery Island avec une contrainte appliquée de 0.1 MPa. En rouge, sel synthétique "commercial" avec une contrainte appliquée de 0.24 MPa (Bérest et al., 2012). . . . .	52
2.13	Courbe vitesse de déformation en fonction du temps. En bleu le sel naturel Avery Island avec une contrainte appliquée de 0.1 MPa. En rouge, sel synthétique "commercial" avec une contrainte appliquée de 0.24 MPa (Bérest et al., 2012). . . . .	52
2.14	Presse utilisée pour les essais de compression uniaxiale, équipée de caméras optiques pour la Corrélation d'Images Numériques. A gauche, configuration pour les essais à température ambiante. A droite, configuration avec le four. . . . .	54

2.15	Courbe classique obtenue lors d'un essai uniaxial en déplacement continu. . . . .	55
2.16	Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour les différents essais de la première série sur le matériau brut. . . . .	56
2.17	Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour les différents essais de la première série sur le matériau à gros grains. . . . .	57
2.18	Courbes Contrainte-Raccourcissement axial obtenues pour le matériau brut sur la presse MTS de capacité 100kN. . . . .	59
2.19	Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour le matériau brut à différentes vitesses de déformation. . . . .	61
2.20	Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour le matériau à grains fins à différentes vitesses de déformation. . . . .	61
2.21	Courbes Contrainte-Raccourcissement axial pour le matériau à gros grains à différentes vitesses de déformation. . . . .	62
2.22	Comparaison des courbes Contraintes-Raccourcissement axial pour les différentes microstructures pour des vitesses de déformation comparables. . . . .	62
3.1	Illustration des trois étapes nécessaires pour la mesure de champ de déplacement et le calcul de la déformation. . . . .	66
3.2	Différents schémas d'intégration. . . . .	70
3.3	Résultats de la corrélation de deux images obtenues sur un MEB sans translation ni déformation. Cartographie des déformations équivalentes et distribution des composantes de la déformation. a) Résultats obtenus par Héripé (2006) sur un MEB XL40 filament tungstène. b) Résultats obtenus par Dautriat (2009) sur un MEB FEG Quanta600 (NB : les échelles sont différentes sur les deux graphiques d'un facteur 10). . . . .	74
3.4	Comparaison de courbes contrainte déformation. En noir la déformation correspond a un raccourcissement dans l'axe de compression mesuré par le capteur LVDT. En bleu, la déformation est calculée par CMV. . . . .	77

3.5	Matériau brut : 1) Carte de déformation calculées par CMV (déformation équivalente au sens de von Mises) à trois étapes de chargement (a,b,c) notées sur la courbe en (2). 2) Courbe macroscopique contrainte-déformation calculée par CMV. L'axe de compression est horizontal dans le sens de l'image. . . . .	78
3.6	Matériau à gros grains : 1) Carte de déformation calculées par CMV (déformation équivalente au sens de von Mises) à trois étapes de chargement (a,b,c) notées sur la courbe en (2). 2) Courbe macroscopique contrainte-déformation calculée par CMV. L'axe de compression est horizontal dans le sens de la figure. . . . .	80
3.7	Matériau à grains fins : 1) Carte de déformation calculées par CMV (déformation équivalente au sens de von Mises) à trois étapes de chargement (a,b,c) notées sur la courbe en (2). 2) Courbe macroscopique contrainte-déformation calculée par CMV. L'axe de compression est horizontal dans le sens de la figure. . . . .	82
3.8	Effets de la vitesse de déformation sur le matériau bi-modal a) plus rapide, c) plus lent. 1) Courbes contraintes-déformation pour trois vitesses différentes. 2) Champs de déformation calculés pour une contrainte de 45 MPa. La compression est horizontale. . . . .	83
3.9	Effets de la vitesse de déformation sur le matériau à gros grains a) plus rapide, c) plus lent. 1) Courbes contraintes-déformation pour trois vitesses différentes. 2) Champs de déformation calculés pour une contrainte de 30 MPa. La compression est horizontale. . . . .	84
3.10	Effets de la vitesse de déformation sur le matériau à grains fins a) plus rapide, c) plus lent. 1) Courbes contraintes-déformation pour trois vitesses différentes. 2) Champs de déformation calculés pour une contrainte de 50 MPa. La compression est horizontale. . . . .	85
3.11	Exemple d'augmentation de base de mesure sur un même essai pour le matériau brut. A gauche la base de mesure est de 222 $\mu m$ . A droite la base de mesure est de 1776 $\mu m$ . . . . .	86
3.12	Évolution des histogrammes à classes variables en fonction de la base de mesure pour chacune des microstructures. Évolution des écarts-types de chacun des histogrammes pour les différentes microstructures.	88
3.13	Illustrations des deux types d'électrons utilisés en imagerie MEB. . . . .	90

3.14	Schéma de l'installation de la micro-presse équipée d'un four dans le MEB Quanta600. . . . .	93
3.15	Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau à gros grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale. . . . .	95
3.16	Identification de plasticité intracristalline grâce à la présence des marqueurs à la surface de l'échantillon. . . . .	96
3.17	Lignes de glissement observées au MEB en électrons secondaires attestant de la plasticité intracristalline. . . . .	96
3.18	Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau à gros grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation au niveau d'un point triple données en déformation équivalente. La compression est horizontale. . . . .	98
3.19	Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau à grains fins. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale. . . . .	100
3.20	Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau à grains fins. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale. . . . .	101
3.21	Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB sur le matériau avec une distribution bi-modale de la taille des grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. La compression est horizontale. . . . .	103
3.22	Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB à chaud sur le matériau à gros grains. 1) Rappel de la microstructure. 2) Courbe contrainte-déformation calculée par CMV. 3) Cartes de déformation données en déformation équivalente. . . . .	105

3.23	a) Résultats de CIN 2D à partir d'essais in-situ au MEB à température ambiante. b) à 350 ° C sur le matériau à gros grains. c) Fonction de distribution des déformations locales. . . . .	106
3.24	Illustration d'un glissement au joint lors d'une compression. Les ellipses noires représentent de l'ouverture de micro-cavités aux points triples. L'ellipse jaune montre la plasticité intracristalline induite par l'indentation du grain qui glisse. . . . .	107
3.25	Exemple de la coopération des deux mécanismes lors de la déformation plastique d'un polycristal. L'ellipse noire montre un grain dont seulement la moitié est déformée. . . . .	108
3.26	Carte de déformation de l'essai à chaud (déformation équivalente). Les gros pointillés délimitent les grains. Les petits pointillés délimitent les zones non-déformées à l'intérieur des grains. Le trait rouge indique du glissement à l'interface. . . . .	109
3.27	Presse triaxiale ST100/200 au laboratoire de géologie de l'Ecole Normale Supérieure. . . . .	110
3.28	Courbe contrainte-déformation obtenue lors de la déformation du Sel synthétique commercial" dans la presse tri-axiale de l'ENS. . . . .	111
3.29	Localisation d'émissions acoustiques au cours d'un essai de compression en déplacement constant. Les points correspondent à la localisation des émissions acoustiques dans le volumes. Les triangles correspondent aux capteurs positionnés sur la surface de l'échantillon. .	112
3.30	Émissions acoustiques en fonction du temps. . . . .	113
3.31	Évolution de la vitesse d'ondes P lors d'un essai de compression sur un échantillon de sel synthétique. . . . .	114
4.1	Structure cristalline du chlorure de sodium ( <a href="http://www.chemistry.wustl.edu">www.chemistry.wustl.edu</a> ).117	
4.2	Schéma représentant les deux types de caractère de dislocations. . .	118
4.3	a) Schéma montrant l'apparition des marches d'escalier (Y.Chastel : cours de plasticité de l'École des Mines). b) Micrographie MEB en électrons secondaires lors d'un essais de compression qui montre la présence de lignes des glissement à la surface de l'échantillon. . . . .	119

4.4	Figure illustrant le calcul de la cission résolue. Avec : $F$ la force appliquée à l'échantillon, $S_0$ la surface perpendiculaire à l'axe de sollicitation et $\cos \phi$ l'angle entre l'axe de sollicitation et la direction de glissement. . . . .	122
4.5	Schéma illustrant la loi de Bragg. Avec : $\theta$ l'angle du faisceau incident et du plan, $d$ la distance entre deux plans réticulaires et $\lambda$ la longueur d'onde des électrons réfractés. . . . .	124
4.6	Schéma du fonctionnement de la technique EBSD. a) Illustration de configuration du MEB pour l'EBSD. b) Cône de diffraction de "Kossel". c) Lignes de "Kikuchi" observées sur un cliché. d) Carte d'orientations en angles d'Euler. . . . .	126
4.7	Schéma représentant les trois rotations des angles d'Euler. . . . .	127
4.8	Schéma de la méthode employée pour l'identification des plans de glissement. . . . .	129
4.9	Carte des plans de glissement actifs lors d'un essai de compression uniaxial à température ambiante. En rouge on représente les plans visibles par MEB et CIN, en vert le glissement dévié, en noir les plans identifiés seulement par CIN et en jaune les plans de glissement secondaires activés proches des interfaces. . . . .	131
4.10	Carte des plans de glissement actifs lors d'un essai de compression uniaxial à 350 ° C. En rouge on représente les plans visibles par MEB et CIN, en vert le glissement dévié, en noir on représente les plans identifiés seulement par CIN et en jaune les plans de glissement secondaires activés proche des interfaces. . . . .	132
4.11	Évolution des cissions critiques en fonction de la température à 3% de déformation (Carter et Heard 1970). . . . .	137
4.12	Comparaison courbes Contrainte-Déformation expérimentales (Carter and Heard, 1970) et numériques calculées par Zébulon. . . . .	140
4.13	Quantité de glissement suivant la sollicitation 100 . . . . .	141
4.14	Quantité de glissement suivant la sollicitation selon 110 (45 ° par rapport à 100). . . . .	142
4.15	Quantité de glissement suivant une sollicitation à 30 ° par rapport (100) sur (110). . . . .	143
4.16	Maillage Zébulon d'un polycristal de sel à partir d'une structure réelle. . . . .	144

---

4.17	Courbes Contrainte-Déformation obtenues par CIN et par calcul éléments finis. . . . .	145
4.18	Comparaison des cartes de déformations obtenues par CMV et par Zébulon Pour la composante 11 du tenseur des déformation. . . . .	146
4.19	Comparaison des cartes de déformations obtenues par CMV et par Zébulon pour la composante 12 du tenseur des déformations. . . . .	146
4.20	Comparaison des plan actifs identifiés expérimentalement avec les quantités taux de glissement des différents systèmes calculé par Zébulon. . . . .	147
5.1	Application de la quantification du mécanisme de glissement aux interfaces dans CMV. L'ensemble de la zone d'intérêt est représenté par le carré rouge. Le zoom montre comment sont définis les contours pour le calcul des gradients de déformation à l'intérieur des grains. . . . .	154
6.1	Illustration d'un dispositif de tomographie par absorption des rayons X au synchrotron (Maire et al., 2004). . . . .	168
6.2	Grille des points analysés dans le volume (Bornert et al., 2004) . . . . .	169
6.3	Transformation matérielle volumique (Bornert et al., 2004) . . . . .	169
6.4	Presse uniaxiale manuelle, permettant d'effectuer des essais de compression uniaxiale sous faisceau synchrotron. . . . .	170
6.5	Tranche d'un volume reconstruit du matériau testé sur ID11. . . . .	171
6.6	Premiers résultats sur un échantillon de sel-cuivré. a) Champ de déformation calculé. b) Localisation de la fissuration. . . . .	172
6.7	Installation de la presse sur ID19 . . . . .	173
6.8	Évolution du champ de déformations volumiques donnés en déformations équivalentes lors d'une compression uniaxiale du premier échantillon. La compression est selon l'axe vertical. . . . .	174
6.9	Vision de deux faces opposées du premier échantillon pour la composante de déformation axiale. a) La localisation montre de la compression. b) Localisation marquée d'extension signe d'une probable ouverture de fissure. . . . .	175
6.10	Second échantillon testé, montrant aussi une localisation de la déformation attestant d'un défaut de planéité du chargement. . . . .	176

6.11	Système de rotule, qui vient remplacer un piston dans l'optique d'accommoder les défauts de planéité. . . . .	176
6.12	Localisation de la fissuration au niveau des pores. a) CIN. b) Scan d'absorption. . . . .	177

# Liste des tableaux

1.1	Tableau récapitulatif des différents matériaux élaborés. . . . .	18
1.2	Tableau récapitulatif des différents types de marquage. . . . .	33
2.1	Tableau récapitulatif des vitesses de déformation en fonction du déviateur des contraintes imposé pour les différents matériaux ainsi que l'exposant $n$ obtenu. . . . .	46
2.2	Tableau récapitulatif de la première série d'essais uniaxiaux réalisés.	56
2.3	Tableau récapitulatif de la première série d'essais uniaxiaux réalisés.	60
4.1	Définition des 24 systèmes de glissement dans le NaCl . . . . .	120
4.2	Tableau récapitulatif des systèmes de glissement identifiés. Certaines directions n'ont pas pu être identifiés, on donne donc deux solutions.	134
4.3	Résultats issus de Carter et Heard (1970). . . . .	137
4.4	Coefficients retenus pour la partie plastique de la loi de comportement du monocristal. . . . .	139
5.1	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique cumulée. .	155
5.2	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée. .	155
5.3	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 1.5% de déformation macroscopique cumulée. . . .	156
5.4	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 2.5% de déformation macroscopique cumulée. . . .	156
5.5	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 1.5% de déformation macroscopique cumulée. . .	156
5.6	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 2.5% de déformation macroscopique cumulée. . .	156
5.7	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 °C. . . . .	158

5.8	Quantification de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C. . . . .	159
5.9	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique. . .	161
5.10	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.	161
5.11	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 1.5% de déformation macroscopique. . . . .	161
5.12	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau bi-modal à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.	161
5.13	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 1.5% de déformation macroscopique cumulée.	162
5.14	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à grains fins à 2.5% de déformation macroscopique cumulée.	162
5.15	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 1.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C. . . . .	162
5.16	Quantification corrigée de la part de glissement aux interfaces pour le matériau à gros grains à 2.5% de déformation macroscopique cumulée à 350 ° C. . . . .	162

# Annexe 1

## PUBLICATION 1

Proceeding – SaltMech7 – préparé pour présentation à la conférence : “SaltMech7”  
– Paris – 16 Avril au 19 Avril 2012

**Full field investigation of salt deformation at  
room temperature : cooperation crystal plasticity  
and grain boundary sliding**

## Full field investigation of salt deformation at room temperature: cooperation of crystal plasticity and grain sliding

M. Bourcier, A. Dimanov, E. Héripré & J.L. Raphanel

*LMS, UMR 7649, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France.*

M. Bornert

*Laboratoire Navier, UMR 8205, Ecole des Ponts ParisTech, Marne La Vallée, France.*

G. Desbois

*Structural geology, Tectonics and Geomechanics, RWTH Aachen University, Germany.*

**ABSTRACT:** We observed with optical and scanning electron microscopy halite samples during uniaxial compression. Surface displacement fields were retrieved from digital images taken at different loading stages thanks to digital image correlation (DIC) techniques, on the basis of which we could 1) compute global and local strain fields, 2) identify two co-operational deformation mechanisms. The latter were 1) crystal slip plasticity (CSP), as evidenced by the occurrence of slip lines and computed discrete intracrystalline slip bands at the grain surfaces, 2) interfacial micro-cracking and grain boundary sliding (GBS), as evidenced by the computed relative interfacial displacements. The heterogeneities of the strain fields at the aggregate and at the grain scale, and the local contributions of each mechanism were clearly related to the microstructure, i.e. the relative crystallographic orientations of neighboring grains and the interfacial orientations with respect to the principal stress.

### 1 INTRODUCTION

Halite has been extensively studied both as a rock forming mineral with industrial applications (storage of wastes and hydrocarbons in mines and deep caverns), and as an analog viscoplastic material for the purpose of academic investigations of plasticity, texture development and some more specific mechanisms such as pressure solution (Urai et al., 1987; Wenk et al., 1989; Hickman and Evans, 1995; Peach and Spiers, 1996; Martin et al., 1999; Lebensohn et al., 2003; Liu et al., 2005; Wenk et al., 2009). There is also a renewed interest in studies of the mechanical behavior of halite under low stresses (Bérest et al., 2005) and cyclic loading, owing to a new projected use of salt cavities as storage for compressed air, which is in turn an alternative for storage of excess “green energy”, produced by renewable but fluctuating sources (solar, Aeolian,...). In this work, we present results of a multi-scale micromechanical approach, aimed at the identification of the physical mechanisms by which halite deforms plastically at room temperature.

### 2 EXPERIMENTS

#### 2.1 Sample preparation

A sound micromechanical investigation relies on the strict control of sample microstructure. Therefore we synthesized a damage-free material, characterized by narrow grain size distribution, low

porosity and limited deformation related microstructures. We followed similar techniques as those developed by Peach and Spiers (1996).

The material was obtained by pressing of pure laboratory salt powder (99,9 %). First, the powder was cold pressed during 48 hours in an oedometric cell in order to reduce the porosity. In a second time, the cell is externally heated in order to achieve hot pressing at 100 MPa and 150°C during one week. The resulting cylindrical blocks of about 10 cm in height and 8 cm in diameter (fig 1a) present very good cohesion, allowing for specimen coring and machining. Observed by SEM (scanning electron microscopy), after classical polishing and wet cleaning, the “as-hot-pressed” material showed a wide grain size distribution (20  $\mu\text{m}$  – 400  $\mu\text{m}$ ) and numerous wavy interfaces, which indicated a non-equilibrium state (Fig. 1b). We also observed sample surfaces prepared by BIB (broad ion beam), which is an atomic scale erosion process based on ion beam sputtering (Ar source), allowing to prepare 2D flat undamaged surfaces (curtaining less than 5 nm deep) up to 2 mm<sup>2</sup>, suitable for high-resolution SEM imaging of sub-micrometric microstructures (Desbois et al., 2011). This technique revealed numerous inherited sub-grain boundaries, related to crystal plasticity recovery during the hot-pressing stage (Fig. 2a), and also sub-micrometric interfacial porosity (< 2 vol. %), which is impossible to preserve during classical sample preparation.

In order to obtain a more homogeneous and equilibrated microstructure, we further annealed the samples at 750°C (at atmospheric pressure) during

48 hours. The resulting microstructure presents flat or slightly curved interfaces and narrow grain size distribution, ranging from 250  $\mu\text{m}$  to 500  $\mu\text{m}$  (fig 1b). The sub-grain boundaries vanished during the grain growth process. But, the involved interfacial migration also resulted in porosity coalescence (Fig. 2), and even in porosity increase (up to 3 %).

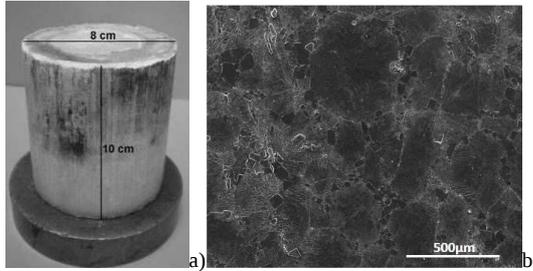


Figure 1 : a) Hot-pressed block. b) Microstructure of hot-pressed synthetic salt.

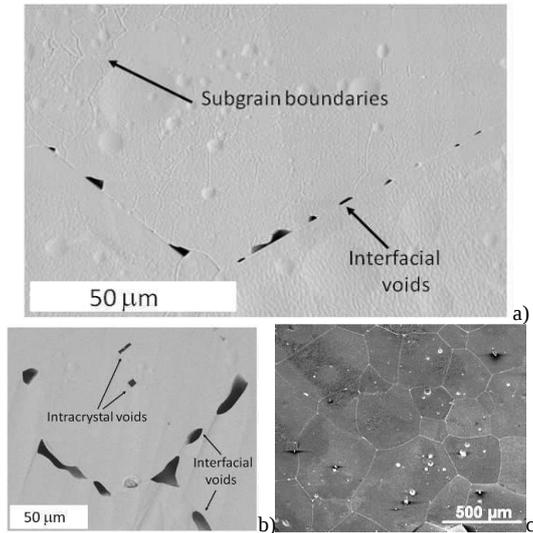


Figure 2 : SEM micrographs. a) Detail of as hot-pressed sample (BIB preparation), with fine grains, subgrains and irregular interfacial micro-pores. b) Detail of annealed sample (BIB preparation), with larger grains, larger and smoothed interfacial pores, intracrystalline faceted pores (negative crystals). c) General microstructure of hot-pressed and annealed sample (classical preparation), with large, equiaxed and euhedral grains.

## 2.2 Macroscopic compression tests

Uniaxial compression of large cm-sized samples was performed during observations by optical microscopy (OM) at the scale of the whole specimen. These so called “macroscopic tests” aimed at the full field mechanical characterization at a scale exceeding those of the representative volume element (RVE). For a polycrystalline material the RVE may be defined as the smallest volume of randomly

oriented grains, which exhibits isotropic and homogeneous mechanical responses, whatever the anisotropy of the individual crystalline grains may be.

The uniaxial compression tests were realized with an electromechanical press with 100 kN loading capacity. The cylindrical samples (c.a. 23.5 mm in height and 23 mm in diameter) were directly cored from the as-hot-pressed material. The sample surfaces were machined so that they were truncated along two diametrically opposite cords of 1.5 cm in length. The resulting two opposed and flat surfaces were carefully polished and paint sprayed, in order to offer surface markers, which are necessary for the full field measurements by digital image correlation (DIC, see next section). Both flat surfaces are observed by OM with two diametrically opposed digital cameras. One optical line allows for the observation of the whole specimen (16 Mpixel camera), whilst the other focuses onto a selected 4 mm<sup>2</sup> sized area (4 Mpixel camera). The sample is loaded with a constant displacement rate of 1  $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ , corresponding to a strain rate of  $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Digital images are acquired each second. In order to minimize fretting (frictional effects) we placed Teflon spacers between the sample and the steel pistons.

We additionally performed conventional tri-axial creep tests at room temperature on similar cylindrical (2.4 cm in diameter) synthetic salt samples, at constant differential stresses between 20 - 40 MPa, and at 20 MPa confining pressure (oil medium). Each sample was subjected to two duplicate series of five stress steps, reaching steady state strain rates. The experiments lasted between one to two months and the total shortening was of about 25 %.

## 2.3 Microscopic compression tests

Uniaxial compression of small mm-sized samples was performed in an environmental FEG (field emission gun) - SEM, which allowed the observation of the local behavior from the mesoscopic scale (or the aggregate scale, which is the one representative of the microstructure) to the grain scale. Typically, the aggregate scale represented several tens to hundreds of grains. At this scale, the interactions of numerous individual and anisotropic grains results in heterogeneous mechanical responses.

The SEM was fitted with a specifically designed miniaturized press (Fig. 3), equipped with a 5 kN load cell. Parallelepipedic samples (12 mm length, 6 mm side) were loaded at the constant displacement rate of 1  $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ , corresponding to  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  strain rate. The surface markers were  $\mu\text{m}$ -sized golden micro-balls obtained by high-temperature de-wetting of a thin gold film (see next section). Images are

obtained in high vacuum mode with a size of 4096 x 3775 pixels.

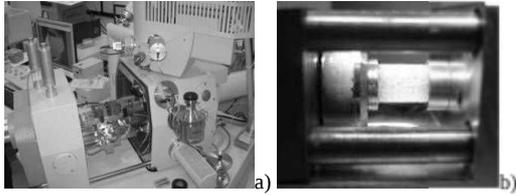


Figure 3 : a) SEM equipped with an uniaxial press. b) Synthetic salt sample (10 mm in length), horizontally fitted in the press.

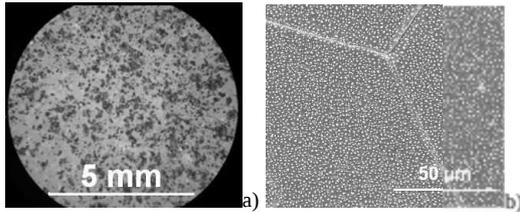


Figure 4 : a) Black paint spray. b) Micrometer-sized gold micro-droplets. The image shows a triple junction.

### 2.3 Digital Image Correlation

Digital Image Correlation (DIC) is an optical method for micro-extensometry allowing the calculation of the complete strain field at the surface of the loaded sample. We used the DIC software CorrelManuV (CMV), developed by M. Bornert (Doumalin et al., 1999; 2003), which has recently been applied with success to “in-situ” SEM uniaxial compression of carbonates (Dautriat et al., 2011). DIC technique is based on the comparison and recognition of the grey scale levels of predefined correlation domains before and after loading. Unlike the shape of the correlation domain, the grey scale level is supposedly unchanged by the deformation process, which makes it possible to retrieve the displacement field and to calculate the corresponding strain field. The recognition of the correlation domains is realized by the minimization of a correlation criterion, which depends on the grey scale level. In practice, the accuracy of the method requires strong surface contrasts. A technique, to ensure a sufficient contrast consists in the deposition of surface markers. Actually, we have developed different techniques of marking, according to the studied scale. In Figure 4 we show black paint spray (Fig. 4a) and gold micro-balls (Fig. 4b) markers, which we use for macroscopic and microscopic scale investigations, respectively. The gold micro-balls are obtained as follows: 1) the sample surface is coated with a thin gold film, as usually done for metallization of insulators, 2) the sample is annealed at 500°C, at which conditions the thin film retracts in

the form of dendrites, followed by the formation of gold micro-balls, driven by surface energy minimization.

## 3 RESULTS

### 3.1 Macroscopic tests

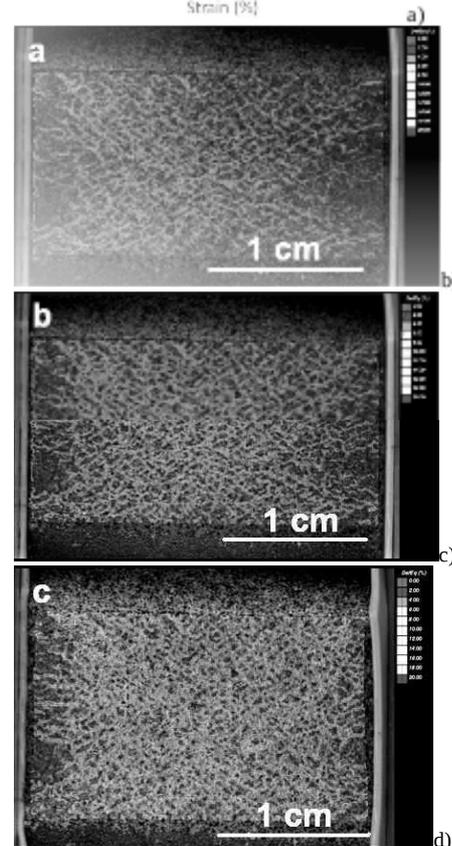
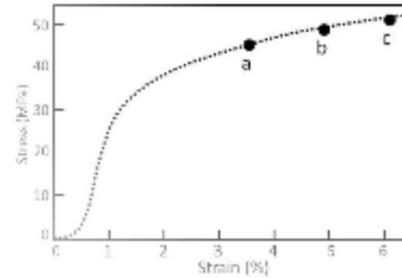


Figure 5 : Macroscopic stress - strain curve and macroscopic strain fields obtained by DIC at three consecutive steps of loading (measurement basis: 250  $\mu\text{m}$ ). Note in d) the pronounced indentation of the right hand Teflon spacer (light grey).

The results from one macroscopic test are summarized in Figure 5. The stress - strain curve, as recorded by the load cell and the piston displacement sensor (LVDT), is typical for a viscoplastic

material characterized by moderate strain hardening. The whole specimen is presented in horizontal compression at three loading stages, which are indicated by a, b and c on both the images and the loading curve. DIC was realized with a correlation domain of 15x15 pixels and a pixel size equal to 7.4  $\mu\text{m}$ . The von Mises equivalent strain, as computed by DIC along the central flat area, is superimposed onto the sample images. The evolution of the grey scale from dark to bright indicates the strain intensity. The measurement basis, which may be seen as the local optical (virtual) strain gage length, is chosen depending on the needed sensitivity in determining local heterogeneities. In the present case it was set to 250  $\mu\text{m}$ , which corresponds to both the grain scale and the marker size.

End effects (fretting) were not avoided in spite of the Teflon spacers (in light grey), probably because those were indented (see Fig. 5c). But, except in the vicinity of the pistons, the strain field clearly self-organizes into homogeneously distributed ductile shear bands oriented at about 45° to the loading axis and presenting mm-sized interspacing. This latter internal length scale is in turn that of the aggregate (or the mesoscopic one), related to the polycrystalline microstructure. By the end of the experiment, we observed the classical development of conjugated diagonal macroscopic shear bands, which contained numerous tensile micro-cracks, aligned with the principle stress direction.

### 3.2 Microscopic tests and mechanism identification

We investigated two different scales in order to highlight the operational micro-physical mechanisms at a very local (grain) scale, and their interactions and self-organization of strain at the aggregate (mesoscopic) scale.

#### 3.2.1 Mesoscopic (aggregate) scale

The combination of SEM observation and DIC allowed the identification of two mechanisms of plastic deformation. The slip lines emerging on the surface of nearly every grain of the sample (Fig. 6) result from the activation of crystal slip systems and testify of intracrystalline plasticity as being the major deformation mechanism. Figure 7 presents the von Mises equivalent strain field given by DIC (correlation domain: 10x10 pixels, pixel size: 3  $\mu\text{m}$ ) at three different stages of loading, noted (a), (b) and (c) on the stress-strain curve (Fig. 7). The latter was computed on the basis of DIC performed for all of the 9 loading steps (data points). At the beginning, in stage (a) we can observe the development of discrete

deformation bands within the individual grains, which correspond to slip bands due to crystal plasticity. With further loading, in stages (b) and (c) the deformation bands intensify within the individual grains. In addition, the grain-to-grain interactions and the influences of neighboring grains appear, as deformation bands develop at the aggregate scale, and propagate throughout the microstructure at nearly 45° to the loading direction (Fig. 7 and Fig. 10).

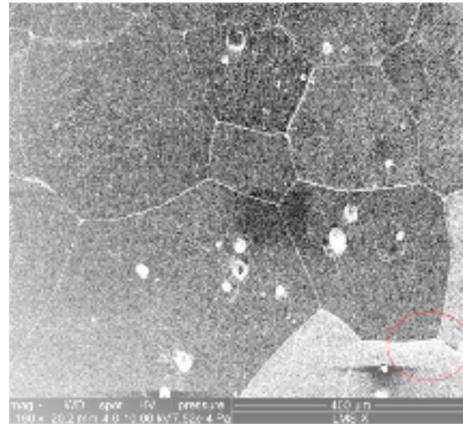


Figure 6 : SEM micrograph from the same sample and area as in Fig. 1b after deformation. Slip lines appear at the surface of the sample. The red circle indicates a triple junction where was detected grain boundary sliding accompanied by cavitation. The darker square area in the middle results from the contamination upon focused investigation of the triple junction (see Fig. 8).

The strain maps in Figures 7 and 10 also show that at the aggregate scale deformation bands alternate with areas of easier deformation (strain shadows). The latter are related to the presence of grains which are unfavorably oriented with respect to the principal stress, and whose slip systems are barely activated. The influence of such grains is not limited to the closest neighbors, but propagates across several grains throughout the microstructure, which actually highlights the mesoscopic length scale. These local interactions explain the self organization of alternating shear bands at larger scales (Fig. 5). In addition, DIC allowed the detection of strong localizations along some interfaces (Fig. 7), which actually corresponded to grain boundary microcracking and sliding (GBS). In some cases, GBS also resulted in cavitation (void opening) at triple junctions (Fig. 6). GBS and cavitation resulted in progressive accumulation of damage ultimately leading to failure. In the present case, according to the DIC strain analysis, the GBS mechanisms were responsible of about 8 % of the total strain.

#### 3.2.2 Microscopic (grain) scale

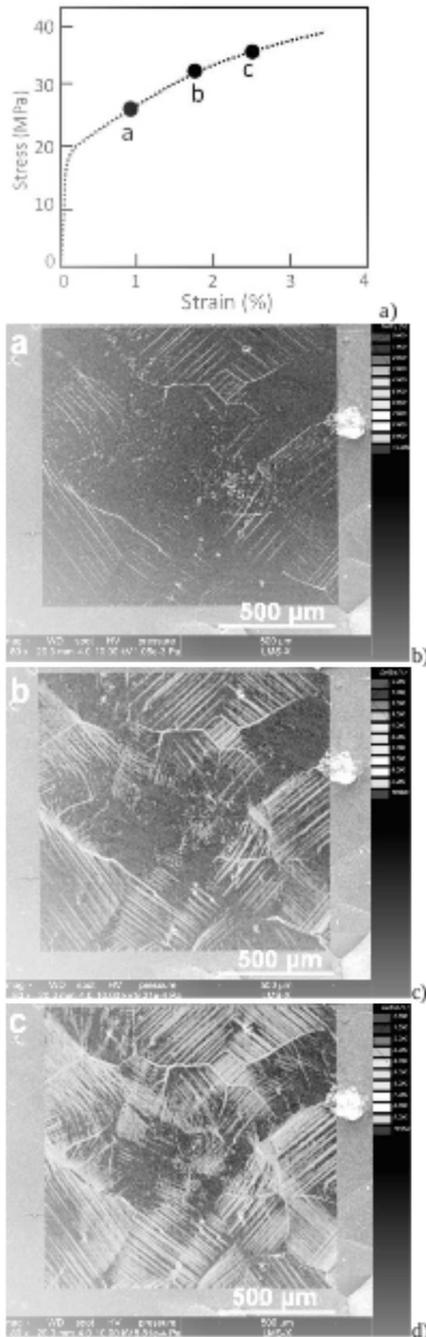


Figure 7 : a) DIC computed stress and strain curve. b,c,d: Strain fields obtained by DIC at the aggregate scale at three consecutive steps of loading. Compression direction is horizontal. In b and c some interfaces show localization due to grain boundary sliding (GBS). The sliding interface located in the right bottom corner of the strain map is the one which resulted in cavitation (Fig. 6).

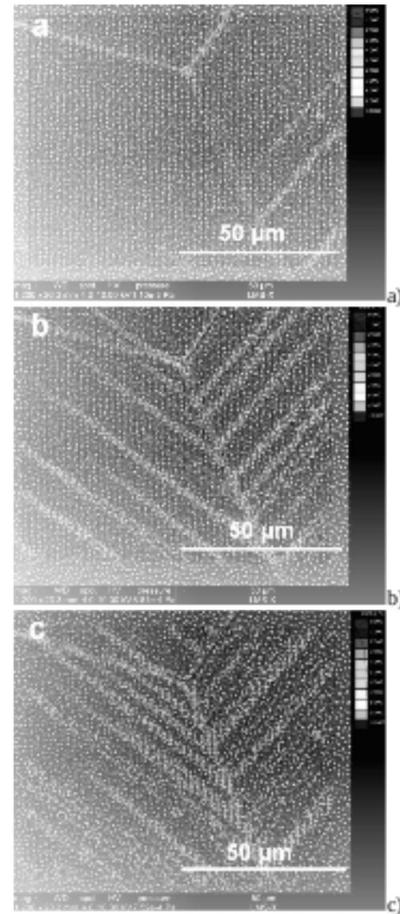


Figure 8 : Strain field obtained by DIC at the same steps of loading as in Fig. 7, but at the grain scale. The observed triple junction corresponds to the darker square area in the middle of Fig. 6.

Observations at the very local grain scale (Fig. 8) allowed us to highlight the interplays between the two different mechanisms of plastic deformation, namely crystal plasticity and grain sliding. It was for instance possible to follow chronologically the activation of each mechanism and its contribution to the local interactions between neighboring grains. Figure 8 shows in stage (a) essentially the activation of crystal plasticity within the right hand grain (and to a much lesser extent within the left hand one). Therefore, crystal plasticity incompatibility in between the right hand grain and the upper one (which is unable to activate easily crystalline slip) results in the beginning of GBS along their interface. With further loading, in stage (b) the GBS phenomenon increases, allowing for intensification of crystal plasticity in the left hand grain. At last, in stage (c) the deformation band activated within the latter grain is transmitted to the upper grain, which presents this time compatibility with respect to crys-

tal plasticity. This triple point case illustrates the kind of interactions appearing between plastically anisotropic neighboring grains, which result in cooperation of crystal plasticity and grain boundary damage and sliding, and which finally condition the local heterogeneities of the strain field.

#### 4 DISCUSSIONS AND CONCLUSIONS

For the uniaxially tested samples the loading curves and the identified dominant mechanism of crystal plasticity (Fig. 5 to 8), indicate viscoplastic behavior. The macroscopic conjugated diagonal shear bands, such as those observed in Figure 5, are a common feature, characteristic of the loading geometry. These shear bands are essentially ductile, but DIC demonstrated that they cumulate progressively dilation micro damage. The triaxially crept samples presented pronounced barreling (Fig. 9) and power law dependence of strain rate on differential stress, which characteristics indicate viscoplastic flow dominated by crystal plasticity. However, the observed stress exponent (of about 3) is lower than the value expected for crystal slip at room temperature conditions, which may indicate unsteady state conditions, or the activity of other mechanisms. The latter possibility is strengthened by the observation of substantial micro - damage, localized in numerous sets of conjugated shear bands within the barreled part of the specimens (Fig. 9). These observations are consistent with the findings of previous works (Peach and Spiers, 1996; Peach et al., 2001; Popp and Kern, 2001), showing that the room temperature flow of halite involved both ductile and brittle mechanisms: namely crystal plasticity and grain boundary micro-cracking. However, our work further demonstrated the cooperative nature of both mechanisms and highlighted their intimate relationships with local microstructure. We also provided quantitative estimations of the respective contribution of each mechanism at the experimental conditions. On the one hand, we have shown that crystal plasticity is the major strain accumulation mechanism (Fig. 6 to 8), accounting of more than 90 % of the finite strain. But, we have also evidenced that local incompatibilities of crystal plasticity have induced interfacial micro - cracking and GBS (Fig. 10). At room temperature, the latter mechanisms in turn resulted in progressive accumulation of micro - damage. The GBS mechanism accounted for less than 10 % of the total finite strain, yet it was a necessary mechanism. Previous works have highlighted the importance of GBS as an accommodation mechanism in order to account for local strain incompatibilities related to the anisotropy of crystal plasticity

(Raj and Ashby, 1971; Dimanov et al., 2011; Raphanel et al., 2010). Such secondary, yet necessary mechanisms, allow for macroscopically homogeneous flow of anisotropic polycrystalline materials.

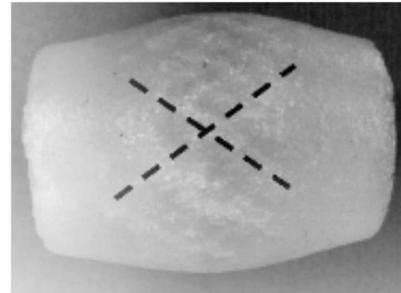


Figure 9 : Triaxially crept specimen (initially 2.5 cm in diameter) showing pronounced barreling (after 25 % shortening) and numerous conjugated shear bands (indicated by the dashed lines) of cumulated damage in the central part.

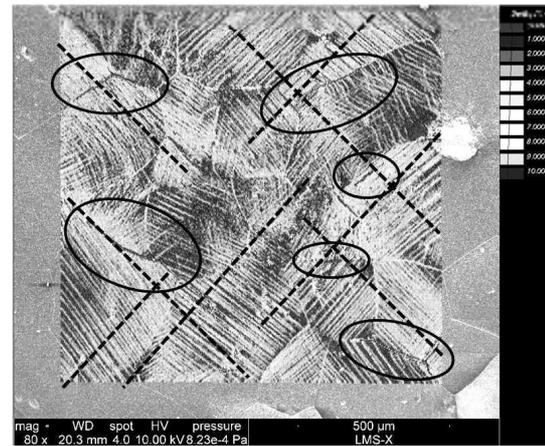


Figure 10 : Final deformation stage of the sample shown in Fig. 7. The individual grains show intracrystalline slip bands, which intensification and propagation throughout the microstructure forms mesoscopic shear bands (at 45° to the principal stress). The circles indicate zones of identified grain boundary damage and sliding, in response to local incompatibilities of crystal plasticity.

It appears that at the experimental conditions crystal plasticity and GBS are coexisting and cooperative mechanisms (Fig. 10), and hence, that macroscopic viscoplastic flow and local interfacial damage are intimately linked. As a consequence, modeling the long term flow behavior of salt for the purpose of storage facilities solely on the basis of crystal plasticity (and corresponding experimentally derived flow laws) may be problematic, in the sense that its macroscopic viscoplastic behavior inherently involves a local brittle component, which may lead to permeability increases and premature failure, unless interfacial healing processes are involved. In

any case, further micromechanical investigations are needed to better characterize and quantify the GBS phenomenon, depending on the specific loading and thermodynamic conditions, but also on the material microstructure itself.

## REFERENCES

- Dautriat, J., Bornert, M., Gland, N., Dimanov, A. and Raphanel, J. 2011. Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation. *Tectonophysics*, 503: 100-116.
- Desbois G., Urai J.L., Kukla P.A., Konstanty J. and Baerle C. 2011a. High-resolution 3D fabric and porosity model in a tight gas sandstone reservoir: a new approach to investigate microstructures from mm- to nm-scale combining argon beam cross-sectioning and SEM imaging. *J. Petrol. Sci. Eng.*, 78: 243-257.
- Dimanov A., Raphanel J. and Dresen G. 2011. Newtonian flow of heterogeneous synthetic gabbros at high strain: Grain sliding, ductile failure, and contrasting local mechanisms and interactions. *Eur. J. Mineral.*, 23(3): 303-322
- Doumalin P., Bornert, M. and Caldemaison D. 1999. Microextensometry by DIC applied to micromechanical studies using SEM. *Proc. Int. Conf. Adv. Techn. Exp. Mech. (Atem 99)*, 1 : 81-86.
- Doumalin, P., Bornert M. and Crépin J. 2003. Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes. *Mécanique et Industrie*, 4 : 607-617.
- Hickman, S. and Evans, B. 1995. Kinetics of pressure solution at halite-silica interfaces and intergranular clay films *J. Geophys. Res.*, 100 (B7): 13113-1313.
- Lebensohn, R.A., Dawson, P.R., Kern, H.M. and Wenk, H.R. 2003. Heterogeneous deformation and texture development in halite polycrystals: comparison of different modeling approaches and experimental data. *Tectonophysics*, 370 (1-4): 287-311.
- Liu, Y., Gilormini, P. and Ponte Castañeda, P. (2005). Homogenization estimates for texture evolution in halite. *Tectonophysics*, Vol. 406 (3-4), 179-195.
- Martin, B., Röller, K. and Stöckhert, B. (1999). Low-stress pressure solution experiments on halite single-crystals *Tectonophysics*, Vol. 308 (3), 299-310.
- Peach, C.J. and Spiers, C.J. (1996). Influence of crystal plastic deformation on dilatancy and permeability development in synthetic salt rock. *Tectonophysics*, Vol. 256, 101-128.
- Peach, C.J., Spiers, C.J. and Timby (2001). Effect of confining pressure on dilatation, recrystallization, and flow of rock salt at 150°C. *J. Geophys. Res.*, 106 (B3): 4061-4078.
- Popp T. and Kern H. (2001). Evolution of dilatancy and permeability in rock salt during hydrostatic compaction and triaxial deformation. *J. Geophys. Res.*, 106 (B3): 4061-4078.
- Raj R. & Ashby, M.F. 1971. On grain boundary sliding and diffusional creep. *Metallurgical Transactions*, 2: 1113-1127.
- Raphanel J., Dimanov A., Nazarova L.A., Nazarov, L.A. and Artemova A.I. 2010. High temperature rheology of synthetic two-phase gabbroic aggregates: microstructural heterogeneities and local deformation mechanism (2010). *J. Mining Sci.*, 46(5): 495-502.
- Urai, J.L., Spiers, C.J. Peach, C.J. Franssen, R.C.M.W. and Liezenberg, J.L. (1987). Deformation mechanisms operating in naturally deformed halite rocks as deduced from microstructural investigations. *Geologie en Mijnbouw*, 66: 165-176.
- Wenk, H.R., G. Canova, A. Molinari and Mecking, H. (1989). Texture development in halite: Comparison of Taylor model and self-consistent theory. *Acta Metall.*, 37(7): 2017-2029.
- Wenk, H.R. Armann, M., Burlini, L., Kunze, K. and Bortolotti, M. (2009). Large strain shearing of halite: Experimental and theoretical evidence for dynamic texture changes. *Earth and Planetary Science Letters*, 280 (1-4): 15205-15210.

# **Annexe 2**

## **PUBLICATION 2**

Proceeding – SaltMech7 – préparé pour présentation à la conférence : “SaltMech7”  
– Paris – 16 Avril au 19 Avril 2012

**Very slow creep tests on rock samples**

## Very slow creep tests on rock samples

P. Bérest, J.F. Béraud, M. Bourcier, A. Dimanov & H. Gharbi  
LMS, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France

B. Brouard  
Brouard Consulting, Paris, France

K. DeVries  
Respec, Rapid City, South Dakota, USA

D. Tribout  
Compagnie des Salins du Midi et Salines de l'Est, Varangéville, France

**ABSTRACT:** Long-term creep tests have been performed under a 0.1 MPa uniaxial loading on rock-salt samples from the Varangéville and Avery Island Mines and under a 0.24 MPa loading on a crushed salt sample. To minimize the effects of temperature variations, testing devices were set in a mine room, where temperature fluctuations are of the order of one-hundredth of a degree Celsius. The mechanical loading was provided by dead weights. The deformations were measured through special displacement sensors with a resolution of 1/80  $\mu\text{m}$ . A typical steady-state strain rate reached after 6 months is  $d\epsilon/dt = 2.4 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ . The influence of air hygrometry, which is 74%RH or so, was smaller than expected.

### 1 INTRODUCTION

#### 1.1 Norton-Hoff law

The mechanical behavior of salt has given rise to abundant literature. Most authors observe that, when a constant mechanical load is applied to a salt sample, a steady-state strain rate is reached after some time; it is a non-linear function of the applied stress, it is sensitive to temperature and no volume change is observed. The Norton-Hoff law, or  $d\epsilon^{ss}(\sigma, T)/dt = A \exp(-Q/RT) \sigma^n$ , captures the main features of such a steady-state behavior; the constants belong to the  $n = 3-6$  and  $Q/R = 3\,000-10\,000 \text{ K}$  range. When  $\sigma = 10 \text{ MPa}$ , the steady-state strain rate typically is  $d\epsilon^{ss}/dt = 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ . This rate is slow, and during most laboratory tests the applied stress is larger than 10 MPa. However, consider for instance an idealized spherical cavern; geostatic pressure is  $P_g$  and cavern (constant) pressure is  $P_c$ . A generalized formulation of the Norton-Hoff law must be used, or  $d\epsilon_{ij}^{ss}/dt = 3A^* (J_2)^{(n-1)/2} S_{ij}/2$ , where  $A^* = A \exp(-Q/RT)$ ,  $S_{ij} = \sigma_{ij} - \alpha_{kk} \delta_{ij}$  is the deviatoric stress tensor whose second invariant is  $J_2 = S_{ij} S_{ij}/2$ . Steady-state creep closure rate and second invariant can write:

$$\dot{\epsilon}_{ij}^{ss} \Big|_{NH} = 3A^* \frac{P_g - P_c}{2} \frac{r}{r_0} \frac{1}{2n} \quad (1)$$

$$\sqrt{J_2} \Big|_{NH}^{ss} = 3 \frac{P_g - P_c}{2} \frac{r}{r_0} \frac{1}{2n} \quad (2)$$

Where  $r$  = distance to cavern center and  $a$  = cavern radius. For instance, cavern depth is 800 m,  $n = 4$  and  $P_g - P_c = 8 \text{ MPa}$ : the largest value of the second invariant of the deviatoric stress is reached at

cavern wall (or  $r = a$ ) where  $(J_2)^{1/2} = 3 \text{ MPa}$ . In other words, cavern behavior is extrapolated from tests performed in a stress range which is not the stress range actually observed in a cavern.

#### 1.2 Deformation mechanism

Langer (1984) stated that reliable extrapolation of the creep equations at low deformation rates can be carried out only on the basis of deformation mechanisms. The micro-mechanisms that govern salt creep have been discussed by Hunsche (1984), Munson & Dawson (1984), Langer (1984) and Blum & Fleischman (1988). A deformation-mechanism map (adapted from Munson & Dawson, 1984) is presented in Figure 1 (The star on Figure 1 represents testing conditions during the tests described below). The 0-120°C  $\times$  5-20 MPa rectangle is the domain inside which most laboratory tests are performed. In fact, the micro-mechanisms that govern creep in the 0-5 MPa domain, which is our main interest, are unknown. In other words, prediction of the mechanical behavior of salt is based on extrapolation of purely empirical data and cannot be supported by theoretical consideration.

However, Spiers et al. (1990) and Urai & Spiers (2007) observed that in the low-stress domain, pressure-solution creep, an important deformation mechanism in most rocks in the Earth's crust, is especially rapid in the case of rock salt. Theoretical findings strongly suggest that, for this mechanism, the relation between deviatoric stress and strain rate is line-



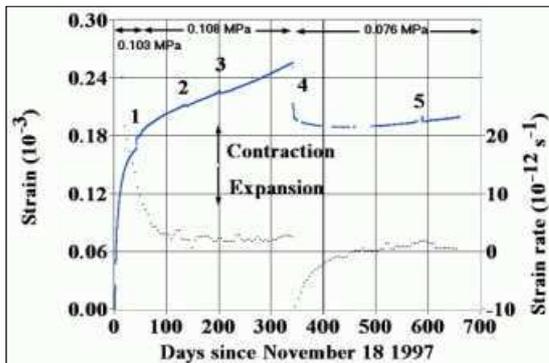


Figure 2. A 2-year long creep test performed on a salt sample.

In other words, accurate long-term creep tests are possible only when there is very accurate measurement of sample length change, when the applied load remains constant, and when the temperature and hygrometry experience very small changes. In this paper we describe such tests performed in underground rooms (to take advantage of very stable temperature) using an accurate sensor and dead-weight loading. A first series of tests were performed in 1997-1998 (Bérest et al., 2005). Main results were as follows: a 0.108 MPa axial stress was applied to an Etrez salt sample; after one year, steady-state creep rate was  $de/dt = -1.4 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$  (Figure 2). Loading was decreased to 0.076 MPa, leading to rapid axial expansion followed by a long period of time during which delayed axial expansion (“inverse creep”) occurred.

A second series of tests currently is performed. Preliminary results are provided in this paper.

### 3 DESCRIPTION OF THE TESTING SYSTEM

#### 3.1 Testing device, mechanical loading

Uniaxial creep tests are performed on cylindrical salt samples,  $D = 70 \text{ mm}$ ,  $H = 140 \text{ mm}$ . The sample is set between two duralumin plates (Figure 3). Dead weights are set on the lower part of a rigid frame. The frame weight is transmitted to the upper duralumin plate through a small metallic ball. The applied stress is calculated by dividing the overall weight of the steel frame by the initial cross-section of the salt cylinder. The range of stresses that can be applied to a sample is 0.05 to 1 MPa.



Figure 3. Testing device and salt sample below the upper plate.

Such a device was set in the mine on October 10, 2010 and a second device was set on July 10, 2011.



Figure 4. The two testing devices at the dead-end of the gallery.

#### 3.2 Sensors

During a test, four high-resolution displacements (C1 to C4) sensors (Solartron linear encoders) are set in two vertical planes at a  $90^\circ$  angle (Figure 5). Their accuracy is  $0.5 \mu\text{m}$  and their resolution is  $0.0125 \mu\text{m}$ . They allow both the relative rotation and the vertical displacement of the upper plate to be measured and provide some redundancy. Two sensors measure the horizontal displacements (C5 and C6) generated by a possible sample torsion.

#### 3.3 Rotation of the upper plate

An example of this is provided on Figure 5. The displacements of the four vertical sensors, or  $u_1$ ,  $u_2$ ,  $u_3$  and  $u_4$  were measured during a 8-week long period at the beginning of a test performed on an Avery Island salt sample. It can be observed that:  $u_2 \approx u_4 \approx (u_1 + u_3)/2$  proving that the 4 measured displacements are consistent and strongly suggesting that the upper plate is rotating along the 2-4 horizontal axis.

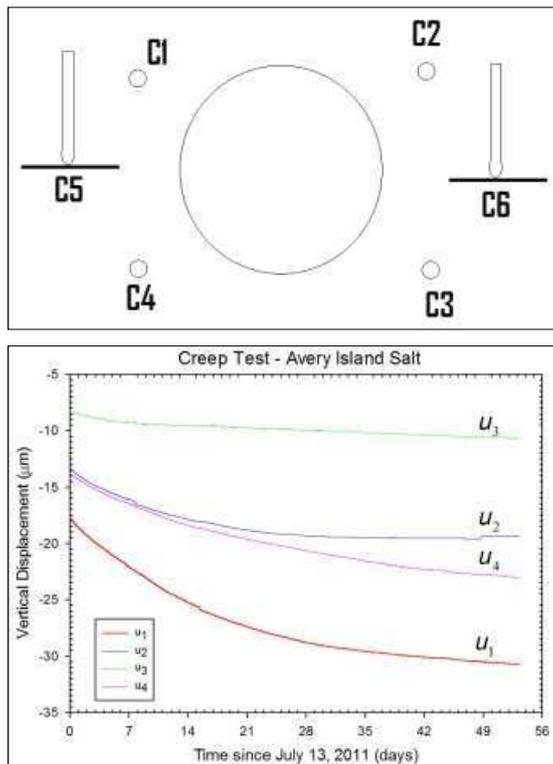


Figure 5. Vertical displacements measured by the four sensors.

## 4 TEMPERATURE AND HYGROMETRY

### 4.1 Temperature fluctuations

The temperature changes during a long-term creep test must be as small as possible. For this reason, the tests are performed in a deep underground room, where temperature is much more constant than in any surface facility. With the kind support provided by the Compagnie des Salins du Midi et Salines de l'Est, tests were performed at the dead end of a 700-m-long, 160-m-deep gallery of the Varangéville (France) salt Mine (Figure 4). This gallery is remote from the area of present salt extraction.

Gallery temperature must be measured precisely enough to allow correction of the raw strain data for thermo-elastic strains. Temperature is measured by Platinum sensors whose resolution is one thousandth of a degree Celsius; however their accuracy is not better than 0.5°C.

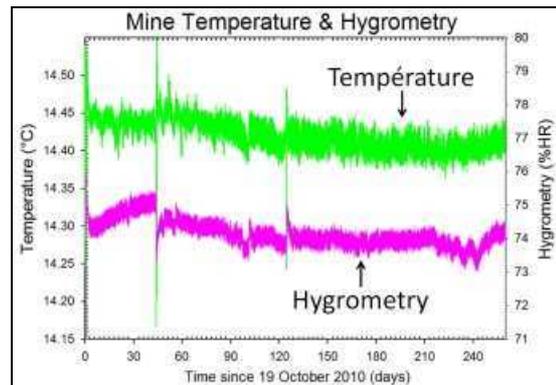


Figure 6. Temperature and hygrometry of the gallery air.

Temperature and hygrometry evolutions during the October 2010 to July 2011 period are represented in Figure 6. Large temperature changes are visible when members of the staff are working in the gallery, e.g., 18-20 October 2010, 30 November 2010, 18 February 2011 and 4-6 July 2011. A slow temperature decrease by  $dT/dt = -0.05^\circ\text{C}/\text{yr}$  or so can be observed during winter. The resulting sample contraction rate, which can be estimated to be  $\alpha dT/dt = -6 \times 10^{-14}/\text{s}$ , is not able to lead to significant misinterpretation of the tests results ( $\alpha$  is the thermal expansion coefficient of salt,  $\alpha = 4 \times 10^{-5}/^\circ\text{C}$ ). More erratic daily temperature changes also can be observed. They are somewhat correlated to atmospheric pressure changes; however it is believed that they are generated mainly by changes in the temperature and flow rate of the ventilation air. In fact, when the new series of tests began (October 2010) it was soon noticed that both temperature and hygrometry in the gallery had changed since the 1997-1998 campaign. Temperature during fall 2010 and winter 2011 was 14.4°C, instead of the 13.5°C observed 13 years before. Temperature gauges accuracy is relatively poor and in July 2011 a second sensor was implemented in the gallery. The recorded temperature was 14.2°C, or 0.2°C less than first sensor temperature, a figure which confirmed that gallery temperature was warmer than 13 years before. More significant still, hygrometry was 74%RH (hygrometer accuracy is 1%RH) - instead of 55%RH measured during the 1997-1998 period. Several other evidences pointed to an increase in relative humidity (for instance, a small brine pond had formed close to the gallery entrance). This change can be attributed to modification of the ventilation air path, which is closer now to gallery entrance than it was several years ago. Such a change in air hygrometry was a concern, as it is known that hygrometry may have a dramatic influence on salt creep rate. From Hunsche & Schultze (2002), it can be inferred that creep rate is multiplied by a factor of 5 or so when %RH is increased from 55%RH to 75%RH. It was feared that a direct com-

parison between 1997-1998 and 2010-2011 test results be difficult.

## 5 TEST RESULTS

### 5.1 A test on a Varangéville salt sample

Table 1. Testing program

Period	First device	Second device
Oct 10 to Nov 30	Duralumin sample	—
Nov 30 to July 10	Varangéville salt	—
July 10 to -	Avery Island salt	Crushed salt

During the tests, four vertical displacements and two horizontal displacements, together with gallery temperature, hygrometry and air pressure are measured every 2 minutes. On Figures 7, 8, 10 and 11, the averaged strain measured by the four sensors is represented. On 20 October 2010 (Table 1), a duralumin sample ( $D = 70$  mm,  $H = 140$  mm) was set in the creep testing device (duralumin has a low thermal expansion coefficient and is not expected to experience any creep). A  $\sigma = 0.15$  MPa axial stress was applied (dead weight was 60 kg). One month later, average strains and strain rates were exceedingly small, as expected, providing some confidence in the stability of the measurement system (Figure 7). On 30 November (Table 1), the duralumin sample was replaced by a salt cylinder sampled out from the salt mine. Varangéville salt contains a fair amount of insolubles. Strain rate as a function of time is represented in Figure 7. Immediately after the load was applied, a transient phase was observed, characterized by fast creep rates (faster than  $de/dt = -3 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ). Six months later, creep rate is more or less stabilized and its value is  $de/dt = -2.5 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ . It must be noticed that this rate is not much faster than the rate observed during the 1997-1998 test performed on an Etrez salt sample, which was  $de/dt = -1.4 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ . Besides possible differences between the respective behaviors of the Varangéville and Etrez salts, this small difference in steady-state creep rates, which is not consistent with the drastic change in air humidity, suggests that strain rate might be less sensitive to air humidity when the applied deviatoric stress is small, and when no dilation of the sample is to be expected.

Strains experience large fluctuations which are clearly correlated with temperature fluctuations (Figure 8). The empirical correlation coefficient is close to salt thermal expansion coefficient, suggesting that strain fluctuations originate in salt thermo-elastic behavior.

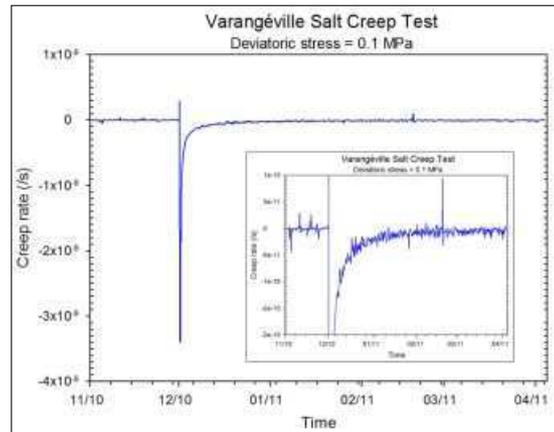


Figure 7. One-month and six-month long creep tests on a duralumin sample and a Varangéville salt sample, respectively.

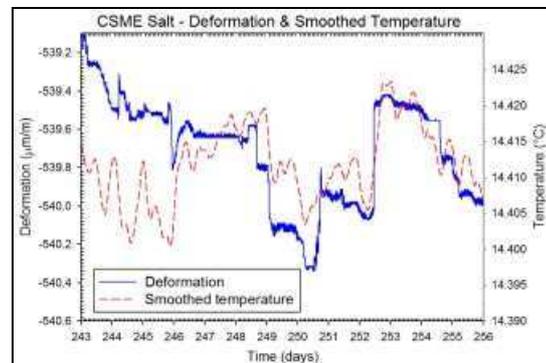


Figure 8. Comparison between deformation of Varangéville salt sample and smoothed temperature.

### 5.2 A test on Avery Island salt and crushed salt samples

On 11 July (Table 1), a test performed on an Avery Island salt sample started. The applied load was 0.1 MPa. Avery Island salt creep has been extensively studied by RESPEC. On Figure 9 the results of 55 creep tests were assembled. All these tests were not performed according to the most recent techniques; however they provide a good overall picture of salt behaviour over a large range of stress (from 3.5 to 11 MPa) and temperature (from room temperature to 200°C). These data were fitted against the Munson-Dawson constitutive law (Munson 1998) assuming WIPP salt properties except for parameters  $A1$ ,  $A2$  and  $n$  which are especially significant in the range of stress and temperature of interest. Individual creep tests were fitted to estimate steady-state strain rate, transient strain limit and delta (for a definition of these parameters, see Munson 1998). Extrapolation of the model at low stress and room temperature suggest that steady-state strain rate should be slower than  $de/dt = -10^{-14} \text{ s}^{-1}$ .

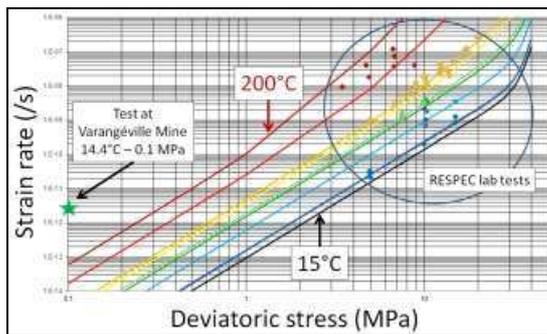


Figure 9. Avery Island salt. Steady-state strain rate as a function of deviatoric stress and temperature (Source: Respec)

At the same time, a second testing device was set in the gallery (Figure 4) and a test performed on crushed salt sample started. 10-kg blocks of pure sea salt (Dynavena) were used; these blocks are commercialized for horse feeding. The Dynavena salt is porous (c.a. 10 %) and presents a wide range of grain sizes, between 10 - 200 micrometres. Cylindrical samples could not be cored correctly from this raw material whose integrity is poor and which partly disaggregates during petrol-cooled machining. Therefore, cubic blocks, 10-cm large, were subjected to high temperature sintering; that is to say, annealing at 750°C (at atmospheric pressure) for a week. This thermal treatment reduced porosity to less than 3%, and strongly improved grain-to-grain bonding and sample integrity. The sintered material allowed for machining of cylindrical cores whose diameter was 4 cm; 8-cm high samples were machined carefully and polished in order to ensure flat and parallel surfaces for axial loading. The synthetic sample was set on the same kind of device as natural salt samples. However, three vertical sensors only (instead of 4 during the other tests) were used. The applied load was  $\sigma = 0.24$  MPa.

The axial strains as a function of time are represented in Figure 10. The origin of strain is the sample strain 2 days after the test began (during the first day displacements were erratic as the testing device was not yet stable). Note the “event” on 9 July 2011. This jump in sample strain likely is due to a blast of explosives in the mine. After a 2-month-long testing period, steady-state is not reached.

Creep rates are represented on Figure 11. Creep rates, which can be computed every 2 minutes, experience large fluctuations, which are smoothed through averaging. Crushed salt strain rate is faster, as expected, because the applied load is greater (0.24 MPa instead of 0.1 MPa). It must be kept in mind that strain rates are difficult to assess, especially at the end of the testing period. Displacement sensors accuracy is  $1.25 \times 10^{-8}$   $\mu\text{m}$ , or a  $10^{-7}$  strain on a 14-cm high sample, and  $10^{-12}$   $\text{s}^{-1}$ , in principle, is the small-

est observable strain rate (however when sample behaviour remains consistent during several days, slower rates can be measured). Even after the smoothing process, fluctuations clearly are visible. They are somewhat correlated, proving that a part at least of the fluctuations have the same origin; as mentioned above, thermal expansion is a good candidate. Average creep rates are:  $de/dt = -10^{-11}$   $\text{s}^{-1}$  (crushed salt) and  $de/dt = -3 \times 10^{-12}$   $\text{s}^{-1}$  (Avery Island salt), respectively. These figures are consistent with what already has been observed during the 1997-1998 tests. Avery Island steady-state creep rate is much faster than what can be extrapolated from standard creep tests performed under higher deviatoric stress, a result which is in good qualitative agreement with measurements performed in the Avery Island salt Mine.

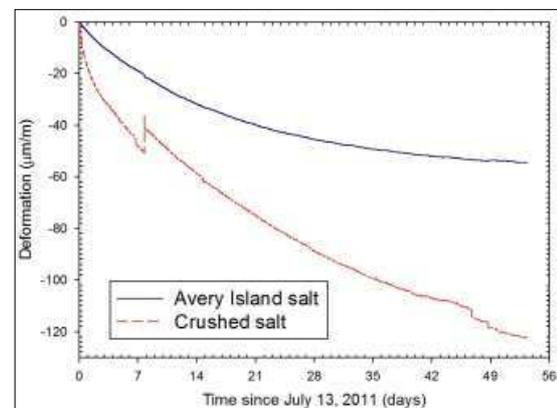


Figure 10. Vertical strain during a 2-month long creep test on Avery Island salt and crushed salt sample.

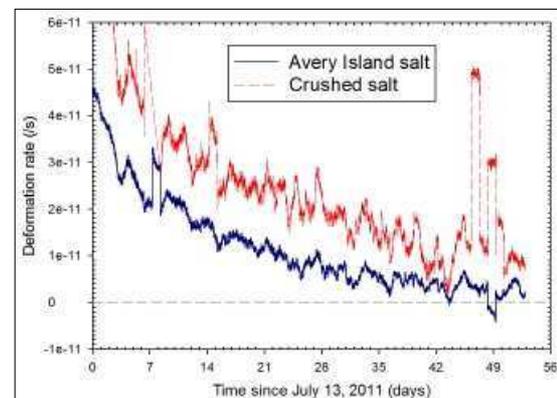


Figure 11. Vertical strain rate during a 2-month long creep test on Avery Island salt and crushed salt sample.

## 6 CONCLUSIONS

The findings at this stage can be summarized as follows.

1. Creep tests were performed in a 160-m deep room of the Varangéville salt mine where temperature and hygrometry are quite stable. The applied load was 0.1 MPa (and 0.24 MPa in the case of the crushed salt sample).
2. After the load is applied, sample experiences a several-month long transient creep phase.
3. In the case of the Varangéville salt sample, the strain rate observed after 6 months was  $de/dt = -2.4 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ . Such a rate is consistent with the rate observed during earlier tests performed on Etrez salt samples ( $de/dt = -1.4 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ ), even if relative humidity is much higher now than what it was during the Etrez salt tests, suggesting that this parameter is less influential when applied stress is smaller.
4. Tests currently are performed on Avery Island salt and crushed salt samples. Steady-state creep rate has not been reached yet. However measured strain rates are consistent with what already has been observed.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are indebted to Compagnie des Salins du Midi et Salines de l'Est (CSME) whose kind help has been instrumental especially to Didier Casanova, Daniel Tributout, Emmanuel Hertz and Cédric Lheur; and to Vincent de Greef, from Ecole Polytechnique - Paris Tech.

#### REFERENCES

- Banderdt, W. B. & Sammis C.G. 1985. Low-Stress High-Temperature Creep in Single Crystal NaCl. *Phys. Earth Planet. Interiors* 41: 108-124.
- Bérest P., Blum P.A., Charpentier J.P., Gharbi H. & Valès F. 2005. Very slow creep tests on rock samples. *Int. J. Rock Mech. & Mining Sci.* 42: 569-576.
- Bérest P., Brouard B. & Karimi-Jafari M. 2009. The effect of small deviatoric stresses on cavern creep behaviour. *Proc 9<sup>th</sup> World symposium* Beijing, ShaZuoliang (ed): 574-589.
- Blum W. & Fleischmann C. 1988. On the deformation-mechanism map of rock salt. *Proc. 2<sup>nd</sup> Conf. Mech. Beh. of Salt*. Clausthal-Zellerfeld, Germany: Trans Tech Pub: 7-23.
- Breunese J.N., van Eijs R.M.H.E, de Meer S. & Kroon I.C. 2003. Observation and prediction of the relation between salt creep and land subsidence in solution-mining-The Barradeel case. *Proc. SMRI Fall Meeting, Chester*: 38-57.
- Campos de Orellana A.J. 1998. Non-Associated Pressure Solution Creep in Salt Rock Mines. *Proc. 4<sup>th</sup> Conf. Mech. Beh. of Salt*. Clausthal-Zellerfeld, Germany: Trans Tech Pub: 429-444.
- Harper J. & Dom.E. 1957. Viscous creep of aluminium near its melting temperature. *Acta Metall.* 5: 654-665.

- Horseman S.T. 1988. Moisture content - A major uncertainty in storage cavity closure prediction. *Proc. 2<sup>nd</sup> Conf. Mech. Beh. Salt*. Trans Tech Pub, Clausthal-Zellerfeld: 53-68.
- Hunsche U. & O. Schultze. 1996. Effect of Humidity and Confining Pressure on Creep of Rock Salt. *Proc. 3<sup>rd</sup> Conf. Mech. Beh. Salt*. Trans Tech Pub, Clausthal-Zellerfeld: 237-248.
- Hunsche U. & O. Schultze. 2002. Humidity induced creep and its relation to the dilatancy boundary. *Proc. 5<sup>th</sup> Conf. Mech. Beh. Salt*. Balkema, Rotterdam: 73-87.
- Hunsche U. 1988. Measurement of creep in rock salt at small strain rates. *Proc. 2<sup>nd</sup> Conf. Mech. Beh. of Salt*. Trans Tech Pub, Clausthal-Zellerfeld, Germany: 187-196.
- Kumar, P., Kassner, M.E., Blum, W., Eisenlohr, P. & Langdon. T.G. 2009. New observations on high-temperature creep at very low stresses. *Materials Science and Engineering A* 510-511: 20-24.
- Kumar, P., Kassner, M.E. & Langdon. T.G. 2007. Fifty years of Harper-Dorn creep: a viable creep mechanism or a Californian artifact? *J. Mater. Sci.*, 42: 409-420.
- Langer M. 1984. The rheological behaviour of rock salt. *Proc. 1<sup>st</sup> Conf. Mech. Beh. of Salt*. Trans Tech Pub, Clausthal-Zellerfeld, Germany: 201-240.
- Munson D.E. & Dawson P.R. 1984. Salt constitutive modeling using mechanism maps. *Proc. 1<sup>st</sup> Conf. Mech. Beh. of Salt*. Trans Tech Pub, Clausthal-Zellerfeld, Germany: 717-737.
- Munson D.E. 1998. Analysis of multistage and other creep data for domal salt. *Sandia Report SAND98-2276*, October 1998.
- Rokhar R., Staudtmeister K. & Zapf D. 2011. Rock Mechanical Design for a Planned Gas Cavern Field in the Preesall Project Area, Lancashire, UK. To be published in *Proc. SMRI Fall Meeting, York, UK*.
- Spiers C.J., Schutjens P.M.T.M., Brzesowsky R.H., Paech C.J., Liezenberg J.L. & Zwart H.J. 1990. Experimental determination of the constitutive parameters governing creep of rocksalt by pressure solution. *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics* Knipe R.J. and Rutter E.H.(eds). Geological Society special Publication: 54: 215-227.
- Urai J.L. & Spiers C.J. 2007. The effect of grain boundary water on deformation mechanisms and rheology of rocksalt during long-term deformation. *Proc. 6<sup>th</sup> Conf. Mech. Beh. of Salt*. Taylor & Francis Group, London: 149-158.

# Annexe 3

## PUBLICATION 3

JOURNAL OF GEOPHYSICAL RESEARCH : SOLID EARTH, VOL. 118, 1–16,  
doi : 10.1002/jgrb.50065, 2013

**Multiscale experimental investigation of crystal  
plasticity and grain boundary sliding in synthetic  
halite using digital image correlation**

# Multiscale experimental investigation of crystal plasticity and grain boundary sliding in synthetic halite using digital image correlation

M. Bourcier,<sup>1</sup> M. Bornert,<sup>2</sup> A. Dimanov,<sup>1</sup> E. Héripré,<sup>1</sup> and J. L. Raphanel<sup>1</sup>

Received 20 September 2012; revised 14 December 2012; accepted 19 December 2012.

[1] There is a renewed interest in the study of the rheology of halite since salt cavities are considered for waste repositories or energy storage. This research benefits from the development of observation techniques at the microscale, which allow precise characterizations of microstructures, deformation mechanisms, and strain fields. These techniques are applied to uniaxial compression tests on synthetic halite done with a classical press and with a specific rig implemented in a scanning electron microscope. Digital images of the surface of the sample have been recorded at several loading stages. Surface markers allow the measurement of displacements by means of digital image correlation techniques. Global and local strain fields may then be computed using ad hoc data processing. Analysis of these results provides a measure of strain heterogeneity at various scales, an estimate of the size of the representative volume element, and most importantly an identification of the deformation mechanisms, namely crystal slip plasticity and grain boundary sliding, which are shown to be in a complex local interaction. Indeed, the applied macroscopic loading gives rise locally to complex stress states owing to relative crystallographic orientations, density and orientation of interfaces, and local deformation history. We have quantitatively estimated the relative importance of crystal slip plasticity and grain boundary sliding for different microstructures and evidenced their dependence on grain size. The two mechanisms of deformation and their link to the microstructure should thus be considered when modeling polycrystalline viscoplasticity.

**Citation:** Bourcier, M., M. Bornert, A. Dimanov, E. Héripré, and J. L. Raphanel (2013), Multiscale experimental investigation of crystal plasticity and grain boundary sliding in synthetic halite using digital image correlation, *J. Geophys. Res. Solid Earth*, 118, doi:10.1002/jgrb.50065.

## 1. Introduction

[2] The mechanical properties of halite have been extensively studied over several decades, because halite is a rock forming mineral with geotechnical and industrial applications. Geological storage of liquid and gaseous hydrocarbons in deep caverns is a worldwide current situation [Carter and Hansen, 1983; Bérest *et al.*, 2005], and the potential for geological storage of nuclear wastes in deep salt mines is strongly envisaged by some countries, for instance Germany or the United States. These studies, mostly based on macroscopic mechanical testing, aim at the characterization of the macroscopic behavior of halite and the derivation

of phenomenological constitutive relations (see for instance, Senseny *et al.* [1992]; Langer [1984])

[3] More recently, in the frame of the compressed air energy storage projects [Crotogino *et al.*, 2001], salt caverns have been considered for the storage of “green energy” in the form of compressed air. The specifics of these new projects, namely low overall stress levels, cyclic loading with short characteristic times, temperature and humidity fluctuations, have pointed out the limits of a purely phenomenological approach, and motivated micromechanical investigations for which the experimental identification of the physical mechanisms associated with the deformation of the material is the foundation of the modeling effort.

[4] Despite the fact that recent investigations of natural rock salts [Schléder *et al.*, 2007; Desbois *et al.*, 2010] provide significant insights on the active deformation mechanisms in natural conditions, the natural material is however not well suited for our experiments, which require small samples, a good reproducibility, controlled composition, and microstructure, i.e., grain size distribution, porosity, water content. Consequently, in our study, as in many other laboratory investigations, synthesized halite has been used. This may be done at a relatively low cost, starting with pure

<sup>1</sup>Laboratoire de Mécanique des Solides, CNRS UMR 7649, École Polytechnique, 91128, Palaiseau Cedex, France.

<sup>2</sup>Laboratoire Navier, Université Paris-Est, CNRS UMR 8205, École des Ponts ParisTech, 77455, Marne la Vallée Cedex 2, France.

Corresponding author: J. L. Raphanel, Laboratoire de Mécanique des Solides, CNRS UMR 7649, École Polytechnique, 91128 Palaiseau Cedex, France. (raphanel@lms.polytechnique.fr)

NaCl powder and using thermomechanical treatments tuned to provide the desired final microstructure.

[5] Unlike most rock forming minerals, halite has a viscoplastic behavior with measurable characteristic strain rates at fairly low deviatoric stresses even at room temperature. It is therefore a very convenient mineral and rock analogue for the experimental investigation of single crystal and polycrystal rheology. Moreover, being a very soluble mineral, in addition to the classical crystal plasticity (intracrystalline slip and/or dislocation creep), it allows to investigate solution-precipitation mediated creep [de Meer *et al.*, 2002; Skvortsova, 2003], which is a very active mechanism in natural environments, in the presence of fluids and at low temperatures and stresses, like in diagenetic settings.

[6] For these reasons, halite has also been a material of choice over several decades for the purpose of academic investigations. For example, experimentally deformed halite has been used to test analytical scale transition models, designed to predict the effective overall polycrystalline behavior from the single crystal's plastic deformation mechanisms, taking into account texture evolutions and dynamic recrystallization [Wenk *et al.*, 1989; Lebensohn *et al.*, 2003; Liu *et al.*, 2005; Wenk *et al.*, 2009]. The understanding of pressure-solution creep in itself, and its contribution to the whole rheology as a possible accommodation mechanism, has been greatly improved thanks to experimental studies of halite compaction, creep and recrystallization [Urai *et al.*, 1986, 1987; Peach and Spiers, 1996; Hickman and Evans, 1995; Spiers and Schutjens, 1999; Martin *et al.*, 1996; Ter Heege *et al.*, 2005; Schenk *et al.*, 2006; Watanabe, 2010].

[7] Synthetic halite can similarly be considered in the present study as an analogue material for the general investigation of the viscoplastic behavior of polycrystals exhibiting several concurrent or competing deformation mechanisms. We more specifically focus the investigation on the dependence of the relative activation of these mechanisms with microstructure and especially grain size. To do so, we apply innovative micromechanical experimental investigations to identify the different micromechanisms activated during plastic deformation under uniaxial conditions and to understand their interactions. Conventional uniaxial compression tests, combined with optical observation, as well as tests with a specific loading device fitted inside a scanning electron microscope (SEM) have been run. This combination of techniques allows direct surface observation over a wide range of scales, going from the single crystal (or grain) to the multicrystal (or aggregate with a few dozens of grains) and the polycrystal (hundreds or thousands of grains). In all experiments, optical or electron digital images have been recorded at several consecutive loading stages and compared by digital image correlation (DIC) to compute the full heterogeneous strain fields at these different scales of observation. This procedure provides a direct qualitative visualization of the active micromechanisms, but also, thanks to a specific postprocessing procedure, a quantification of their respective contributions to the overall strain.

[8] Elaboration routes to synthesize halite with various controlled microstructures are presented in the next section. Micromechanical experimental methods are then described in section 3, with a special emphasis on the definition and computation of strains at various scales. Section 4 is devoted

to a systematic but mostly qualitative comparison of the deformation modes of three halite samples with different microstructures, observed at various scales. The discussion in section 5 will lead to the proposition and the first application of a new procedure to quantitatively compare the relative contributions of crystal slip plasticity (CSP) and grain boundary sliding (GBS) to the overall deformation.

## 2. Sample Preparation

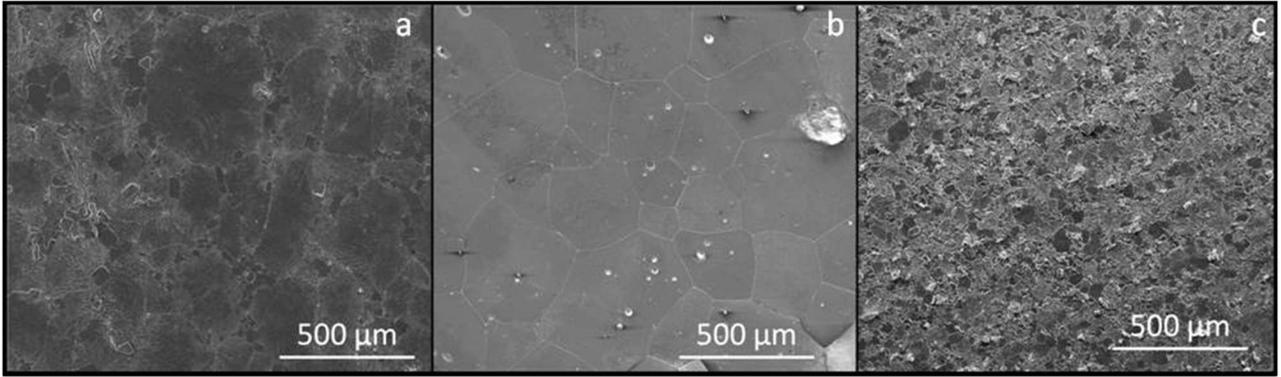
[9] To obtain a controlled composition and microstructure, we use as raw material a commercial NaCl powder of laboratory purity (Normapur reagent grade 99.9% pure, Prolabo). The variability of the synthetic samples will thus be very low compared to natural samples, which is particularly important when testing small samples. The grain size and grain size distribution are the microstructural parameters that we wish to control through the thermomechanical processes of elaboration because they have been shown to be very important in determining the dominant deformation mechanisms and the heterogeneity of the strain fields [Dimanov *et al.*, 2003]. We have therefore chosen to prepare three kinds of materials, characterized by large grains, fine grains, and a bimodal distribution of large and small grains.

[10] Samples are obtained by pressing the sodium chloride powder for 48 h under an axial load of 100 MPa in a steel cylinder mounted on a hydromechanical press (MTS system). The compacted material is then hot-pressed for one week at 150°C at same axial load. The whole piston-cylinder device is externally heated in an oven adapted to the press. The typical core-sample dimensions after hot-pressing are about 11 cm in height and 8 cm in diameter. This material (that will be further referred to as “hot-pressed”) has good cohesion and low porosity (estimated between 1 to 3% in volume, by Archimedes weighing in petrol). However, the grain size distribution is widespread and ranges from 80 to 400  $\mu\text{m}$  (Figure 1a).

[11] Some core-samples are subsequently annealed at atmospheric pressure, for 48 h in an oven at 750°C, which results in larger average grain sizes, ranging from 250 to 500  $\mu\text{m}$  (Figure 1b) and a narrow grain size distribution. The annealed material will be called “coarse-grained” in the following. Its grains have polygonal shapes, mostly equiaxed, with rather straight grain boundaries. Their porosity is less than 3% in volume.

[12] A third microstructure is obtained by adding an initial stage of crushing and ball milling the NaCl powder, then performing an extended cold-pressing phase for one week, followed by hot-pressing but no annealing as for the first microstructure. To limit crystal growth during hot-pressing, 3% volume copper particles with a diameter of about 10  $\mu\text{m}$  have been mixed with the initial NaCl powder [Dresen and Evans, 2009]. These samples have grain sizes between 30 and 80  $\mu\text{m}$  and will be called “fine-grained” (Figure 1c). Their porosity is about 1% in volume.

[13] The water content has not been systematically measured. However, we may assume that the hot-pressing procedure eliminates most of the water that may have been adsorbed by the initial powder. All the macroscopic mechanical tests are realized in similar conditions of ambient humidity, and the microscopic tests are performed in a SEM under high vacuum.



**Figure 1.** Different microstructures: (a) hot pressed, (b) coarse-grained, (c) fine-grained.

[14] Results of standard macroscopic tests, triaxial creep, and uniaxial compression, on our synthesized materials confirm that their global mechanical properties fall in line with those of common natural halites [Franssen, 1994].

### 3. Methods

#### 3.1. Macroscopic Tests

[15] The uniaxial compression loading is applied by an electromechanical press, with 100 kN capacity. The cylindrical samples (23.55 mm in height and 22.9 mm in diameter) are directly cored from the hot-pressed material. To minimize frictional effects, we have placed Teflon layers between the sample's ends and the steel platens. Two diametrically opposed flat surfaces are machined on the cylindrical sample parallel to its axis, with a width of 15 mm. These surfaces are polished and spray painted with black matte paint for the purpose of optical DIC. An optical system based on a 16 Mpixel camera with a pixel width of  $7.4 \mu\text{m}$  and with an optical magnification close to unity records images of the whole observation surface. Details of the optical setup can be found in Yang *et al.* [2010, 2012]. The sample is loaded at a constant displacement rate of  $1 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ , corresponding to a strain rate of about  $4.10^{-5} \text{s}^{-1}$ . Digital images are recorded every second.

#### 3.2. In Situ Scanning Electron Microscope Tests

[16] The micromechanical (or “microscopic”) uniaxial loading tests are performed inside the chamber of a Field Emission Gun SEM (FEI Quanta 600). The SEM is equipped with a miniaturized deformation stage developed in the laboratory, which operates at chosen constant displacement rates. In our case, the samples, about 12 mm in length and with a  $6 \times 6 \text{ mm}^2$  cross-section, are loaded in compression at  $1 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ , corresponding to a strain rate of about  $8.10^{-5} \text{s}^{-1}$ . The sample's surfaces are metallized with a thin gold film to avoid surface charging during secondary electron imaging in high vacuum mode. High definition pictures ( $4096 \times 3775$  pixels) with a sufficiently low noise level are recorded with a dwell time of about  $20 \mu\text{s}$ , leading to a total recording time of about 350 s per image, during which the loading is stopped.

#### 3.3. Digital Image Correlation

[17] Digital image correlation is an experimental method based on the comparative processing of digital images, which are the successive representations of the states of

evolution of a given experimental process. It aims at extracting quantitative information about this evolution on the basis of the changes detected from one image to another. In a general sense, DIC may be applied to any kind of imaging technology. It has originally been developed for macroscopic optical observations [Sutton *et al.*, 1983] and a large number of applications can be found in literature in this context. Extensions to other two-dimensional (2D) imaging techniques, including optical microscopy, scanning electron microscopy and atomic force microscopy, as well as to three-dimensional imaging techniques such as X-rays computed tomography and microtomography, have been proposed during recent years [Sutton *et al.*, 2009; Bornert *et al.*, 2011]. The combination of DIC with optical microscopy (OM) or SEM turns out to be a particularly efficient tool for the micromechanical investigation of the mechanical behavior of a wide range of man-made or natural materials. Strain fields can be measured at the scale of their heterogeneous microstructure, to not only identify local deformation and damage mechanisms acting at microscale, but also quantify their interactions over large domains representative of their heterogeneity. Recent applications address the behavior of ductile metals [Doumalin and Bornert, 2000; Doumalin *et al.*, 2003; Tatschl and Kolednik, 2003; Héripré *et al.*, 2007; Gérard *et al.*, 2009] as well as of geomaterials, like argillaceous rocks [Bornert *et al.*, 2010; Hedan *et al.*, 2012] or brittle carbonates [Dautriat *et al.*, 2011].

[18] In the present case, both OM and SEM are used to investigate the multiscale nature of the local strain in halite, over an unprecedented wide range of scales. Indeed optical observations allow capturing the heterogeneity of the strain field on the above described macroscopic samples at scales ranging from the centimetric sample's size down to about  $100 \mu\text{m}$ , while the complementary SEM investigations on the parallelepipedic samples cover scales ranging from a few millimeters to a few micrometers. The digital image processing is carried out with the in-house software CMV developed in LMS and Navier laboratories, which has demonstrated its versatility for a wide range of applications.

[19] The DIC technique aims at measuring a displacement field by the comparison of a reference image of the undeformed sample with images recorded after each deformation increment. The principle of the method [Sutton *et al.*, 2009; Bornert *et al.*, 2011] is to locate in the “deformed” images the “correlation windows” representing local areas of the sample (a few pixels in width), initially defined in the “reference”

image, with the assumption that the gray levels distribution in these windows is preserved during the transformation associated with the deformation. This procedure is automated and based on the optimization of a correlation criterion, which measures the similarity of the correlation windows in the two images, with respect to the parameters characterizing the transformation. Once this operation is performed for a large number of correlation windows regularly distributed over a region of interest (ROI), the obtained discrete displacement field permits the computation of a strain field by means of appropriate differentiation procedures. In the present case, the principles described by *Allais et al.* [1994] are used to compute the in-plane components of the deformation gradient  $\mathbf{F}$  relative to various gage lengths, from which various strain components can be derived, as described more precisely in section 3.5.

### 3.4. Surface Markers

[20] The application of DIC principles requires the existence of a sufficiently pronounced local contrast in the images at the scale of the correlation windows. Therefore, correlation windows cannot be smaller than a typical size of the marker, which creates the local contrast [*Bornert et al.*, 2009]. On the other hand, this typical size needs to be sufficiently large to be resolved by the imaging technique. The polished surfaces of our synthetic halite samples do not present enough natural contrast to allow fine-scale image correlation. In such a case, one resorts to the deposition of appropriate surface markers and several techniques are available according to the sample size and the scale of interest.

[21] For the macroscopic tests performed under optical observation, one classically sprays matte black paint droplets ( $< 100 \mu\text{m}$ ) [*Dautriat et al.*, 2011] on the sample's surface (Figure 2a). For the microscopic tests performed in the SEM, aimed at the observation of local mechanisms of plasticity active at scales smaller than grain size, the size of the markers has to be significantly smaller than the size of the grains. In our case, marker sizes in the 1 to 10  $\mu\text{m}$  range are expected. For metals, a standard fine-marking technique is based on electron beam microlithography, which uses a lithographic technique to print a periodic grid on the surface of the sample [*Allais et al.*, 1994; *Hérispré et al.*, 2007].

[22] For the material under consideration, a new method has been developed to mark the surface at the micrometer scale, which turns out to be more efficient than lithography. We start by depositing a very thin gold film (thickness of

about 30 nm) using a standard evaporator for surface metallization. Then, the metallized samples are annealed at 450°C under atmospheric pressure for 24 h. During annealing, the thin gold film experiences dewetting and micron-sized gold droplets progressively form at the surface of the sample (Figure 2b). The microstructures do not evolve, because the temperature is not high enough to allow significant grain growth. This marking procedure has several advantages, the first being its relative simplicity. In addition, it leaves the sample surface unaltered and provides homogeneously distributed and extremely fine-scaled markers with a typical size of the droplets of 1  $\mu\text{m}$ , sufficiently small to investigate strain fields at micrometric gage lengths yet still larger than the pixel size of SEM images at the considered magnifications and image definitions. Another property of this marking is the random nature of the spatial distribution of the markers and its higher density of gray level contrast, compared to a microgrid. This can facilitate the application of digital image correlation procedures and improve their accuracy.

### 3.5. Strain Computation

[23] This section is devoted to the definition of the strain measurement used to characterize the deformation of halite at various scales and to the description of the practical implementation of these concepts in the DIC software CMV. More details can be found in *Allais et al.* [1994]. One starts with a quick recall of the standard Lagrangian approach of continuum mechanics [*Malvern*, 1969; *Salençon*, 2001] according to which the mechanical transformation of a body is characterized by a bijective mapping  $\Phi$  which relates the position  $\mathbf{X}$  of some material particle in a reference or initial configuration to its position  $\mathbf{x}$  in the current or deformed one

$$\mathbf{x} = \Phi(\mathbf{X}) \quad (1)$$

so that the displacement between current and reference positions is

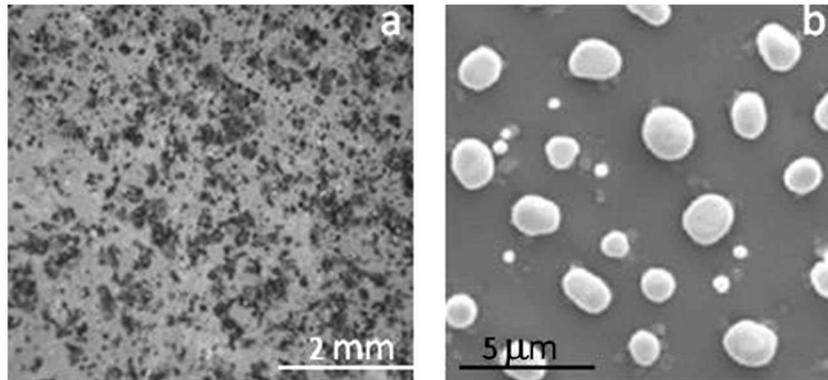
$$\mathbf{u}(\mathbf{X}) = \mathbf{x} - \mathbf{X} = \Phi(\mathbf{X}) - \mathbf{X}. \quad (2)$$

[24] The deformation gradient  $\mathbf{F}$  is the second-order tensor given by

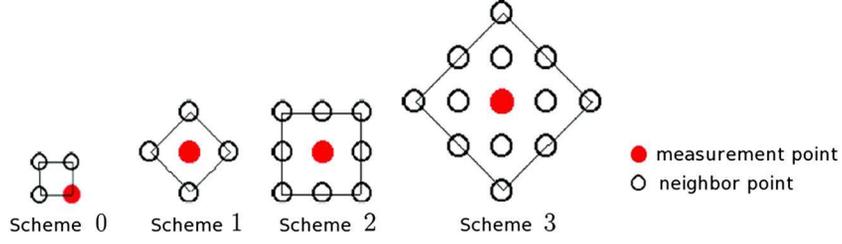
$$\mathbf{F} = \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{X}}, \quad (3)$$

which may also be written as

$$\mathbf{F} = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{X}} \quad \text{or} \quad \mathbf{F} = \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial \mathbf{X}} + \mathbf{1}, \quad (4)$$



**Figure 2.** Two types of markers: (a) spray painting (optical image) and (b) microdroplets of gold (SEM micrograph).



**Figure 3.** Different integration schemes for local strain computation. Scheme 0 will yield very local deformation, but with large uncertainty. Scheme 3 deformation will be less local but more accurate.

where  $\mathbf{1}$  stands for the second-order identity tensor. It describes the transport in the neighborhood of  $\mathbf{X}$  of any infinitesimal material vector  $d\mathbf{X}$  according to

$$d\mathbf{x} = \mathbf{F}(\mathbf{X}) \cdot d\mathbf{X}. \quad (5)$$

[25] A standard appropriate measure of strain, providing the variations of lengths and angles, is the Green-Lagrange strain tensor  $\mathbf{E}$  defined by

$$\mathbf{E}(\mathbf{X}) = \frac{1}{2}(\mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F} - \mathbf{1}), \quad (6)$$

where superscript “T” denotes the transpose of a tensor. When the strains and rigid body rotations remain small, typically a few percents and a few degrees respectively, a linearized expression of  $\mathbf{E}$  may be preferred, which is the usual “small strain tensor”

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2}(\mathbf{F}^T + \mathbf{F}) - \mathbf{1} = \frac{1}{2} \left( \left( \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial \mathbf{X}} \right)^T + \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial \mathbf{X}} \right). \quad (7)$$

[26] We thus see that these standard definitions of strain strongly depend on the calculation of the gradient (3). In practice, its evaluation has to overcome two difficulties. The first more practical one is related to the fact that the displacement field  $\mathbf{u}$  is measured on a discrete set of points so that its derivative cannot be known exactly and has to be estimated by some finite difference. In addition, and more fundamentally, it is noted that the derivative (3) is not well defined as a consequence of the multiscale nature of the transformation, which induces very strong fluctuations of  $\mathbf{F}(\mathbf{X})$  with  $\mathbf{X}$  and a dependence of  $\mathbf{F}(\mathbf{X})$  with the scale of the infinitesimal material vector  $d\mathbf{X}$  used in relation (5). This point will be illustrated further by our experimental results in section 4.

[27] To circumvent these difficulties, it is proposed to replace the theoretical derivative (3) by a finite difference with respect to some specified gage length  $\Delta L$ . For a one-dimensional function  $f$ , one may then define its derivative relative to this gage length as

$$\left( \frac{df}{dX} \right)_{\Delta L}(X) = \frac{f(X + \Delta L/2) - f(X - \Delta L/2)}{\Delta L}. \quad (8)$$

[28] This quantity can be computed from discrete experimental measurements of  $f$  as long as these measurements are performed on a regularly spaced set of points with a  $\Delta L$  spacing. Such a definition of the “ $\Delta L$ -derivative” of  $f$

coincides clearly with the spatial average over the domain  $D(X) = [X + \Delta L/2, X - \Delta L/2]$  of the classical gradient

$$\begin{aligned} \left( \frac{df}{dX} \right)_{\Delta L}(X) &= \frac{f(X + \Delta L/2) - f(X - \Delta L/2)}{\Delta L} \\ &= \frac{1}{\Delta L} \int_{X - \Delta L/2}^{X + \Delta L/2} \frac{df}{dX}(v) dv = \left\langle \frac{df}{dX} \right\rangle_{D(X)}, \end{aligned} \quad (9)$$

which can unambiguously be defined and computed.

[29] This “weak” unidimensional definition of derivation can readily be extended to the tensor quantities needed for the characterization of surface strains and deduced from the in-plane components of the displacement field. The local deformation gradient at point  $\mathbf{X}$  with respect to some surface  $S$  is defined as the average of the infinitesimal gradient over the surface  $S$  centered on point  $\mathbf{X}$ , and can be transformed into a contour integral by application of Green’s theorem

$$\mathbf{F}^S(\mathbf{X}) = \langle \mathbf{F} \rangle_{S(\mathbf{X})} = \frac{1}{|S(\mathbf{X})|} \int_{\partial S(\mathbf{X})} \Phi(\mathbf{v}) \otimes \mathbf{n}(\mathbf{v}) dl_v, \quad (11)$$

where  $|S|$  is the measure of the domain  $S$ ,  $\partial S$  its closed contour, and  $\mathbf{n}(\mathbf{v})$  the outward normal to the contour  $\partial S(\mathbf{X})$ .

[30] In practice, the contour  $\partial S(\mathbf{X})$  is chosen as a polygonal path whose vertices coincide with measurement points in the vicinity of the position  $\mathbf{X}$  where the gradient is evaluated and the transformation  $\Phi(\mathbf{v})$  is linearly interpolated between two neighboring positions. Various contours are defined in CMV on a regularly spaced grid of displacement measurement points, as illustrated in Figure 3. The corresponding local strain gage length (referred to as  $\Delta L$  in the following) is for convenience defined as the length of the sides of the obtained squares (e.g.,  $\Delta L = 1$  grid step for scheme 0 and  $\Delta L = 2\sqrt{2}$  grid steps for scheme 3). These assumptions allow replacing the integral (10) by the following discrete sums [Allais *et al.*, 1994] for each in-plane component of the deformation gradient  $\mathbf{F}^S$ , relative to the  $(x,y)$  directions, which coincide with the axes of the reference image:

$$\begin{aligned} F_{xx}^S &= \langle F_{xx} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\ F_{xy}^S &= \langle F_{xy} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \\ F_{yx}^S &= \langle F_{yx} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\ F_{yy}^S &= \langle F_{yy} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \end{aligned}, \quad (12)$$

where  $(x_n, y_n)$  are the coordinates of the  $n^{\text{th}}$  contour point in the deformed configuration, measured by DIC, and  $(X_n, Y_n)$  the coordinates of the  $n^{\text{th}}$  point in the initial configuration, chosen in the reference image (note that in these relations, for convenience, the  $(N+1)^{\text{th}}$  point coincides with the first one, and the  $0^{\text{th}}$  point with the last one).

[31] The Green-Lagrange strain tensor  $\mathbf{E}^S(\mathbf{X})$  relative to local surface  $S$  is deduced from  $\mathbf{F}^S$  by relation (6) in which  $\mathbf{F}$  is substituted by  $\mathbf{F}^S$ . Note however that none of the components of  $\mathbf{E}^S(\mathbf{X})$  can be evaluated exactly if the only known components of  $\mathbf{F}^S$  are its in-plane components. One may however compute the in-plane components of the small strain tensor (and these components only) according to

$$\begin{aligned} \varepsilon_{xx}^S &= F_{xx}^S - 1, \\ 2\varepsilon_{xy}^S &= F_{xy}^S + F_{yx}^S, \\ \varepsilon_{yy}^S &= F_{yy}^S - 1. \end{aligned} \quad (13)$$

[32] Whenever needed, additional hypotheses have to be made to estimate the three missing components of this tensor. A convenient assumption is that the normal axis to the observation plane is a principal axis of the deformation and that there is no out of plane rotation, so that  $\varepsilon_{zx} = \varepsilon_{zy} = 0$ . An additional assumption is still needed to evaluate  $\varepsilon_{zz}$ . Three main choices are open: plane strain,  $\varepsilon_{zz} = 0$ , isochoric strain  $\varepsilon_{zz} = -(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy})$ , or uniaxial local strain (extension or contraction)  $\varepsilon_{zz} = \varepsilon_2$  with  $(\varepsilon_1, \varepsilon_2)$  the two in-plane principal strains, such that  $|\varepsilon_2| \leq |\varepsilon_1|$ . Knowing all six components of the small strain tensor, it may then be convenient to represent the deviatoric strain by a scalar such as the equivalent von Mises strain

$$\varepsilon_{\text{eq}} = \sqrt{\frac{2}{3}(\varepsilon^{\text{dev}} : \varepsilon^{\text{dev}})}, \quad (14)$$

where  $\varepsilon^{\text{dev}}$  is the deviatoric part of  $\varepsilon$ . Note that under the third assumption (uniaxial strain, adopted in the following), the von Mises strain coincides with

$$\varepsilon_{\text{eq}} = \frac{2}{3}|\varepsilon_1 - \varepsilon_2|, \quad (15)$$

which is also a measure of the deviatoric part of the in-plane strain tensor, independently of any assumption relative to the out-of-plane components of the gradient.

[33] These definitions of local deformation gradients and strain tensors can straightforwardly be extended to the definition of the corresponding quantities relative to any surface  $S$ . In particular, when  $S$  is extended to the whole ROI and  $\partial S$  discretized over the measurement points surrounding it, one gets the average deformation gradient and strain over this area. This is the way the strains are computed in section 4 to obtain the overall stress-strain curves. In addition, if the surface  $S$  is sufficiently large to encompass a whole representative volume element (RVE) but still small with respect to macroscopic fluctuations of the strain field, one gets the macroscopic deformation gradients and strain tensors, as discussed in more detail in section 4.2. When  $S$  coincides with a grain, the average deformation gradient and strain components over this grain are obtained. This latter case will be further discussed in section 5.

### 3.6. Strain Computation Accuracy

[34] Let us finally briefly comment on the accuracy of the evaluations (11) of the components of  $\mathbf{F}^S$ . In these relations, the  $(X_n, Y_n)$  components are chosen and the only measured quantities are the  $(x_n, y_n)$  coordinates. If the latter are obtained by DIC with nonoverlapping correlation windows, the experimental errors on these components will be independent. The standard deviations of the errors on the components of  $\mathbf{F}^S$  can then be easily derived from those on the components  $(x_n, y_n)$ , following relations given by *Allais et al.* [1994]. Errors on DIC evaluations of displacements depend on many factors, which cannot be discussed in detail here. We refer to *Wang et al.* [2009], *Bornert et al.* [2009, 2010], *Yang et al.* [2010], and *Dautriat et al.* [2011] for various recent discussions on this question and procedures to quantitatively evaluate these errors on similar setups. However, under the assumption that the displacement field can be described with sufficient accuracy by an affine shape function at the scale of the correlation windows as done in the CMV software, the DIC error will decrease when increasing the correlation window size. This assumption is reasonable for sufficiently small windows. It is thus of interest to choose window sizes that coincide with the grid spacing, so that correlation windows do not overlap but cover the whole images to take into account the whole information they carry. This is the practical choice made to obtain most of the results presented hereafter. In some cases, correlation window sizes may be smaller than grid spacing, but still large enough to ensure a sufficient accuracy, that is to say enough local contrast. In any case, DIC errors tend to be sufficiently small (by more than an order of magnitude) when compared to the levels of local and global strains computed from our experiments. For instance, one records a DIC error of 0.1% at an equivalent strain of 3%. Things are different for brittle rocks, which break at strain levels notably below  $10^{-3}$  and for which specific optimization routines are required to reduce experimental noise, as described, e.g., by *Dautriat et al.* [2011]. In the present case, strain levels reach several percents, so that DIC accuracy is not really an issue, except for specific questions that will be discussed in section 5. It should finally be noted that the gage length  $\Delta L$  relative to local strain measurements and the size of the correlation window are two quantities that are chosen separately and which do coincide only when the derivation scheme 0 is selected (see Figure 3) and with juxtaposed correlation windows. Unless otherwise specified, scheme 2 has been used in the present study. The choices of gage lengths and correlation window sizes used for the analyses of the various tests commented in the following section are summarized in Table 1. The pitch is the number of pixels between two consecutive points, hence with scheme 2, the gage length is twice the pixel size times the pitch.

## 4. Results

### 4.1. Multiscale Structure of the Strain Fields Evidenced on Macroscopic Tests

[35] Macroscopic tests have been made on each of the different materials. Let us first focus on the results of a macroscopic test performed on a synthetic hot-pressed sample with a bimodal grain size distribution: large grains of about 400

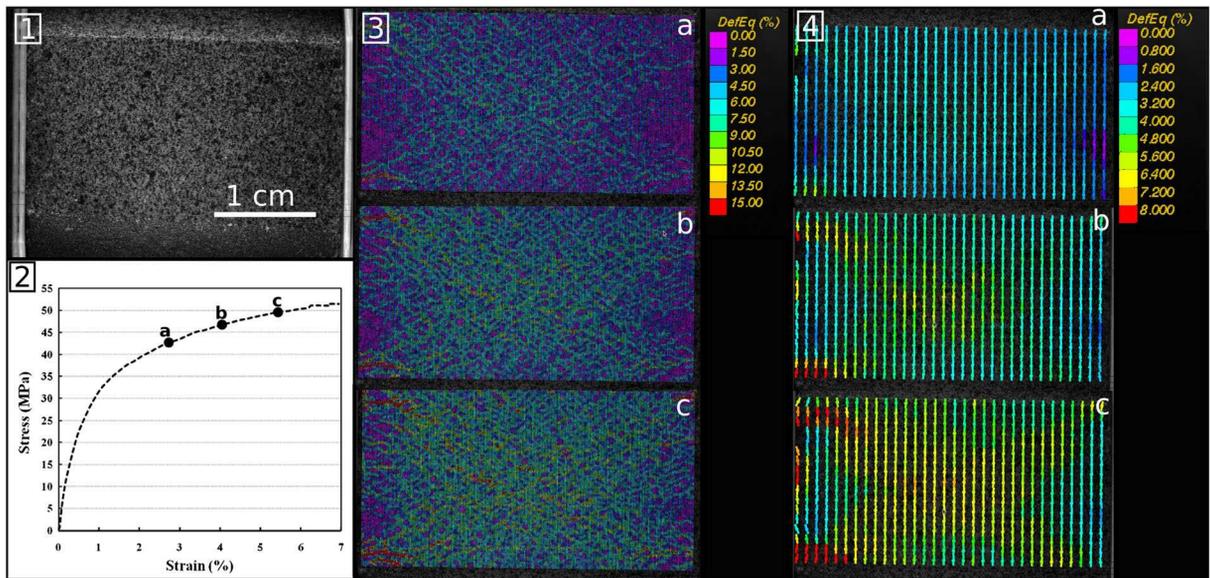
**Table 1.** Main DIC and Strain Computation Parameters Used for Each Microstructure

Test	Microstructure	Scale	Grain Size ( $\mu\text{m}$ )	Pixel Size ( $\mu\text{m}$ )	Pitch (pixels)	Scheme	Gage Length ( $\mu\text{m}$ )
1	Hot-pressed	macro	30–80/250–500	7.4	15	2	222
2	Hot-pressed	macro	30–80/250–500	7.4	120	2	1776
3	Hot-pressed	meso/micro	30–80/250–500	0.1	15	2	3
4	Coarse grained	meso	250–500	0.4	10	2	8
5	Coarse grained	micro	250–500	0.02	40	2	1.6
6	Fine grained	macro	30–80	0.3	30	2	18
7	Fine grained	macro/meso	30–80	0.1	30	2	6

$\mu\text{m}$  in diameter and small grains around  $50 \mu\text{m}$  or smaller (Figure 1a). The global uniaxial stress-axial strain curve (Figure 4 [2]), obtained from the load cell and average gradient computations from DIC data, as explained at the end of section 3.5, is typical of an elastoplastic behavior with moderate strain hardening. A first analysis of the local response of the material, based on a rather fine gage length ( $\Delta L \approx 220 \mu\text{m}$ , see line 1 in Table 1), which is made possible by the high definition of the optical camera used to monitor the strain field on macroscopic tests and the fine spray painting, reveals a strongly heterogeneous strain distribution (Figure 4 [3]), with some highly strained areas next to almost undeformed ones. A finer observation shows in fact two scales of heterogeneity. A very small one, with a typical size close to one millimeter is related to the localization of the deformation into numerous micro-bands, oriented more or less at  $45^\circ$  with respect to the compression axis. Another much larger one is linked to the size of the sample and to the imperfections related to the actual boundary conditions of the uniaxial compression test. The latter heterogeneity is the only one that remains when the strain gage length is extended to a size exceeding the finer-scale heterogeneity. This is illustrated by strain maps obtained with  $\Delta L \approx 1800 \mu\text{m}$  (Figure 4 [4]), which show two less deformed areas near the interfaces between the sample and the pistons. These areas are affected by friction effects despite the use of Teflon sheets. Conversely, the central part of the sample

deforms more. These features result in two conjugate macroscopic deformation bands spreading across the whole sample. It is noteworthy that the strain heterogeneity is much less pronounced at the macroscale than at the microscale as illustrated by the differences of their respective color maps. In addition, these patterns are present from the beginning of the test and evolve mainly proportionally with the overall strain. In some areas, the strain tends to increase faster, localizing the deformation, when one considers the microscale heterogeneity. A closer observation shows that these areas are the locus of microcracks almost parallel to the loading direction.

[36] This first example illustrates the existence of various possible scales of analysis of a mechanical test. The most macroscopic one addresses the strain heterogeneities induced by the geometry of the sample and the actual boundary conditions applied by the testing device. For a perfect uniaxial compression test on a homogeneous sample, this heterogeneity would not exist. In our case, because of unavoidable friction effects at the contacts between sample and platens, there is some heterogeneity, but its magnitude remains small. When the strain gage length is reduced to a size close to the grain size, a finer scale of heterogeneity is evidenced. It is induced by the heterogeneous response of the material at a microscale where various deformation and/or damage mechanisms coexist, compete, or interact. Their average contribution determines the constitutive



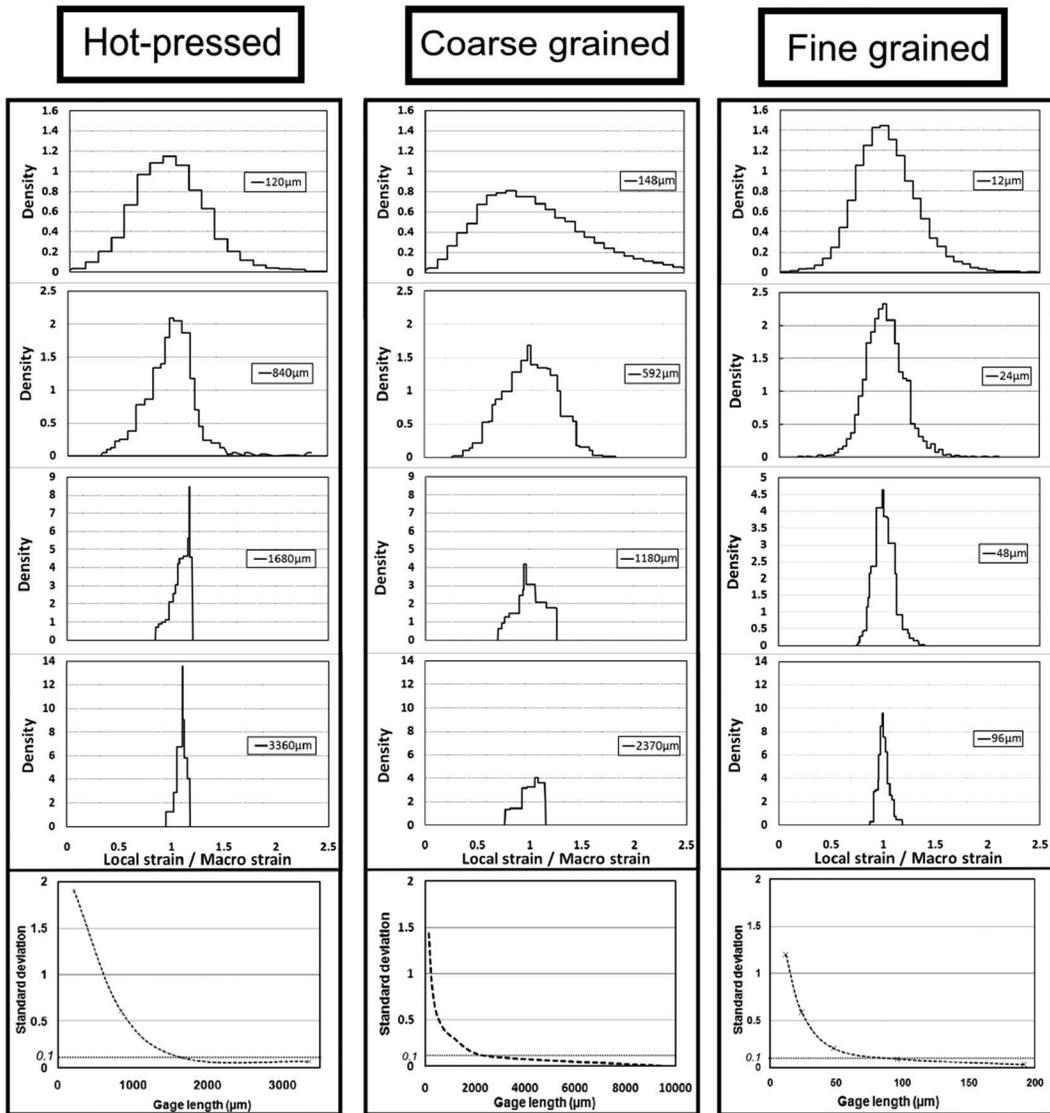
**Figure 4.** Optical 2D DIC results on a macroscopic sample of hot-pressed material. (1) Reference optical image with speckle painting. (2) Uniaxial stress / axial strain curve. Maps of equivalent strains relative to gage lengths (3)  $\Delta L = 222 \mu\text{m}$  and (4)  $\Delta L = 1776 \mu\text{m}$ , at the three stages of the test marked on (2).

behavior of the material. In the context of a micromechanical analysis of the latter, it is of highest interest to analyze this scale of heterogeneity of the local strain field, because it is the signature of the active physical mechanisms, their interactions, and their relative contributions to the overall deformation. For a correct evaluation of the latter, it is essential to extend the analysis over a domain sufficiently large to be representative of the statistics of these contributions, i.e., an RVE.

[37] In this context, the following analyses will be developed over three typical length scales: the so-called “macroscopic” analyses refer to situations where the ROI will be much larger than the RVE. If the strain gage length is sufficiently small with respect to the latter, the microscale heterogeneity will be emphasized, as in the example above with the smaller gage length; if not, only the macroscopic heterogeneity will be characterized. The “mesoscale” will refer to an investigation over an ROI with a size close to the one of the RVE and a gage length sufficiently small to reveal local strain fluctuations. Statistical analysis of these fluctuations will then be representative of the actual micromechanical behavior of

the material. Finally, a “microscale” analysis will refer to a scale of investigation with a sufficiently high spatial resolution for a detailed investigation of a particular deformation mechanism, but spread over an area restricted to a few grains only and no longer representative of the material. At this scale, relative orientations (local texture) and grain morphology (size and shape) play crucial roles and are the sources of local strain heterogeneity. Local effects are linked to characteristic dimensions of the microstructure and are thus defined in a relative rather than an intrinsic way.

[38] The current state-of-the-art of imaging techniques does not allow covering all three scales within a single snapshot. However, the use of several image magnifications and, if necessary, several imaging techniques (OM and SEM in the present case) on the same material deformed at the same conditions allow such a multiscale investigation. This is what is proposed in the following on the three different microstructures: coarse-grained samples, fine-grained ones, and bimodal grain size distribution. In the following, the results are first commented from a qualitative point of view,

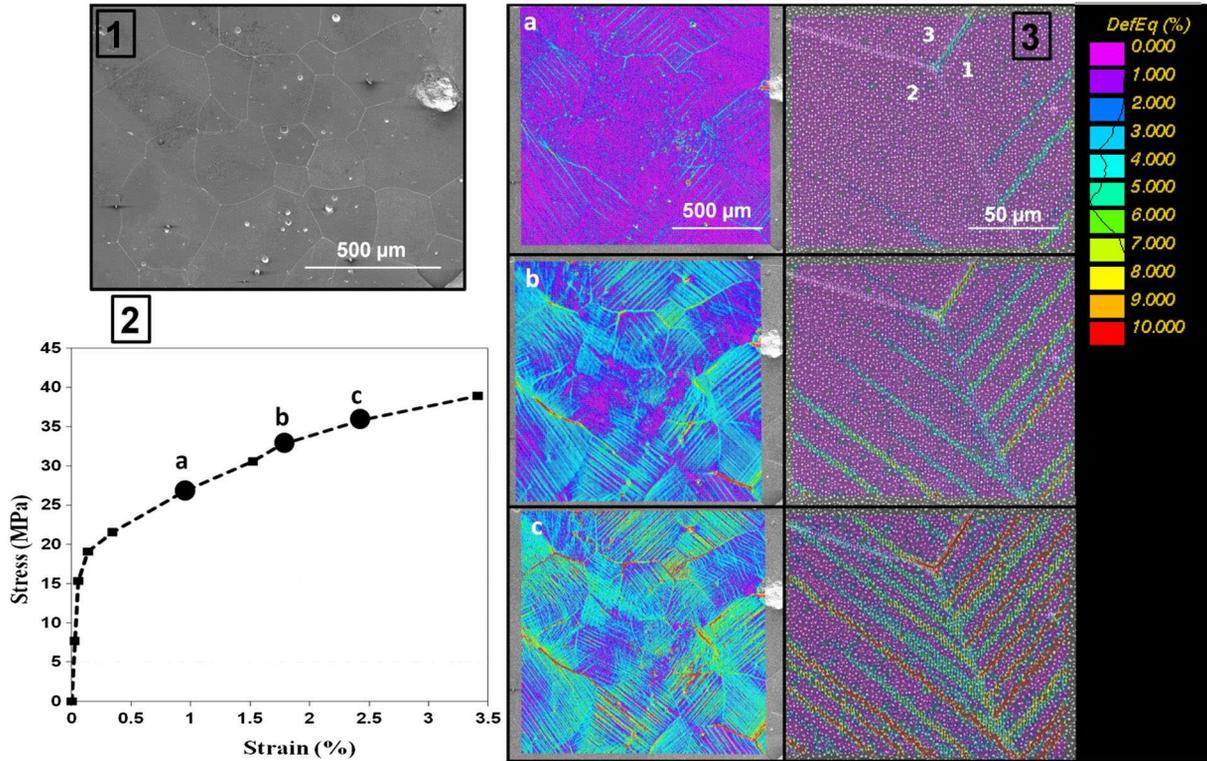


**Figure 5.** Strain distribution function for each material deduced from DIC measurements for various gage lengths  $\Delta L$  and evolution of standard deviation with  $\Delta L$ .

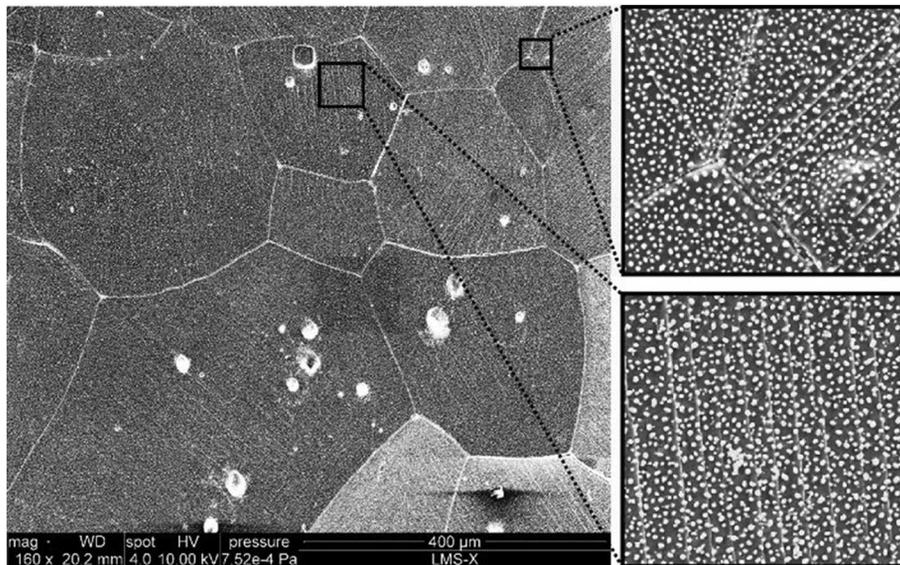
while a more quantitative investigation at mesoscale is outlined in section 5. It should be emphasized that the actual characteristic dimensions of these three scales of analysis depend on the microstructure under consideration. It is thus of high interest to quantify the size of an RVE, which is the purpose of the following section.

#### 4.2. Quantification of Representative Volume Element Size From Strain Fields

[39] The representative volume element is a central concept for the micromechanical analysis of materials. There is an extensive literature addressing this question, and in particular the size of an RVE in relation to the characteristic



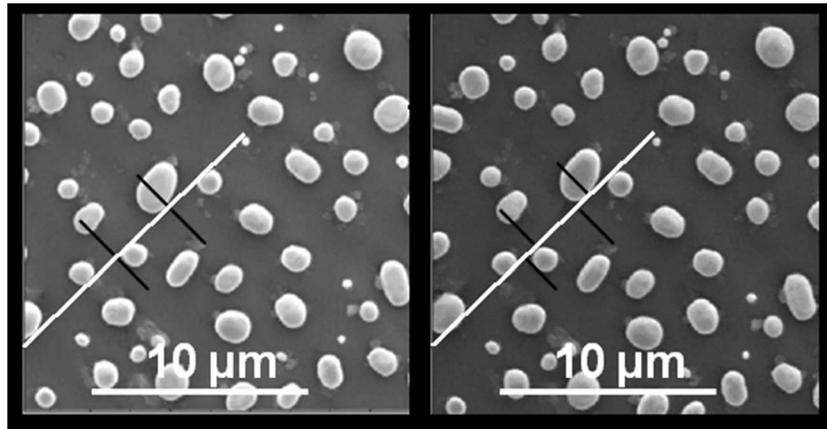
**Figure 6.** 2D DIC results from in situ SEM test on coarse-grained material. (1) Microstructure (SEM image). (2) Macroscopic stress/strain curve. (3) Equivalent strain maps at mesoscopic (left) and microscopic (right) scales. Intracrystalline slip bands develop inhomogeneously within individual grains, and grain boundary sliding is often observed.



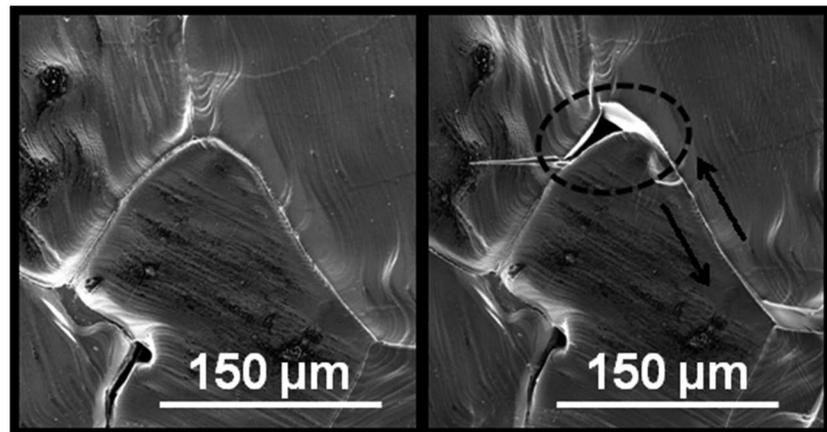
**Figure 7.** Slip lines observed at the surface of the coarse-grained sample; SEM imaging in secondary electron mode.

size of the microstructure and the type of constitutive behavior. See, e.g., *Salmi et al.* [2012] for a review of proposed definitions. A common way to define the size of an RVE consists in studying the evolutions of the statistical fluctuations of some quantity defined by an averaging procedure over domains of a given size as a function of this size. We adopt such a procedure here. More specifically, we investigate the statistical fluctuations of experimentally measured average strains over domains of a given size as a function of this size, or in other words, the fluctuations of the local strains relative to some gage length  $\Delta L$  as a function of this length. Fluctuations are quantified by means of the strain distribution function of the von Mises equivalent strain, as well as by its standard deviation. These quantities need to be analyzed over domains that are larger than the RVE size, i.e., over “macroscale” domains, or at least large “mesoscale” domains. Results are plotted in Figure 5: the strain distributions as function of the local strain normalized by the average strain over the investigated ROI are given for four gage lengths, and the continuous evolutions of the standard deviation of the same quantity with respect to gage length are plotted for the three microstructures. Note that

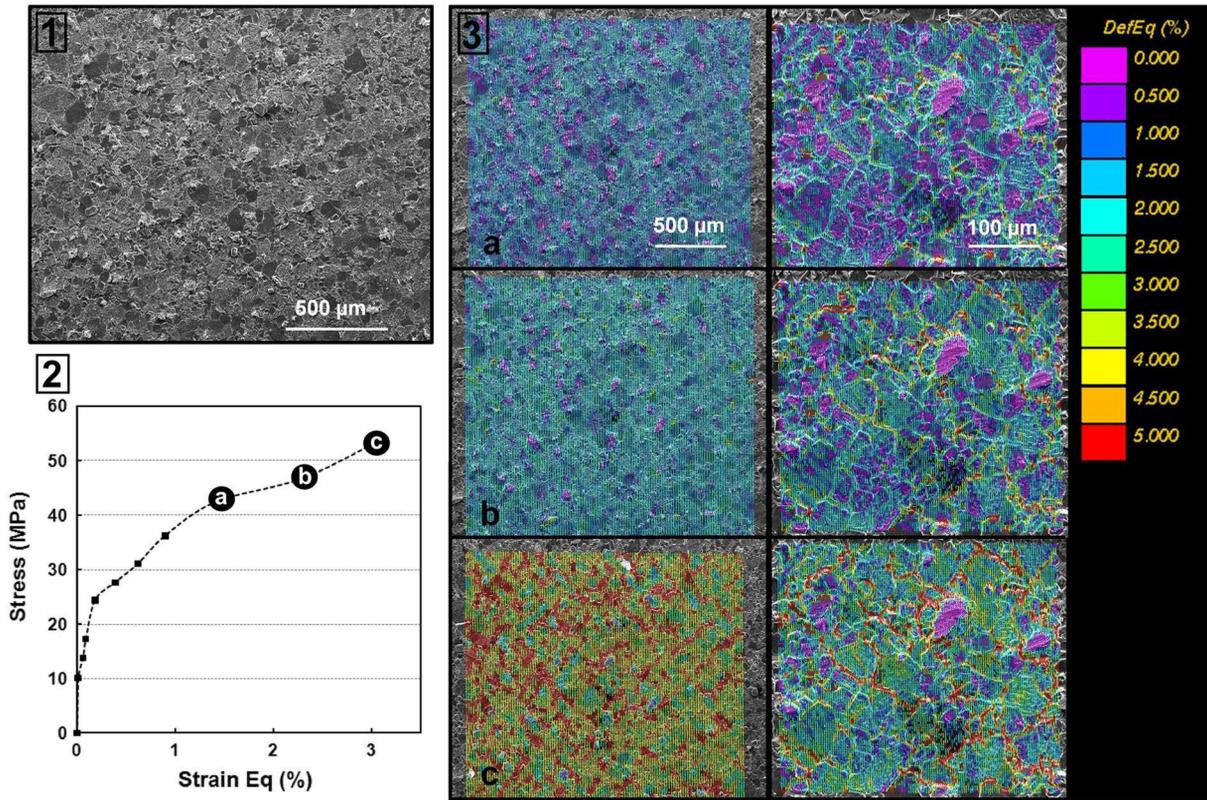
because of the very different characteristic sizes of the microstructures, the considered ranges of gage lengths are very different for the three materials. It is clearly observed that, as expected, the fluctuations attenuate when the gage length is enlarged, but they never vanish. A possible quantification of the RVE size consists in choosing the gage length that leads to a standard deviation below 10% of the average strain. With such a choice, it is found that the hot-pressed material seems to be homogeneous for an RVE diameter larger than 1500  $\mu\text{m}$ , while this limit is close to 100  $\mu\text{m}$  for the fine-grained material, and to 2000  $\mu\text{m}$  for the coarse-grained one. These important results permit us to define for each microstructure the pertinent scale for the study of the micromechanisms of deformation. For instance, we verify that the fine-grained samples may be studied at a much finer scale than the other two. This finer scale can only be addressed by SEM investigations. Note also that for the hot-pressed material, the standard deviation of local strains does no longer diminish when the gage length is enlarged above 2.5 mm. This can be explained by the existence of the macroscopic heterogeneity shown in Figure 4 [4] and commented in section 4.1. This macroscale heterogeneity



**Figure 8.** Intragranular plasticity observed at microscale in coarse-grained sample thanks to relative motion of the markers



**Figure 9.** Grain boundary sliding inducing an opening of a cavity at a triple junction in a coarse-grained sample (no markers).



**Figure 10.** 2D DIC results, equivalent strain from in situ SEM test on fine-grained material at a microscopic scale. (1) Microstructure, (2) macroscopic stress/strain curve, and (3) strains map: Localization along grain boundaries indicates important contribution of GBS to the global deformation.

turned out to be much less pronounced in the other tests for which the areas investigated at macroscale to produce these results were much smaller.

#### 4.3. Coarse-Grained Halite

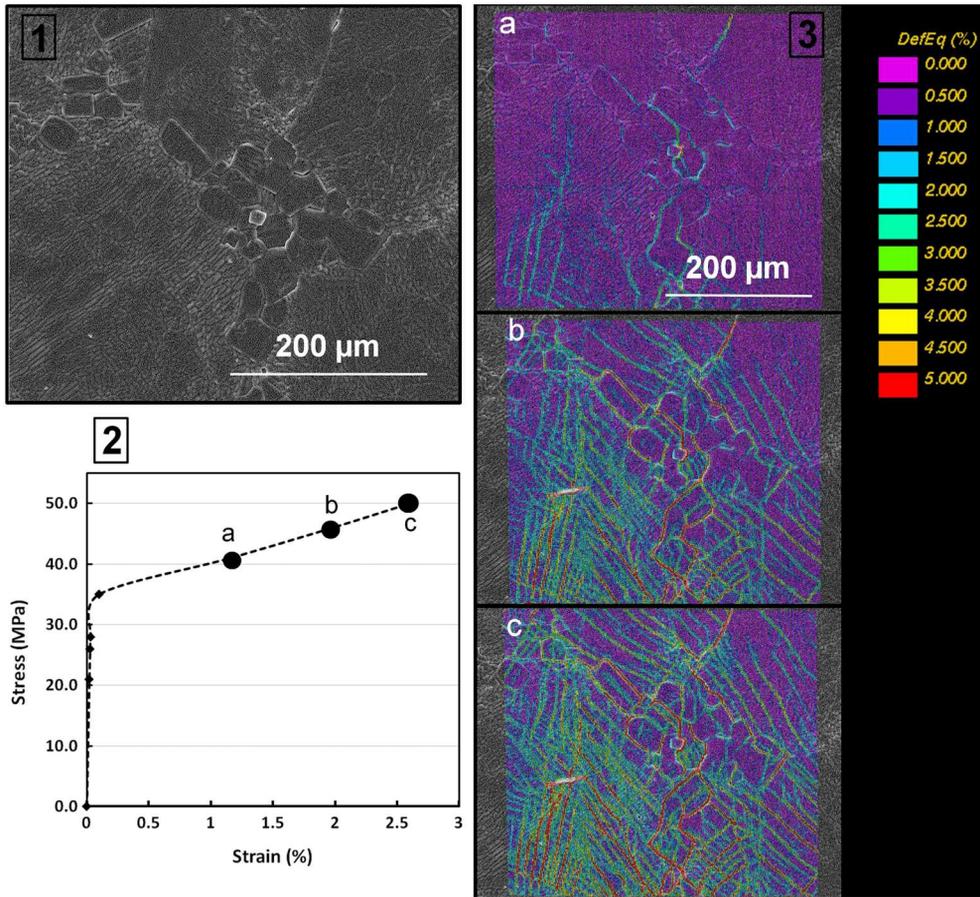
[40] In this section, one analyzes the local strain fields in the coarse-grained halite. One recalls that this material is characterized by polygonal grains with sizes varying between 250 and 500 μm (Figure 1b) and very low porosity (less than 1%). Two scales of observation have been considered for strain mapping (see Figure 6 and Table 1), covering respectively (almost) the mesoscale of an RVE and a particular microscale field focused on a triple junction, with respective gage lengths of 8 and 1.6 μm. Intracrystalline plasticity is attested both by the observation of slip lines at the surface (Figure 7) and the computation of an intragranular equivalent strain showing discrete bands of deformation within the grains. When the slip direction is parallel to the observation surface, no slip lines are observed in the SEM images, but gliding can be quantified anyway thanks to the displacement of markers and DIC, as illustrated in Figure 8. This mechanism is complemented by grain boundary sliding at some grain boundaries, as illustrated in Figure 9 and by localization near some grain interfaces (Figure 6). In this material both mechanisms do coexist within an RVE as evidenced by the mesoscale maps.

[41] In the considered microscale zoom around a triple junction, plastic slip (CSP) seems to dominate, but some

GBS is also observed. Indeed, such very local observations permit to precisely detail the activity of each mechanism and to retrieve the history of their interplay. Referring to grain numbers as noted in Figure 6, we can see at first the activation of plastic deformation (CSP) in grain 1. However, almost at the same time, some deformation is concentrated at the interface between grains 1 and 3; it can be shown to be GBS, probably induced by the crystallographic incompatibility in terms of intragranular crystal plasticity between these grains. At this early stage of deformation, grain 3 behaves in an almost rigid manner. With increasing loads and macroscopic axial deformations, we can observe activation of crystal plasticity in grain 2, while the bands of deformations in grain 1 become more intense and closely spaced. With further loading, grain 3 finally exhibits intragranular plasticity denoted by bands that have almost the same orientation as the bands of deformation in neighboring grain 2.

#### 4.4. Fine-Grained Material

[42] The fine-grained material needs to be observed at a much finer scale because of its grain size, which is in the interval between 30 and 80 μm. Again, two scales are considered (see Figure 10 and Table 1), with corresponding gage lengths of 18 and 6 μm, respectively. But now, the larger view should be considered as a high definition “macroscale” field, while the smaller one is a “large mesoscale” view (scale in excess of the previously defined mesoscale). Note that the DIC data of the larger scale have been used to



**Figure 11.** 2D DIC results from in situ SEM test on hot pressed material. (1) Microstructure, (2) macroscopic stress/strain curve, and (3) strain maps given in equivalent strain.

construct the plots on the right side of Figure 5. The heterogeneity at macroscale appears in the form of deformation bands qualitatively similar to those observed at macroscale in the hot-pressed bimodal material (see section 4.1), but with much smaller characteristic sizes. No significant purely macroscopic heterogeneity is observed however, which explains the continuous decrease of the standard deviation of local strain with gage length as shown in Figure 5.

[43] This macroscale view does however not allow a clear identification of the mechanisms that are active at the microscale and contribute to the observed strong heterogeneity. This information is provided by the mesoscale data, in which both microstructure and strain field are spatially better resolved. At this scale, it becomes clear that this material presents the same micromechanisms of deformation as the coarse-grained one: both intracrystalline plasticity and grain boundary sliding. However, some differences can be noticed: bands of deformation appear to be more localized on the grain boundaries and strain seems to be less intense inside grains, which indicates that GBS is likely to be more predominant in this material. It is noteworthy that this material was not marked by gold spheres because, owing to the fine-grained microstructure, there was enough local contrast. Therefore, the local information is less precise than for the coarse-grained material and individual slip bands are less visible. The largest grains however clearly show a few slip bands evidencing a CSP contribution.

#### 4.5. Bimodal Grain Size Distribution (Hot-Pressed)

[44] The two previously studied microstructures had a common property: a unimodal grain size distribution. The hot-pressed material presented in this section is made of both coarse and fine grains. The macroscale strain heterogeneity has already been characterized in this material in section 4.1. Let us now focus on a “small mesoscale”, with a pixel size of about 0.2 μm, a correlation window of 15 × 15 pixels, yielding a gage length of about 3 μm. The observed area covers a group of small grains surrounded by four large ones, and will be used to investigate how the total strain is partitioned between each class of grain sizes. Results of DIC (Figure 11) show predominant intracrystalline plasticity within the large grains and well-marked grain sliding at grain boundaries in the fine-grained domain. Inside the fine grains, we observe only very few bands of deformation (about one or two). The importance of the grain size distribution on the activation of the different mechanisms is thus well illustrated with this mixed mode material.

## 5. Discussion

### 5.1. Microstructure and Deformation Mechanisms

[45] We recall that the term microstructure essentially refers here to grain size distribution and crystalline

orientation. Our results from SEM observations and application of the DIC method have shown the occurrence of two main mechanisms of deformation: intracrystalline plasticity and grain boundary sliding (GBS) with a respective importance closely linked to the microstructure. Indeed, for the coarse-grained material, we observe directly many surface slip lines and through DIC computations, a lot of intracrystalline bands of deformation, which attests of dominant crystal plasticity in many grains, but we also notice many grains that appear much less deformed. Those grains may be termed incompatible: their crystallographic orientation and the local state of stress do not permit an easy activation of slip systems. In these instances, a relative displacement along grain boundaries is activated as a local accommodation mechanism. The fine-grained material presents the same mechanisms but with a much more pronounced localization of the deformation near the grain boundaries. The latter include both localization inside the grains and at the interfaces themselves. We suggest that for this microstructure, GBS plays a more important role owing to the larger proportion of interfaces inherent to a fine-grained structure. The detailed analysis, at fine microscale, of the details of this GBS deformation mode has however not yet been done, because it would require an investigation of local strain fields relative to sub-micrometric gage lengths, for which our experimental procedure is not yet well suited, essentially because of the lack of an appropriate marking of nanometric size. Work is under progress along this line. The few bands of deformation observed in small grains, when compared to a much larger amount of bands in coarse grains may clearly be linked to a grain size effect on CSP. In a general sense, slip bands self-organize with a regular interspacing, which suggests an internal length scale for the distribution of dislocations with alternating strain-free (defect-free) bands and bands of strong localization denoting the activity of a slip plane. Conversely, very few localized bands appear inside fine grains, which suggests a strong interaction between self organizing slip bands and grain boundaries. This observation agrees with the Hall-Petch effect [Hall, 1951; Petch, 1953], which corresponds to limitation of CSP with decreasing grain size (yield stress proportional to  $d^{-1/2}$ , where  $d$  is the grain size) due to the simultaneous decrease of the mean free gliding distance with the presence of numerous interfaces. In this case the strain tends to localize near the interfaces either by GBS or CSP involving only a fraction of the grain and possibly several slip systems (multiple glide), in contrast with the interior of larger grains, where only one or two slip systems seem to be simultaneously active. These observations highlight the fact that interfaces strongly influence the local stress states. To further understand the interplay between CSP, GBS, and microstructures, the next step is to quantify the respective contributions of each mechanism. This procedure cannot be reduced to a purely mathematical development since in its application, it edges on the multiscale nature of what may be defined as strain for heterogeneous materials. An illustration of this important question is presented in the next subsection.

## 5.2. Multiscale Structure of Deformation and Gage Length

[46] The multiscale nature of strain in heterogeneous material as will be demonstrated in the following, renders impossible the

direct application of the classical concept of deformation gradient of continuum mechanics, as defined by equations (3) and (5), as already suggested in section 3.5. Let us for instance consider the estimated strain fields for the hot-pressed material, at various gage lengths :  $\Delta L \approx 2$  mm (Figure 4 [4]),  $\Delta L \approx 0.2$  mm (Figure 4 [3]), and  $\Delta L \approx 3$   $\mu$ m (Figure 11). These are different views of the same deformed material, with very different aspects. With a large gage length (Figure 4 [4]) one does not see the local strain heterogeneities (4 Figure 4[3]); one only sees the heterogeneity related to the macroscopic loading conditions, two large conjugate deformation bands. A much closer view near a slip line like in Figure 8 would show a very discontinuous strain map, with discrete narrow slip bands similar to those on the right side of Figure 6 [3]. Let one consider now the strain at a material point  $\mathbf{X}$ , located between two slip bands, within a grain of the microstructure studied on Figure 4. For a large gage length  $\Delta L$ , its value is given by the strain map in Figure 4 [4]. With decreasing gage lengths, the strain would evolve and successively take the values plotted in the other figures mentioned above Figures 4 [3] and 11 [3]. At the end, for a very small gage length, smaller than the distance between two slip bands, the strain would almost vanish, because the material in the vicinity of  $\mathbf{X}$  deforms only elastically. Conversely, if one now considers another material point located exactly on one of the adjacent slip bands, a few micrometers away from the previous point, the strain at large gage length would remain the same, but at very small gage length it would tend to infinity, because of the discontinuity of displacement across the slip line, as illustrated in Figure 8. This demonstrates the critical importance of the precise definition of gage lengths when local strains are to be experimentally characterized, and of course also when experimental strain fields are compared to each other or to results of numerical models.

## 5.3. Relative Contributions of Crystal Plasticity and Grain Boundary Sliding

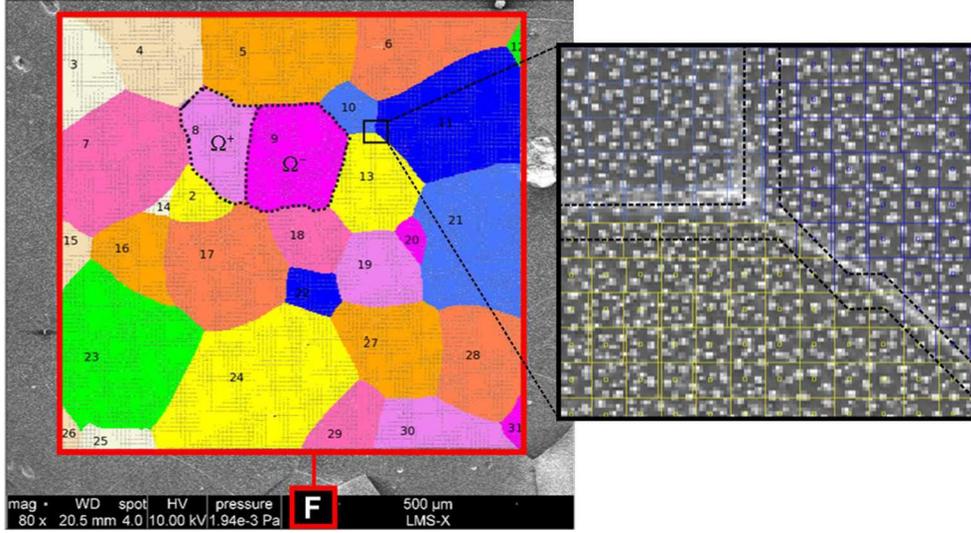
[47] Crystal plasticity and GBS both contribute to the global plastic deformation and act almost concomitantly albeit in different parts of a sample and with a strong dependence on the microstructure, as shown qualitatively in section 4. The objective of this section is to outline a method to quantify their respective importance and present preliminary results.

### 5.3.1. Principle of the Quantification

[48] The principle of this quantification can be found in *Rupin* [2006] for the simpler case of a two-phase stainless steel. We adapt it here to a crystalline material, with potential GBS. Let us consider (see Figure 12) a domain  $\Omega$  made of parts of two adjacent grains separated by an interface  $I$ ,  $\Omega = \Omega^+ \cup \Omega^-$ , specifying the domains occupied by each grain. If there is no interface sliding, the average deformation gradient over the domain  $\Omega$  is

$$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} = \frac{|\Omega^+|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^+} + \frac{|\Omega^-|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^-}, \quad (16)$$

where  $|\Omega|$  is the measure of domain  $\Omega$ . The resulting average deformation gradient is thus a weighed sum of the average deformation gradient in each grain. If there is GBS at the interface  $I$ , there is an additional contribution  $\Delta \mathbf{F}$ , which may



**Figure 12.** Identification of the different phase in the polycrystal and computation of average contribution of GBS to overall gradient with CMV.

be expressed as a function of the displacement discontinuity across the interface.

$$\Delta \mathbf{F} = \int_I [[\mathbf{u}]] \otimes \mathbf{n} ds, \quad (17)$$

where  $[[\mathbf{u}]] = \mathbf{u}^+ - \mathbf{u}^-$  is the displacement jump across the interface  $I$  of normal  $\mathbf{n}$  oriented from the “-” towards the “+” side. Equation (15) becomes

$$\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} = \frac{|\Omega^+|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^+} + \frac{|\Omega^-|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega^-} + \Delta \mathbf{F}. \quad (18)$$

[49] This concept is easily generalized by considering that each grain  $g$ , occupying domain  $\Omega^g$ , constitutes a phase (Figure 12), and by calculating the average deformation gradients within each grain, without considering the interfaces, for each grain in the ROI  $\Omega$ , at each step of the deformation. Note that for grains at the boundary of the ROI, only the part of the grain inside the ROI is considered. The global deformation gradient is also computed, and the contribution of the interfaces is obtained as the difference between the overall gradient and the weighted average of the average deformation gradients within all grains in the ROI

$$\Delta \mathbf{F} = \langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega} - \sum_{\text{all grains } g} \frac{|\Omega^g|}{|\Omega|} \langle \mathbf{F} \rangle_g \quad (19)$$

### 5.3.2. Implementation and Results

[50] The practical implementation is based on the calculation of the averages  $\langle \mathbf{F} \rangle_{\Omega}$  and  $\langle \mathbf{F} \rangle_g$  with the method described at the end of section 3.5: contours defined by DIC measurement points encompassing the whole ROI, or only a particular grain  $g$  and based on measurement points strictly inside the considered grain, as illustrated by the dashed black line in Figure 12, are considered. See also *Allais et al.* [1994] for similar considerations. Such a quantitative evaluation needs to be performed over a statistically representative domain. The RVE that is defined here is not the same as an RVE representative of global mechanical properties. One needs only enough grains and interfaces to

observe a sampling statistically representative of the activity of both mechanisms (CSP and GBS). To this end, the meso-scale domains described in section 4 have been considered. The geometry of the grains may be determined directly from the SEM micrographs or from electron back scatter diffraction measurements not detailed here.

[51] This quantification has been performed for the various tested microstructures. It clearly confirms that the interfaces carry a large proportion of the total deformation (more than 50%) for the fine-grained material. For the large-grained one, intragranular CSP is the dominant mechanism and contributes to more than 80% of the total strain.

[52] These quantitative data should however be taken with care at this stage. In the principle of quantification, the interface is idealized as a surface of discontinuity. However, in the actual measurements, owing to their discrete nature, there is a domain near the grain boundaries (the area between the black dashed lines in Figure 12), of very small but nonzero measure, which is not associated to any grain and where some complex CSP may take place as well as GBS. The part of the deformation attributed to GBS encompasses this contribution of CSP, and is thus likely to be slightly overestimated by the present approach. In addition, DIC measurements at the positions used to compute the contour integrals in the grains are based on correlation windows, which may spread over the neighboring grains, so that displacement evaluation might be inaccurate. It is difficult to evaluate precisely the errors associated to these limitations. Work is currently under progress to modify the DIC formulation to address this question.

## 6. Conclusion

[53] We have shown that crystal slip plasticity is the major strain accommodation mechanism. However, we have also observed that crystal plasticity incompatibilities due to the relative orientations of neighboring grains and the local stress state induce local interfacial microcracking and GBS, which in turn results in progressive accumulation of damage, leading ultimately to macroscopic shear fracturing.

Although crystal slip is for some microstructures the main deformation mechanism, GBS is always present in the observed crystals, and in some cases, such as fine grained materials, GBS may even be a dominant deformation mode. It appears that at room temperature and in the strain rate range that has taken place (say about  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-4} s^{-1}$ , although, owing to local heterogeneity it may widely differ), crystal plasticity and GBS are cooperational mechanisms, and hence, that the macroscopic viscoplastic flow and the local interfacial damage are intimately linked. As a consequence, modeling long-term flow behavior of salt should account for these physical phenomena, but also very likely include some interfacial healing mechanism.

[54] **Acknowledgments.** This work has been supported by both the chair “Energies durables” of Ecole Polytechnique, sponsored by EDF and CEA, and the cooperative project “MicroNaSel” funded by the Agence Nationale de la Recherche (ANR). The SEM in situ experiments were performed with the FEI Quanta 600 FEG-SEM available at LMS, which has been acquired with the combined financial support of Region Ile de France (“SESAME 2004” program), Ecole polytechnique and CNRS. We also thank D. Caldemaison, H. Gharbi, V. de Greef, A. Tanguy, P. Valli, and D. Yang for their help and assistance to run the experiments.

## References

- Allais, L., M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison (1994), Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material, *Acta Metallurgica et materialia*, 42(11), 3865–3880.
- Bérest, P., P. A. Blum, J. P. Charpentier, H. Gharbi, and F. Valés (2005), Very slow creep tests on rock samples, *Int. J. Rock Mech. Min.*, 42(4), 569–576.
- Bornert M., F. Brémand, P. Doumalin, J. C. Dupré, M. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, J. Molinari, and J. J. Orteu (2009), Assessment of digital image correlation measurement errors: Methodology and results, *Exp. Mec.*, 49(3), 353–370.
- Bornert M., F. Valés, H. Gharbi, and D. Nguyen Minh (2010), Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks, *Strain*, 46, 33–46.
- Bornert, M., J.J. Orteu, and S. Roux, (2011), Corrélation d’images, in Mesures de champs et identification, Grédiac, M. and Hild, F. Eds., Hermès Science, Chap. 6, 175–208.
- Carter, N. L. and F. D. Hansen (1983), Creep of rocksalt, *Tectonophysics*, 92(4), 275–333.
- Crotogino, F., K.-U. Mohmeyer, and R. Scharf (2001), *Huntorf CAES: More Than 20 Years of Successful Operation*, Spring 2001 Meeting Orlando, Florida, USA 15-18 April 2001.
- Dautriat, J., M. Bornert, N. Gland, A. Dimanov, and J. L. Raphanel (2011), Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation, *Tectonophysics*, 503, 100–116.
- de Meer, S., C. J. Spiers, C. J. Peach and T. Watanabe (2002) Diffusive properties of fluid-filled grain boundaries measured electrically during active pressure solution, *Earth and Planet Sci. Lett.*, 200, 147–157.
- Desbois, G., P. Závada, Z. Schléder and J. L. Urai (2010) Deformation and recrystallization mechanisms in actively extruding salt fountain: Microstructural evidence for a switch in deformation mechanisms with increased availability of meteoric water and decreased grain size (Qum Kuh, central Iran), *protect J. Struct. Geol.*, 32 (4), 580–594.
- Dimanov, A., M. P. Lavie, G. Dresen, J. Ingrin, and O. Jaoul (2003) Creep of polycrystalline anorthite and diopside, *J. Geophys. Res.*, 108 B1 article 2061.
- Doumalin, P. and M. Bornert (2000) Micromechanical applications of digital image correlation techniques. Interferometry in Speckle Light, Theory and Applications Jacquot, P. and Fournier, J.M., Eds., Springer, Berlin, Heidelberg, 67–74.
- Doumalin, P., M. Bornert and J. Crépin (2003), Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes, *Mécanique et industrie*, 4, 607–617.
- Dresen, G. and B. Evans (2009), Brittle and semibrittle deformation of synthetic marbles composed of 2 phases, *J. Geophys. Res.*, 98(B7), 11921–11933.
- Franssen, R. C. M. W. (1994), The rheology of synthetic rocksalt in uniaxial compression, *Tectonophysics*, 223 1–40.
- Gérard, C., F. N’Guyen, N. Osipov, G. Cailletaud, M. Bornert, and D. Caldemaison (2009), Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading, *Comp. Mater. Sci.*, 46(3), 755–760.
- Hall, E. O. (1951), The deformation and aging of mild steel. 3. discussion and results, *Proc. Phys. Soc. of London*, B64-381, 747–753.
- Hedan, S., P. Cosenza, P. Valle, P. Dudoignon, A.L. Fauchille and J. Cabrera (2012), Investigation of the damage induced by desiccation and heating of Toumemire argillite using digital image correlation, *Int. J. Rock Mech. Min.*, 51, 64–75.
- Ter Heege, J. H., J. H. P. De Bresser, and C. J. Spiers (2005), Dynamic recrystallization of wet synthetic polycrystalline halite: dependence of grain size distribution on flow stress, temperature and strain, *Tectonophysics*, 396, 35–57.
- Hériprié, E., M. Dexet, J. Crépin, L. Gélebart, A. Roos, M. Bornert, and D. Caldemaison (2007), Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials, *Int. J. Plasticity*, 23(9), 1512–1539.
- Hickman, S. and B. Evans (1995), Kinetics of pressure solution at halite-silica interfaces and intergranular clay films, *J. Geophys. Res.*, 100, 13,113–13,132.
- Langer, M. (1984), The rheological behavior of rock salt, *Proc. 1st International Conference on the Mechanical Behavior of Salt*, Trans Tech Publications, Clausthal-Zellerfeld, Germany, 201–240.
- Lebensohn, R. A., P. R. Dawson, H. M. Kernc, and H. R. Wenk (2003), Heterogeneous deformation and texture development in halite polycrystals: comparison of different modeling approaches and experimental data, *Tectonophysics*, 370(1-4), 287–311.
- Liu, Y., P. Gilormini, and P. Ponte Castañeda (2005), Homogenization estimates for texture evolution in halite, *Tectonophysics*, 406(3-4), 179–195.
- Malvern, L. E. (1969), Introduction to the mechanics of a continuum medium. Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, NJ USA.
- Martin, B., K. Roller, and B. Stockhert (1996), Low-stress pressure solution experiments on halite single-crystals, *Tectonophysics*, 308(Issue 3, 15), 299–310.
- Peach, C. J. and C. J. Spiers (1996), Influence of crystal plastic deformation on dilatancy and permeability development in synthetic salt rock, *Tectonophysics*, 256(1-4) 101–128.
- Petch, N. J. (1953), The cleavage strength of polycrystals, *J. Iron Steel.*, 174-1, 25–28.
- Rupin, N. (2006), Déformation à chaud de métaux biphasés: modélisation théoriques et confrontations expérimentales. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- Salençon, J., (2001), Handbook of continuum mechanics: general concepts, thermoelasticity. Translated by Stephen Lyle. Springer, Berlin New York Paris.
- Salmi, M., F. Auslender, M. Bornert, and M. Fogli (2012), Various estimates of Representative Volume Element sizes based on a statistical analysis of the apparent behavior of random linear composites, *Comptes-rendus Mécanique*, 340(4-5), pp. 230-246.
- Schenk, O., J.L. Urai, and S. Piazzolo (2006), Structure of grain boundaries in wet, synthetic, polycrystalline, statically recrystallizing halite: evidence from cryo-sem observations, *Geofluids*, 6, 93–104.
- Schléder, Z., S. Burliga, and J. L. Urai (2007), Dynamic and static recrystallization-related microstructures in halite samples from the Klodawa salt wall (central Poland) as revealed by gamma-irradiation, *Neues Jahrbuch für Mineralogie-Abhandlungen*, 184(1), 17–28.
- Senseny, P.E., F.D. Hansen, J.E. Russell, N.L. Carter and J.W. Handin (1992), Mechanical behaviour of rock salt: Phenomenology and micromechanisms, *Int. J. Rock Mec. Min.*, 29(4) 363–378.
- Spiers, C. J., and P. M. T. M. Schutjens (1999), Intergranular pressure solution in NaCl: Grain-to-grain contact experiments under the optical microscope. *Oil and Gas Science and Technology - Revue IFPEN*, 54(6) 729–750.
- Sutton, M. A., W. J. Wolters, W. H. Peters, W. F. Ranson, and S. R. McNeill (1983), Determination of displacement using an improved digital correlation method. *Image Visual. Comput.*, 1(3), 133–139.
- Sutton, M. A., J.-J. Orteu, and H.W. Schreier (2009), Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications. Springer Science+Business Media, New York.
- Skvortsova, Z. N. (2003), Deformation by the mechanism of dissolution-recrystallization as a form of adsorption plasticization of natural salts. *Colloid J.*, 66, 1–10.
- Tatschl, A. and O. Kolednik (2003), On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals, *Mater. Sci. Eng.*, A342, 152–168.
- Urai, J. L., C. J. Spiers, R. C. Peach, M. W. Franssen, and J. L. Liezenberg (1987), Deformation mechanisms operating in naturally deformed halite rocks as deduced from microstructural investigations, *Geologie en Mijnbouw*, 66, 165–176.

- Urai, J. L., C. J. Spiers, H. J. Zwart, and G. S. Lister (1986), Weakening of rock salt by water during long term creep, *Nature*, 324, 534–557.
- Watanabe, T. (2010), Geometry of intercrystalline brine in plastically deforming halite rocks: inference from electrical resistivity, *Geological Society, London, Special Publications*, 332, 69–78.
- Wang, Y.Q., M.A. Sutton, H.A. Bruck, and H.W. Schreier (2009), Quantitative error assessment in pattern matching: effects of intensity pattern noise, interpolation, strain and image contrast on motion measurements, *Strain*, 45, 160–178.
- Wenk, H. R., M. Armann, L. Burlini, K. Kunze, and M. Bortolotti (2009), Large strain shearing of halite: Experimental and theoretical evidence for dynamic texture changes, *Earth and Planet Sci. Lett.*, 280(1-4), 205–210.
- Wenk, H. R., G. Canova, A. Molinari, and H. Mecking (1989), Texture development in halite: Comparison of Taylor model and self-consistent theory. *Acta Met.*, 37(7), 2017–2029.
- Yang, D.S., M. Bornert, H. Gharbi, P. Valli, and L. Wang (2010), Optimized optical setup for DIC in rock mechanics Proc. of 14th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM14), EPJ Web of Conferences, Vol. 6, Art. Nr. 22019.
- Yang, D.S., M. Bornert, S. Chanchole, H. Gharbi, P. Valli, and B. Gatmiri (2012), Dependence of elastic properties of argillaceous rocks on moisture content investigated with optical full-field strain measurement techniques, *Int. J. Rock Mining & Mining Sci.*, 53, 45–55.

**Résumé :** Il existe un renouveau d'intérêt pour la rhéologie du sel gemme car les cavités salines sont des sites intéressants pour l'enfouissement de déchet ou le stockage d'énergie. Ces nouvelles recherches bénéficient du développement des techniques d'observation à petite échelle qui permettent une caractérisation précise des microstructures, des mécanismes de déformation et des champs de déformation. Une procédure pour fabriquer des échantillons de sel synthétiques ayant différentes tailles de grains, a été mise au point. Des essais macroscopiques ont été réalisés pour comparer le comportement du matériau synthétique et naturel. Des tests de compressions uniaxiales ont été réalisés sur des presses classiques et avec une machine spécifique installée dans un microscope électronique à balayage. Les images numériques de la surface de l'échantillon ont été enregistrées à différentes étapes de chargement. Des marqueurs ont permis de mesurer les déplacements grâce à la corrélation d'images numériques. Les champs de déformation globaux et locaux ont ainsi été calculés. L'analyse de ces résultats donne une mesure de l'hétérogénéité à différentes échelles, une estimation de la taille de l'élément de volume représentatif et enfin une identification des mécanismes de déformation, c'est à dire, la plasticité intracristalline et le glissement aux interfaces que l'on constate être en interactions locales complexes. Les chargements macroscopiques donnent lieu à des champs de contraintes locaux complexes du fait de l'orientation cristalline, la densité et l'orientation des interfaces et l'histoire locale de la déformation. Nous avons donné une estimation quantitative de l'importance relative de ces deux mécanismes pour plusieurs microstructures et mis en évidence un effet marqué de la taille de grains. Nous avons aussi réalisé des simulations par éléments finis basées sur la plasticité cristalline et trouvé un bon accord avec les résultats expérimentaux pour l'identification des systèmes de glissement. Enfin, des développements expérimentaux 3D utilisant la tomographie aux rayons X sont montrés avec des résultats préliminaires.

---

**Mots clés :** Plasticité polycristalline, Sel synthétique, Corrélation d'images numériques, Observations multiéchelles, Mécanismes de déformation.

---

**Abstract :** There is a renewed interest in the study of the rheology of halite since salt cavities are considered for waste repositories or energy storage. This research benefits from the development of observation techniques at the micro-scale which allow precise characterizations of microstructures, deformation mechanisms and strain fields. A procedure to make synthetic halite samples of different grains sizes has been devised. Macroscopic tests have been made to compare the behavior of synthetic samples with the one of natural salt. Uniaxial compression tests have been performed with a conventional press and with a specific rig fitted inside a scanning electron microscope. Digital images of the surface of the sample have been recorded at several loading stages. Surface markers allow the measure of displacements by means of Digital Image Correlation (DIC) techniques. Global and local strain fields are then computed using DIC and ad hoc data processing. Analysis of these results provides a measure of heterogeneity at various scales, an estimate of the size of the representative volume element and most importantly an identification of the deformation mechanisms, namely crystal slip plasticity (CSP) and grain boundary sliding (GBS) which are shown to be in a complex local interaction. The applied macroscopic loadings give rise locally to complex stress states owing to relative crystallographic orientations, density and orientation of interfaces, local deformation history. We have quantitatively estimated the relative importance of CSP and GBS for different microstructures and evidenced a marked grain size effect. We have also done some finite element simulations based on crystal plasticity which are in good agreement with the experimental results in terms of identification of active slip systems. Finally some 3D experimental developments using Xray tomography and preliminary results are shown.

---

**Keywords :** Polycrystalline plasticity, Synthetic halite, Digital Image Correlation, Multiscale observations, Deformation mechanisms.

---