



HAL
open science

Contributions à la physique de la rupture

Daniel Bonamy

► **To cite this version:**

Daniel Bonamy. Contributions à la physique de la rupture. Matière Condensée [cond-mat]. Université Pierre et Marie Curie (Paris VI), 2012. tel-01402416

HAL Id: tel-01402416

<https://theses.hal.science/tel-01402416>

Submitted on 24 Nov 2016

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.

Contributions à la physique de la rupture

MÉMOIRE

présenté et soutenu publiquement le 14 février 2012

pour l'obtention de

HABILITATION À DIRIGER DES RECHERCHES

par

Daniel Bonamy

devant la commission d'examen

Examineurs : Luc Barbier
Jean-Baptiste Leblond
Anael Lemaitre
Stéphane Roux

Rapporteurs : Sergio Ciliberto
Alex Hansen
Jérôme Weiss

Mis en page avec la classe thloria.

Table des matières

Avant-propos	1
1 Rupture d'un verre observée à l'échelle de sa microstructure	5
1.1 Dispositif expérimental	6
1.2 Nano-endommagement en pointe de fissure	7
1.3 Origine des cavités d'endommagement	8
1.4 Rôle de l'endommagement nanométrique sur la vitesse moyenne de rupture	10
1.5 Conclusion	10
2 Morphologie des surfaces de rupture	13
2.1 Propriétés d'invariance d'échelle des profils de rupture	14
2.2 Propriétés d'échelle des surfaces de fracture	16
2.3 Sur les échelles pertinentes	17
2.4 Conclusion	19
3 Modèle stochastique de fissuration des matériaux fragiles désordonnés	21
3.1 Rappel de mécanique linéaire élastique de la rupture	21
3.2 Equation de trajectoire et surfaces de fracture	23
3.3 Equation de mouvement et fissures lentes	26
3.4 conclusion	29
4 Réponse d'un verre en rupture dynamique à une perturbation localisée	33
4.1 Dispositif expérimental	34
4.2 Réponse instantanée à une perturbation locale en cisaillement	36
4.3 Analyse quantitative de la réponse du front à la perturbation	38
4.4 Sur la persistance de la réponse	39
4.5 Interaction du front de fissure avec une hétérogénéité	42
4.6 Conclusion	44
5 Endommagement dynamique dans la rupture fragile des verres polymériques	45
5.1 Dispositif expérimental	46
5.2 Transition dynamique "fragile/quasi-fragile"	47

TABLE DES MATIÈRES

5.3	Reconstruction de la dynamique locale de micro-endommagement	49
5.4	Influence du chargement sur le micro-endommagement dynamique	52
5.4.1	Distribution spatiale des sites de nucléation	52
5.4.2	Sélection des distances à nucléation	55
5.4.3	Vitesse de croissance des microfissures	55
5.5	Rôle de l'endommagement dynamique sur la sélection des vitesses macroscopiques de fissuration	58
5.6	Conclusion	59
6	Projets et perspectives	61
6.1	Régime de fissuration stable : relation entre désordre microstructural et comportement macroscopique	61
6.2	Régime de rupture dynamique : relation entre désordre microstructural et micro-endommagement	62
6.3	Influence des dommages induits par irradiation sur le comportement en rupture et corrosion sous contrainte des verres d'oxydes	62
6.4	Nucléation, organisation, et localisation des microfissures en rupture quasi-fragiles	63
A	Curriculum Vitae	65
B	Sélection de cinq publications	75
	Bibliographie	117

Avant-propos

Mes travaux de recherche portent principalement sur la mécanique des matériaux désordonnés. J'ai commencé ma carrière scientifique par une thèse effectuée au *Service de Physique de l'Etat Condensé (SPEC)* du *CEA/Saclay* sous la direction de François Daviaud et Louis Laurent, sur les milieux granulaires. La matière en grains possède en effet des propriétés rhéologiques et mécaniques peu communes, entre liquide et solide, et j'ai étudié cette dualité au travers d'expériences modèles permettant de faire le lien entre comportement individuel des grains et comportement global de l'empilement.

Je me suis par la suite intéressé aux propriétés de rupture des matériaux dit fragiles. Je suis tout d'abord allé effectuer un premier séjour postdoctoral en 2002, dans l'équipe de Christian Marlière au *Laboratoire des Verres (LDV)* de l'*université Montpellier 2* où j'ai étudié expérimentalement les mécanismes d'endommagement intervenant à l'échelle du nanomètre lors de la fissuration basse vitesse d'un matériau vitreux en corrosion sous contrainte. Je suis ensuite parti en séjour postdoctoral dans le groupe de K. Ravi-Chandar au *Aerospace Engineering and Engineering Mechanics* de l'*Université du Texas* (Austin, USA) et j'y ai développé différentes expériences de rupture dynamique en vue de mieux comprendre le rôle des émissions acoustiques émises lorsqu'un front de fissure en propagation rapide dans un verre interagit avec des hétérogénéités localisées. Enfin, en juillet 2003, j'ai obtenu un poste de chercheur permanent au CEA Saclay, dans le *Service de Physique et Chimie des Surfaces et Interfaces (SPCSI)*. J'ai été initialement rattaché au groupe *Fracture* créé par Elisabeth Bouchaud et Claude Guillot pour y poursuivre les recherches commencées lors de mon séjour à l'université Montpellier 2 sur les processus d'endommagement nanométrique se développant en pointe de fissure dans un verre d'oxyde en corrosion sous contrainte.

Depuis 2007, j'assume le rôle de responsable du groupe *Systèmes Complexes et Fracture* du SPCSI. Les recherches qui y sont menées visent principalement à mieux comprendre l'influence du désordre microstructural sur les propriétés de rupture des matériaux. J'y poursuis aussi les études entamées lors de ma thèse sur la rhéologie des écoulements granulaires. Dans ces deux cas, il s'agit de mettre au point des expériences modèles permettant d'étudier le système considéré à la fois à l'échelle microscopique et macroscopique, afin de mieux comprendre comment on passe d'une échelle à l'autre. De manière plus épisodique, je participe aussi à certaines des thématiques nanosciences développées au SPCSI, mes contributions consistent alors principalement à proposer des outils d'analyse statistique permettant de caractériser au mieux les fluctuations dans les systèmes étudiés.

Les chapitres qui vont suivre concerneront exclusivement la rupture fragile des matériaux désordonnés, qui est mon principal sujet d'étude depuis ma soutenance de thèse. C'est la déstabilisation et la propagation de fissures préexistantes qui constituent les mécanismes fondamentaux responsables de cette rupture. En effet, la présence d'une fissure dans un matériau parfaitement élastique induit une singularité mathématique sur le champ de contrainte, et des niveaux de sollicitations relativement modestes peuvent ainsi suffire pour obtenir en pointe de fissure des valeurs suffisamment élevées pour endommager localement le matériau. La *Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture* (MLER) fournit le cadre théorique permettant de décrire cette concentration des contraintes et, *de facto*, la propagation d'une fissure : celle-ci se produit quand l'énergie mécanique disponible en pointe de fissure devient supérieure à *l'énergie dite de fracture*,

AVANT-PROPOS

i.e. l'énergie dissipée localement pour augmenter la surface de fracture d'une unité (e.g. dans la rupture de liaisons atomique, les déformations plastiques, le crazing, etc). Une fois la fissure déstabilisée, les effets inertiels doivent être pris en compte dans ce bilan d'énergie, ce qui permet de relier vitesse de fissuration, taux d'énergie élastique relâchée et énergie de fracture.

Si la MLER permet d'estimer proprement (au moins numériquement) l'énergie élastique relâchée dans n'importe quelle géométrie, l'énergie de fracture est quant à elle beaucoup plus difficile à quantifier : en raison des effets de concentration des contraintes, les mécanismes de dissipation restent localisés dans une zone toute petite en pointe de fissure, dite *zone de process*, ce qui rend l'énergie de fracture (et la majorité des propriétés de rupture) observée à l'échelle macroscopique très dépendante du désordre microstructural présent dans le matériau.

Dans le premier chapitre, nous étudierons ces mécanismes de dissipation dans les verres d'oxyde, souvent considérés comme l'archétype du matériau fragile¹. Nous verrons que ceux-ci ne sont pas si simples : l'observation par microscopie à champ proche de la propagation lente d'une fissure révèle en effet que celle-ci ne procède pas simplement par rupture successive des liaisons chimiques, mais implique la nucléation et la croissance de nano-fissures en avant du front principal.

L'inconvénient majeur présenté par l'approche expérimentale développée dans ce chapitre est de ne permettre de sonder que la surface du verre. La *fractographie*, i.e. l'étude de la morphologie des faciès obtenus après rupture est un moyen d'obtenir des informations sur ce qui s'est passé au cœur du matériau pendant sa rupture. Comme nous le verrons dans le chapitre 2, la morphologie des surfaces de fracture présente des propriétés d'invariance d'échelle anisotropes bien particulières, analogues à celles observées dans de nombreux problèmes de croissance d'interfaces rugueuses. Ces propriétés d'échelle se caractérisent notamment par la mesure de deux exposants dont les valeurs sont remarquablement peu dépendantes des matériaux considérés et de la manière dont ils ont été cassés. Les gammes d'échelle sur lesquelles ces lois d'échelle sont observées, en revanche, sont non-universelles et contiennent certaines informations sur l'étendue de la zone de process se développant en pointe de fissure.

La forme prise par ces lois d'échelle suggère que certaines descriptions stochastiques proposées par le passé pourraient s'appliquer et décrire la propagation (lente) d'une fissure dans un matériau désordonné. Ces descriptions sont présentées dans le chapitre 3. Elles permettent de reproduire les propriétés d'échelle observées sur les surfaces de rupture à grande échelle. Elles permettent aussi de décrire l'intermittence spatio-temporelle observées dans de nombreuses situations.

Les trois premiers chapitres de ce mémoire sont plutôt à rattacher à la thématique *rupture lente*. En particulier, les descriptions présentées dans le chapitre 3 sont dérivées dans le cadre *élastostatique* et cessent d'être valides lorsque la vitesse de fissuration ne peut plus être négligée devant *la vitesse de Rayleigh* (vitesse du son se propageant le long d'une surface) qui fixe la vitesse limite de fissuration d'un matériau en tension : elles ne prennent pas en compte les transferts dynamiques de contrainte sous forme d'ondes acoustiques émis lorsque la fissure en propagation interagit avec la microstructure. Ces transferts sont étudiés dans le chapitre 4, au travers d'expériences de rupture dynamique menées dans le verre à vitre, qui visent à caractériser la réponse d'une fissure à une perturbation localisée introduite pendant la propagation au moyen d'un pulse ultrasonore.

Finalement, dans le chapitre cinq, nous nous attachons à mieux comprendre les mécanismes qui sélectionnent la valeur de l'énergie de fracture et de la vitesse de fissuration lors de la rupture rapide d'un matériau fragile modèle, le PMMA. Nous verrons notamment que la présence de micro-endommagement au-delà d'une certaine vitesse seuil de fissuration rend caduque l'utilisation des arguments énergétiques proposés par la MLER pour estimer la vitesse vraie, locale, de propagation des fronts.

Chacun des cinq chapitres qui suivent possède une petite introduction et une brève conclusion. Ils seront suivis par une section "Projets et perspectives" qui précise la tournure que je souhaite faire prendre

1. Du point de vue de la mécanique des milieux continus, le verre de silice est le matériau le plus simple qui soit : sous sollicitation, il répond de manière parfaitement élastique, homogène et isotrope... jusqu'au point de rupture.

à mes recherches dans un avenir proche. J'ai aussi choisi de joindre en annexe, outre le curriculum vitae détaillé traditionnellement attendu dans ce type de mémoire, quelques publications qui ne traitent *pas* de rupture – il s'agit ainsi d'illustrer mes contributions sur les thématiques granulaires et nanosciences qui ne sont pas abordées dans les cinq chapitres principaux du mémoire.

Je voudrai clore ce préambule en remerciant l'ensemble des personnes avec qui j'ai eu la chance de collaborer ces dernières années et sans lesquelles le travail qui va être présenté ci-après n'aurait pas vu le jour. Les principaux collaborateurs associés à chacune des études seront indiqués dans l'introduction des différents chapitres. Je voudrai tout particulièrement remercier Laurent Ponson et Claudia Guerra pour le travail de thèse remarquable qu'ils ont réalisé, Fabrice Célarié et Julien Scheibert qui ont contribué de manière majeure à l'ensemble des études sur la rupture dynamique lors de leur séjour postdoctoral dans le groupe, et Jonathan Barés et Lamine Hattali qui prennent si brillamment la suite. Merci à vous six pour tout ce que vous avez – et continuez – d'apporter. La fin de cet avant-propos est aussi pour moi l'occasion de remercier Thierry Bernard, qui a réalisé avec l'efficacité et l'inventivité qui sont les siennes l'ensemble des dispositifs expérimentaux du groupe, Cindy Rountree, qui partage le groupe avec moi, et Davy Dalmas, avec lequel une collaboration longue et fructueuse s'est établie ces quatre dernières années. Merci à vous trois : le travail présenté ci-après vous dois beaucoup.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Luc Barbier, Sergio Ciliberto, Alex Hansen, Jean-Baptiste Leblond, Anaël Lemaitre, Stéphane Roux et Jérôme Weiss pour le plaisir et l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de faire partie de mon jury d'habilitation. Sergio Ciliberto, Alex Hansen et Jérôme Weiss ont en outre accepté d'être rapporteur. Au-delà de sa participation à ce jury, Luc Barbier contribue énormément à défendre et promouvoir les activités mécanique et physique statistique du groupe au sein de l'institut et du CEA (et cela malgré leur positionnement dans un service de consonance plus physico-chimique et nanoscience). Mon travail lui doit beaucoup.

Enfin, je voudrai remercier mes deux mentors – je dois à François Daviaud ce que je sais sur la manière de monter une expérience modèle, et à K. Ravi-Chandar ce que je sais sur la rupture des matériaux.

AVANT-PROPOS

Chapitre 1

Rupture d'un verre observée à l'échelle de sa microstructure

Les verres d'oxyde sont souvent considérés comme les archétypes du matériau fragile [1] : ils possèdent une structure homogène et isotrope dès qu'on observe celle-ci à des échelles plus grandes que $\sim 1 \text{ nm}^3$, et cassent presque² tout le temps avant qu'on puisse détecter la moindre signature de déformation plastique. On pourrait donc s'attendre à ce que l'énergie de fracture puisse être identifiée avec l'énergie de surface du matériau qui encode l'énergie dissipée dans la rupture des liaisons chimiques pendant la progression des fissures [5]. Or il n'en est rien : si la MLER décrit relativement bien la propagation des fissures dans le verre, les mesures d'énergie de fracture reportées dans la littérature³ se situent autour de $\sim 10 \text{ J/m}^2$, soit dix fois plus élevées que l'énergie de surface ($\sim 0.3 \text{ J/m}^2$ see e.g. [6]). Cet écart suggère l'activation de sources de dissipation additionnelles en dehors de la seule rupture des liaisons chimiques pendant la rupture du verre.

C'est dans ce contexte que j'ai réalisé les expériences qui vont être décrites dans ce chapitre, tout d'abord avec Fabrice Célerié et Christian Marlière au cours de mon séjour postdoctoral au *Laboratoire des Verres* (LDV) de l'*université de Montpellier*, puis au *Service de Physique et Chimie des Surfaces et Interfaces* (SPCSI) du CEA Saclay avec Elisabeth Bouchaud, Davy Dalmas, Claude Guillot, Silke Prades et Cindy Rountree. Ces expériences ont consisté à suivre à l'échelle du nanomètre, avec un microscope à force atomique (AFM), la pointe d'une fissure au cours de sa propagation dans un verre en corrosion sous contrainte.

Ces expériences nous ont permis de mettre en évidence l'existence de nano-fissures en avant du front de fissure (section 1.2) qui, d'après nous, trouvent leur origine dans la nature désordonnée de la structure du verre (section 1.3). Bien qu'observé à l'échelle nanométrique, cet endommagement a certaines conséquences macroscopiques. Nous verrons en particulier, dans la section 1.4, que c'est le taux de nucléation et la taille à coalescence de ces nano-cavités qui fixent la vitesse moyenne de fissuration dans le régime de corrosion ultra-lent du verre.

2. Des déformations plastiques, à savoir une densification significative du matériau sur des échelles micrométriques, sont parfois observées dans certaines expériences d'indentation dans le verre[2, 3, 4].

3. Cette valeur se déduit simplement de la connaissance de la ténacité ($K_c \simeq 1 \text{ MPa.m}^{1/2}$) et du module d'Young ($E \simeq 70 \text{ GPa}$) du verre, en utilisant l'équation 3.3 du chapitre 3.

1.1 Dispositif expérimental

Différents verres d'oxyde ont été étudiés : vitrocéramiques d'aluminosilicate partiellement dévitrifiées [7, 8, 9] et verres de silice [10, 11, 12]. Le dispositif expérimental qui a été utilisé est schématisé sur la figure 1.1 : les éprouvettes sont des parallélépipèdes percés d'un trou cylindrique en leur milieu (éprouvettes de type DCDC : " double cleavage drilled compression" pour lesquelles aucune entaille préalable n'est nécessaire). Nous plaçons ensuite une de ces éprouvettes entre les mâchoires d'une machine de compression, et lui appliquons graduellement une charge F croissante. Lorsque cette charge atteint une certaine valeur, typiquement comprise entre 1500 et 2000 N, deux fissures symétriques émergent du trou.

La force d'ouverture s'appliquant sur ces deux fissures est caractérisée par le facteur d'intensité des contraintes K_I ⁴, proportionnel à la charge appliquée, avec un facteur de proportionnalité dépendant uniquement de la géométrie de l'éprouvette et de la longueur c des fissures. Ce facteur est déterminé à l'aide de simulation par éléments finis [12]. En première approximation, K_I est donnée [13] :

$$K_I = \frac{F}{w^2} \frac{\sqrt{\pi a}}{2w/a + (0.470w/a - 0.259)c/a}, \quad (1.1)$$

où $w = 5$ mm est l'épaisseur de l'éprouvette et $a = 0.5$ mm le rayon du trou percé au centre. Quand la longueur de fissure augmente, K_I diminue. Si l'on se trouvait sous ultravide, on s'attendrait donc à ce que les fissures cessent de grandir quand K_I devient égal à la ténacité K_c du verre. Mais dans notre atmosphère humide, l'action corrosive de l'eau sur le verre engendre une propagation lente, sous critique, de la fissure. La vitesse de fissuration dépend alors de K_I , mais aussi du taux d'humidité et de la température. En faisant varier ces paramètres, nous sommes en mesure d'obtenir des vitesses de fissuration suffisamment lentes (comprises entre 10^{-12} m/s et 10^{-9} m/s) pour que la propagation puisse être suivie en temps réel par AFM.

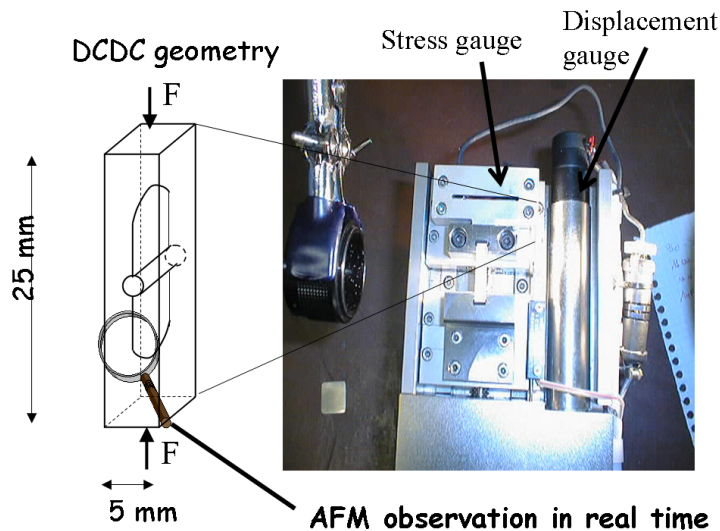


FIGURE 1.1 – Dispositif expérimental utilisé pour faire se propager une fissure à très basse vitesse dans un verre en corrosion sous contrainte.

4. Une description plus précise de ce paramètre est donnée dans la section 3.1.

1.2 Nano-endommagement en pointe de fissure

La propagation de la fissure présente deux aspects très différents suivant l'échelle à laquelle on l'étudie. Si l'on regarde notre échantillon au microscope optique, on a une fissure bien droite, bien continue, qui se propage lentement et de manière régulière à la surface. Les observations réalisées à l'échelle du nanomètre par AFM révèlent un tout autre mécanisme. Elles sont résumées sur les figures 1.2 (observations réalisées sur un verre aluminosilicate à l'université de Montpellier) et 1.3 (observations réalisées sur un verre de silice au CEA Saclay). Contrairement à ce qui était classiquement admis, le front de fissure ne se propage pas de manière régulière et continue. En fait, on voit sur ces deux figures la présence de cavités à quelques dizaines de nanomètres en avant du front de fissure. Ces cavités grandissent, puis rejoignent la fissure principale pour coalescer avec elle.

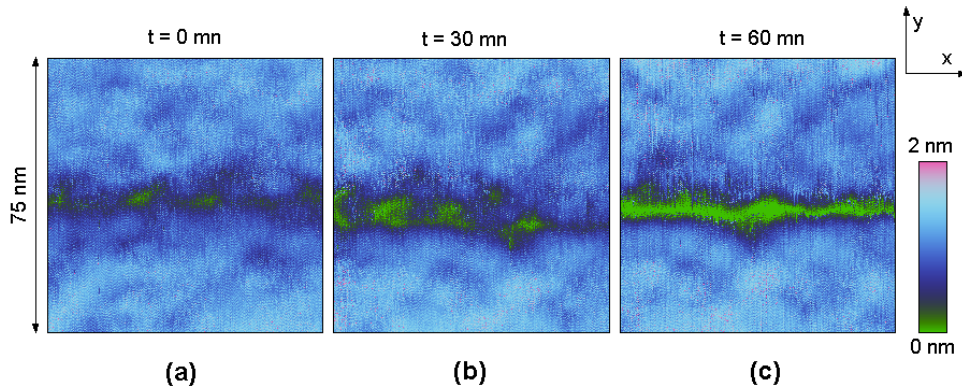


FIGURE 1.2 – Séquences de trois images AFM successives montrant le voisinage de la pointe d'une fissure se propageant à la surface d'un verre aluminosilicate. La fissure se propage de droite à gauche à une vitesse moyenne de $v \simeq 10^{-10}$ m/s. ((a) : mise en évidence de cavités d'endommagement en avant du front de fissure. (b) : croissance de ces cavités. (c) : la fissure progresse par coalescence de ces cavités (tiré de [7]).

Ces cavités sont en fait très semblables à celles observées à des échelles mille fois supérieures lors de la rupture ductile des alliages métalliques (cf. e.g. [14]). Cela nous a conduit, dans un premier temps, à penser qu'elles étaient la signature d'un mode de rupture nano-ductile du verre. Les expériences réalisées par J. P. Guin and S. Wiederhorn [15] nous ont amenés à revoir cette interprétation : dans un scénario de fissuration ductile, ce sont les déformations plastiques *irréversibles* qui sont responsables de la croissance des cavités. Celles-ci devraient donc laisser des empreintes visibles sur les faciès de rupture. Or, J. P. Guin and S. Wiederhorn [15] ont montré que les deux faciès de rupture, obtenus après rupture complète du spécimen, s'emboîtaient parfaitement, à 0.5nm près, i.e. à des échelles bien plus petites que la largeur typique des cavités, de l'ordre d'une dizaine de nanomètres, mesurée lors de la propagation de la fissure, sur les images 1.2 et 1.3.

Pour comprendre l'origine de cette contradiction apparente, nous avons suivi la procédure suivante : nous avons déterminé les lignes de fracture à la surface de nos spécimens une fois que la fissure avait traversé la zone d'observation (lignes blanches sur la Figure 1.3f), puis reconstruit virtuellement le matériau intact en plaçant la ligne de droite - ligne R - à gauche de la ligne de gauche - ligne L -. En traduisant ensuite graduellement la ligne R vers la droite, on peut alors reproduire qualitativement la croissance de la fissure par nucléation, croissance et coalescence des cavités d'endommagement (Fig. 1.4). Cependant, les cavités ainsi reconstruites (Fig. 1.4b,c) sont plus fines que celles observées réellement ((Fig. 1.3b,c)). Cela peut être expliqué de la manière suivante : la largeur des cavités d'endommagement observée en temps réel est donnée non seulement par une composante irréversible, permanente, du déplacement en ouverture à la surface de l'échantillon, mais aussi par une composante réversible, élastique. Or, cette

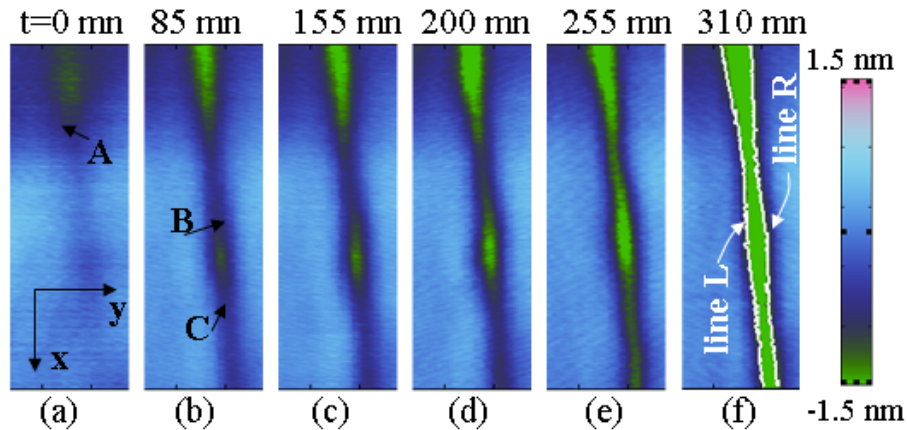


FIGURE 1.3 – Propagation lente d’une fissure à la surface d’un verre de silice en corrosion sous contrainte observée en temps réel, à l’échelle nanométrique, par AFM. La fissure se propage de haut en bas à une vitesse moyenne de 4×10^{-11} m/s. (a)→(b) : apparition d’une cavité en avant du front de fissure (point A sur l’image (a)). (b)→(e) : croissance de la cavité. Les points B et C correspondent aux fronts arrière et avant de cette cavité. (e)→(f) : coalescence de cette cavité avec la fissure. Celle-ci traverse l’ensemble de la zone observée (tiré de [10]).

composante disparaît une fois que la fissure a traversé la zone d’intérêt et que le champ de contrainte a relaxé. Il ne peut donc pas être pris en compte dans la reconstruction des images. Pour les mêmes raisons, les empreintes laissées par les cavités d’endommagement sur les faciès de rupture peuvent être beaucoup plus fines que ce qui pourrait être attendu à partir de l’observation de ces cavités en directe, lors de la propagation de la fissure. Le fait que J. P. Guin et S. Wiederhorn n’aient pas pu détecter ces empreintes suggèrent que la composante irréversible du déplacement d’ouverture en tête de fissure est faible devant la composante élastique. En d’autres termes, contrairement à ce que nous avons suggéré dans [7], ces cavités doivent plutôt être vues comme des nano-fissures, plutôt que comme des nano-cavités ductiles.

1.3 Origine des cavités d’endommagement

Ces nano-fissures ont été observées dans différents verres d’oxyde, ce qui suggère que leur existence ne dépend pas de la composition chimique du verre étudié. D’après nous, ces cavités d’endommagements trouvent leur origine dans la structure amorphe du verre. Celle-ci rend le verre homogène, certes, mais uniquement à grande échelle. À l’échelle de quelques dizaines d’atomes, ce matériau présente une structure désordonnée. Les simulations par Dynamique Moléculaire [16, 17] du verre de silice suggèrent en effet que chaque atome de silicium s’entoure de quatre atomes d’oxygène pour former des tétraèdres. Ces tétraèdres se connectent ensuite entre eux et s’organisent en anneaux de différentes tailles, composés de trois à huit tétraèdres. Cette structure en anneaux se traduit par des fluctuations de ténacité lorsqu’on regarde le verre à l’échelle de quelques nanomètres. Il existe en particulier des zones contenant une proportion plus importante de liaisons Si-O plus étirées, moins stables, qui peuvent se rompre avant les liaisons directement en pointe de fissure – Les simulations par dynamique moléculaire réalisées par Cindy Rountree et ses collaborateurs [17] montrent d’ailleurs que la rupture dynamique (vitesse de quelques centaines de mètres par secondes) d’un verre de silice procède par la croissance et la coalescence de petites cavités qui apparaissent justement dans ces zones "faibles". Dans le régime lent de rupture en corrosion sous contraintes, ces précurseurs concentrent les forces de tension, ce qui augmente rétroactivement le nombre de liaisons cassées et la taille des défauts, etc. Ils donnent ainsi naissance aux cavités d’endommagement

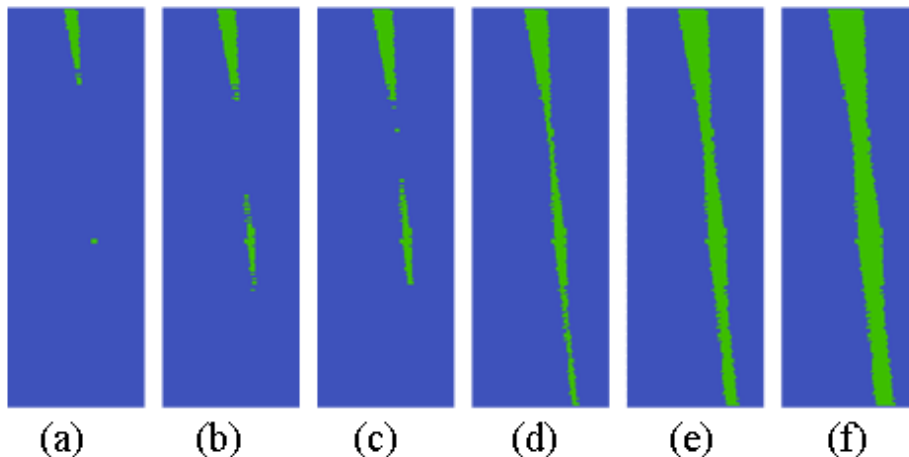


FIGURE 1.4 – Reconstruction de la propagation de la fissure à la surface de notre échantillon de silice (Figure 1.3) à partir des lignes de fracture déterminées une fois que le fissure a traversé la zone d’observation (lignes blanches sur la Figure 1.3f). Les images (a)→(f) sont les reconstructions obtenues pour les images (a)→(f) de la séquence 1.3.

observées par AFM.

Nous pouvons, dans ce scénario, comprendre la taille typique des nano-fissures de la manière suivante. Appelons ρ_0 la densité de sites faibles qui puissent donner naissance à des précurseurs de cavités d’endommagement, et δ_0 la distance typique entre deux de ces sites. Dans le régime de fracture dynamique, le niveau de contrainte dans la zone de process est suffisant pour activer n’importe lequel de ces sites et on s’attend à ce que la taille typique des cavités à coalescence soit de l’ordre de δ_0 . Dans le régime de corrosion sous contrainte en revanche, le niveau de contrainte n’est pas suffisant pour amener directement à la nucléation de nano-fissures et c’est alors l’action corrosive des molécules d’eau qui va activer certains de ces sites faibles. La probabilité ρ/ρ_0 – où ρ fait référence à la densité de sites effectivement activés – suit alors une loi d’Arrhénius : $\rho/\rho_0 \propto \exp(aG/kT)$ où a , G , k et T font respectivement référence à une aire d’activation typique, à l’énergie mécanique relâchée dans la zone de process, à la constante de Boltzmann et à la température. Et la vitesse de fissuration v varie aussi en $v \propto \exp(aG/kT)$ [18, 19] dans le régime ultra-lent de corrosion sous contrainte dominé par la cinétique de la réaction d’hydrolyse des liaisons Si-O étudié ici. On a donc $\rho/\rho_0 \propto v$. Or, la distance typique δ séparant deux sites effectivement activés, et *de facto* la taille des cavités à coalescence, varie comme $\delta \propto \rho^{1/3}$. On obtient finalement :

$$\delta/\delta_0 \propto v^{1/3} \quad (1.2)$$

Reste maintenant à estimer la constante de proportionnalité. Lorsqu’on veut décrire la corrosion sous contrainte des verres, on définit traditionnellement trois régimes de corrosion [18, 19, 1] : Le régime *I*, très basse vitesse, dominé par la cinétique de la réaction d’hydrolyse des liaisons Si-O sollicités en pointe de fissure, où la vitesse de fissuration varie comme $v \propto \exp(aG/kT)$ - C’est le régime dans lequel ont été réalisés les expériences présentées ici ; Le régime *II*, vitesse intermédiaire, dominé par la vitesse de transport des molécules d’eau vers la pointe de fissure, dans lequel la vitesse de fissuration v^* ne dépend plus du chargement appliqué, mais uniquement de la température ambiante et du degré d’humidité ; et le régime *III*, haute vitesse, où la vitesse de fissuration devient indépendante du degré d’humidité. Lorsque que v devient plus grand que v^* , on s’attend donc à ce que le niveau de contrainte à l’intérieur de la zone de process soit suffisante pour activer l’ensemble des sites faibles. L’équation 1 s’écrit donc :

$$\delta \approx \delta_0(v/v^*)^{1/3} \quad \text{pour } v \leq v^* \quad (1.3)$$

$$\delta \approx \delta_0 \quad \text{pour } v \geq v^* \quad (1.4)$$

Il apparait assez naturel de penser que δ_0 est de l'ordre du nanomètre, i.e. de l'ordre des échelles de fluctuations de la structure atomique du verre. Cette valeur est compatible avec les tailles de cavités d'endommagement observées dans les simulations par dynamique moléculaire de la rupture dynamique de la silice amorphe [17]. Par ailleurs, pour nos conditions expérimentales (humidité relative de 45%, température de 26°C), il est classiquement reporté dans la littérature des valeurs $v^* \approx 10^{-5}$ m/s. En injectant ces valeurs de δ_0 et v^* dans l'équation 2, on prédit alors $\delta \approx 45$ nm pour une vitesse de fissuration $v = 10^{-10}$ m/s, et $\delta \approx 100$ nm pour $v = 4 \times 10^{-11}$ m/s. Ces deux prédictions sont compatibles avec les observations expérimentales reportées ici, sur les figures 1.2 et 1.3.

1.4 Rôle de l'endommagement nanométrique sur la vitesse moyenne de rupture

Les observations précédentes montrent l'existence d'un mode de rupture par croissance et coalescence de nano-fissures dans le verre... à l'échelle du nanomètre. A priori, il n'est pas du tout évident que cet endommagement nanométrique ait une quelconque influence sur les propriétés mécaniques du verre à l'échelle optique. Et pourtant, tel est bien le cas ! A partir de la séquence d'images présentée sur la figure 1.3, nous avons étudié le mouvement du front de la fissure principale (point A de la figure 1.3) et des fronts avant et arrière de la cavité d'endommagement (point B et C de la figure 1.3). La position de ces différents fronts en fonction du temps est tracée sur la figure 1.5.

Il est alors possible, à partir de ces courbes, d'extraire les vitesses de ces fronts [10]. Les point B et C de la figure 1.3 s'éloignent l'un de l'autre avec une vitesse de l'ordre de 12 picomètres par seconde. Autrement dit, la cavité d'endommagement grandit uniformément à une vitesse de l'ordre de 12 picomètres par seconde. Le front de la fissure principale se propage quant à lui à une vitesse de l'ordre de 4 picomètres par seconde... à comparer avec la vitesse moyenne de 40 picomètres par seconde mesurée non pas à l'échelle nanométrique, mais à l'échelle optique. Autrement dit, la fissure avance de manière intermittente, par sauts successifs. Ces sauts coïncident avec les instants où une cavité coalesce avec le front de fissure principal. A chacun de ces sauts, qui interviennent au bout de quelques heures, la fissure s'agrandit d'un coup de toute la longueur de la cavité, c'est-à-dire d'une centaine de nanomètres.

Lorsqu'on regarde la fissure à l'œil nu, ou même à l'aide d'un microscope optique, ces sauts sont indiscernables. Ce que l'on voit n'est que la vitesse moyenne de ces brusques saccades. Cette vitesse moyenne n'est donc pas donnée par la vitesse typique de rupture des liaisons chimiques, comme il était classiquement admis, mais par la taille des nano-fissures à coalescence.

1.5 Conclusion

L'utilisation d'un AFM nous a permis de suivre en temps réel, à l'échelle du nanomètre, la propagation d'une fissure à la surface d'un verre de silice en corrosion sous contrainte. A ces échelles, le front de fissure avance par croissance et coalescence de cavités d'endommagement de taille nanométrique, et non pas de manière régulière et continue comme il était communément admis jusqu'à présent.

Nos expériences suggèrent par ailleurs que c'est la fréquence des événements de nucléation et la taille de ces cavités au moment de leur coalescence qui contrôlent la vitesse moyenne de fissuration. Comprendre plus précisément comment cette taille et cette fréquence dépendent de la structure du verre constitue

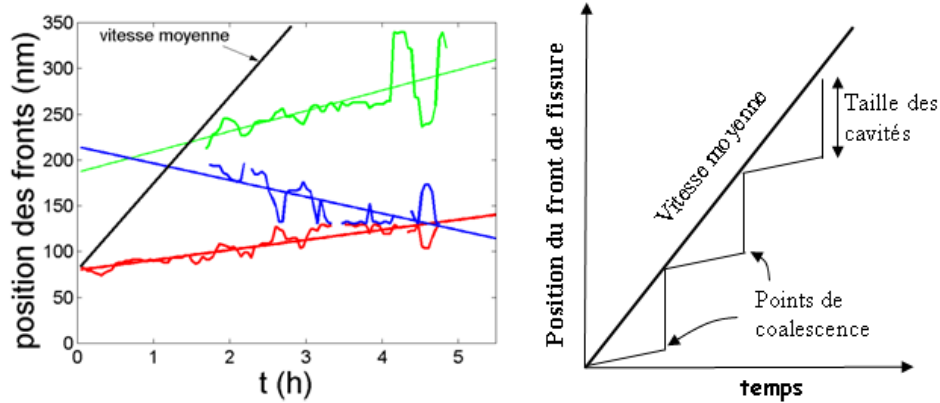


FIGURE 1.5 – Gauche : évolution du front de la fissure principale (en rouge), du front arrière de la cavité (en bleu) et du front avant de la cavité (en vert) représentés respectivement par les points A, B, et C sur la figure 1.3. Les lignes droites correspondent à des ajustements linéaires et permettent d’extraire les vitesses moyennes. La vitesse de croissance de la cavité est estimée à 12×10^{-12} m/s. La vitesse du front de la fissure mesurée à partir de ces images est estimée à 4×10^{-12} m/s... Tandis que la vitesse moyenne, prise sur plusieurs jours, mesurée à l’aide d’un microscope optique, est de l’ordre de 4×10^{-11} m/s. Droite : schéma illustrant la propagation intermittente du front de fissure.

maintenant un enjeu important. Cela pourrait permettre, dans l’avenir, d’obtenir des verres plus résistants à la corrosion sous contrainte, et dont la durée de vie serait accrue.

Les mêmes mécanismes de fissuration par croissance et coalescence de cavités ont été observés sur des simulations numériques de Dynamique Moléculaire de la fissuration rapide (vitesse de l’ordre du kilomètre par seconde) de silice amorphe [17]. Nous retrouverons aussi ce mécanisme dans le chapitre 5 décrivant des expériences étudiant la rupture dynamique des polymères fragiles. Nous discuterons alors plus avant les implications de cette microfissuration en avant du front de fissure principal. nous montrerons en particulier comment et pourquoi ce mécanisme interdit une description de type MLER de la propagation d’une fissure, qui moyennait simplement la dissipation d’énergie induit par ces nano-fissures.

CHAPITRE 1. RUPTURE D'UN VERRE OBSERVÉE À L'ÉCHELLE DE SA MICROSTRUCTURE

Chapitre 2

Morphologie des surfaces de rupture

Les expériences qui ont été décrites dans le chapitre précédent nous ont permis de mettre en évidence l'existence d'endommagement, à l'échelle du nanomètre, en avant de la pointe d'une fissure se propageant dans un verre d'oxyde en corrosion sous contrainte. Ces expériences ont été cependant, – et parfois à juste titre –, vivement critiquées [15, 20, 21, 22]. En particulier, toutes ces observations ne peuvent être réalisées qu'à *la surface* de l'échantillon et ne sont pas forcément très représentatives des mécanismes qui se déroulent au cœur du matériau.

La fractographie quantitative, i.e. l'étude morphologique des faciès obtenus après rupture, apparaît comme une voie prometteuse permettant de sonder expérimentalement ces mécanismes. L'idée n'est à vrai dire pas nouvelle – les ingénieurs ont développé au cours du siècle dernier, tout un ensemble de techniques permettant de déterminer *post-mortem* les causes responsables de la rupture d'une structure à partir des faciès (le livre de Dereck Hull [23] propose une bonne revue sur ce sujet). C'est en revanche plus récemment, – depuis la fin des années 80 et le travail précurseur de Benoit Mandelbrot [24] mettant en évidence certaines propriétés d'invariance d'échelle sur les rugosités –, que la communauté des physiciens a commencé à s'intéresser aux surfaces de rupture. Il fut en particulier suggéré au début des années 90 [25, 26], que les profils extraient de ces surfaces pouvaient être décrits comme des objets auto-affines, caractérisés par un exposant de rugosité $\zeta \simeq 0.8$ *universel*, i.e. indépendant, dans une large mesure du matériau considéré et du mode de rupture. Ces premières expériences furent suivies de nombreuses autres – la revue écrite par Elisabeth Bouchaud [27] synthétise la plupart de celles réalisées avant 1997. Les valeurs d'exposant reportées s'échelonnent entre 0.5 et 0.9 dans les alliages métalliques [24, 25, 28, 29], autour de 0.9 dans le graphite [26], proche de 0.75 dans la porcelaine [26], autour de 0.85 – 0.9 dans la bakelite [26], entre 0.5 et 0.8 dans les verres d'oxyde [30, 31], autour de 0.8 – 0.9 dans le bois [32] et dans la glace [33], autour de 0.45 – 0.5 dans les grès [34, 35, 36] et dans le basalte [35], de l'ordre de 0.7 – 0.8 dans le béton [37], autour de 0.4 – 0.5 dans différents frittés de billes de verre de porosité variable [38, 39], etc. Globalement, les expériences de fractographie réalisées de 1984 à 2006 ne permettent pas de dégager une idée claire et consensuelle sur l'universalité ou non de cet exposant ζ [28, 40].

C'est dans ce contexte que s'inscrit l'étude présentée dans ce chapitre. Celle-ci constitue le cœur de la thèse de Laurent Ponson, effectuée dans notre groupe en cotutelle avec Elisabeth Bouchaud (CEA Saclay, SPCSI), Harold Auradou (Université d'Orsay, Laboratoire FAST) et Jean-Pierre Hulin (Université d'Orsay, Laboratoire FAST), et, pour partie, en collaboration avec Luc Barbier (CEA Saclay, SPCSI) et Stéphane Morel (Université de Bordeaux, Laboratoire de Rhéologie du Bois). Au travers de mesures fractographiques réalisées dans différents matériaux cassés sous différentes conditions, nous avons entrepris de déterminer de quoi pouvaient dépendre les exposants de rugosité. Nous verrons dans un premier temps que ceux-ci varient avec la direction suivant laquelle ils sont mesurés (section 2.1) – Les propriétés statistiques bidimensionnelles des surfaces de fracture peuvent alors être complètement caractérisées par la donnée de deux exposants de rugosité, mesurés respectivement parallèlement et perpendiculairement

à la direction de propagation de la fissure, et de deux échelles de longueurs particulières associées, les topothésies (section 2.2). Nous verrons ensuite que la valeur de ces deux exposants diffère, suivant que les échelles d'observation sont plus petites ou plus grandes que la taille caractéristique de la zone de process (section 2.3).

2.1 Propriétés d'invariance d'échelle des profils de rupture

La figure 2.1 présente des topographies typiques de faciès obtenues après rupture de matériaux divers, cassés suivant différents modes (corrosion sous contrainte, rupture CT classique, clivage...). Les faciès ont été choisis suffisamment loin des bords et du point d'initiation de la fissure de manière à ce que la statistique des rugosités soit invariante sous translation suivant un vecteur du plan moyen de la surface. Ces topographies présentent des rugosités aléatoirement distribuées, sans anisotropie apparente. Il est néanmoins important de noter ici que les directions du plan de fissure ne joue pas le même rôle – dans toute la suite, nous adopterons le référentiel classiquement défini en mécanique de la rupture avec \vec{e}_x , \vec{e}_y et \vec{e}_z définis respectivement parallèlement à la direction moyenne de fissuration, perpendiculairement au plan moyen des faciès, et parallèlement à la direction moyenne du front.

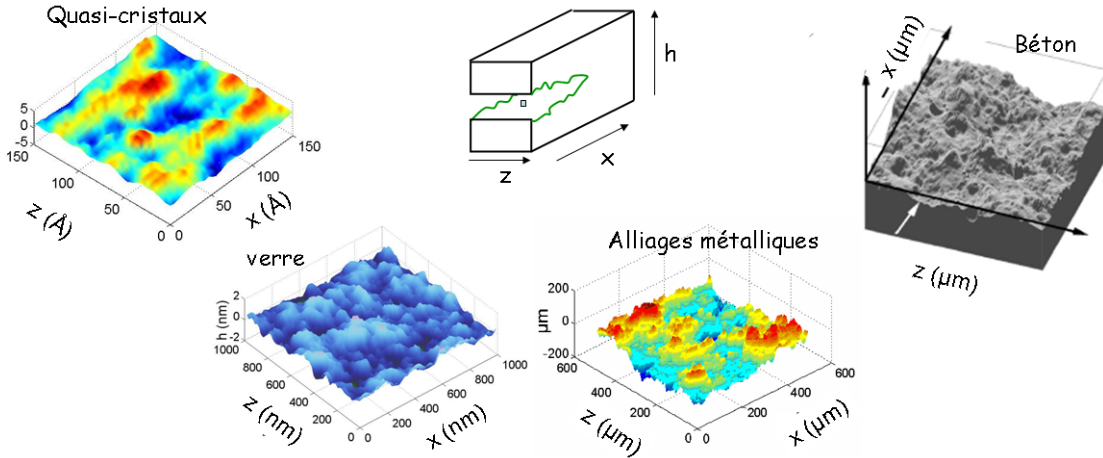


FIGURE 2.1 – Images topographiques des faciès de rupture dans différents matériaux : de gauche à droite, quasi-cristal clivé sous ultravide par Philippe Ebert à Julich [41], verre de silice cassé en corrosion sous contrainte dans notre groupe au SPCSI, alliage métallique cassé en fatigue par Elisabeth Bouchaud à l'ONERA [42] et béton cassé en flexion trois points par Stéphane Morel à l'université de Bordeaux [37]. Le schéma au milieu indique le référentiel, avec \vec{e}_z et \vec{e}_x définis respectivement parallèlement au front de fissure et à la propagation moyenne de la fissure (tiré de [43]).

Dans un premier temps, nous avons cherché à caractériser les propriétés d'invariance d'échelle présentées par des profils 1D, $h(z)$, pris perpendiculairement à la direction moyenne de propagation de la fissure. Un exemple d'un tel profil, obtenu dans le verre, est tracé sur la figure 2.2a. Il présente des rugosités de toutes tailles. Pour en caractériser la statistique, nous avons calculé la densité de probabilité $\pi(\delta h, \Delta z)$ de trouver une différence de hauteur δh entre deux points séparés par une distance Δz . Cette densité de probabilité est tracée sur la figure 2.2b. Elle s'écrit :

$$\pi(\delta h, \Delta z) = \frac{1}{\Delta z^\zeta} f(u = \frac{\delta h}{\Delta z^\zeta}) \quad (2.1)$$

2.1. PROPRIÉTÉS D'INVARIANCE D'ÉCHELLE DES PROFILS DE RUPTURE

avec une fonction f très proche d'une gaussienne, et $\zeta \simeq 0.75$ (Figure 2.2c). Cette forme indique un profil auto-affine, statistiquement invariant sous changement d'échelle anisotrope $\{\Delta z \rightarrow \lambda \Delta z, \delta h \rightarrow \lambda^\zeta \delta h\}$. Les mêmes résultats, et la même valeur $\zeta \simeq 0.8$, ont été obtenus en répétant l'analyse sur les profils $h(z)$ extraits des autres faciès dont nous disposons.

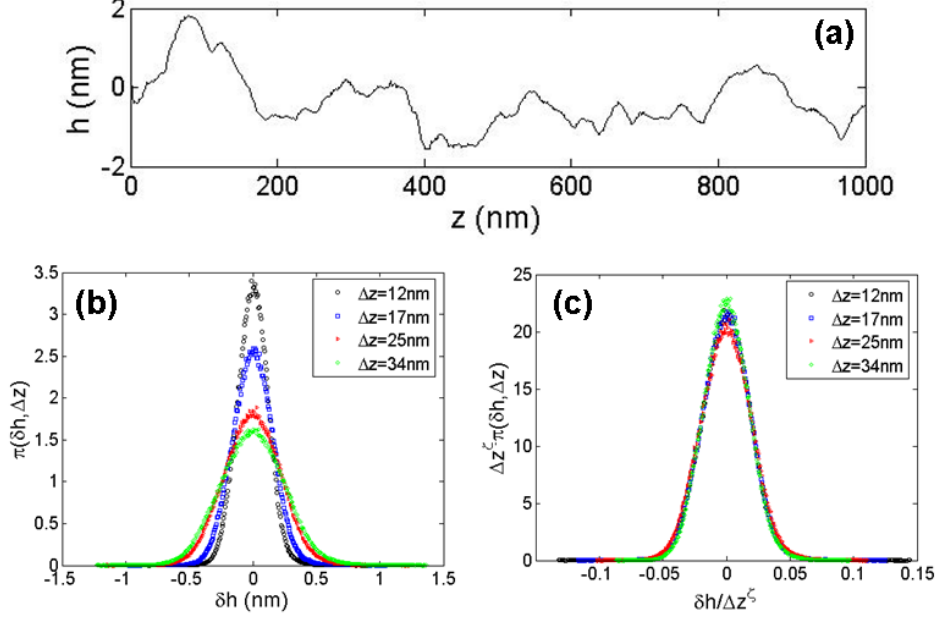


FIGURE 2.2 – (a) Exemple de profil $h(z)$ extrait du faciès de rupture obtenue dans un verre de silice et présenté sur la figure 2.1. (b) Densité de probabilité $\pi(\delta h, \Delta z)$ de trouver une différence de hauteur δh entre deux points séparés par une distance Δz , tracée en fonction de δh pour différentes valeurs de Δz . (c) Superposition des courbes obtenues en renormalisant les axes en $\delta h / \Delta z^\zeta$ et $\Delta z^\zeta \pi(\delta h, \Delta z)$ avec $\zeta = 0.75$ (tiré de [43]).

Nous nous sommes ensuite intéressés à la variation de cet exposant ζ avec l'angle θ entre la direction \vec{e}_r des profils considérés et la direction \vec{e}_z du front moyen de fissure. Notons que l'estimation propre de la densité de probabilité $\pi(\delta h, \Delta r)$ nécessite une statistique importante et ne peut pas toujours être mise en œuvre. Nous nous sommes donc restreints au second moment de cette distribution et avons calculé la fonction de corrélation des hauteurs :

$$\Delta h(\Delta r, \theta) = \langle [h(\vec{r}_0 + \Delta r \vec{e}_r) - h(\vec{r}_0)]^2 \rangle_{\vec{r}_0}^{1/2} \quad (2.2)$$

où l'opérateur $\langle \rangle_{\vec{r}_0}$ signifie moyenne sur toutes les positions \vec{r}_0 . Un comportement auto-affine se traduit alors par une variation en loi de puissance avec un exposant donné par l'exposant de rugosité⁵. Nous avons ainsi estimé les variations de l'exposant de rugosité effectif ζ en fonction de l'angle θ . Cet exposant n'est pas constant, contrairement à ce qui était admis jusqu'alors, mais présente une certaine anisotropie, avec un maximum $\zeta_\perp = \zeta(\theta = 0^\circ) \simeq 0.75$ pour des profils parallèles au front de fissure, et un minimum $\zeta_\parallel = \zeta(\theta = 90^\circ) \simeq 0.6$ pour des profils parallèles à la direction de propagation (Figure 2.3). L'existence et la position de ces optima en θ ainsi que la valeur des exposants en ces optima ne dépend ni de la nature du matériau, ni du mode de rupture [45, 46]. Notons que l'existence de cette anisotropie 'universelle'

5. Il est cependant important de noter qu'une variation en loi de puissance ne traduit pas forcément un comportement auto-affine (cf. [44] pour illustration).

permet de déterminer *post-mortem* une cartographie des directions locales de propagation des fissures, ce qui peut avoir des applications intéressantes pour des expertises [47].

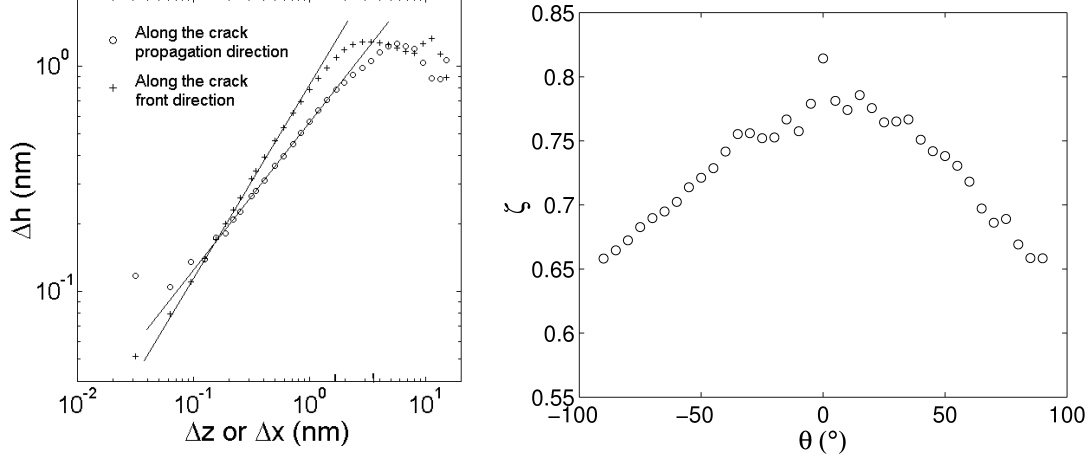


FIGURE 2.3 – (a) Fonction de corrélation Δh mesurée parallèlement et perpendiculairement à la direction de propagation. Les axes sont logarithmiques. les lignes pointillées correspondent à des ajustement en loi de puissance d'exposants ζ_{\parallel} et ζ_{\perp} . (b) Variation de l'exposant de rugosité avec l'angle θ entre la direction du profil analysé et l'axe \vec{e}_z . Ces données ont été obtenues sur le faciès de quasi-cristal présenté figure 2.1 (tiré de [48]).

2.2 Propriétés d'échelle des surfaces de fracture

L'anisotropie d'échelle mise en évidence précédemment sur les profils de rupture suggère de calculer la fonction de corrélation des hauteurs 2D pour caractériser les rugosités des surfaces de rupture. Cette fonction est définie par :

$$\Delta h(\Delta z, \Delta x) = \langle (h(z + \Delta z, x + \Delta x) - h(z, x))^2 \rangle_{z,x} \quad (2.3)$$

Elle encode les propriétés d'échelle des rugosités des surfaces suivant toutes les directions. Nous avons donc calculé cette fonction de corrélation 2D sur les surfaces de rupture obtenues en cassant différents matériaux (verres d'oxyde, alliage métallique, béton, bois, quasi-cristaux) à différentes vitesses (de 10^{-12} m/s à 10^2 m/s) suivant différents modes (corrosion sous contrainte, rupture CT classique, clivage...). Dans tous ces cas, $\Delta h(\Delta z, \Delta x)$ suit une loi de type Family-Viseck qui s'écrit [45, 48, 46] :

$$\begin{aligned} \Delta h(\Delta z, \Delta x) &\propto \Delta x^{\zeta_{\parallel}} f(\Delta z / \Delta x^{\zeta_{\parallel} / \zeta_{\perp}}) \\ \text{où } f(u) &\propto \begin{cases} 1 & \text{if } u \ll c \\ u^{\zeta_{\perp}} & \text{if } u \gg c \end{cases} \end{aligned} \quad (2.4)$$

Deux exemples sont présentés sur la figure 2.4. Ces lois de Family-Viseck sont très souvent observées dans les problèmes de croissance d'interfaces [49]. Dans ce contexte et en considérant que l'axe x est analogue à un temps, l'exposant ζ_{\parallel} peut s'identifier à un exposant de croissance, et le rapport $\zeta_{\perp} / \zeta_{\parallel}$ à un exposant dynamique. La valeur de ces exposants a été déterminée sur chacune des surfaces étudiées. Dans tous les cas, nous obtenons $\zeta_{\perp} \simeq 0.75$, $\zeta_{\parallel} \simeq 0.6$ et $\zeta_{\perp} / \zeta_{\parallel} \simeq 1.2$, indépendamment du matériau considéré,

de la vitesse de fissuration et du mode de rupture [45, 46]. Il apparaît alors naturel de les conjecturer universels.

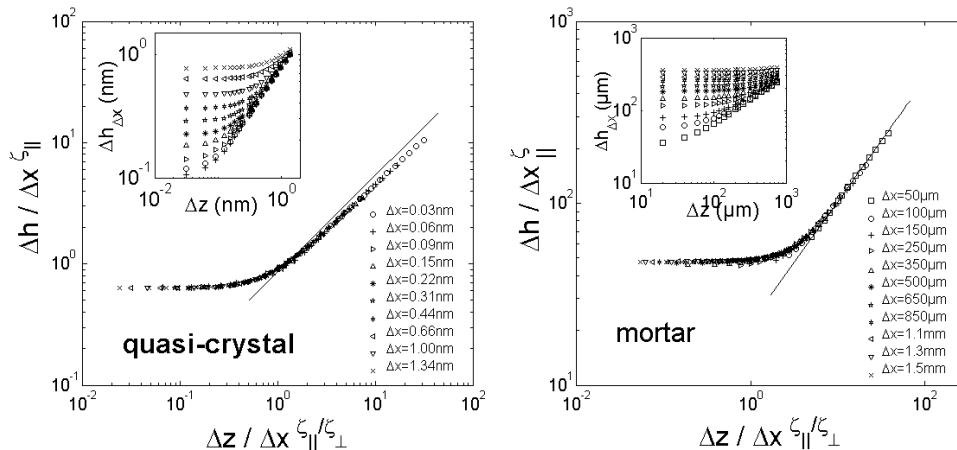


FIGURE 2.4 – Fonction de corrélation des hauteurs Δh en fonction de Δz pour différentes valeurs de Δx dans le cas des quasi-cristaux (tiré de [48]) et des bétons (tiré de [46]). L’insert montre les courbes brutes. Le recouvrement des courbes présenté dans le graphe principal a été obtenu en utilisant l’équation 2.4 avec $\zeta_{\perp} = 0.75$ and $\zeta_{\parallel} = 0.6$ (tiré de [50]).

Si les lois d’échelles observées sur les faciès de rupture semblent universelles, les échelles de longueur mises en jeu apparaissent très différentes d’un matériau à l’autre : les rugosités s’échelonnent depuis des échelles nanométriques dans les quasi-cristaux et les verres de silice, à des échelles de quelques centimètres dans les bétons. Nous pouvons néanmoins comparer quantitativement la fonction de corrélation des hauteurs des différentes surfaces en adimensionnant les distances Δx et Δz par les topothesies ℓ_x et ℓ_z qui définissent les échelles pour lesquelles l’incrément hors-plan est égal à celui dans le plan : $\Delta h(\Delta z = 0, \Delta x = \ell_x) = \ell_x$ et $\Delta h(\Delta z = \ell_z, \Delta x = 0) = \ell_z$. L’équation 2.4 s’écrit alors [48] :

$$\Delta h(\Delta z, \Delta x) = \ell_x (\Delta x / \ell_x)^{\zeta_{\parallel}} g \left(u = \frac{\ell_z}{\ell_x} \frac{\Delta z / \ell_z}{(\Delta x / \ell_x)^{\zeta_{\parallel} / \zeta_{\perp}}} \right) \quad (2.5)$$

avec $g(u) = \begin{cases} 1 & \text{if } u \ll 1 \\ u^{\zeta_{\perp}} & \text{if } u \gg 1 \end{cases}$

Et la fonction g apparaît alors universelle (cf. figure 2.5), i.e. indépendante du matériau considéré, de la vitesse de fissuration et du mode de rupture [48].

2.3 Sur les échelles pertinentes

Un certain nombre d’observations fractographiques reportées dans la littérature restent néanmoins incompatibles avec les résultats présentés dans la section précédente : des analyses réalisées sur des faciès de rupture dans le grès [34, 35, 36], dans des roches artificielles [51] et dans différents frittés de billes de verre [38] amènent en effet à des exposants de rugosité bien plus petits, autour de 0.4 – 0.5 (même en regardant des profils perpendiculaires à la direction de propagation de la fissure!). Plus précisément, une étude réalisée dans notre groupe [50] sur ces frittés de billes de verre (taille des billes et porosité variables)

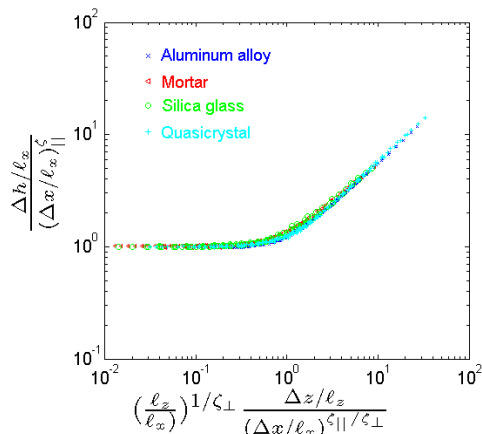


FIGURE 2.5 – Fonction d'échelle $g(u)$ adimensionnée intervenant dans l'équation 2.5 et mesurée pour différents matériaux, quasi-cristal, verre, alliage métallique et béton (tiré de [48]).

révèle que, si la fonction de corrélation des hauteurs $\Delta h(\Delta z, \Delta x)$ suit bien la mise à l'échelle Family-Viseck décrite par l'équation 2.4 tout comme dans les matériaux étudiés dans la section précédente, les valeurs des exposants sont différents : $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.4, \zeta_{\parallel} \simeq 0.5\}$. Et la valeur de ces exposants est indépendante de la porosité des frittés étudiés et de la taille des billes les constituant. Cela suggère l'existence d'une deuxième classe d'universalité.

Pour tenter de comprendre l'origine de ces deux jeux distincts d'exposants, nous nous sommes intéressés aux échelles de longueur sur lesquelles l'un ou l'autre des régimes pouvait être observé. Il apparaît alors que toutes les analyses compatibles avec un jeu d'exposants $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.8, \zeta_{\parallel} \simeq 0.6\}$ ont été menées sur des rugosités observées *aux petites échelles*, en dessous d'une certaine échelle typique ξ propre au matériau considéré et indépendante de la taille du système (e.g. quelques nanomètres dans les quasicristaux [48], quelques dizaines de nanomètres dans les verres d'oxyde [30, 50, 52], quelques centaines de microns dans les alliages métalliques [30, 29], quelques millimètres dans le bois [32, 45], quelques centimètres dans le béton [37, 53], etc). En revanche, les expériences compatibles avec $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.4, \zeta_{\parallel} \simeq 0.5\}$ ont été réalisées *aux grandes échelles*, sur des échelles plus grandes que celle définissant la microstructure du matériau. Dans ces cas-là, le régime d'invariance d'échelle est observé jusqu'à un certaine longueur fixée par la taille du spécimen [36].

Cela nous a amené à suggérer [50] que la longueur qui sépare les régimes d'échelle $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.75, \zeta_{\parallel} \simeq 0.6\}$ et $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.4, \zeta_{\parallel} \simeq 0.5\}$ était fixée par la taille typique de la zone de process. Cette conjecture semble vérifiée expérimentalement dans les verres d'oxyde [50], les quasicristaux [48] et les bétons [53]. Des études préliminaires suggèrent par ailleurs qu'elle est aussi vraie dans les alliages métalliques : nous avons mesuré la longueur de coupure ξ du régime d'échelle caractérisé par $\zeta_{\perp} \simeq 0.8$ sur les faciès d'échantillons CT en acier 308 cassés au *Laboratoire d'Intégrité des Structure et de Normalisation* (LISN) du CEA-Saclay à des températures s'échelonnant entre 20°K et 148°K, ce qui permet de faire varier la taille de la zone de process entre 20 μm et 1 mm. Et dans tous ces tests, ξ varie linéairement avec la taille de la zone de process. Citons pour finir l'étude récente réalisée par Davy Dalmas et ses collaborateurs [52] sur les verres démixés : en appliquant différents traitements thermiques, ces auteurs ont fait varier la longueur de corrélation caractérisant le désordre microstructural (i.e. la taille des domaines démixés) sur une plage de 20 à 100 nm, et ainsi pu montrer que celle-ci fixe la longueur de coupure du régime auto-affine $\zeta_{\perp} \simeq 0.8$.

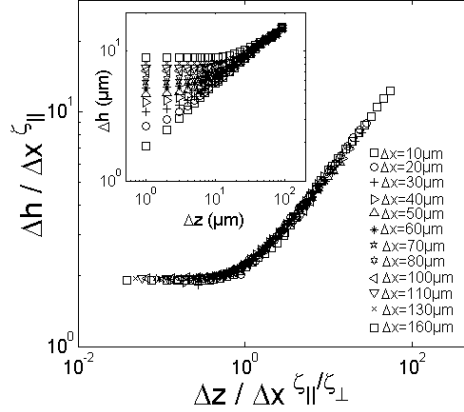


FIGURE 2.6 – Fonction de corrélation des hauteurs Δh en fonction de Δz pour différentes valeurs de Δx dans le cas d’un fritté de billes de verre. l’insert montre les courbes brutes. Le recouvrement des courbes présenté dans le graphe principal a été obtenu en utilisant l’équation 2.4 avec $\zeta_{\perp} = 0.4$ et $\zeta_{\parallel} = 0.5$ (Tiré de [50]).

2.4 Conclusion

Les observations fractographiques présentées dans ce chapitre peuvent se résumer de la manière suivante :

- (i) Les profils topographiques (1D) extraits des surfaces de fracture présentent des propriétés auto-affines ;
- (ii) Les surfaces de rupture sont anisotropes : l’exposant de rugosité ζ mesuré sur un profil dépend de l’angle entre ce profil et la direction moyenne de fissuration ;
- (iii) Les propriétés statistiques 2D des faciès de rupture sont entièrement caractérisées par la donnée de deux exposants de rugosité ζ_{\parallel} et ζ_{\perp} et des topothesies associées, mesurés respectivement parallèlement et perpendiculairement à la direction de propagation de la fissure. La fonction de corrélation des hauteurs 2D suit une loi de type Family-Viscek ;
- (iv) Si les topothesies dépendent du matériau considéré (et dans une moindre mesure du mode de rupture et/ou de la vitesse de fissuration), les exposants ζ_{\parallel} et ζ_{\perp} semblent universels ;
- (v) La valeur des exposants dépend en revanche de l’échelle d’observation : $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.8, \zeta_{\parallel} = 0.6\}$ aux petites échelles et $\{\zeta_{\perp} \simeq 0.4, \zeta_{\parallel} = 0.5\}$ aux grandes échelles. La longueur ξ de passage d’un régime à l’autre semble être fixée par la zone de process (ou la longueur de corrélation du désordre microstructural si celle-ci est plus grande que la zone de process).

L’analyse statistique des rugosités présentées par les faciès permet donc d’avoir accès à certaines informations sur les mécanismes microstructuraux responsables de la rupture de la pièce considérée. Il est notamment possible, à partir de la mesure de la longueur ξ , d’estimer la taille de la zone de process en pointe de fissure. A partir de la mesure des variations angulaires de l’exposant ζ , il est aussi possible de reconstruire *post-mortem* les directions suivies par les fissures, ce qui peut avoir des applications intéressantes pour expertiser l’endommagement ou la rupture brutale d’une structure.

Reproduire ces propriétés d’invariance d’échelle constitue un passage obligé pour toute théorie de la fracture visant à prendre en compte le désordre structural du matériau. De nombreuses études numériques [54, 55, 56, 57, 58] et théoriques [59, 60, 61, 62] ont été développées dans ce contexte par le passé. Nous verrons dans le chapitre que la prise en compte du désordre microstructural des matériaux au travers d’un terme stochastique dans la MLER permet de reproduire quantitativement les propriétés d’invariance

CHAPITRE 2. MORPHOLOGIE DES SURFACES DE RUPTURE

d'échelle observées dans les matériaux fragiles aux grandes échelles.

Chapitre 3

Modèle stochastique de fissuration des matériaux fragiles désordonnés

Les expériences fractographiques reportées dans le chapitre précédent suggèrent que la morphologie des faciès de rupture dans les matériaux désordonnés fragiles présente certaines propriétés d'invariance d'échelles anisotropes. Ces propriétés semblent par ailleurs universelles et ne pas dépendre de la microstructure du matériau, ou de la manière dont celui-ci est sollicité. Les reproduire constitue donc un test sévère pour toute théorie prétendant décrire la rupture des matériaux fragiles désordonnés.

C'est dans ce cadre que s'inscrit le travail présenté dans ce chapitre. A la fin des années 80, Gao et Rice [63] proposèrent une série d'outils dérivés de la MLER pour décrire la propagation d'un front de fissure dans un matériau élastique en présence d'obstacles. Ces travaux furent repris et étendus par Schmittbuhl *et al.* [64] pour essayer de prédire la rugosité d'une fissure se propageant dans une géométrie 2D (fissure se propageant le long d'un plan fixe). Ils furent ensuite étendus par Larralde et Ball [65], puis par Ramanathan *et al.* [61] au cas 3D. Malheureusement, ces approches ne semblaient pas permettre de reproduire les observations expérimentales reportées à l'époque, *i.e.* des faciès de rupture auto-affines caractérisés par un exposant de rugosité ζ proche de 0.8.

Or, les expériences décrites dans le chapitre précédent montrent que cette valeur $\zeta \simeq 0.8$ n'est réellement observée qu'à des échelles plus petites que la zone de process et par conséquent en dehors de la plage de validité de ces modèles. Ces derniers permettent en revanche, comme nous le présenterons dans la section 3.2, de reproduire les propriétés d'invariance d'échelle observées aux grandes échelles (cf. section 2.3 du chapitre précédent). Nous verrons aussi, dans la section 3.3, qu'ils rendent compte aussi de la dynamique intermittente accompagnant la rupture lente d'un matériau fragile. Mais avant de s'intéresser à la propagation d'une fissure dans un matériau hétérogène, nous décrirons brièvement la MLER standard qui s'attache à décrire la propagation d'une fissure dans un matériau élastique homogène (section 3.1).

Ce travail a été réalisé en collaboration avec Laurent Ponson et Stéphane Santucci.

3.1 Rappel de mécanique linéaire élastique de la rupture

Considérons le cas d'une fissure droite, se propageant à vitesse constante v , dans un matériau élastique 2D homogène chargé en tension (Fig. 3.1a). Il est alors montré [66, 67] que le champ de contrainte σ_{ij} présente une singularité en pointe de fissure : en considérant un point M de coordonnées cylindriques (r, θ) dans le référentiel (\vec{e}_x, \vec{e}_y) centré sur la pointe de fissure (Figure 3.1a), il s'écrit [68] :

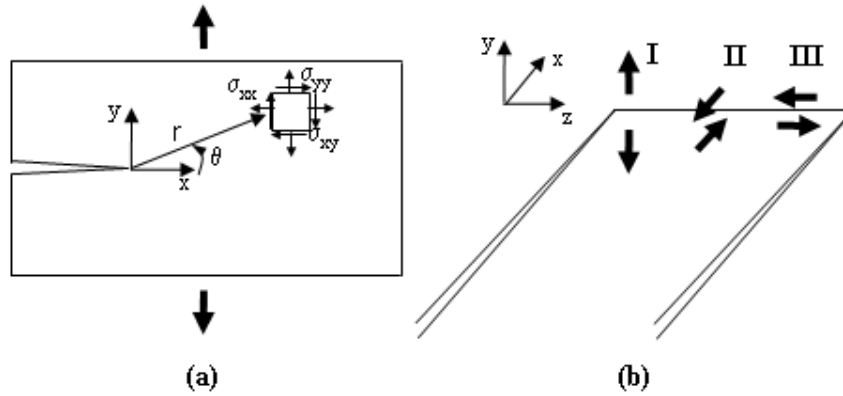


FIGURE 3.1 – (a) Schéma et notations décrivant le champ de contrainte au voisinage de la pointe d'une fissure droite dans un matériau 2D. (b) Les trois modes de rupture : Tension (Mode I), cisaillement (Mode II) et déchirement (mode III) (tiré de [43]).

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} F_{ij}(\theta, v) + T G_{ij}(\theta, v) + O(\sqrt{r}), \quad (3.1)$$

où $F_{ij}(\theta, v)$ et $G_{ij}(\theta, v)$ sont des fonctions génériques indiquant la variation du champ de contrainte avec l'angle θ et la vitesse v – le lecteur intéressé pourra par exemple trouver leur expression dans [68]. Les deux préfacteurs K_I et T en revanche, appelés respectivement *facteur d'intensité des contraintes* et *T-stress*, ne sont pas universels et dépendent du chargement et de la géométrie considéré.

Cette expression pour le champ de contrainte peut être généralisée pour n'importe quel chargement. On décompose alors celui-ci suivant trois modes (Figure 3.1b) :

- Mode *I* (mode tension) qui correspond à l'ouverture d'une fissure sous tension,
- Mode *II* (mode cisaillement) qui correspond à un cisaillement parallèle à la direction de propagation de la fissure,
- Mode *III* (mode déchirement) qui correspond à un cisaillement perpendiculaire à la direction de propagation de la fissure,

et on écrit alors $\sigma_{ij}(r, \theta)$ comme une somme de trois termes donnés par l'équation 3.1 avec des préfacteurs $\{K_I, T_I\}$, $\{K_{II}, T_{II}\}$ et $\{K_{III}, T_{III}\}$ associés à chacun de ces trois modes.

Le mode I est sans conteste le plus important lorsqu'on s'intéresse à la rupture d'un matériau *isotrope*. En effet, en vertu du principe de symétrie locale (PSL) [69], le front de fissure se propage suivant une direction qui lui permet de rester en tension pure. En géométrie 2D, le chargement se décompose suivant les modes I et II et le PSL impose donc qu'à chaque instant :

$$K_{II} = 0 \quad (3.2)$$

En géométrie 3D, le chargement peut aussi contenir une composante de mode III. Dans ce cas, le plan de fissure va évoluer en tournant autour de la direction de propagation (axe \vec{e}_x) de manière à éliminer cette composante. Lorsque le rapport K_{III}/K_I est suffisamment grand, cette torsion induit des discontinuités sur la trajectoire qui se traduisent par une fragmentation du front. On observe alors la formation de "lances" [70]⁶. Comprendre les mécanismes qui sélectionnent la morphologie de ces lances a été l'objet de nombreuses études théoriques [72, 73, 74, 75, 76]. Celles-ci n'ont malheureusement pas permis de dégager

6. Il est à noter que l'existence d'une valeur seuil K_{III}/K_I finie ne fait pas consensus (cf. e.g. [71]).

3.2. EQUATION DE TRAJECTOIRE ET SURFACES DE FRACTURE

un consensus claire. Il semble néanmoins [76] que cette instabilité de fragmentation puisse être compatible avec un front de fissure qui se propagerait dans un matériau 3D de manière à vérifier localement $K_{II} = 0$ en tout point.

La singularité présentée par le champ de contrainte (Eq. 3.1) implique l'existence d'une petite zone en pointe de fissure où le niveau de contrainte est tel que le matériau ne peut plus répondre de manière élastique. Cette zone coïncide avec la zone de process définie dans les chapitres précédents. La stabilité d'une fissure est alors donnée par le critère de Griffith [5], qui stipule que la fissure va commencer à se propager quand l'énergie élastique G disponible en pointe de fissure devient égale à l'énergie de fracture Γ définie comme l'énergie nécessaire à la création de deux surfaces de fracture d'aire unité. La forme prise par le champ de contrainte au voisinage de la pointe permet de relier G à K_I :

$$G = \frac{K_I^2}{E}, \quad (3.3)$$

où E est le module d'Young. Le critère de Griffith s'écrit alors :

$$G \geq \Gamma \quad \text{ou} \quad K_I \geq K_c \quad \text{avec} \quad K_c = \sqrt{E\Gamma}, \quad (3.4)$$

la quantité K_c définit la ténacité du matériau et, comme Γ , est une propriété du matériau à déterminer expérimentalement. Une fois qu'une fissure se met à se propager, sa vitesse v est donnée par un bilan entre le flux J d'énergie mécanique entrant dans la zone de process et le flux de dissipation Γv . A nouveau, la forme prise par le champ de contrainte en pointe de fissure (Eq. 3.1) permet de relier J à K_I et v . On obtient alors [68] :

$$A(v) \frac{K_I^2}{E} = \Gamma \quad \text{avec} \quad A(v) \simeq \left(1 - \frac{v}{c_R}\right), \quad (3.5)$$

où c_R est la vitesse de Rayleigh. On parle de régime dynamique lorsque v devient proche de c_R . Ce régime sera discuté dans le chapitre suivant. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à des propagations lentes de fissures, *i.e.* à $v \ll c_R$. L'équation 3.5 se ramène alors à :

$$\frac{1}{\mu} v \simeq K_I - K_c \quad (3.6)$$

où la mobilité effective μ est donnée par $\mu = 2c_R/K_c$.

La MLER standard présentée ici permet donc de décrire sous quelle condition une fissure se déstabilise, puis à quelle vitesse et suivant quelle trajectoire cette fissure se propage. Malheureusement, elle ne permet pas de rendre compte d'un certain nombre d'observations expérimentales. En particulier, Le PSL prévoit des surfaces de rupture relativement lisses, en apparente contradiction avec les faciès rugueux invariant d'échelles rapportés dans le chapitre précédent. Nous allons voir dans la section suivante comment prendre en compte le désordre microstructural dans une description élastique *stochastique* auto-consistante, et ainsi rendre compte de la morphologie des surfaces de fracture.

3.2 Equation de trajectoire et surfaces de fracture

La MLER traditionnelle présuppose un matériau effectif *continu*, décrit au travers de propriétés mécaniques (module de Young, masse volumique, ténacité, etc) homogénéisées sur un volume élémentaire représentatif grand devant l'échelle du désordre microstructural. Or si cette homogénéisation est pertinente pour bon nombre de propriétés mécaniques (modules élastiques et masse volumique par exemple),

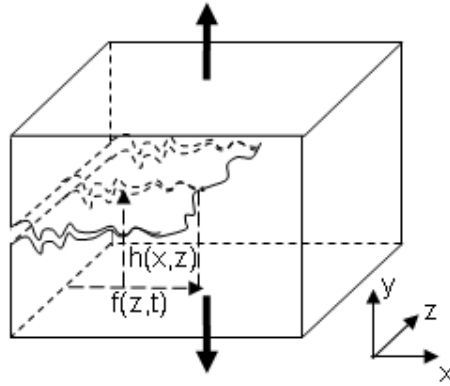


FIGURE 3.2 – Schéma et notations décrivant la propagation d'une fissure dans un matériau élastique 3D hétérogène (tiré de [43]).

elle souffre de limitations importantes dans le cas des propriétés de rupture – La singularité du champ de contrainte en pointe d'une fissure rend en effet impossible, pour calculer la ténacité ou l'énergie de fracture d'un matériau, de simplement effectuer une moyenne sur les différents éléments de microstructure qui le composent.

L'idée consiste à ajouter, de manière judicieuse, des termes stochastiques pour prendre en compte explicitement, de manière auto-consistante et globale, l'effet du désordre microstructural sur la rupture des matériaux hétérogènes. Considérons pour cela la situation représentée figure 3.2 où une fissure chargée globalement en mode I (facteur d'intensité des contraintes global K_I^0) se propage dans un matériau élastique désordonné. Les hétérogénéités du matériau induisent des distorsions du front de fissure - on dénotera $f(z, t)$ la projection de cette distorsion dans le plan moyen de propagation (plan (x, z)), et $h(z, x = f(z, t))$ la composante hors plan (figure 3.2). En retour, ces distorsions induisent des fluctuations δK_I , δK_{II} et δK_{III} sur le chargement local en tout point $M(z, x = f(z, t), y = h(z, x = f(z, t)))$ du front. En vertu du PSL, on attend :

$$\delta K_{II} [M(z, x = f(z, t), y = h(z, x = f(z, t)))] = 0 \quad (3.7)$$

Toute la difficulté est d'estimer δK_{II} et de le relier aux fonctions f et h . Cela est rendu possible grâce au travail de Movchan *et al.* [77], qui ont montré que δK_{II} ne dépendait au premier ordre que de h , et pouvait être écrit comme :

$$\delta K_{II} [M(t)] = \frac{K_I^0}{2} \frac{\partial h}{\partial x} - \frac{1}{\pi} \frac{2 - 3\nu}{2(2 - \nu)} \times \int_{-\infty}^{\infty} \frac{h(z', x) - h(z, x)}{(z' - z)^2} dz' + \delta K_{II}^{morph}, \quad (3.8)$$

où (x, z) sont les coordonnées du point M considéré sur le front, ν est le module de Poisson, et δK_{II}^{morph} est un terme provenant du couplage entre le T -stress et la rugosité de la surface de fracture déjà créée en arrière du front (cf. [77] pour une expression complète). Ce dernier terme devient négligeable si on s'intéresse à des rugosités de petite taille devant la taille du système [65]. On arrive alors à :

$$\delta K_{II} [M(t)] = \frac{K_I^0}{2} \frac{\partial h}{\partial x} - \frac{1}{\pi} \frac{2 - 3\nu}{2(2 - \nu)} \frac{K_I^0}{2} \times \int_{-\infty}^{\infty} \frac{h(z', x) - h(z, x)}{(z' - z)^2} dz', \quad (3.9)$$

auquel on va rajouter un terme stochastique $K_I^0 \eta(z, x, h(z, x))$ non corrélé et de moyenne nulle pour

3.2. EQUATION DE TRAJECTOIRE ET SURFACES DE FRACTURE

prendre en compte l'effet du désordre microstructural⁷, puis un terme constant K_{II}^0 pour prendre en compte le fait que le chargement peut induire une petite composante hors mode I. On arrive alors à :

$$\delta K_{II} [M(t)] = \frac{K_I^0}{2} \frac{\partial h}{\partial x} - \frac{1}{\pi} \frac{2-3\nu}{2(2-\nu)} \times \int_{-\infty}^{\infty} \frac{h(z', x) - h(z, x)}{(z' - z)^2} dz' + K_I^0 \eta(z, x, h(z, x)) + K_{II}^0 \quad (3.10)$$

Et, en combinant les équations 3.7 et 3.10, on aboutit à l'équation stochastique suivante pour h :

$$\frac{\partial h}{\partial x} = \frac{K_{II}^0}{K_I^0} + \frac{1}{\pi} \frac{2-3\nu}{2(2-\nu)} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{h(z') - h(z)}{(z' - z)^2} dz' + \eta(z, x, h(z, x)) \quad (3.11)$$

Notons que le temps t n'apparaît pas explicitement dans cette équation. Cela suggère que la trajectoire d'une fissure dans un matériau hétérogène, et, par suite, la rugosité des faciès, ne vont pas dépendre de la vitesse à laquelle la structure va être cassée. Notons aussi que cette équation a été obtenue dans le cadre élastostatique et cesse d'être valable si la vitesse de rupture devient trop importante.

La forme de cette équation n'est pas sans rappeler, après avoir identifié la coordonnée x au temps, les équations de Langevin traditionnellement utilisées pour décrire la croissance d'interfaces rugueuses. Or, ces dernières ont été très largement étudiées ces dernières années⁸. La forme 3D prise par le terme stochastique reste en revanche atypique et ne permet pas, à ma connaissance, d'utiliser directement des résultats déjà connus sur les solutions des équations de croissance rugueuses. Nous pouvons néanmoins considérer deux cas limites.

Le premier cas consiste à supposer que les surfaces sont suffisamment lisses pour que le terme stochastique 3D $\eta(z, x, y = h(z, x))$ se ramène à un terme 2D $\eta(z, x)$ analogue à une température effective. Ce cas est celui considéré par Larralde et Ball [65] et Ramanathan *et al.* [61]. On prédit alors des rugosités logarithmiques. Cette prédiction est en apparence contradiction avec les propriétés auto-affines anisotropes observées expérimentalement et rapportées dans le chapitre précédent. Elle est en revanche compatible avec les mesures fractographiques reportées par Dalmas *et al.* [52] sur des faciès de rupture observés à grande échelle dans des verres démixés.

Pour rendre compte des observations expérimentales reportées section 2.3, nous avons considéré un second cas [50], qui consiste à écrire $\eta(z, x, y = h(z, x))$ comme la somme de deux termes 2D : $\eta(z, x, y = h(z, x)) = \eta(z, x) + \eta(z, y = h(z, x))$. L'équation 3.11 est alors analogue à celle décrivant la propagation sous critique d'une ligne élastique $h(z) - x$ jouant le rôle du temps – dans un potentiel aléatoire 2D $\eta(z, h(z, x))$, activée par les fluctuations "thermiques" $\eta(z, x)$. On s'attend alors à ce que la fonction de corrélation des hauteurs $\Delta h(\Delta z, \Delta x)$ prenne la forme Family-Viseck présentée dans le chapitre précédent (Eq. 2.4) et observée dans de nombreux matériaux. Les exposants associés ζ_{\perp} et ζ_{\parallel} sont alors universelles et peuvent être estimés par différentes méthodes : les méthodes du groupe de renormalisation fonctionnel conduisent à $\{\zeta_{\perp} = 1/3, \zeta_{\parallel} = 3/7\}$ [78] (premier ordre) et $\{\zeta_{\perp} = 0.47, \zeta_{\parallel} = 0.71\}$ [79] (deuxième ordre). Des simulation numériques récentes [80, 81] permettent d'obtenir des estimations plus précises, à savoir :

$$\zeta_{\perp} = 0.385 \pm 0.005, \quad \zeta_{\parallel} = 0.505 \pm 0.005 \quad (3.12)$$

Ces prédictions sont en accord avec les analyses fractographiques effectuées aux grandes échelles (plus grandes que la taille de la zone de process) discutées section 2.3 du chapitre précédent.

7. Dans un matériau désordonné isotrope, cette approximation est justifiée si on définit un volume élémentaire représentatif suffisamment grand devant le désordre microstructural du matériau considéré. en revanche, elle cesse d'être valable dans certains matériaux texturés, comme certains tissus biologiques par exemple

8. Le livre de Barabasi et Stanley [49] propose une très bonne introduction sur ce sujet.

3.3 Equation de mouvement et fissures lentes

La prise en compte du désordre microstructural au travers d'un terme stochastique ajouté au PSL nous a permis de reproduire les propriétés d'invariance d'échelle des faciès de rupture. Il apparaît naturel de poursuivre la même démarche sur l'équation de mouvement proposée par la MLER. Dans certains cas en effet, la fissuration (lente) des matériaux hétérogènes fragiles ne présente la dynamique continue et régulière attendue dans le cadre de la MLER, mais apparaît saccadée, constituée de sauts brusques et imprévisibles, d'amplitude pouvant s'échelonner sur plusieurs ordres de grandeur, et séparés par de longues périodes pendant lesquelles le système reste apparemment immobile. Cette dynamique complexe, dite de "crackling" [82], se retrouve par exemple dans l'émission acoustique qui accompagne la rupture de matériaux divers [83, 84, 85] ou dans l'activité sismique associée aux tremblements de terre [86, 87]. Elle se caractérise par une distribution en loi de puissance – invariante d'échelle – sur l'énergie mécanique relâchée par les différents événements d'endommagement.

Nous cherchons ici à voir si la prise en compte du désordre microstructural dans la MLER permet de rendre compte de cette dynamique. Comme dans la section précédente, nous introduisons ce désordre au travers d'un terme stochastique : $K_c(\mathbf{M}) = K_c^0 (1 + \eta(\mathbf{M}))$. Et à nouveau, ces variations de ténacité vont induire des distorsions $f(z, t)$ et $h(z, x = f(z, t))$ du front (figure 3.2), et par suite des perturbations sur le chargement local du front. Au premier ordre, la valeur de la composante en tension $K_I(\mathbf{M})$ dépend seulement de la composante dans le plan $f(z, t)$ [77], et s'écrit [63, 88] :

$$K_I(z, t) = K_I^0(\bar{f}(t), t) \left(1 + \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{f(z') - f(z)}{(z' - z)^2} dz' \right), \quad (3.13)$$

où $\bar{f}(t) = \langle f(z, t) \rangle_z$ dénote la longueur moyenne de la fissure, et $K_I^0(\bar{f}(t), t)$ est la valeur du facteur d'intensité des contraintes pour un même chargement extérieur et un front de fissure droit de longueur $\bar{f}(t)$ ⁹. L'utilisation de l'équation du mouvement (équation 3.6) en chaque point \mathbf{M} amène alors [64, 61] :

$$\frac{1}{\mu} \frac{\partial f}{\partial t} = F(\bar{f}(t), t) + \frac{K_I^0(\bar{f}(t), t)}{2\pi} \int \frac{f(z') - f(z)}{(z' - z)^2} dz' + K_c^0 \eta(z, f(z, t)), \quad (3.14)$$

où $F(\bar{f}(t), t) = K_I^0(\bar{f}(t), t) - K_c^0$.

Dans toute la suite, $\eta(\mathbf{M})$ représente un bruit aléatoire, non-corrélé, de moyenne nulle et de variance constante. Considérons dans un premier temps de cas d'un chargement effectif K_I^0 constant – cette approximation sera abandonnée par la suite. L'équation 3.14 prévoit une transition dite de dépiégeage sur le mouvement du front de fissure. Le paramètre contrôlant cette transition est la force $F = K_I^0 - K_c^0$ et sa position relative par rapport à une certaine valeur seuil F_c (figure 3.3) :

- quand $F < F_c$ le front de fissure reste piégé par le désordre et ne se propage pas;
- quand $F \gg F_c$ le front se propage à une vitesse moyenne $\bar{v} = \langle \partial f / \partial t \rangle_{z, t}$ proportionnel à F : $\bar{v} / \mu = K_I^0 - K_c^0$. On retrouve alors la MLER standard (Equation 3.6);
- quand $F = F_c$ un état *critique* est atteint.

Revenons maintenant sur la forme prise par K_I^0 (et par conséquent celle de F) et considérons, sans perte de généralité, un système en train de se fissurer lentement, sollicité à déplacement imposé¹⁰. Cette situation est celle qu'on rencontre par exemple dans les problèmes de tremblements de terre (déplacement imposé par la dérive lente des continents) ou dans l'expérience réalisée à Oslo sur la propagation lente d'une fissure le long d'une interface hétérogène – cette deuxième situation sera largement discutée par la suite et servira à qualifier notre modèle. Dans cette situation, K_I^0 :

9. On suppose ici que, pour un front droit, K_I^0 ne dépend pas de la position z le long du front.

10. La concentration des contraintes est d'autant plus importante que la longueur de fissure est grande. De ce fait, toute situation à force de tension imposée aboutit à une fracture instable qui accélèrent très rapidement pour atteindre des vitesses proches de la vitesse de Rayleigh. Ces régimes dynamiques sont étudiés dans les deux chapitres qui suivent.

3.3. EQUATION DE MOUVEMENT ET FISSURES LENTES

- augmente avec le temps puisque le chargement extérieur augmente avec le temps ;
- diminue avec la longueur de fissure moyenne $\bar{f}(t)$ puisque la complaisance augmente avec $\bar{f}(t)$.

En première approximation, nous considérons que (i) la vitesse de chargement est suffisamment faible ; et (ii) que l'évolution de $f(z, t)$ reste petite devant la longueur du front f_0 prise à $t = 0$. Après avoir redéfini $f(z, t) = f(z, t) - f_0$, on peut alors écrire [89] :

$$F(\bar{f}(t), t) = ct - k\bar{f}(t), \quad (3.15)$$

où les constantes c et k dépendent de la géométrie du système et de son chargement (une expression de ces deux paramètres et les étapes de calcul permettant d'y aboutir pourront être trouvés dans [90]). La propagation de la fissures peut donc se décomposer de la manière suivante (figure 3.3) : quand $F \leq F_c$, le front reste piégé et la force effective augmente avec le temps. Dès que $F \geq F_c$, le front se dépiège et se met à avancer. La longueur de fissure $f(t)$ augmente et fait diminuer F ... jusqu'à ce que celle-ci passe à nouveau en dessous de F_c et que le front se piège à nouveau.

Ce mécanisme de rétroaction ramène F vers F_c . Lorsque c est grand, le front se propage avec une vitesse moyenne $\langle v \rangle = c/k$. Lorsque c est petit, on observe un mouvement de *stick-slip* et le front se propage de manière intermittente, par avalanches successives entre deux phases piégées localement. Dans la limite où $c \rightarrow 0$ et $k \rightarrow 0$, le système devient critique et présentent certains comportements *universels* :

- indépendants des détails microscopique et macroscopiques du système, i.e. indépendant du matériau considéré et des conditions de chargement ;
- identiques à ceux observés dans des systèmes très différents qui appartiennent à la même classe d'universalité, par exemple le mouvement des parois de domaine dans certains ferromagnétiques désordonnés [91, 92] ou celui des lignes de mouillage sur des substrats hétérogènes [93, 78].

On s'attend alors à observer un certain nombre de propriétés d'invariance d'échelle dans le problème (cf. e.g. [43, 94] pour une présentation plus étendue de celles-ci). On s'attend en particulier à ce que la morphologie du front soit auto-affine¹¹, caractérisée par un exposant $\zeta \simeq 0.35$ [64, 80]. Ces prédictions sont compatibles avec les analyses récentes effectuées par Stéphane Santucci *et al.* sur la rugosité d'un front de fissure se propageant lentement [95] le long d'une interface hétérogène entre deux plaques de plexiglas.

Nous nous sommes focalisés sur la dynamique de fissure. Les équations 3.14 et 3.15 prévoit une propagation intermittente du front, par phases de décrochement successives entre configurations localement piégées (Figure 3.4a). L'aire S de ces avalanches fixe l'incrément S/L d'avancée du front (Figure 3.4b) et l'énergie élastique E relâchée au cours cet incrément. Elle est distribuée en loi de puissance, $P(S) \propto S^{-\tau}$ avec $\tau \simeq 1.3$ [89]¹². On peut aussi montrer[89, 43] que la durée T de ces avalanches varie comme $T \propto S^a$ avec $a = 0.555 \pm 0.005$, et qu'elle suit une distribution en loi de puissance $P(T) \propto T^{-\alpha}$ avec $\alpha \simeq 1.5$ ¹³.

A ma connaissance, ces prédictions sur la dynamique *globale* n'ont pas encore été confrontées directement à des expériences. Nous commençons une étude dans ce sens dans le cadre de la thèse de Jonathan Barès, qui a démarré en octobre cette année. En revanche, nous avons comparé la dynamique *locale* de fissuration prédites par ce modèle et celle observée dans l'expérience d'Oslo qui consiste à faire propager lentement une fissure le long d'un interface hétérogène dans un bloc de Plexiglas [96, 97]. Nous avons résolu numériquement les équations 3.14 et 3.15 pour différentes valeurs des paramètres. Nous avons ensuite appliqué sur les solutions la méthode d'analyse développée à Oslo [96] qui consiste à calculer le temps $w(z, x)$ passé par le front sur une aire élémentaire de taille 1×1 pixel² en chaque point (z, x) de la zone d'observation (figure 3.5a). On peut alors définir les phases de décrochages/avalanches comme les agrégats de points connectés où la valeur de $w(z, x)$ est plus petit qu'un certain seuil (figure 3.5b).

11. Ces propriétés d'autoaffinité vont s'étendre jusqu'à une limite supérieure qui est d'autant plus grande que k est petit. Au-delà, on s'attend à observer un comportement logarithmique [43].

12. Cette loi de puissance s'étend sur toute la gamme d'échelle quand $k \rightarrow 0$. De manière plus générale, $P(S) \propto S^{-\tau} f(S/S_0)$ où f est une fonction rapidement décroissante et $S_0 \propto k^{-1/\sigma}$ avec $\sigma = 1.445 \pm 0.005$ [43].

13. Cette loi de puissance s'étend sur toute la gamme d'échelle quand $k \rightarrow 0$. De manière plus générale, $P(T) \propto T^{-\alpha} f(T/T_0)$ où f est une fonction rapidement décroissante et $T_0 \propto k^{-1/\Delta}$ avec $\Delta = 1.300 \pm 0.010$ [43].

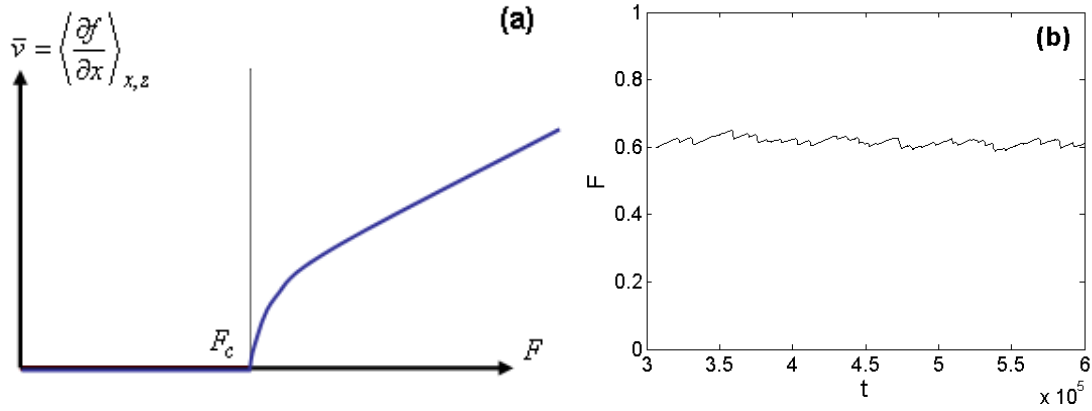


FIGURE 3.3 – (a) Transition de piègeage/dépiégeage attendue dans l'équation 3.14. Le paramètre de contrôle est $F = K_I^0 - K_c^0$ et le paramètre d'ordre est la vitesse moyenne $\bar{v} = \langle \partial f / \partial x \rangle_{z,t}$ du front de fissure. (b) Evolution temporelle de $F(t)$ dans un système chargé en imposant le déplacement (obtenue en résolvant numériquement l'équation 3.14 avec $\mu = K_I^0 = K_c^0 = 1$ et $F(t, \langle f \rangle)$ donnée par l'équation 3.15 avec $c = 10^{-5}$ et $k = 10^{-3}$) (tiré de [43]).

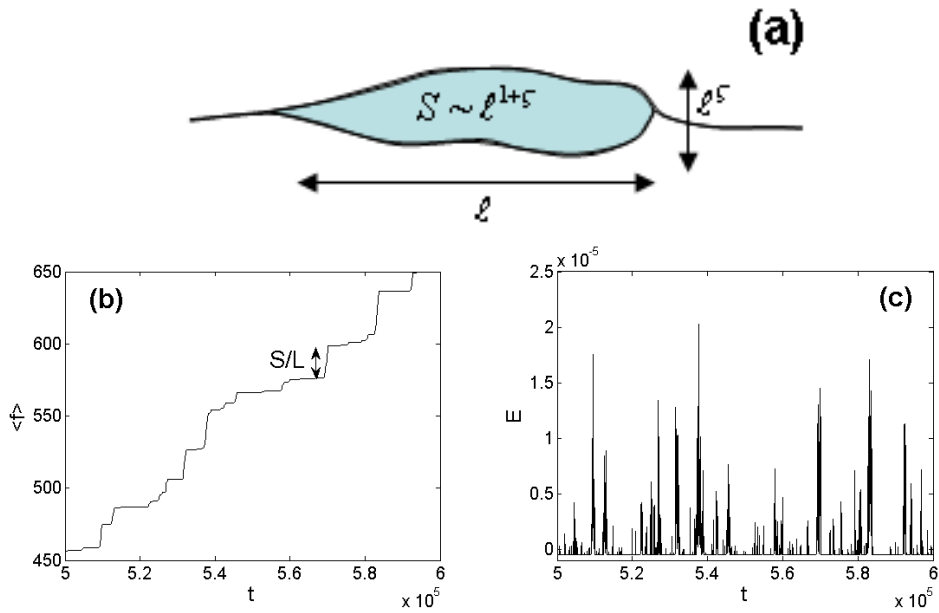


FIGURE 3.4 – (a) Schéma montrant la propagation du front entre deux configurations piégées. (b) Evolution temporelle typique de la longueur moyenne de fissure. Le front avance par saut de taille proportionnelle à l'aire S de l'avalanche entre deux configurations piégées successives. (c) Evolution temporelle typique de l'énergie élastique relâchée lors de la propagation de la fissure (tiré de [43]).

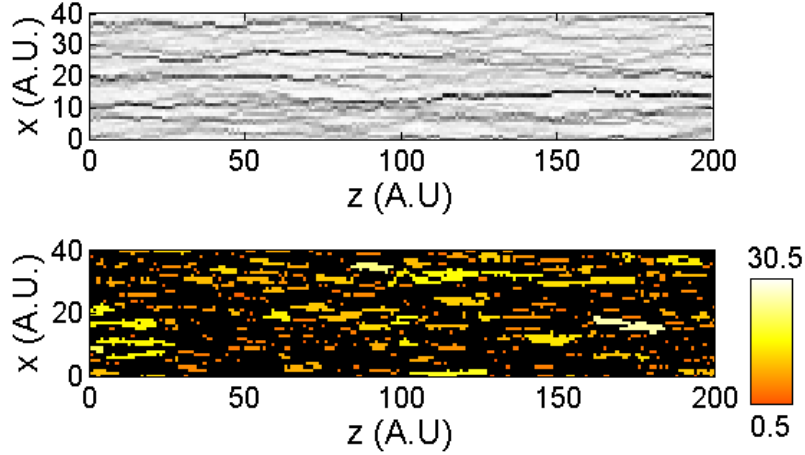


FIGURE 3.5 – (a) Exemple de carte d’activité $w(x, y)$ obtenue à partir de la résolution numérique des équations 3.14 et 3.15 (dans cet exemple, $\mu = K_I^0 = K_c^0 = 1$, $k = 10^{-5}$ et $c = 10^{-3}$). (b) Carte des agrégats obtenue en choisissant une vitesse seuil quatre fois supérieure à la vitesse moyenne. La couleur des agrégats indique leur durée (tiré de [89]).

La statistique de ces avalanches a été caractérisée [89] (figure 3.6). Leur aire A suit une loi de puissance $P(A) \propto A^{-\tau_W}$ avec $\alpha_W \simeq 1.6 \pm 0.1$. La morphologie de ces agrégats est invariante d’échelle, avec une largeur L_x variant comme L_z^H avec $H = 0.65 \pm 0.05$. Ces deux prédictions sont indépendantes des paramètres de l’équations (pourvu que c et k soient suffisamment petits) et en parfait accord avec les observations expérimentales réalisées par Måløy *et al.* [96] sur la propagation d’une fissure le long d’une interface hétérogène. Nos simulation permettent aussi de mesurer la durée D des avalanches. La distribution de celle-ci dépend des paramètres du modèle pour $D \leq \langle D \rangle$, et décroît en loi de puissance (exposant $\alpha_W = -2.1 \pm 0.2$) pour $D \geq \langle D \rangle$. Et nous montrons finalement que D varie comme A^{a_W} avec $a_W = 0.4 \pm 0.05$.

La manière dont le jeu d’exposants locaux $\{\tau_W, \alpha_W, a_W, H\}$ mesurés à partir des cartes d’activité se relie au jeu d’exposants globaux $\{\tau, \alpha, a, \zeta\}$ qui peuvent être prédits théoriquement reste pour l’instant mystérieuse¹⁴. Jonathan Barés, Luc Barbier, et moi-même tentons actuellement de répondre à cette question en mesurant ces deux séries d’exposants sur des simulations de l’équation 3.14 en modulant la portée des interactions (i.e. l’exposant du dénominateur dans le terme intégrale). Nous espérons ainsi comprendre comment passer de la dynamique locale à la dynamique globale.

3.4 conclusion

La prise en compte du désordre microstructural au travers d’un terme stochastique dans la MLER permet de rendre compte d’un certain nombre d’observations : elle permet en particulier de reproduire quantitativement la statistique des rugosités observée sur les surfaces de fracture. Elle permet aussi de comprendre la dynamique intermittente observée dans de nombreuses situations de fissuration lentes et de reproduire quantitativement la statistique de cette dynamique dans le cas d’une expérience modèle, réalisée à Oslo, consistant à faire propager une fissure le long d’une interface hétérogène entre deux plaques de plexiglas collées.

¹⁴. Des travaux récents [98] sur ce problème ont montré que $\tau_W = 2\tau - 1$. Néanmoins, cette relation reste à ma connaissance inexplicée.

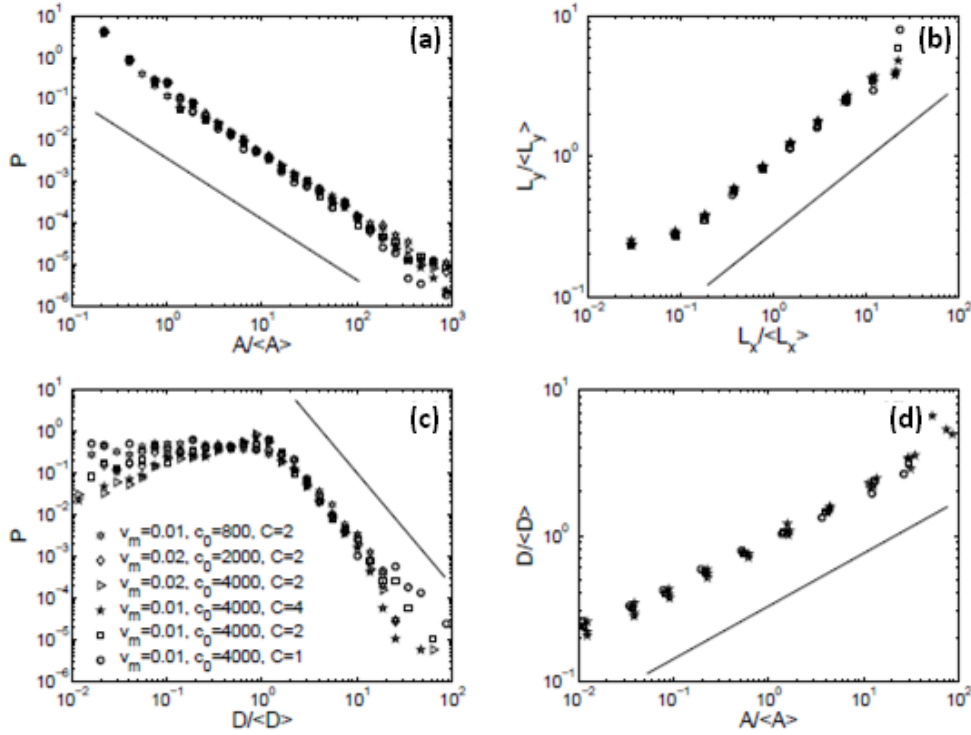


FIGURE 3.6 – Statistique des avalanches définies à partir des cartes d’activité. La distribution des aires d’avalanche A , la variation de leur épaisseur L_x en fonction de leur largeur L_z , la distribution des durées d’avalanches D , et la variation de D avec A sont représentées sur les figures (a), (b), (c) et (d). Comme indiqué dans l’insert de la figure (c), les différents symboles correspondent à différentes valeurs de c , k et $C = v_c/\bar{v}$ où v_c et \bar{v} sont respectivement la vitesse de seuillage et la vitesse moyenne de fissuration. Dans tous ces graphes, les axes sont logarithmiques. Les lignes droites correspondent à $P(A) \propto A^{-\tau_w}$, $L_x \propto L_z^H$, $P(D) \propto D^{-\alpha_w}$ et $D \propto A_w^{a_w}$ avec $\tau_w = -1.65$, $H = 0.65$, $\alpha_w = -2.1$ et $a_w = 0.4$. (tiré de [89]).

Comme nous l'avons vu dans la section 3.2, cette MLER stochastique permet de rendre compte quantitativement, avec les bons exposants, des propriétés d'invariance d'échelle anisotrope reportées dans le chapitre précédent. Le désaccord apparent entre cette description et les observations passées [27, 99] est maintenant compris : il provient du fait que l'exposant $\zeta \simeq 0.8$ largement reportée dans la littérature était en fait observé sur des échelles trop petites, en dessous de la taille de la FPZ (ou de l'échelle du désordre). A ces petites échelles, toute description basée sur une rhéologie linéaire élastique cesse, par essence, d'être valide [50, 52]. La conservation d'une certaine universalité aux petites échelles, indépendante du mode d'endommagement, reste remarquable. Cela donne l'espoir qu'une description statistique générique du rôle de l'endommagement à l'intérieur même de la FPZ puisse être obtenue. Et à mon sens, l'idée la plus prometteuse dans ce contexte est celle de Schmittbuhl et Hansen [100] qui identifie le développement de l'endommagement à un problème de percolation en gradient.

Dans la version stochastique de la MLER présentée ici, le seuil de croissance d'une fissure dans un matériau désordonné peut être identifié à une transition critique entre une phase stable (fissure piégée par le désordre) et une phase propagative, atteinte lorsque le facteur d'intensité des contraintes devient suffisant pour vaincre ce désordre et faire grandir la fissure). Dans les situations de fracture stable, la fissure en grandissant diminue l'énergie mécanique disponible en pointe de fissure (effet de complaisance), jusqu'à se piéger à nouveau. Ce mécanisme est responsable de la dynamique saccadée observée. Si le chargement imposé est suffisamment lent, ce mécanisme de rétroaction maintient le système au voisinage du point critique *ad vitam aeternam* et la dynamique résultante présente des propriétés d'invariance d'échelle universelles. Les conditions précises amenant à cet état sont à déterminer. Jonathan Barés, Luc Barbier et moi-même tentons actuellement de répondre à cette question en étudiant numériquement l'influence des paramètres des équations 3.14 et 3.15 sur la dynamique de fissuration.

Au-delà des résultats présentés dans ce chapitre, l'analogie entre seuil de fissuration et transition critique amène un certain nombre d'autres conséquences. Elle permet notamment, comme l'ont montré Charles, Roux *et al.* (2003,2004) [101, 102] de prévoir la forme prise par la distribution de la ténacité effective pour un matériau désordonné donné, et les variations de cette distribution avec la taille de la structure. Dans le cadre du projet ANR MEPHYSTAR, Davy Dalmas (UMR CNRS/Saint-Gobain), Lamine Hattali, Jonathan Barés et moi-même sommes en train de mettre en place des expériences modèles, réalisées sur des frittés de billes de verre de microstructure ajustable sur une large gamme d'échelle, afin de vérifier ces prédictions théoriques.

Insistons finalement sur le fait que les descriptions stochastiques présentées dans ce chapitre ont été dérivées dans l'approximation élastostatique. Elles ne prennent pas en compte, – faute d'une connaissance suffisante de ces derniers –, les interactions spatio-temporelles se développant le long du front lorsque celui-ci émet des ondes acoustiques en interagissant avec les hétérogénéités du matériau. Ces transferts dynamiques de contrainte vont être étudiés expérimentalement dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Réponse d'un verre en rupture dynamique à une perturbation localisée

Nous abordons maintenant la rupture dynamique des matériaux fragiles amorphes. Dans ce régime, les fissures se propagent à des vitesses rapides, de l'ordre du kilomètre par seconde dans le verre, et les effets élastodynamiques ne peuvent plus être négligés. La MLER décrite dans la section 3.1 est le cadre standard pour décrire ce régime. Pourtant, si ses prédictions décrivent relativement bien les observations expérimentales tant que la rupture est suffisamment lente, un certain nombre d'observations reste pour l'instant sans réponse¹⁵. En particulier, (i) les vitesses maximales de fissuration rapportées dans les expériences sont toujours significativement – typiquement deux fois – plus faibles que la vitesse limite prédite théoriquement ; et (ii) les faciès deviennent très rugueux à hautes vitesses. Nous présentons ici des expériences développées afin de mieux comprendre l'origine de ces rugosités – les mécanismes sélectionnant la vitesse de fissuration seront quant à eux abordés dans le chapitre suivant.

Le chapitre précédent a démontré toute l'importance d'une bonne prise en compte des interactions spatiales se développant le long du front lorsqu'une fissure en propagation lente interagit avec les hétérogénéités microstructurales du matériau. Or, si celles-ci commencent à être bien décrites pour une fissure en propagation lente¹⁶, le cas de la rupture dynamique est autrement plus complexe : La déformation locale du front par les hétérogénéités émet des ondes élastiques qui, en se propageant à des vitesses comparables à celle de la fissure, introduisent un couplage spatial *et temporel* sur la dynamique.

Ces transferts dynamiques de contrainte furent d'abord étudiés théoriquement [109, 110] et numériquement [111, 112] dans le cadre de l'élastodynamique linéaire. Il fut ainsi montré [109, 112] que, dans un matériau linéaire élastique idéal, la distorsion d'un front de fissure provoquée par une aspérité en un point et à un instant donné se propageaient sous forme d'ondes le long du front. Ces ondes, dites *de fracture*, ont donc la particularité de se propager le long de lignes 1D, et, de fait, ne présentent pas d'atténuation géométrique. On s'attend donc à ce qu'elles donnent une "mémoire" au front de fissure et couplent la dynamique du front à un instant donné avec tous les événements d'interactions fissure/hétérogénéités précédant cet instant. Ce mécanisme pourrait expliquer le développement de rugosité importante à haute vitesse [110].

Les travaux de Sharon *et al.* [113] semblèrent confirmer expérimentalement l'existence de ces ondes : ces auteurs ont en effet montré qu'une perturbation locale introduite sous forme de rainure¹⁷ sur le

15. La revue de Ravi-Chandar [103] ou celle de Fineberg & Marder [104] présente d'excellentes synthèses sur cette problématique.

16. Les travaux présentés dans [105, 63, 77, 88, 106, 107] donnent une bonne idée de ce qui a été fait ces vingt cinq dernières années sur ce sujet. La revue [108] écrite par Véronique Lazarus présente de manière synthétique de ces travaux.

17. Cette rainure est obtenue en rayant la surface de l'échantillon à l'aide d'une pointe diamant perpendiculairement au

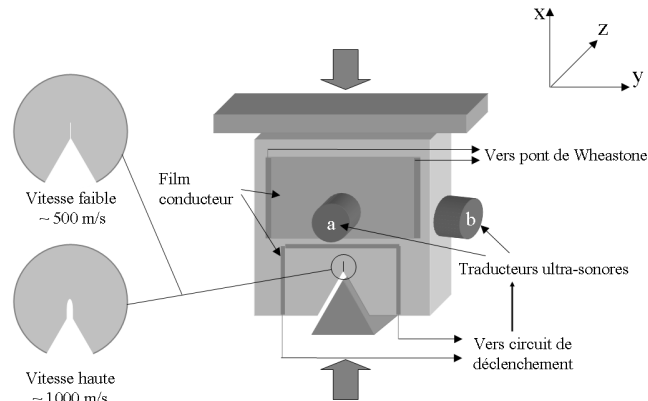


FIGURE 4.1 – Schéma de principe du dispositif expérimental (tiré de [115]).

chemin d'une fissure donne naissance à une ligne en zigzag sur le faciès *post-mortem*. Cette ligne émane de la perturbation, se propage le long du faciès et rebondit sur les bords. Elle fut interprétée comme la signature d'ondes de fracture émises par la perturbation et se propageant le long du front.

C'est dans ce contexte que s'inscrivent les expériences présentées dans ce chapitre. Le dispositif expérimental est présenté dans la section 4.1. Nous proposons ici de perturber la propagation haute vitesse (jusqu'à ~ 1000 m/s) dans un verre sodocalcique à l'aide d'un pulse ultrasonore (onde transverse) de polarisation, d'amplitude, de fréquence et de durée contrôlées. Le passage de ces pulses sur le front se traduit par une petite perturbation mode III sur le chargement du front au point d'interaction, qui tord localement le front et laisse ainsi des lignes visibles sur les faciès de rupture, similaires à celles observées par Sharon *et al.* (section 4.2). Cette réponse en torsion est linéaire en fréquence et en amplitude vis à vis de la perturbation (section 4.3), et disparaît instantanément avec celle-ci (section 4.4). Cela nous permet de réinterpréter les expériences réalisées par Sharon *et al.* (section 4.5) : les lignes qu'ils ont observées ne sont pas liées aux ondes de fracture prédites par [109, 111], mais des *lignes de Wallner*, à savoir les lignes engendrées par l'interaction entre le front de fissure et les ondes acoustiques en cisaillement émises au moment où le front de fissure rencontre l'aspérité. Les observations sont brièvement discutées en conclusion de ce chapitre.

Le travail qui est reporté ici à été réalisé avec K. Ravi-Chandar lors de mon séjour postdoctoral à l'université du Texas (Austin, USA).

4.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé est schématisé sur la figure 4.1. Nos échantillons sont obtenus à partir de parallélépipèdes de verre sodocalciques, de taille $51 \times 51 \times 13$ mm³, suivant les axes x (propagation de la fissure), y (chargement en tension) et z (épaisseur) définis dans le chapitre précédent. On découpe alors une encoche triangulaire (coté 10 mm) sur l'un des côtés 51×13 mm² et on casse l'échantillon ainsi obtenu en poussant lentement un coin d'acier dans cette encoche (figure 4.1). Avant chaque essai, nous introduisons dans les échantillons une entaille initiale en pointe de l'encoche triangulaire (figure 4.1) : une entaille émoussée, introduite à l'aide d'une scie diamantée, donne lieu à des fissures rapides (vitesses de l'ordre de $900 \sim 1200$ m/s) tandis qu'une entaille fine, introduite par choc thermique [114], conduit à des vitesses de fissuration plus faibles ($200 \sim 500$ m/s).

chemin de fissure.

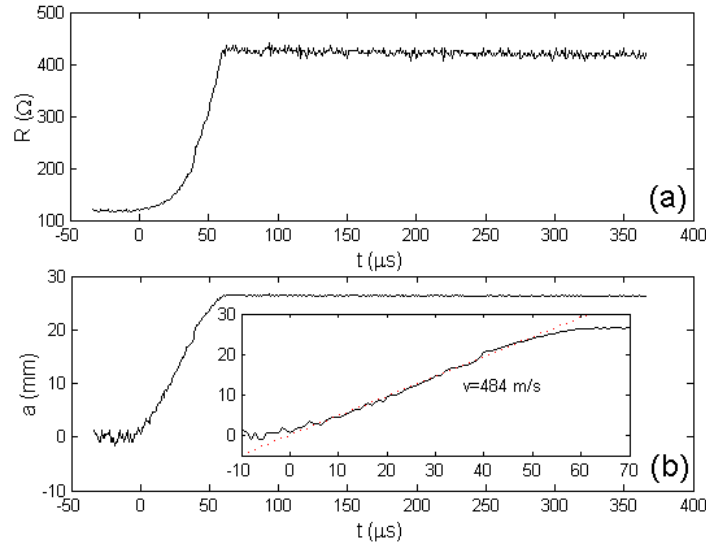


FIGURE 4.2 – Mesure de la vitesse de propagation de la fissure au cours d'un essai typique. (a) : Evolution temporelle de la résistance R du film conducteur au cours de la rupture. (b) : Evolution temporelle de la longueur de fissure c déduite de (a). D'abord, la fissure accélère, puis se propage à une vitesse V relativement constante. Cette vitesse est déterminée par un ajustement linéaire sur cette région (Insert dans b). Dans l'expérience considérée ici, $V = 484 \text{ m/s}$ (tiré de [115]).

La vitesse de fissuration est mesurée précisément pendant l'essai en utilisant une méthode dite de "potential drop" [116, 117]. Celle-ci consiste simplement à déposer une fine couche conductrice (du PdAu dans notre cas) sur l'une des deux surfaces $51 \times 51 \text{ mm}^2$ et de mesurer à l'aide d'un oscilloscope (fréquence d'acquisition : 25 MHz) l'augmentation de résistance électrique de cette couche lorsque la fissure se propage. La relation entre cette résistance et la longueur de fissure est obtenue par simulation numérique (cf [115] pour détails).

Un exemple de signal obtenu est présenté sur la figure 4.2. Après une phase transitoire d'accélération, la vitesse de fissuration devient à peu près constante. La vitesse V de fissuration sur l'expérience considérée est alors définie à partir d'un ajustement linéaire sur cette région.

Pour perturber la propagation du front, nous introduisons dans l'échantillon un pulse de cisaillement à l'aide d'un transducteur acoustique haute fréquence. Du miel sert de couplant visqueux. Une fois introduit, ce pulse voyage à travers l'échantillon, et rebondit sur les parois de l'échantillon. A partir de l'intervalle de temps séparant deux échos successifs et de l'amplitude de ceux-ci, nous déduisons la vitesse C_s et le taux d'atténuation G des ondes de cisaillement dans le verre utilisé (cf [115] pour détails) : $C_s = 3444 \text{ m/s}$ et $G = -0.1 \text{ dB/mm}$. Nous avons utilisé différents transducteurs, générant des pulses de durée $2 \mu\text{s}$, $0.2 \mu\text{s}$ et $0.05 \mu\text{s}$ et de fréquence principale $f = 0.5 \text{ MHz}$, $f = 5 \text{ MHz}$ et $f = 20 \text{ MHz}$. Les longueurs d'onde $\lambda = C_s/f$ des perturbations induites sont alors respectivement de 6.9 mm , $690 \mu\text{m}$ et $173 \mu\text{m}$. Les positions des points d'interaction entre ce pulse et le front de fissure en propagation sont contrôlées précisément en utilisant un signal de déclenchement, émis lorsque la fissure casse une fine ligne conductrice déposée à une position donnée de la pointe de l'entaille initiale (figure 4.1).

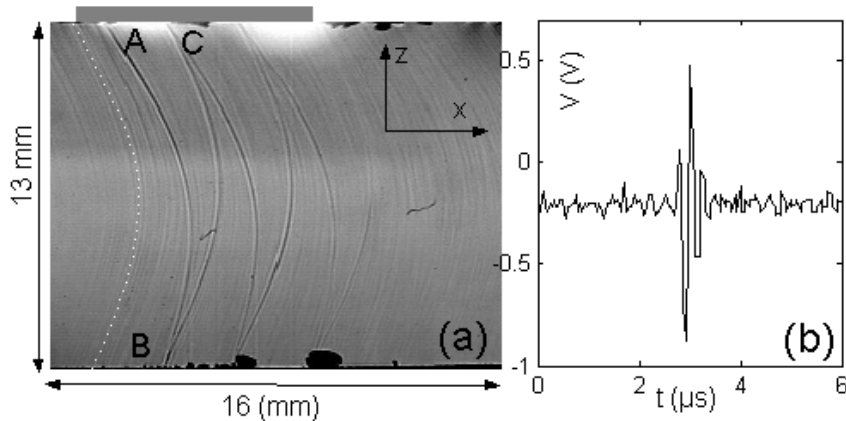


FIGURE 4.3 – (a) Exemple de surface de rupture obtenu au cours d'une de nos expériences et observé par ombroscopie. Sur cette expérience, la vitesse de fissuration est $V = 480$ m/s (b) forme du pulse de cisaillement introduit dans l'échantillon ($f = 5$ MHz) (tiré de [115]).

4.2 Réponse instantanée à une perturbation locale en cisaillement

Dans la première série d'expériences, nous avons cherché à caractériser la réponse instantanée du front de fissure à une perturbation locale en mode III sur son chargement. Nous avons pour cela placé le traducteur de manière à faire propager le pulse dans la direction z , et choisie la polarisation suivant $\pm y$ (configuration (a) de la figure 4.1). L'interaction du pulse avec le front se traduit par l'apparition de lignes courbées en zigzag sur les surfaces de rupture *post-mortem* [118]. Ces marques, presque invisibles à l'œil nu, apparaissent par contre très clairement lorsque la surface de rupture est observée au travers d'un montage ombroscopique (cf. [115] pour détails). Un exemple de clichés ombroscopiques obtenus sur l'une de nos expériences est montré sur la figure 4.3. Deux types de marques peuvent alors être distingués :

- (i) des marques parallèles les unes aux autres, incurvées (pointillés épais blancs), qui correspondent soit à des lignes d'arrêt, soit à des ondulations du front autour de lui-même ;
- (ii) une ligne continue qui démarre en haut à gauche de l'image (point A) et qui zigzague sur la surface en se réfléchissant sur les bords de l'échantillon (points B, C, etc indiqués sur la figure). Cette marque en zigzag est celle qu'on voit à l'œil nu. Elle ressemble beaucoup aux motifs observés par Sharon *et al.* [113] et interprétés à l'époque comme la signature d'ondes de fracture.

Nous avons ensuite mené une deuxième série d'expériences en faisant varier la vitesse de fissuration, la fréquence du pulse et la durée de celui-ci. Les surfaces de fracture obtenues sont présentées sur la figure 4.4. À partir de ces expériences, il apparaît que :

- (i) le motif se dilate le long de la direction x parallèle à la propagation de la fissure quand la vitesse de rupture augmente ;
- (ii) la longueur d'onde du motif diminue avec la fréquence du pulse introduit ;
- (iii) la taille (le nombre de marques parallèles) du motif varie linéairement avec la durée du pulse.

Ces observations ne semblent pas compatibles avec une interprétation en termes d'ondes de fracture. Celle-ci conduirait en effet à des motifs peu dépendants de la perturbation, puisqu'on s'attend à ce que cette dernière, dans un scénario basé sur les ondes de fracture, excite simplement les ondes de fracture, lesquelles sélectionnent ensuite elles-mêmes leur forme, leur fréquence...

Nous proposons [118] d'interpréter ces lignes comme la somme des points d'interaction successifs entre le front de fissure et le pulse de cisaillement au cours de leur propagation respective dans l'échantillon. Dans cette interprétation, la courbure observée sur la ligne vient de la courbure du front de fissure. Pour valider ce scénario, nous avons retranscrit les niveaux de gris de l'image ombroscopique 4.3 dans les

4.2. RÉPONSE INSTANTANÉE À UNE PERTURBATION LOCALE EN CISAILLEMENT

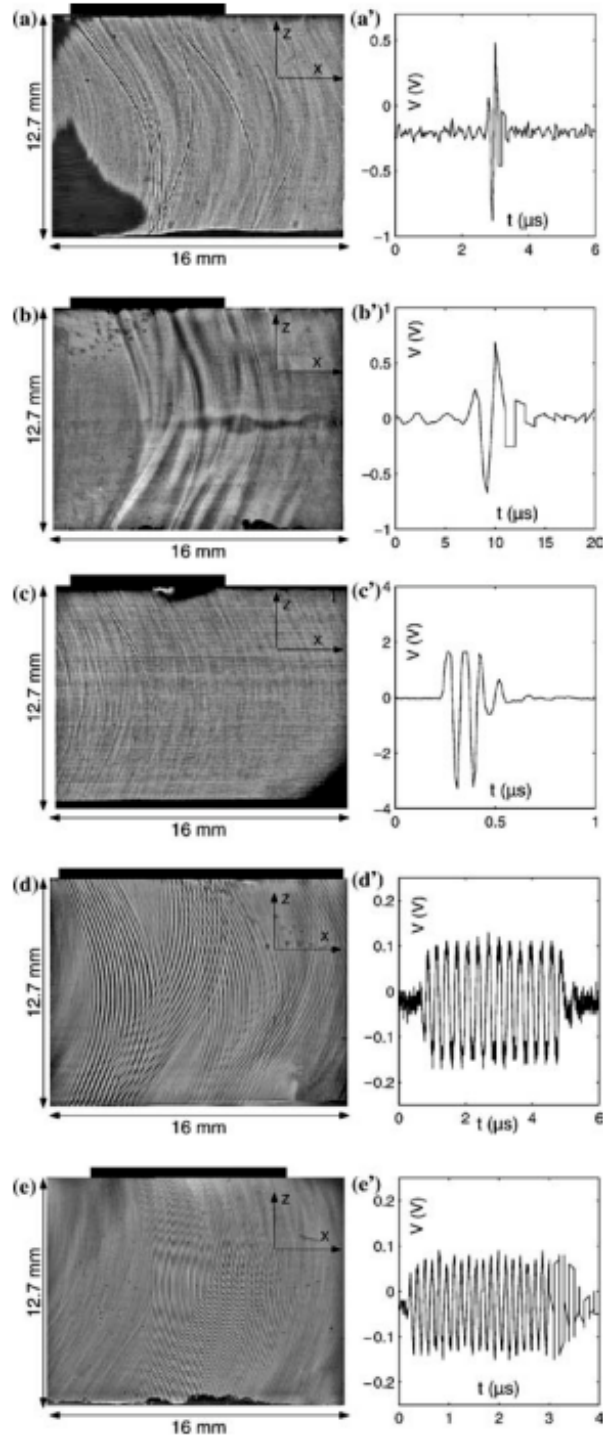
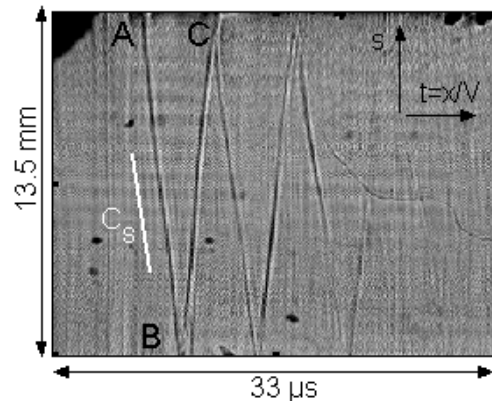


FIGURE 4.4 – (a) → (e) Faciès de rupture observés par ombroscopie pour différentes formes de pulses (représentées dans les figures (a') → (e')) et différentes vitesses de fissuration : (a) $V = 867$ m/s , (b) $V = 550$ m/s, (c) $V = 895$ m/s, (d) $V = 1015$ m/s et (e) $V = 833$ m/s (tiré de [115]).


 FIGURE 4.5 – diagramme spatio-temporel $s - t$ associé à la figure 4.3 (tiré de [115]).

coordonnées spatio-temporelle $s - t$, où s est l'abscisse curviligne le long du front, estimée en supposant que le front se translate à la vitesse V mesurée par "chute de potentiel" en restant tout le temps parallèle à la ligne pointillée noire sur la figure 4.3. Le diagramme spatio-temporel $s - t$ ainsi obtenu est représenté sur la figure 4.5. Après un court transitoire, correspondant au régime initial où le front accélère avant d'atteindre une vitesse constante, les marques prennent la forme de lignes droites de pente coïncidant avec la vitesse des ondes de cisaillement C_S . Cela permet de valider l'interprétation proposée. La même chose est observée sur toutes les images obtenues par ombroscopie présentée sur la figure 4.4.

Ces lignes ressemblent aux lignes dites de Wallner [119] classiquement observées sur les faciès obtenus après rupture brutale de morceaux de verre sans injection externe d'ondes acoustiques. Celles-ci sont généralement attribuées [119] aux interactions entre le front de fissure et les ondes acoustiques en cisaillement émises à partir de certaines hétérogénéités dans le verre. Nos observations sont compatibles avec cette interprétation. Par la suite, nous appellerons lignes de Wallner les lignes que nous observons dans notre expérience.

4.3 Analyse quantitative de la réponse du front à la perturbation

Pour caractériser quantitativement la réponse du front à la perturbation ultrasonore, nous avons mesuré la topographie de nos lignes de Wallner par microscopie interférométrique (cf. [115] pour détails). Un exemple de reconstruction topographique ainsi obtenu est représenté sur la figure 4.6. L'interaction du pulse avec le front prend la forme d'une ondulation de la surface hors du plan moyen de fissuration $x - z$. Les échelles typiques du motif sont typiquement de l'ordre de 300 nm hors plan, et de 200 μm dans le plan. Notons que cette ondulation obtenue sous perturbation locale en mode III est lisse et régulière. En d'autres termes, le chargement local en mode mixte I/III s'est traduit par une torsion continue du front, sans fragmenter celui-ci.

Dans un premier temps, nous avons regardé ce qui fixe l'amplitude A de cette ondulation et tracé pour cela, sur la figure 4.7a, la variation de A avec la distance d parcourue par le pulse acoustique dans l'échantillon. L'atténuation mesurée est très proche de l'atténuation présentée par un pulse de cisaillement se propageant dans le verre, de l'ordre de 0.1 dB/mm.

Dans un deuxième temps, nous avons regardé ce qui fixe la longueur d'onde de l'ondulation. Celle-ci dépend à la fois de la vitesse V de fissuration et de la fréquence f du pulse acoustique (figure 4.7b). Pour comprendre cette dépendance, il faut se rappeler que le pulse de cisaillement induit une perturbation en mode III sur le chargement local du front, et se propage suivant la direction z . On s'attend donc à ce

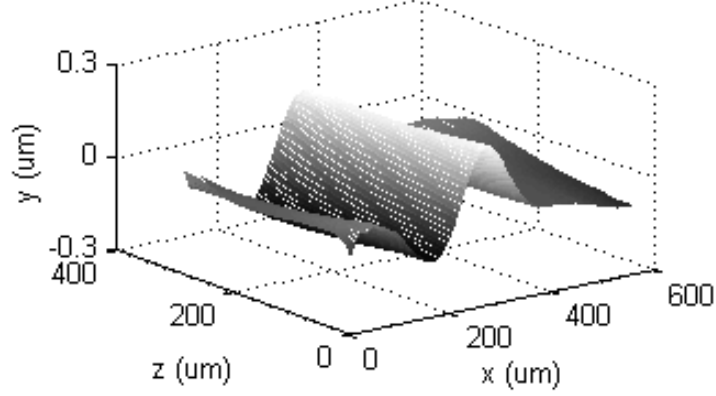


FIGURE 4.6 – Image topographique obtenue par microscopie interférométrique de la marque induite par la présence du pulse acoustique (tiré de [115]).

que le front de fissure se torde suivant l’axe x au passage du pulse pour respecter le principe de symétrie locale (cf. figure 4.8a). Si, maintenant, on prend en compte le fait que le front de fissure est courbé dans nos expériences, et, qu’en chaque point z du front, il fait un angle $\theta(z)$ par rapport à z (figure 4.8b), alors on s’attend à ce que le pulse interagisse avec le front sur une distance $\lambda_{cf} = (\sec\theta + V/C_S) \times (Cs/f)$, et que la longueur d’onde λ_x mesurée parallèlement à l’axe x soit $\lambda_x = V/f$ (cf figure 4.8b). Cela donne alors $\lambda_x = 76, 176$ et $57 \mu\text{m}$ pour les expériences ($f = 5 \text{ MHz}, v = 480 \text{ m/s}$), ($f = 5 \text{ MHz}, v = 867 \text{ m/s}$) et ($f = 20 \text{ MHz}, v = 895 \text{ m/s}$) présentées sur la figure 4.7b. Cela est en bon accord avec les valeurs $96, 174$ et $45 \mu\text{m}$ obtenues à partir des images topographiques (figure 4.7b).

Les variations topographiques des lignes de Wallner en fonction des paramètres contrôlant le pulse acoustique parent suggèrent une réponse *linéaire*, en torsion, du front à la perturbation introduite.

4.4 Sur la persistance de la réponse

Les expériences reportées dans la section précédente nous ont permis d’observer des corrugations localisées sur les surfaces de rupture qui pouvaient paraître similaires aux motifs observés par Sharon *et al.* [113] sans pour autant invoquer l’existence d’ondes de fracture. Elles ne permettent en revanche pas de conclure sur l’existence ou non d’ondes de fracture accompagnant la rupture.

Pour répondre à cette question, nous proposons maintenant de mesurer l’élargissement éventuel de nos lignes de Wallner. En effet, il est prédit [61, 111] que ces ondes de contraintes se propagent à des vitesses plus petites que la vitesse des ondes de cisaillement, typiquement entre 0.94 et 1 fois la vitesse de Rayleigh C_R . Par conséquent, les pulses d’ondes de contrainte induits par la première interaction entre le pulse de cisaillement et le front de fissure (point A de la figure 4.3) devraient atteindre l’autre bord de l’échantillon en un temps $\tau_{CFW} = S/C_R \simeq 4.3 \mu\text{s}$ où $S = 13.5 \text{ mm}$ est la longueur réelle du front en prenant en compte sa courbure (ligne pointillée sur la figure 4.3) et $C_R = 3150 \text{ m/s}$ est la vitesse de Rayleigh dans notre verre sodo-calcique. Les ondes de cisaillement atteignent quant à elles le même point en un temps $\tau_{SW} = W/C_S \simeq 3.7 \mu\text{s}$, où $W = 12.7 \text{ mm}$ est l’épaisseur de l’échantillon et $C_S = 3444 \text{ m/s}$ est la vitesse des ondes de cisaillement. On prédit alors un élargissement δ des lignes de Wallner de l’ordre de $\delta \simeq V|\tau_{SW} - \tau_{CFW}|$ où V est la vitesse de propagation du front de fissure à ce point.

On a tracé sur la figure 4.9 des profils $h(x)$ de la corrugation de la surface de fracture pris à différentes positions z dans l’échantillon - cette coordonnée est ensuite ré-exprimée en terme de distance d parcourue par le pulse avant d’interagir avec le front et de créer cette ondulation. Dans cette expérience particulière,

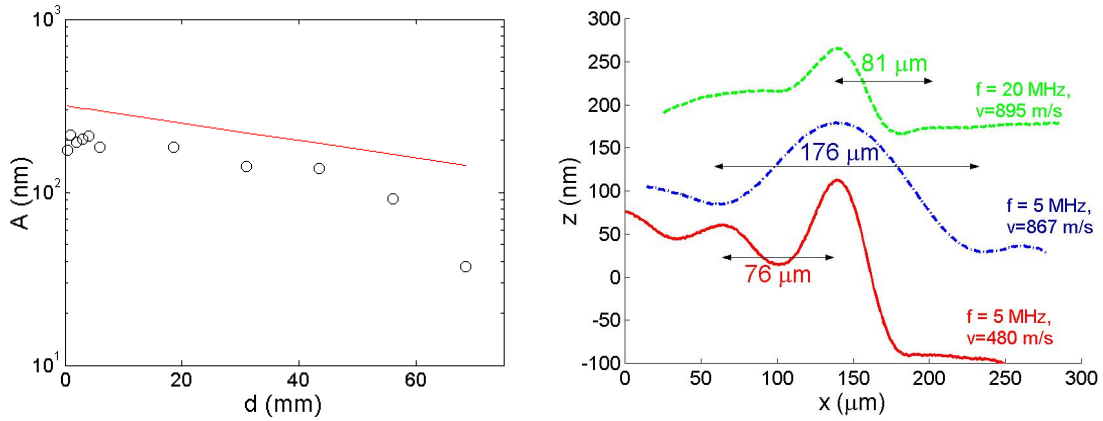


FIGURE 4.7 – (a) Variation de l’amplitude A de la corrugation de la surface de rupture en fonction de la distance d parcourue par le pulse de cisaillement. Dans l’expérience considéré ici, $V = 480$ m/s et $f = 5$ MHz. Les axes sont semilogarithmiques. La pente de la ligne droite correspond à un taux d’atténuation de 0.1 dB/mm. (b) Influence de v et f sur la sélection de la longueur d’onde de la corrugation : ligne continue $f = 5$ MHz, $v = 480$ m/s); ligne pointillée ($f = 5$ MHz, $v = 867$ m/s); ligne mixte ($f = 20$ MHz, $v = 895$ m/s). Les profils ont été décalés verticalement par soucis de clarté. Les longueurs d’onde correspondantes λ_x mesurées sur ces profils sont respectivement $76 \mu\text{m}$, $176 \mu\text{m}$ et $57 \mu\text{m}$ (tiré de [115]).

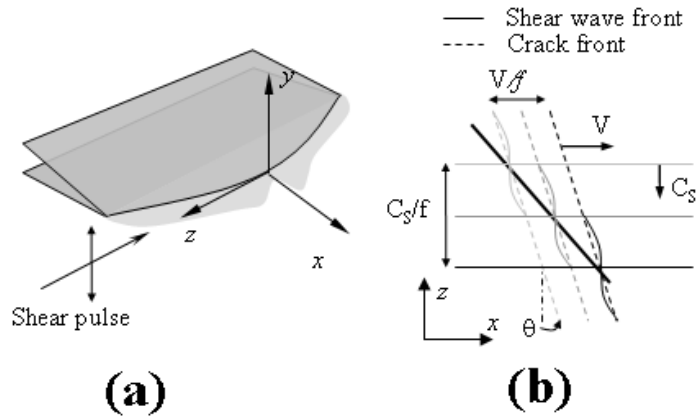


FIGURE 4.8 – (a) Schéma illustrant la corrugation du front de fissure par le pulse de cisaillement. (b) : Schéma illustrant les positions des points d’interaction entre le pulse acoustique et le front de fissure à trois instants successifs (tiré de [115]).

$V = 480$ m/s. Les arguments exposés dans le paragraphe précédent laisse donc présager, en présence d’onde de contraintes, que la corrugation s’élargit de $\delta \simeq 300 \mu\text{m}$ quand $d = 12.7$ mm (point B de la figure 4.3), de $\delta \simeq 600 \mu\text{m}$ quand $d = 25.4$ mm (point C de la figure 4.3), et de $\delta \simeq 900 \mu\text{m}$ quand $d = 38.1$ mm (point D de la figure 4.3)... Un tel élargissement n’est pas observé et démontre l’absence d’ondes de contrainte dans nos expériences.

Pour confirmer l’absence d’émission d’ondes de fracture dans nos expériences, nous avons modifié notre dispositif expérimental et placé le traducteur acoustique sur l’un des deux côtés $x - z$ de l’échantillon (configuration (b) sur la figure 4.1). Dans ces cas-là, le pulse se propage dans la direction y , avec une polarisation suivant $\pm z$. Le pulse interagit alors avec le front de fissure, traverse le plan de fissure, se réfléchit de l’autre coté sur la surface libre de l’échantillon, et revient perturber le front à nouveau.

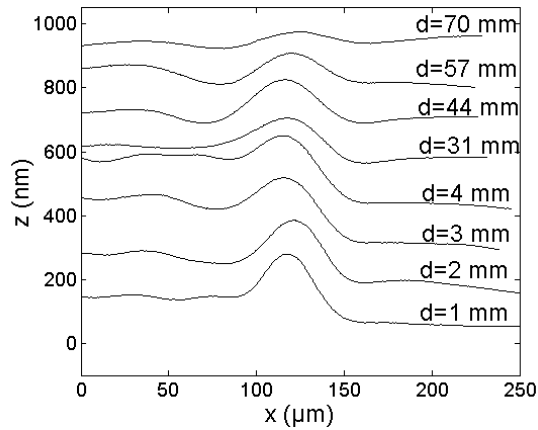


FIGURE 4.9 – Profil $h(x)$ de la corrugation mesurée sur la surface de rupture, pris à différentes positions z dans l'échantillon, correspondant à différentes distances d parcourues par le pulse de cisaillement. Les profils ont été décalés verticalement par soucis de clarté. Ces profils ont été mesurés sur la surface de fracture présentée sur la figure 4.3 (tiré de [115]).

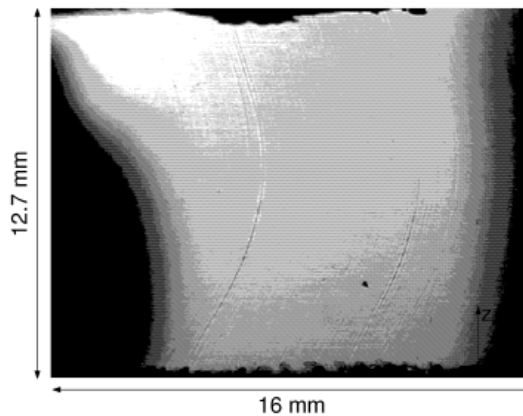


FIGURE 4.10 – Image ombroscopique de la surface de rupture obtenu en perturbant la propagation de la fissure avec un pulse acoustique polarisé suivant y et se propageant suivant z . Sur cette expérience, la vitesse de fissuration est $V = 440$ m/s et la fréquence du pulse est $f = 5$ MHz (tiré de [115]).

Autrement dit, le pulse interagit avec le front de fissure à des instant *discrets*, pendant une période assez courte. Les lignes de Wallner observés dans la section précédente doivent alors prendre la forme de traces parallèles coïncidant avec la position du front à ces instants discrets, tandis que l'existence d'ondes de contraintes amènerait à des traces en zigzag similaires à celles observées sur la figure 4.3.

Un exemple d'image ombroscopique obtenue dans cette configuration est présentée sur la figure 4.10. Deux lignes de Wallner sont observées et, comme attendu, sont parallèles aux lignes d'arrêt observées sur la surface. En revanche, le motif en zigzag observé sur les expériences précédentes n'apparaît plus. Cela nous permet de conclure que les ondulations observées dans la section précédente sont bien des lignes de Wallner et non la signature d'ondes de fracture. Si celles-ci existent, elles sont en deçà de la limite de notre résolution (10 nm).

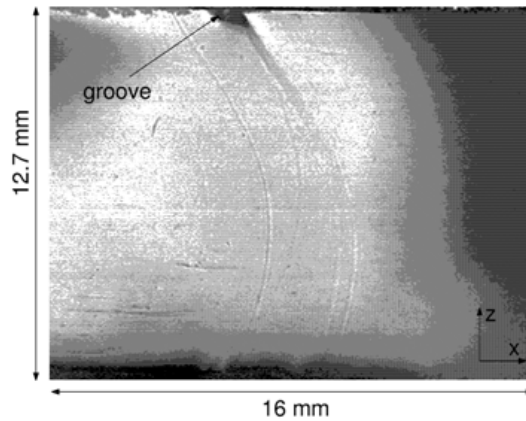


FIGURE 4.11 – Observation ombroscopique du faciès de rupture obtenu lorsque la perturbation est introduite en rayant avec une pointe diamant la surface de l'échantillon perpendiculairement à la propagation de la fissure (tiré de [115]).

4.5 Interaction du front de fissure avec une hétérogénéité

Les expériences précédentes nous ont permis de montrer qu'un pulse acoustique en cisaillement pouvait perturber le front de fissure lors de la rupture dynamique du verre, et ainsi donner naissance à des corrugations visibles *post-mortem* sur les surfaces de rupture. Cette corrugation est linéaire en amplitude et fréquence par rapport à la perturbation en cisaillement, et disparaît lorsque la perturbation disparaît.

Nous proposons maintenant de perturber la propagation de la fissure en introduisant une hétérogénéité localisée sur sa trajectoire. Cette perturbation est obtenue comme dans l'expérience de Sharon *et al.* [113], en rayant la surface de l'échantillon à l'aide d'une pointe diamant perpendiculairement à la propagation de la fissure. La figure 4.11 montre l'image ombroscopique d'un faciès de rupture obtenu dans une de ces expériences. Des marques émanant du voisinage de l'hétérogénéité et zigzagant à travers l'échantillon peuvent clairement être observées. La forme est très similaire à celle des lignes de Wallner observées dans les sections précédentes.

Pour comprendre l'origine de ces marques, regardons la figure 4.12, qui présente un diagramme du corps libre de la partie de l'échantillon délimitée par les pointillés placés juste sous la rayure : La présence de la rayure impose localement sur l'échantillon à la fois des contraintes normales et des contraintes en déchirement au passage de la fissure. Par conséquent, on s'attend à ce que l'interaction du front en propagation avec cette hétérogénéité émette des ondes de compression et de cisaillement. Ces ondes viennent ensuite rétroagir sur le front et corruguer celui-ci, comme cela a été observé dans les sections 4.2, 4.3, et 4.4. En revanche, contrairement au cas précédent, les ondes de cisaillement ne sont plus des ondes planes. Elles sont émises à partir d'une source (point ou ligne) localisée proche de la rayure. On s'attend alors à ce que l'amplitude du pulse émis présente une atténuation géométrique en $1/r^2$ (source ponctuelle) ou $1/r$ (source ligne) avec la distance r depuis la rainure¹⁸. Et comme nous avons montré que l'amplitude A de la corrugation varie linéairement avec l'amplitude du pulse, on s'attend à ce que A varie comme $1/r^2$ ou $1/r$, ce qui est effectivement observé (Figure 4.13). Dans cette interprétation, les marques générées lorsqu'on perturbe la propagation d'un front de rupture dans le verre en introduisant une hétérogénéité localisée ne sont pas dues à la présence d'onde de contrainte comme cela avait été proposé initialement [113]. Ces marques sont simplement des lignes de Wallner qui traduisent l'émission d'ondes acoustiques au niveau de cette hétérogénéité.

18. Cette décroissance en $1/r^2$ ou $1/r$ est attendu lorsque r est suffisamment grand devant l'épaisseur de la rainure, de manière à ce que celle-ci puisse être considérée comme ponctuelle

4.5. INTERACTION DU FRONT DE FISSURE AVEC UNE HÉTÉROGÉNÉITÉ

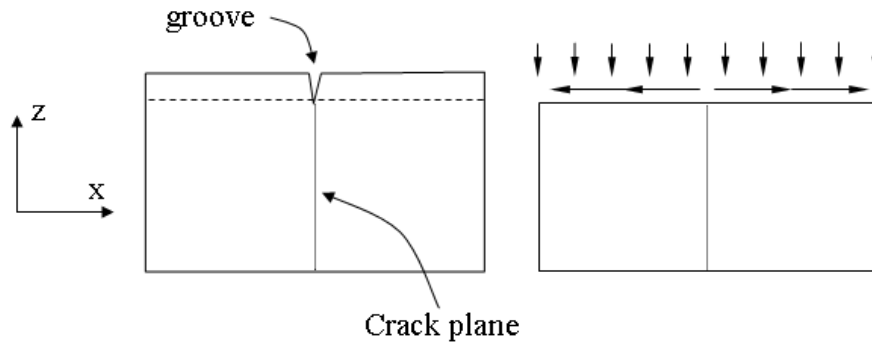


FIGURE 4.12 – diagramme du corps libre pour la partie de l'échantillon délimitée par les pointillés placés juste sous la rayure. La zone de l'échantillon au-dessus des pointillés impose à cette partie une composante tension et cisaillement antiplan pendant la propagation de la fissure (tiré de [115]).

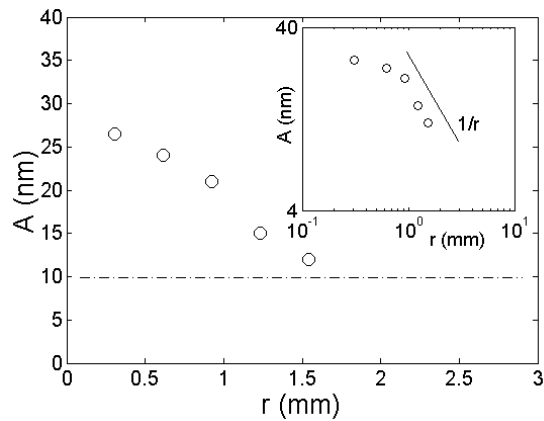


FIGURE 4.13 – Variation de l'amplitude A de la corrugation de la surface en fonction de la distance r à partir de la rainure. Le trait mixte situe la résolution de nos mesures, autour de 10 nm. Insert : même graphe avec des échelles logarithmiques. Le trait mixte (resp. pointillé) montre une décroissance en $1/r$ (resp. en $1/r^2$) (tiré de [115]).

4.6 Conclusion

Dans un premier temps, nous avons caractérisé la réponse d'un front de fissure en propagation rapide à une perturbation localisée introduite sous forme d'un pulse ultrasonore. Les résultats principaux se résument de la manière suivante :

- (i) le passage du pulse sur le front induit une petite perturbation locale en mode III sur le chargement du front ;
- (ii) en réponse à cette perturbation, le front se tord localement, sans se fragmenter, et donne ainsi naissance à des lignes de Wallner sur les faciès de rupture ;
- (iii) cette torsion est linéaire en amplitude et en fréquence avec la perturbation, et disparaît instantanément lorsque la perturbation disparaît.

Nous avons ensuite reproduit l'expérience de Sharon *et al.* [113] et examiné l'effet d'une hétérogénéité placée sur le chemin de propagation de notre fissure. On observe alors sur les faciès de rupture des lignes de morphologies similaires à celles obtenues lorsque la perturbation est introduite de manière externe sous forme d'ondes ultrasonores. La différence majeure se trouve dans la décroissance rapide observée sur l'amplitude de la corrugation avec la distance à partir de la rainure. D'après nous, ces lignes s'interprètent plutôt comme des lignes de Wallner que comme la conséquence d'ondes de fracture.

Ces corrugations disparaissent quasiment immédiatement quand les pulses acoustiques s'éloignent, et ne s'élargissent pas sous perturbations successives. Par conséquent, si des ondes de fracture ont été excitées dans notre système, elles restent non détectables sur les faciès. De fait, elles ne semblent pas former le vecteur principal responsable de la redistribution des contraintes après interaction du front avec une hétérogénéité microstructurale. Notons néanmoins que toutes nos expériences ont été réalisées à vitesses relativement petites, typiquement entre $300 \text{ m/s} \sim 0.1C_R$ et $1000 \text{ m/s} \sim 0.3C_R$ où C_R dénote la vitesse de Rayleigh. Il pourrait être intéressant de chercher ces ondes de fracture à plus hautes vitesses, et en particulier au-dessus de $0.4C_R \simeq 1300 \text{ m/s}$, seuil au-dessus duquel le front se fragmente par instabilités de micro-branchement [120, 121].

En revanche, les ondes acoustiques transverses émises lorsque le front interagit avec les hétérogénéités microstructurales donnent naissance aux lignes de Wallner visibles sur les faciès de rupture. Pouvons-nous pour autant considérer ces ondes acoustiques comme le/un des mécanisme(s) important(s) à prendre en compte pour expliquer les rugosités macroscopiques observées en rupture dynamique, ou la valeur anormalement basse de la vitesse de fissuration. Plusieurs observations expérimentales réalisées dans les verres vont dans ce sens : Gross *et al.* [120] ont en effet mis en évidence, dans le verre et le plexiglas, des corrélations entre le spectre d'émission acoustique et celui des faciès de rupture. Et Sharon *et al.* [122] ont par la suite souligné les corrélations importantes entre topographie de ces faciès et fluctuations sur la vitesse instantanée de fissuration. La prise en compte des redistributions dynamiques de contrainte sous forme d'ondes acoustiques semble donc une étape importante pour étendre les descriptions stochastiques de fissuration lente, proposées dans le chapitre précédent, à la rupture rapide des matériaux désordonnés élastiques fragiles.

Si l'atténuation acoustique mesurée dans le verre aux fréquences typiquement sélectionnées pendant la rupture dynamique (typiquement autour du MHz) est très faible, il n'en est pas de même dans les verres polymériques fragiles. L'atténuation mesurée sur la propagation d'ondes planes (fréquence 5 MHz) dans le PMMA est par exemple de 1.7 dB/mm au lieu du 0.1 dB/mm obtenu section 4.2. Nous verrons dans le chapitre suivant quels autres mécanismes sont mis en œuvre dans la rupture dynamique de ces verres polymériques.

Chapitre 5

Endommagement dynamique dans la rupture fragile des verres polymériques

Nous nous intéressons maintenant à la dynamique de fissuration en régime de propagation rapide. Dans la MLER standard, la vitesse de propagation v d'une fissure est obtenue en équilibrant le flux d'énergie mécanique entrant par unité de temps dans la FPZ, avec l'énergie dissipée dans la FPZ pendant cette unité de temps (cf. section 3.1). On arrive à¹⁹ :

$$\left(1 - \frac{v}{C_R}\right) \frac{K^2(c)}{E} = \Gamma, \quad (5.1)$$

où E est le module de Young du matériau, C_R la vitesse de Rayleigh, c la longueur de la fissure à l'instant considéré, $K(c)$ le facteur d'intensité des contraintes *statique* calculé en supposant la fissure immobile, et Γ l'énergie de fracture.

Les prédictions de la MLER se comparent bien avec les observations expérimentales tant que la vitesse de fissuration est petite [123]. En revanche et comme nous l'avons mentionné en introduction du chapitre précédent, de nombreux désaccords sont observés quand la vitesse devient importante. En particulier, la vitesse limite atteinte expérimentalement dans les expériences de rupture menées sur les matériaux fragiles amorphes est bien plus petite (typiquement deux fois plus faible) que la valeur C_R prédite par l'équation 5.1.

La mise en évidence d'instabilités de micro-branchement [124, 125] à partir d'une certaine vitesse seuil v_b (typiquement de l'ordre de $0.35 \sim 0.4C_R$) permet d'expliquer en partie ces désaccords : au-delà de v_b , le front de fissure se fragmente en plusieurs morceaux et sa propagation n'a plus lieu d'être décrit par l'équation 5.1. Il est en revanche généralement considéré [126] que la MLER marche très bien pour $v \leq v_b$. De fait, la plus grande partie des travaux récents s'est focalisée sur les régimes de fissuration au-delà de v_b (voir par exemple [127, 128, 129, 130, 131, 132]). Néanmoins, un certain nombre d'observations reste inexplicé en dessous. En particulier, même lorsque v est significativement plus petit que v_b , l'énergie de fracture mesurée est souvent anormalement grande, bien plus importante que les valeurs obtenues à l'initiation de la rupture [133, 134, 126, 135].

Les expériences présentées dans ce chapitre visent à mieux comprendre les mécanismes qui sélectionnent l'énergie de fracture en régime rapide. Dans ce contexte, nous avons mis en place un banc expérimental, présenté dans la section 5.1, qui permet de caractériser les mécanismes de dissipation dans

19. La dérivation de cette équation présuppose un certain nombre d'hypothèses qui ne sont pas détaillées ici. Le lecteur intéressé trouvera celles-ci dans le livre de Freund [68]. Mentionnons néanmoins le fait que le bilan énergétique permettant d'aboutir à l'équation 5.1 ne prend pas en compte l'énergie mécanique convectée par les ondes élastiques réfléchies sur les parois de l'échantillon.

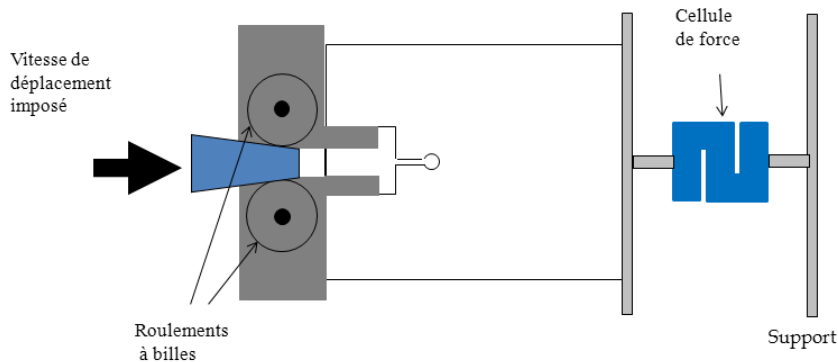


FIGURE 5.1 – Schéma de principe du dispositif expérimental

un matériau fragile amorphe modèle, – nous avons opté pour le plexiglas –, sur une large gamme de vitesse. Ce dispositif nous a permis de mettre en évidence une nouvelle vitesse critique, plus petite que v_b , au-delà de laquelle la propagation de la fissure s'accompagne d'endommagement macroscopique sous forme de nucléation et de croissance de microfissures en avant du front (section 5.2). Nous verrons ensuite, dans la section 5.3, comment reconstruire de manière déterministe, à partir de l'analyse *post-mortem* des faciès de rupture, la dynamique spatio-temporelle complète des événements de microfissuration. La statistique de celle-ci et son évolution en fonction du chargement seront présentées dans la section 5.4. Finalement, nous verrons dans la section 5.5 comment la présence d'endommagement agit pour sélectionner la vitesse macroscopique de fissuration et discuterons les implications de ce mécanisme sur l'interprétation de la MLER.

Le travail présenté ici a été réalisé dans le cadre de l'ANR JCJC *RUDYMATH* et de la thèse de Claudia Guerra, avec Fabrice Célarié, Davy Dalmas (UMR CNRS/Saint-Gobain) et Julien Scheibert.

5.1 Dispositif expérimental

Les échantillons étudiés sont parallélépipédiques, de taille $140 \times 125 \times 15 \text{ mm}^3$ et, comme dans le chapitre précédent, sont cassés en utilisant une géométrie de "Wedge Splitting". Le montage mécanique a en revanche été optimisé de manière à limiter autant que possible les sources parasites de dissipation d'énergie mécanique (frottement et/ou déformations plastiques) dans l'échantillon, en dehors de la FPZ. En particulier, le coin d'acier n'appuie plus directement sur l'échantillon, mais écarte deux pièces intermédiaires en acier elles-mêmes en contact avec l'échantillon (cf. figure 5.1). Nous avons aussi introduit un capteur de force de manière à mesurer la force exercée par le coin sur l'échantillon. Il devient alors possible d'estimer, par calcul en éléments finis, la variation du facteur d'intensité des contraintes K avec la longueur de la fissure c dans chacune des expériences à partir de la mesure de la valeur de la force appliquée au moment de la rupture (figure 5.2a).

Dans cette géométrie, K décroît avec la longueur de fissure. Pour pouvoir obtenir des valeurs initiales élevées, et par conséquent des vitesses de fissuration initiales élevées, nous avons percé un trou en pointe de la préfissure. En augmentant le diamètre de ce trou, on retarde l'initiation de la fissure. On augmente ainsi l'énergie élastique U_0 stockée dans l'échantillon avant rupture, et, par suite, on élargit les plages de vitesse et de facteur d'intensité des contraintes balayés au cours de l'expérience. Des vitesses instantanées comprises entre 75 m/s ($\sim 0.08c_R$) et 500 m/s ($\sim 0.57c_R$) ont ainsi pu être obtenues.

Reste maintenant à mesurer aussi précisément que possible la variation de la vitesse v de fissuration

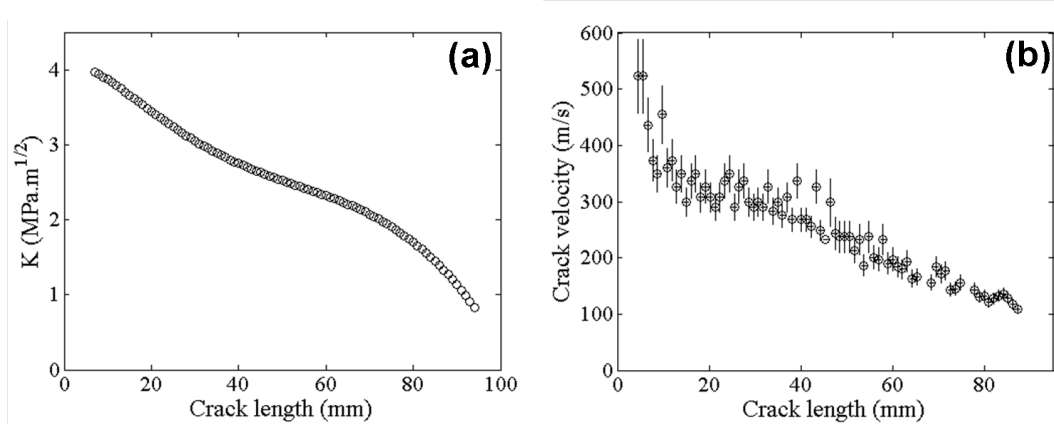


FIGURE 5.2 – (a) Profil montrant la variation du facteur d'intensité des contraintes en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai typique. L'insert présente un schéma du dispositif expérimental (b) : Profil montrant la variation de la vitesse de fissure avec la longueur de fissure. Les barres verticales montrent les barres d'erreur.

au cours des essais. Pour ce faire, nous avons implémenté une version modifiée de la chute de potentiel utilisée dans le chapitre précédent. L'idée est de déposer une série de 90 lignes d'or relativement fines sur la surface de l'échantillon (largeur : $500\ \mu\text{m}$, espacement : $500\ \mu\text{m}$, épaisseur : $23\ \text{nm}$), et de connecter chacune de celles-ci, en série, avec des résistances de $30\ \text{k}\Omega$. La résistance des lignes est alors négligeable devant celle des résistors, et, lorsque la fissure en propagation coupe successivement ces lignes, la résistance globale du système augmente à chaque fois d'un incrément constant. Ces sauts de résistance sont mesurés à l'oscilloscope (fréquence d'acquisition : $10\ \text{MHz}$) au travers d'un pont diviseur de tension. Nous obtenons alors la variation temporelle de la longueur de fissure $c(t)$ avec des résolutions spatiales et temporelles de $40\ \mu\text{m}$ et $0.1\ \mu\text{s}$. La variation de la vitesse de fissuration $v(c)$ en fonction de la longueur c de la fissure s'en déduit alors aisément (figure 5.2b).

L'ensemble des expériences de rupture dynamique décrites dans ce chapitre a été mené dans du plexiglas dont les propriétés mécaniques et acoustiques pertinentes ont été caractérisées. Le module de Young du matériau vaut $E = 2.8 \pm 0.2\ \text{GPa}$ et son module de Poisson $\nu = 0.33 \pm 0.08$. La vitesse des différentes ondes élastiques peut alors être déduite. On obtient des vitesses de propagation $C_D = 2010 \pm 60\ \text{m/s}$ pour les ondes de compression, $C_S = 950 \pm 10\ \text{m/s}$ pour les ondes de cisaillement, et $C_R = 880 \pm 20\ \text{m/s}$ pour les ondes de Rayleigh. La ténacité du matériau a aussi été mesurée et permet de déterminer l'énergie de fracture à initiation : $\Gamma(v=0) = K_c^2/E = 0.42\ \text{kJ/m}^2$.

5.2 Transition dynamique "fragile/quasi-fragile"

Nous nous sommes tout d'abord intéressés à l'énergie de fracture et ses variations en fonction de la vitesse de fissuration. Connaissant les profils de vitesse $v(c)$ et de facteur d'intensité des contraintes $K(c)$ dans chaque expérience, nous pouvons déduire celui de l'énergie de fracture $\Gamma(c)$ à partir de l'équation 5.1. Celle-ci est tracée en fonction de v sur la figure 5.3, pour différentes expériences menées à différentes valeurs U_0 de l'énergie mécanique stockée avant rupture.

Différents régimes peuvent être mis en évidence sur cette courbe :

- pour v petit, Γ reste globalement constant et de l'ordre de K_c^2/E , comme attendu dans le cadre de la MLER ;
- lorsque v atteint une première vitesse critique $v_a \approx 165\ \text{m/s} \approx 0.19C_R$, Γ augmente brusquement,

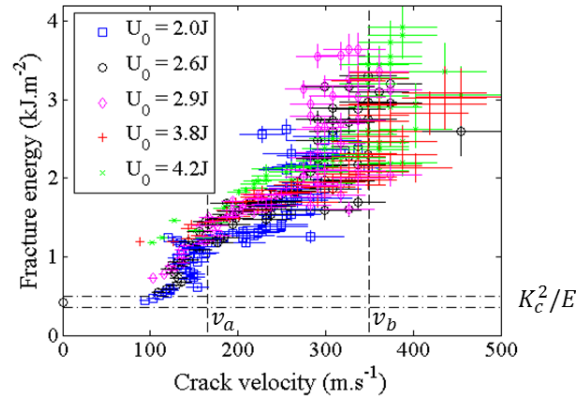


FIGURE 5.3 – Energie de fracture Γ en fonction de la vitesse de fissuration v pour cinq expériences différentes, avec cinq valeurs différentes d'énergie mécanique stockée avant rupture. Les deux lignes mixtes verticales correspondent aux deux vitesses seuil v_a et v_b . Les deux lignes mixtes horizontales indiquent l'intervalle de confiance pour l'énergie de fracture à $v = 0$: $\Gamma(v = 0) = K_c^2/E$ (tiré de [136]).

jusqu'à une valeur quatre fois plus importante que $\Gamma(v = 0) = K_c^2/E$;

- Au-delà de v_a , Γ augmente lentement avec v ;
- lorsque v devient supérieur à une deuxième vitesse critique $v_b \approx 350$ m/s $\approx 0.36C_R$, Γ augmente à nouveau rapidement, pour sembler diverger lorsque $v \approx 450$ m/s $\approx 0.5C_R$.

Il est aussi à noter que, si les courbes obtenues pour différents U_0 se superposent relativement bien pour $v \leq v_b$, on observe une dispersion importante au delà de v_b . En d'autres termes, l'équation 5.1 semble valide pour $v \leq v_b$ – avec Γ dépendant de v –, mais cesse de l'être au-delà. Cette vitesse critique $v_b \approx 350$ m/s $\approx 0.36C_R$ correspond au seuil des instabilités de micro-branchement très largement discutées dans la littérature (cf. e.g. [125, 126]). En revanche, le premier saut à $v_a \approx 165$ m/s $\approx 0.19C_R$ est observé pour la première fois dans notre expérience. La variation très rapide de Γ avec v autour de cette valeur fournit une interprétation directe des observations, rapportées plusieurs fois (voir par exemple [137, 138]), sur des fissures se propageant à différentes valeurs de Γ tout en gardant une vitesse presque constante, autour de $0.2c_R$.

Pour comprendre la nature de la transition mise en évidence à $v = v_a$ sur la courbe $\Gamma(v)$, nous proposons de regarder maintenant les faciès de rupture. La figure 5.4 montre l'évolution de ceux-ci lorsque la vitesse de fissuration augmente. Pour v plus petit que v_a , les faciès restent lisses à l'échelle optique (figure 5.4a en bas). Mais au-delà de ce seuil, on peut noter la présence de marques coniques (figure 5.4b et c en bas). Ces marques sont confinées en surfaces et ne laissent pas de traces lorsqu'on observe l'échantillon par le coté (figure 5.4a et b en haut), contrairement aux micro-branches qui se développent quand v devient plus grand que v_b (figure 5.4c en haut).

De telles marques coniques ont été observées sur les faciès de nombreux matériaux fragiles, par exemple dans le polystyrène [139], pour certains verres d'oxyde [140, 141], l'acétate de cellulose [142], certains matériaux polycristallins [143], ou l'homalite [138]. Elles sont classiquement interprétées [140, 138, 144] comme la signature de microfissures qui nucléent et grandissent en avant du front de fissure, puis coalescent avec celui-ci.

La figure 5.5 présente la variation de la densité surfacique ρ de ces marques en fonction de la vitesse de fissuration. Pour v plus petit que v_a , aucune marque n'est visible, quelque soit le taux de grossissement de l'objectif choisi. Au-delà de v_a , ρ varie quasiment linéairement avec $v - v_a$. Le fait que la discontinuité sur la courbe $\Gamma(v)$ corresponde exactement à la vitesse critique à partir de laquelle les marques coniques apparaissent suggère que ces deux phénomènes sont la signature de la même transition. Autrement dit, la

5.3. RECONSTRUCTION DE LA DYNAMIQUE LOCALE DE MICRO-ENDOMMAGEMENT

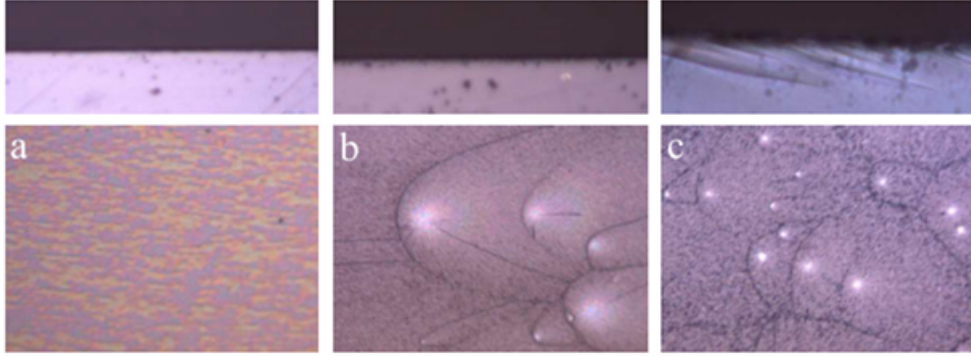


FIGURE 5.4 – Images prises au travers d'un microscope (x10) pour différentes vitesses, à savoir (a) $v \approx 120$ m/s, (b) $v \approx 260$ m/s et (c) $v \approx 650$ m/s. En haut, vue de côté (champ d'observation : 0.25×0.7 mm²). En bas, surfaces de fracture (champ d'observation : 0.5×0.7 mm²). La fissure se propage de la gauche vers la droite.

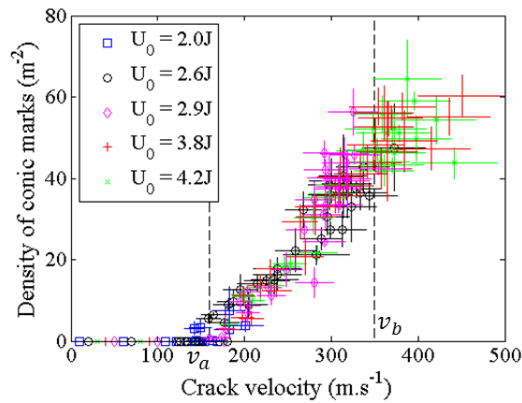


FIGURE 5.5 – Nombre ρ de microfissures par unité de surface en fonction de la vitesse de fissuration.

rupture du plexiglas, pourtant considéré comme l'archétype du matériau nominale-ment fragile, au-delà de $v_a \approx 165$ m/s, s'accompagne d'endommagement sous forme de nucléation et croissance de microfissures en avant du front, comme pour un matériau quasi-fragile. Nous utiliserons par la suite le vocable *zone d'endommagement*, que nous noterons DZ (pour "Damage Zone"), pour faire référence à la zone endommagée autour de la pointe de fissure principale. Nous distinguerons celle-ci de la FPZ se développant à la pointe de la fissure principale *et à celle de chacune des microfissures* qui délimite la zone des déformations plastiques impliquant de la dissipation (craze par exemple).

5.3 Reconstruction de la dynamique locale de micro-endommagement

L'étape suivante consiste à caractériser, et à terme de comprendre, la dynamique des événements de microfissuration se développant pendant la fissuration rapide ($v \geq v_a$) de notre plexiglas. Cette tâche n'est à priori pas facile : le temps typique séparant deux événements de microfissuration successifs est de l'ordre

de 10 ns²⁰, bien trop petit pour être accessible avec les techniques d'imagerie disponibles actuellement.

Nous nous proposons ici de reconstruire la dynamique de ces événements *post-mortem*, à partir des empreintes qu'ils laissent sur les faciès. Nous remarquons en particulier des points de forte réflectivité optique, qui apparaissent en blanc sur les images fractographiques (cf. figure 5.6(A)). Ces zones claires, d'après nous, proviennent des déformations plastiques importantes qui accompagnent la nucléation des microfissures. Elles permettent ainsi de déterminer précisément la position des différents sites de nucléation.

Une fois nucléées, les microfissures forment des disques aplatis²¹ qui grandissent radialement suivant des plans légèrement différents les uns des autres. Lorsque deux de ces microfissures passent l'une au-dessus de l'autre, le ligament qui les sépare casse brutalement et laisse une trace visible sur le faciès. Dans ce scénario, les marques coniques observées *post-mortem* indiquent les points d'intersection successifs entre microfissures [140, 138, 144]. Considérons en particulier la marque induite entre deux microfissures grandissant à des vitesses c_1 et c_2 . Dans le référentiel (\vec{e}_x, \vec{e}_y) centré sur le centre de nucléation de la première microfissure et choisi de sorte que l'axe x passe par les deux centres de nucléation, l'équation décrivant la marque laissée *post-mortem* s'écrit [145] :

$$\frac{y}{\Delta} = \pm \sqrt{-\left(\frac{x}{\Delta}\right)^2 + \frac{c^2 + 1}{(c^2 - 1)^2} \left(c^2 \left(\frac{c_1 \tau}{\Delta}\right)^2 - \frac{2x}{\Delta}\right) + \frac{1}{(c^2 - 1)^2} + \frac{2c^2}{(c^2 - 1)^2} \frac{c_1 \tau}{\Delta} \sqrt{\left(1 - \frac{2x}{\Delta}\right) (c^2 - 1) + c^2 \left(\frac{c_1 \tau}{\Delta}\right)^2}}, \quad (5.2)$$

où $c = c_2/c_1$, Δ est la distance entre les deux sites de nucléation, et τ est l'intervalle séparant les temps de nucléation des deux microfissures. L'analyse de cette équation montre que le nombre $c_1 \tau / \Delta$ fixe le rapport d'aspect de la marque fractographique, tandis que le rapport $c = c_2/c_1$ fixe sa forme (cf. [145] pour détails).

Nous avons utilisé l'équation 5.2 pour extraire directement le rapport c_2/c_1 pour chaque couple de microfissures en interaction (≈ 400 couple par image) sur différentes images microscopes obtenues à différentes vitesses (8 images prises sur des faciès obtenues à différentes vitesses de fissuration, depuis ≈ 200 m/s $\simeq 0.22C_R$ jusqu'à ≈ 450 m/s $\simeq 0.5C_R$). Indépendamment de la vitesse de fissuration, nous obtenons une distribution gaussienne, centrée sur 1, et d'écart type de l'ordre de 0.02 (figure 5.7). Cette analyse nous permet d'affirmer que toutes les microfissures grandissent à la même vitesse c_m à l'intérieur de la DZ. Notons que, pour l'instant, rien n'interdit à c_m de varier avec v , K , etc. Nous reviendrons sur les mécanismes qui fixent c_m plus loin dans ce chapitre. En faisant $c_2 = c_1 = c_m$ dans l'équation 5.2, on arrive à :

$$\frac{y}{\Delta} = \pm \sqrt{\frac{d_n(2\Delta - d_n)}{(\Delta - 2d_n)^2} \left(\frac{x}{\Delta}\right)^2 - 4 \frac{d_n(2\Delta - d_n)}{(\Delta - 2d_n)^2} \left(\frac{x}{\Delta}\right) + \frac{d_n(2\Delta - d_n)}{(\Delta - 2d_n)^2} - 4 \frac{d_n}{\Delta} + 4 \left(\frac{d_n}{\Delta}\right)^2}, \quad (5.3)$$

où $d_n = (\Delta - c_m \tau)/2$ représente la distance entre le front de la microfissure incidente (microfissure mère), et le centre de la microfissure nucléée (microfissure fille), à l'instant où cette dernière nucléée. Cette distance vaut deux fois la distance entre apex et foyer de la marque conique considérée et, de fait, peut être extraite directement des images fractographiques.

Récapitulons les trois derniers paragraphes :

- (i) les zones blanches visibles sur les images fractographiques permettent de localiser précisément les sites de nucléation des microfissures ;
- (ii) la forme prise par les marques coniques indique que ces microfissures grossissent toutes à la même vitesse, c_m ;

20. Ce temps τ peut-être estimé à partir de la distance typique $\delta \simeq 100 \mu\text{m}$ séparant les foyers de deux marques coniques voisines en considérant que l'information entre ces foyers circule à des vitesses fixées par les vitesses acoustiques C (autour de 1000 m/s). On arrive ainsi à $\tau = \delta/C \approx 10$ ns.

21. La littérature anglo-saxonne parle de "penny-shape microcracks", *i.e.* de microfissures prenant la forme d'une pièce d'un penny

5.3. RECONSTRUCTION DE LA DYNAMIQUE LOCALE DE MICRO-ENDOMMAGEMENT

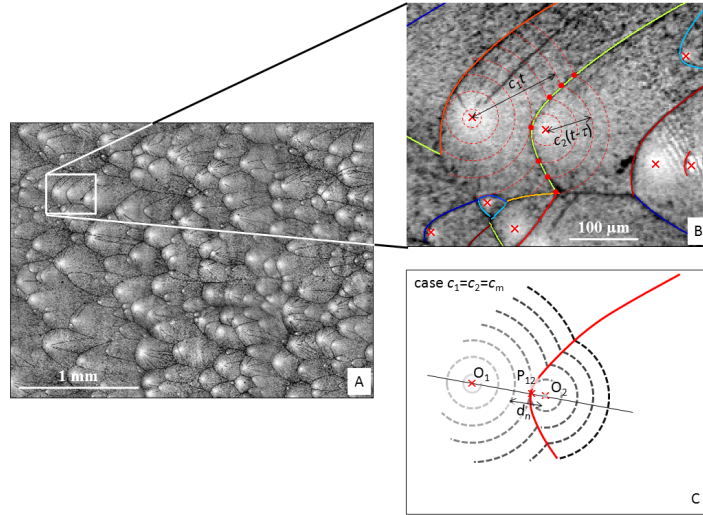


FIGURE 5.6 – (A) Exemple d'image obtenue en observant les faciès avec un microscope. Les zones blanches identifient les points sur lesquels les microfissures ont nucléé. (B) Interprétation des marques coniques : les pointillés rouges schématisent les positions successives des fronts pour les deux microfissures qui, en interagissant, donnent naissance à la branche verte de la marque conique. Ces microfissures nucléent à $t = 0$ et $t = \tau$, puis grossissent radialement à des vitesses c_1 et c_2 . L'ajustement des branches (lignes en couleur) avec l'équation 5.2 permet de déduire c_2/c_1 . (C) Quand $c_2 = c_1$, les marques sont composées de branches réellement (mathématiquement) coniques (équation 5.3) et la distance d_n entre le front de la fissure incidente (1) et le point de nucléation de la microfissure nucléée est deux fois la distance apex-foyer de la conique, distance $|O_2P_{12}|$ (tiré de [145]).

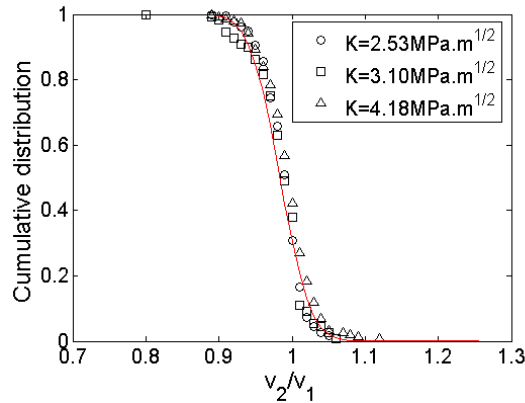


FIGURE 5.7 – Distribution cumulée du rapport c_2/c_1 extrait sur trois faciès différents, correspondant à trois chargement différents. Les vitesses de fissuration à ces trois chargement ont été mesurées respectivement à 245 ± 35 m/s, 295 ± 30 m/s et 435 ± 50 m/s (tiré de [145]).

- (iii) la mesure de la distance d_n entre l'apex et le foyer de chacune des marques coniques nous indique la chronologie des événements de nucléation.

Nous sommes maintenant en mesure de reconstruire la dynamique de microfissuration qui a amené au faciès observé. Pour cela, nous commençons par placer arbitrairement un front droit vertical sur la gauche de l'image fractographique considéré (cf. images en haut de la figure 5.8), puis nous translatons celui-ci vers la droite à vitesse constante (1 pixel/pas de temps). Quand le front est à la distance d_n du site de nucléation le plus proche, nous nucléons une microfissure sur celui-ci et nous faisons grossir radialement cette microfissure (à 1 pixel/pas de temps). Le front total est alors constitué du front droit en translation et du front circulaire grandissant. A partir d'un certain moment, ces deux fronts se croisent. On ne garde alors que la partie se propageant dans la partie non cassée et on utilise les points d'interaction pour définir la marque conique. Lorsque le front total atteint la distance d_n associée à un deuxième site, une deuxième microfissure est nucléée et la procédure est répétée.

La figure 5.8 présente deux exemples de reconstruction ainsi obtenue. La figure 5.9 superpose les marques coniques définies par la simulation à celles observées réellement en fractographie. L'accord entre reconstruction et expérience n'est évidemment pas bon sur les bords gauches, hauts et bas, faute d'information suffisante sur la position des sites de nucléation et les distance de nucléation en dehors de la zone d'observation. En revanche, il est très bon loin des bords, ce qui permet de valider la méthode. Nous avons ainsi pu reconstruire, *de manière déterministe*, la dynamique microscopique de micro-endommagement associé à la rupture rapide du plexiglas. Notons que les résolutions spatiales de $\approx 1 \mu\text{m}$ (taille du pixel) et temporelles de $\approx 10 \text{ ns}$ (taille du pixel/ c_m , avec $c_m \approx 200 \text{ m/s}$ comme nous le démontrerons par la suite) atteintes *simultanément* ici sont bien meilleurs que celles obtenues par les méthodes classiques développées en mécanique expérimentale, méthodes acoustiques ou imagerie rapide par exemple.

5.4 Influence du chargement sur le micro-endommagement dynamique

La reconstruction obtenue dans le chapitre précédent démontre que la dynamique de micro-endommagement est entièrement déterminée par la donnée de la position des sites de nucléation, des distances à nucléation d_n , et de la vitesse *microscopique* de propagation des fronts c_m . Tout l'enjeu est maintenant de comprendre ce qui sélectionne ces trois paramètres.

5.4.1 Distribution spatiale des sites de nucléation

Pour caractériser la répartition spatiale des sites de nucléation, nous avons regardé la distribution du nombre de sites pouvant être observée sur un carré de taille a donnée (figure 5.10(A)). Cette distribution suit une loi de Poisson de paramètre ρa^2 où ρ est constant sur une image fractographique donnée (mais varie avec K). Cela traduit une répartition homogène et non corrélée²² des sites le long du faciès. ρ s'identifie alors à la densité surfacique de sites et caractérise entièrement la distribution spatiale des centres de nucléation.

La figure 5.10(B) présente la variation de ρ avec le chargement K . Cette densité est naturellement nulle pour K plus petit que K_a . Elle augmente avec K au-delà de cette valeur. En outre, on semble observer une certaine saturation (et des fluctuations importantes) de cette densité autour d'une valeur $\rho_{sat} \approx 45.5 \text{ mm}^{-2}$ au-delà de K_b . Notons que la courbe n'a alors plus réellement de sens puisque le front s'est fragmenté par instabilités de micro-branchement successives ce qui, de fait, rend caduque la définition propre de K au-delà de K_b .

Nous avons imaginé [136] le scénario suivant pour rendre compte de la courbe $\rho(K)$: imaginons l'exis-

22. La position d'un site est parfaitement aléatoire et ne dépend pas de celle des autres.

5.4. INFLUENCE DU CHARGEMENT SUR LE MICRO-ENDOMMAGEMENT DYNAMIQUE

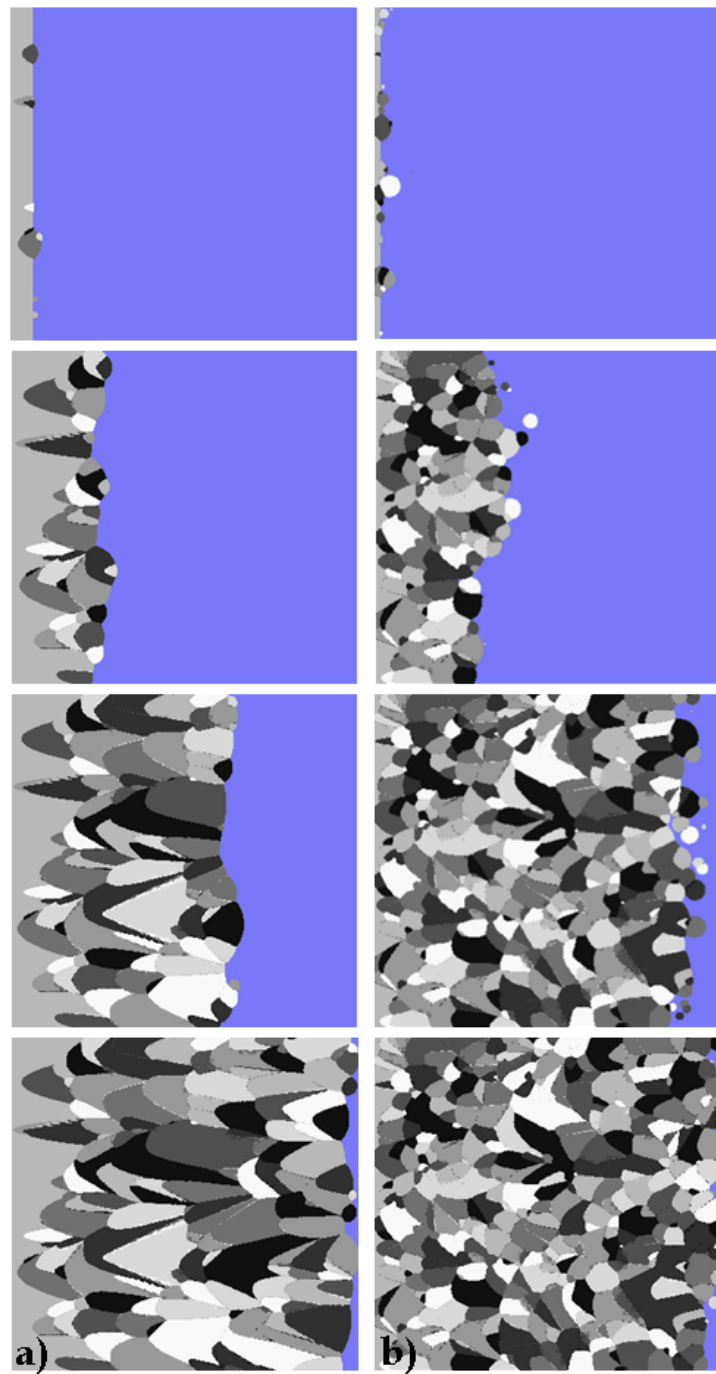


FIGURE 5.8 – Séquences obtenues par reconstruction montrant la propagation de la fissure (de gauche à droite) et les événements de microfissuration associés pour $K = 2.53$ m/s (a) et $K = 4.18$ m/s (b). La taille des clichés est de 2.5×2.5 mm² pour (a), et de 3.5×2.5 mm² pour (b).

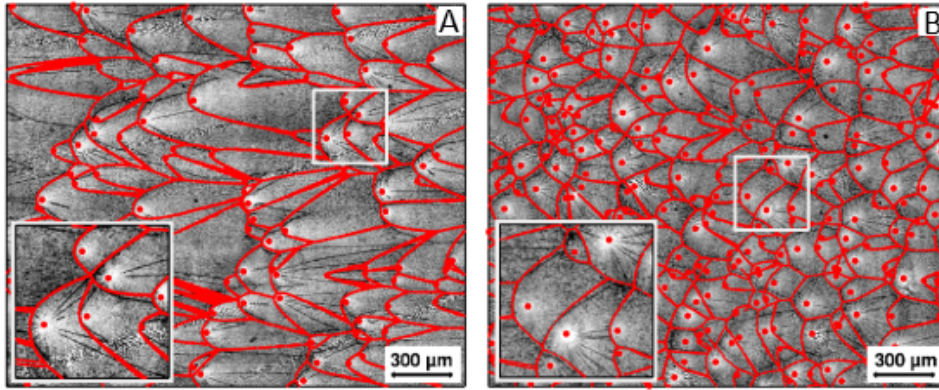


FIGURE 5.9 – superposition des marques coniques obtenues à partir des simulations présentées figure 5.8 sur celles observées réellement en fractographie. (A) : $K = 2.53$ m/s. (B) : $K = 4.18$ m/s (tiré de [145])

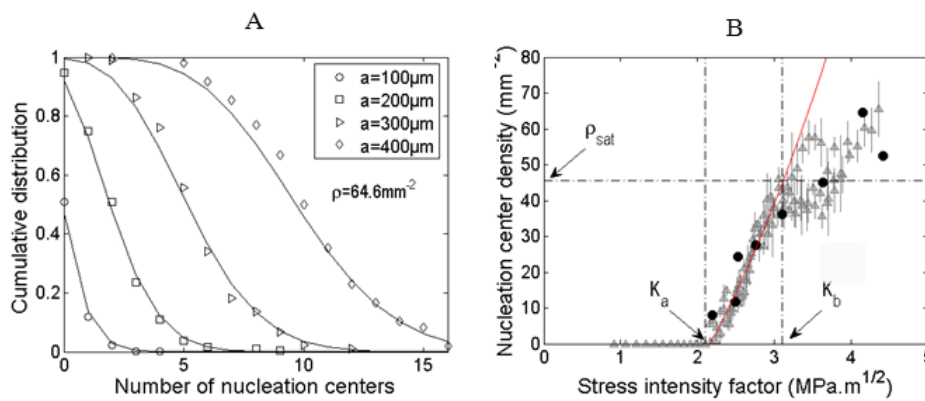


FIGURE 5.10 – (A) Distribution cumulée du nombre de sites de nucléation trouvés dans un carré de côté a . Le faciès analysé a été obtenu pour $K = 4.18$ M.m^{1/2} (vitesse de fissuration mesurée : 435 ± 50 m/s). Les lignes rouges correspondent à des distributions de Poisson de paramètre ρa^2 , avec $\rho = 64.6$ mm⁻². (B) Variation de ρ avec K . Les ronds noirs mesuré à partir des ajustements de Poisson, ou comme dans la figure 5.5 en comptant les marques coniques visibles sur des images fractographiques d'aire donnée. La ligne rouge est un ajustement en utilisant l'équation 5.4 (tiré de [145]).

5.4. INFLUENCE DU CHARGEMENT SUR LE MICRO-ENDOMMAGEMENT DYNAMIQUE

tence d'une population discrète de zones faibles dans le matériau (densité volumique ρ_v), sur lesquelles une microfissure nucléée lorsque deux conditions sont vérifiées :

- (i) la contrainte locale au niveau de la zone considérée est suffisamment grande, plus grande qu'une certaine valeur seuil σ^* (choisie plus petite que la limite plastique σ_Y du matériau) ;
- (ii) la zone se trouve suffisamment loin de la fissure principale, disons à une distance plus grande que d_a , pour permettre à la microfissure de se développer.

La densité ρ de microfissures par unité de surface de fracture est alors donnée par $\rho_v \{h_\perp - d_a\}$ où h_\perp est l'épaisseur (mesurée perpendiculairement au plan moyen de fracture) de la couche où la contrainte a dépassé σ^* pendant la rupture. La forme singulière prise par le champ de contrainte en pointe de fissure (équation 3.1) permet [136, 145] d'écrire $h_\perp \propto K^2/\sigma^{*2}$ et on arrive à :

$$\begin{aligned} \rho &= 0 && \text{pour } K \leq K_a \\ \rho &\propto K^2 - K_a^2 && \text{pour } K \geq K_a, \end{aligned} \quad (5.4)$$

avec $K_a \propto \sigma^* \sqrt{d_a}$. Comme nous pouvons le voir sur la figure 5.10(B), cette équation reproduit plutôt bien les données.

La densité ρ permet de caractériser entièrement la distribution Poissonnienne 2D des sites de nucléation et varie de manière monotone et bien définie avec K sur la plage $K_a \leq K \leq K_b$. En outre, la détermination de ρ à partir des faciès est beaucoup plus précise et consensuelle que celle de K (qui repose sur des calculs par éléments finis et un certain nombre d'approximations). Dans toute la suite, nous utiliserons donc ρ plutôt que K comme paramètre de contrôle en fonction duquel nous tracerons les différentes quantités étudiées.

5.4.2 Sélection des distances à nucléation

La figure 5.11(A) présente la distribution cumulée des distances à nucléation d_n mesurée sur un faciès de rupture typique. La densité de probabilité (dérivée de la distribution cumulée) est nulle pour $d_n \leq d_{min}$, maximal en d_{min} , puis décroît à peu près linéairement pour s'annuler quand $d_n \geq d_{max}$. Cette loi de distribution a été observée sur tous nos faciès [145], indépendamment de ρ . d_{max} augmente avec ρ , tandis que d_{min} diminue avec ρ , tout en restant toujours très proche de zéro [145].

La variation de la moyenne \bar{d}_n présente deux régimes : une augmentation linéaire avec ρ suivie d'une saturation $\bar{d}_n \simeq 50 \mu\text{m}$ quand ρ devient plus grand que la valeur ρ_{sat} atteinte au seuil de micro-branchement, quand $K = K_b$ (cf. figure 5.10). La variation linéaire résulte du fait que \bar{d}_n et ρ varient tous les deux en K^2/σ^{*2} ²³. La saturation provient quant à elle d'un effet stérique lorsque \bar{d}_n devient comparable à la distance typique séparant deux sites de nucléation voisins [145].

5.4.3 Vitesse de croissance des microfissures

L'analyse fractographique réalisée dans la section 5.3 nous a permis de montrer que, dans la DZ, toutes les microfissures grandissent à une même vitesse c_m . Malheureusement, elle ne nous permet pas de mesurer directement la valeur de c_m et sa dépendance éventuelle avec ρ . En effet, l'équation 5.4 montre que la forme prise par les marques coniques ne dépend que de la position des sites de nucléation et de la distance à nucléation, et pas de la valeur de c_m .

Nous proposons ici d'utiliser les reconstructions déterministes obtenues dans la section 5.3 pour relier la vitesse macroscopique de fissuration v à c_m . La valeur de cette dernière pourra alors se déduire à partir des mesures de v . La figure 5.12 présente les évolutions "temporelles", en définissant un temps $c_m \times t$ homogène à une distance, de la position moyenne du front telles qu'elles sont mesurées à partir de

²³. La distance typique \bar{d}_n en avant du front de fissure ou le niveau de contrainte atteint σ^* et, de fait, peut donc activer la nucléation d'une microfissure varie comme $\bar{d}_n \propto \frac{K^2}{\sigma^{*2}}$.

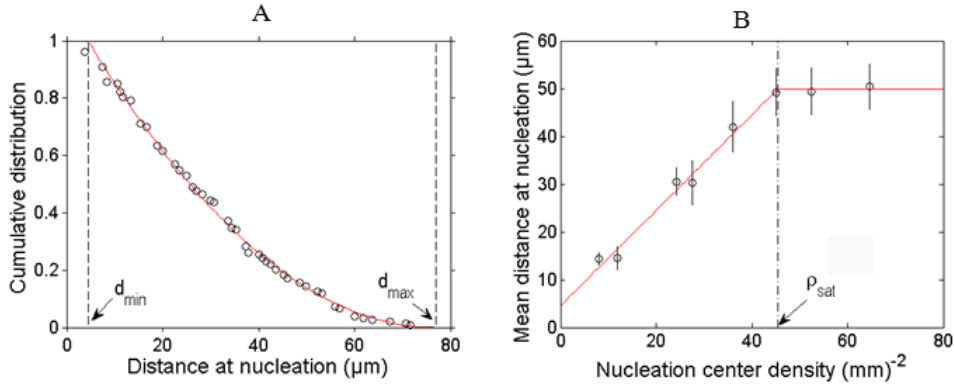


FIGURE 5.11 – (A) Distribution cumulée des distances à nucléation d_n . Le faciès analysé a été obtenu pour $K = 2.77 \text{ M.m}^{1/2}$ (vitesse de fissuration mesurée : $260 \pm 20 \text{ m/s}$). La ligne rouge correspond à un ajustement par $P(d_n) = ((d_{max} - d_n)/(d_{max} - d_{min}))^2$ avec $d_{min} = 4 \mu\text{m}$ et $d_{max} = 77 \mu\text{m}$. (B) Variation de la valeur moyenne \bar{d}_n avec ρ . On observe une augmentation linéaire, jusqu'à une valeur $\bar{d}_n \approx 50 \mu\text{m}$ atteint pour $\rho_{sat} \approx 45.5 \text{ mm}^{-2}$ (tiré de [145]).

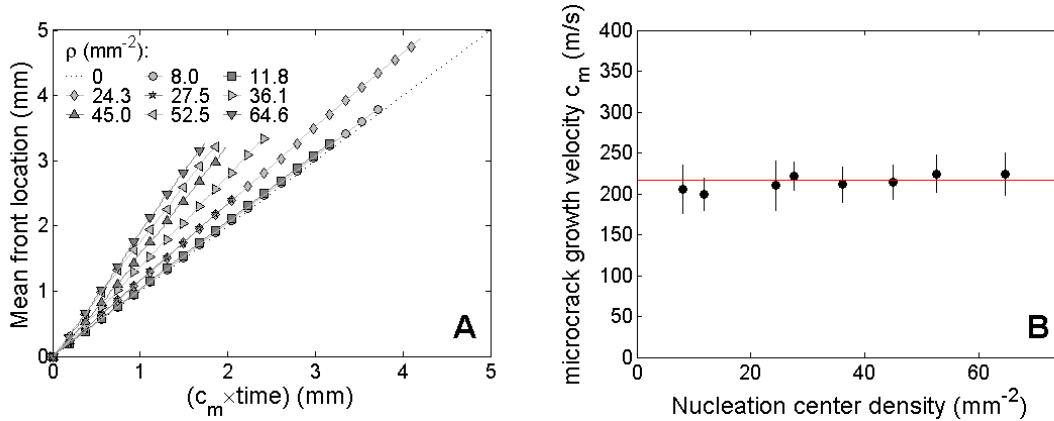


FIGURE 5.12 – (A) Evolution de la position moyenne du front avec $c_m \times t$. les différentes courbes correspondent à différents faciès, caractérisés par leur densité ρ de centre de nucléation. La pente de ces différentes courbes donne le ratio $A = v/c_m$ entre vitesse macroscopique de fissuration v et vitesse de croissance c_m des microfissures. (B) Variation de c_m avec ρ . La ligne horizontale rouge donne la valeur moyenne $c_m = 217 \text{ m/s}$ (tiré de [145]).

reconstructions obtenues pour différents faciès. Ces évolutions sont linéaires. La pente A de ces courbes définit alors le ratio v/c_m et la valeur de c_m peut être déduite. L'évolution de c_m avec ρ est représentée sur la figure 5.12(B). Cette vitesse microscopique est constante, $\sim 217 \text{ m/s} = 0.24C_R$, indépendante de ρ , du chargement K , et de v . Nous reviendrons dans la section suivante sur les implications de ce résultat.

Les mesures d'énergie de fracture K_d réalisées dans la section 5.2 vont nous permettre de comprendre pourquoi la vitesse c_m est constante dans le régime de microfissuration. La figure 5.13 montre la variation de Γ avec le facteur d'intensité des contraintes dynamique K_d . Dans le régime basse vitesse/bas K_d où le front de fissure se propage de manière parfaitement fragile dans le matériau sans micro-endommagement ou micro-branchement, Γ varie en K_d^2 . Et dans ce régime parfaitement plastique, on s'attend à ce que la taille R_c de la FPZ varie aussi en K_d^2 : $R_c = K_d^2/\alpha_3\sigma_Y$ où α_3 est une constante proche de 1 et σ_Y est la

5.4. INFLUENCE DU CHARGEMENT SUR LE MICRO-ENDOMMAGEMENT DYNAMIQUE

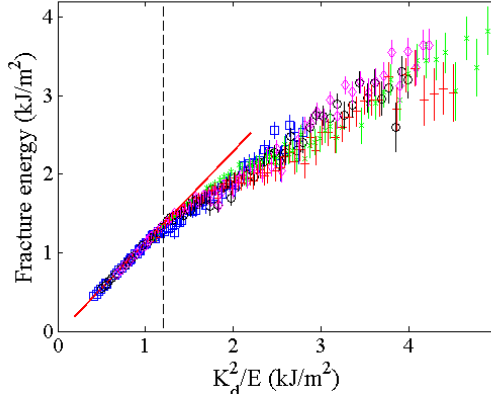


FIGURE 5.13 – Énergie de fracture Γ en fonction du facteur des contraintes dynamique K_d pour cinq expériences différentes, avec cinq valeurs différentes d'énergie mécanique stockée avant rupture. La ligne mixte verticale correspond au seuil K_d^a associé à l'apparition de micro-endommagement. La ligne rouge est un ajustement avec l'équation 5.5 (tiré de [136]).

limite plastique du matériau, i.e. la limite en contrainte au-delà de laquelle la déformation du matériau devient dissipative. Le comportement en K_d^2 de Γ indique donc une variation linéaire entre Γ et R_c et, par suite [136], une énergie ϵ dissipée dans la FPZ par unité de volume constante. On arrive alors à une énergie de fracture qui s'écrit :

$$\Gamma = \frac{\epsilon}{\alpha_3 \sigma_Y^2} K_d^2 + \left(\frac{1}{E} - \frac{\epsilon}{\alpha_3 \sigma_Y^2} \right) K_c^2 \quad (5.5)$$

Dans cette situation parfaitement fragile avec une fissure se propageant à $v \leq v_a$ (donc sans micro-endommagement), on peut montrer [68] que $K_d = (1 - v/c_D)/(1 - v/c_R)K$. En remplaçant K par K_d dans l'équation 5.1, puis en injectant le résultat dans l'équation 5.5, on peut exprimer Γ en fonction de v et on arrive à :

$$\Gamma = \frac{1 - \frac{\epsilon E}{\alpha_3 \sigma_Y^2}}{1 - \frac{\epsilon E}{\alpha_3 \sigma_Y^2} \frac{1-v/C_R}{1-v/C_D}} \frac{K_c^2}{E} \quad (5.6)$$

Cette expression met en évidence une divergence de Γ à une vitesse finie c_∞ donnée par :

$$c_\infty = \left(\frac{\epsilon E}{\alpha_3 \sigma_Y^2} - 1 \right) \frac{C_R C_D}{\frac{\epsilon E}{\alpha_3 \sigma_Y^2} C_D - C_R} \quad (5.7)$$

et la valeur numérique de c_∞ se calcule à partir de la valeur $\epsilon/\alpha_3 \sigma_Y^2$ obtenue par ajustement de la courbe Γ vs. K_d (figure 5.13). On obtient :

$$c_\infty \simeq 204 \text{ m/s} = 0.23 C_R \quad (5.8)$$

Cette valeur fixe la vitesse limite de croissance d'une fissure : au-delà de c_∞ la dissipation dans la FPZ diverge. En supposant que les mêmes mécanismes de dissipation sont mis en jeu dans la FPZ associée à chacune des microfissures se développant dans la DZ pour $v \geq v_a$, on s'attend aussi à ce que la vitesse des microfissures soit fixée par c_∞ et donc que $c_m = c_\infty$.

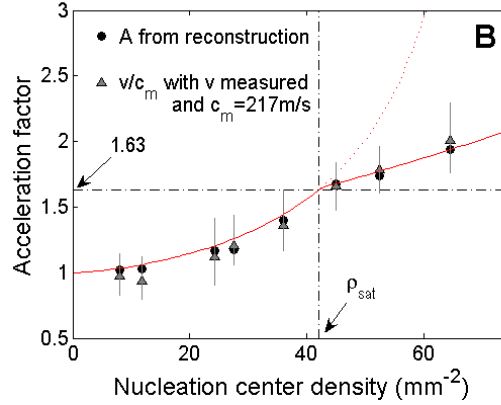


FIGURE 5.14 – Facteur d’accélération $A = v/c_m$ en fonction de la densité ρ de sites de nucléation. La ligne rouge est un ajustement obtenu à partir de l’équation 5.9 avec $b = 1.19 \pm 0.02$. La ligne pointillée horizontale correspond à c_b/c_m et passe par la rupture de pente observée pour $\rho = \rho_{sat}$ (tiré de [145]).

5.5 Rôle de l’endommagement dynamique sur la sélection des vitesses macroscopiques de fissuration

La section précédente nous a permis de mieux comprendre comment étaient sélectionnées les différentes variables caractérisant le micro-endommagement se développant dans la DZ lorsque la vitesse macroscopique de fissuration devenait élevée (plus grande v_a). L’observation la plus surprenante concerne la vitesse de propagation c_m des microfissures. Celle-ci est constante, de l’ordre de 217 m/s, et significativement plus petite que la vitesse macroscopique v de fissuration. En d’autres termes, le développement de micro-endommagement en pointe de fissure ne contribue pas à ralentir celle-ci comme il était communément admis jusqu’ici [146, 138, 147], mais au contraire accélère celle-ci. Et cet effet d’accélération est d’autant plus important que ρ (donc K) est grand (figure 5.14).

L’évolution temporelle d’un point donné du front principal, représentée figure 5.15, permet de mieux comprendre l’effet du micro-endommagement sur la dynamique de fissuration macroscopique. La trajectoire du point présente en effet des sauts brutaux apparemment aléatoires. Ces sauts coïncident en fait aux moments où une microfissure coalesce avec le front principal et la vitesse du front reste proche de c_m entre ces événements. L’effet d’accélération peut alors être évalué simplement en estimant le nombre d’événements de coalescence lorsque le front principal se propage d’une unité de longueur (cf [145] pour détails). On arrive à :

$$A = \frac{1}{1 - b\bar{d}_n\sqrt{\rho}} \quad (5.9)$$

où b est un facteur numérique proche de 1. Cette équation, combinée à la variation de \bar{d}_n avec ρ donnée par la ligne rouge sur la figure 5.11, reproduit assez bien les données (ligne rouge sur la figure 5.14). Notons la rupture de pente observée à ρ_{sat} sur cette courbe. La valeur de A en ce point vaut 1.63 et coïncide avec le rapport $A_b = v_b/c_m$ où $v_b \simeq 0.4c_R$ est le seuil de micro-branchement. Cela nous amène à penser que l’effet d’encombrement stérique responsable de la saturation de d_n pour $\rho \geq \rho_{sat}$ joue un rôle (non élucidé à ce jour) dans les instabilités de micro-branchement.

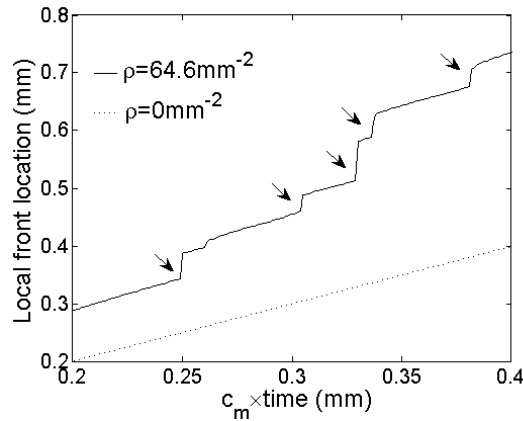


FIGURE 5.15 – Position d'un point donné du front en fonction du "temps" $c_m \times t$ sur la reconstruction obtenue à partir d'un faciès avec $\rho = 64.6 \text{ mm}^{-2}$. La droite pointillée indique la position attendue à micro-endommagement nul. Les sauts (indiqués par les flèches) coïncident avec la coalescence du front principal avec une microfissure grandissant en avant (tiré de [145]).

5.6 Conclusion

Que retenir des expériences rapportées dans ce chapitre? Au delà d'une vitesse de fissuration bien définie, le PMMA cesse de se comporter comme un matériau nominalemeent fragile et s'endommage par l'intermédiaire de microfissures qui nucléent et grandissent en avant du front de fissure principal. Celles-ci laissent des empreintes caractéristiques (marques coniques) sur les faciès de rupture qui nous ont permis de reconstruire *post-mortem* la dynamique spatio-temporelle de micro-endommagement à des échelles en espace et en temps de l'ordre du micromètre et de la dizaine de nanosecondes qui étaient inaccessibles jusqu'alors.

L'étude de ces reconstructions démontre que la vitesse *vraie*, locale, de propagation d'un front de fissure dans le plexiglas reste limitée à une valeur relativement faible, de l'ordre de $c_m \simeq 0.23c_R$, même si la vitesse de fissuration *apparente*, mesurée à l'échelle macroscopique, peut être bien plus élevée (jusqu'à deux fois supérieure!). Cette vitesse anormalement élevée résulte d'un effet collectif induit par la coalescence des microfissures les unes avec les autres, qui toutes grandissent à c_m . Autrement dit, l'effet principal du micro-endommagement n'est pas de ralentir la fissuration en augmentant l'énergie dissipée comme cela est souvent proposé [147, 138, 146], mais au contraire d'accélérer la fissure.

La valeur c_m qui limite la vitesse vraie des fissures en régime dynamique à l'échelle microscopique est fixée par les mécanismes physico-chimiques dissipatifs qui interviennent dans la FPZ en pointe des fissures. Elle va donc dépendre du matériau considéré. En revanche, l'effet d'accélération induit par le micro-endommagement prend la forme d'un facteur purement géométrique, qui fait intervenir deux quantités : la densité des sites de nucléation, ρ , et la distance moyenne à nucléation, $\overline{d_n}$. Ces deux variables caractérisent "l'état" de la DZ et varient avec le chargement imposé K . Une fois connues, ces deux variables permettent de relier la vitesse macroscopique v à la vitesse vraie microscopique c_m .

La présence de micro-endommagement accompagnant la rupture dynamique fragile a été mise en évidence dans de nombreux matériaux (par exemple dans les verres d'oxyde [17], certaines céramiques [147], la plupart des verres polymériques fragiles [147], les roches [148],...). Il est vraisemblable de penser que ce mécanisme de sélection de la vitesse de fissuration, démontré ici sur le PMMA, s'applique aussi pour cette classe de matériaux. Et la nature purement géométrique du facteur d'accélération nous amène à conjecturer que des ruptures apparentes anormalement rapides puissent être observées dans d'autres modes de rupture (en cisaillement en particulier).

Chapitre 6

Projets et perspectives

Les travaux présentés dans les chapitres précédents illustrent le rôle que peut avoir le désordre microstructural sur le comportement macroscopique d'une fissure en propagation dans un matériau fragile. Cela transparait notamment dans les propriétés auto-affines des faciès, observés sur des échelles de longueur bien plus grandes que celles caractérisant la microstructure (chapitres 2 et 3), ou dans les lignes de Wallner qui peuvent être observées à l'oeil nu après rupture dynamique d'un verre d'oxyde (chapitre 4). Nous avons vu aussi comment ce désordre microstructural pouvait affecter la dynamique macroscopique de fissuration, que ce soit en induisant une dynamique de "crackling" intermittente en régime de fissuration stable (chapitre 3), ou en générant du micro-endommagement qui sélectionne *in fine* la vitesse de fissuration en régime dynamique (chapitre 5).

Une bonne partie des projets auxquels je contribue, ou auxquels je m'appête à contribuer, s'inscrivent dans la continuité de ces travaux (sections 6.1, 6.2 et 6.3). A plus moyen terme, je souhaiterai m'intéresser à la rupture quasi-fragile et développer un banc expérimental permettant de mieux comprendre comment une fissure macroscopique émerge dans un matériau très fortement désordonné, qui commence par se microfissurer de manière diffuse (section 6.4).

6.1 Régime de fissuration stable : relation entre désordre microstructural et comportement macroscopique

Dans le chapitre 3, nous avons vu qu'il était possible de prendre en compte explicitement, de manière auto-consistante et globale, l'effet du désordre microstructural dans une description stochastique de la propagation de fissures. Ce formalisme permet ainsi de reproduire les propriétés d'invariance d'échelles caractérisant la morphologie des faciès, et la dynamique intermittente observée dans certains régimes de fissuration stables. La confrontation aux expériences, en revanche, est resté qualitative : il s'agissait principalement de reproduire les lois d'échelle/distributions en loi de puissance observées avec les bons exposants.

Jonathan Barès²⁴, Lamine Hattali et moi-même cherchons maintenant à voir dans quelle mesure ce formalisme pourrait permettre de relier quantitativement les paramètres caractérisant la réponse macroscopique à rupture d'une part, au désordre microstructural et à la sollicitation exercée d'autre part. Dans ce contexte, nous avons modifié le dispositif expérimental de rupture dynamique décrit dans la section 5.1 de manière à (i) pouvoir faire propager des fissures stables dans des matériaux fragiles; (ii) de mesurer aussi précisément que possible la dynamique (intermittente) de propagation; (iii) de suivre en temps réel

24. Jonathan Barès a rejoint le groupe pour y effectuer une thèse sur ce sujet.

l'énergie mécanique disponible et dissipée en pointe de fissure; et (iv) de suivre et localiser l'émission acoustique associée. En parallèle, nous avons mis au point un procédé qui nous permet d'obtenir un matériau fragile modèle de microstructure modulable et contrôlée en frittant des billes de polystyrènes de diamètre variables (80 à 500 μm). Nous obtenons ainsi un matériau hétérogène, de microstructure contrôlé... qui garde sa transparence optique.

C'est en utilisant notre nouveau dispositif sur ces matériaux modèles, que nous espérons élucider les liens entre comportement macroscopique en rupture et désordre microstructural. Nous espérons en particulier qualifier certaines prédictions théoriques récents [101, 102] sur la distribution statistique de la ténacité effective et sa variation en fonction du ratio taille de la structure/échelle du désordre microstructural. Nous espérons aussi comprendre comment les échelles d'espace et de temps qui caractérisent le crackling observé en rupture stable dépendent des échelles caractéristiques du désordre microstructural et de la vitesse de variation de la sollicitation exercée.

Ce travail est mené au SPCSI avec Jonathan Barès, qui a commencé sa thèse sur ce sujet en octobre 2010, Lamine Hattali, qui nous a rejoints pour effectuer un postdoc, Luc Barbier (CEA-SPCSI), et Davy Dalmas (UMR CNRS-Saint-Gobain). Il s'inscrit dans le cadre du projet ANR MEPHYSTAR ("MEchanics and STATistical PHYSics of Rupture in heterogeneous materials", 2010-2013), coordonné par Davy Dalmas, qui implique trois autres laboratoires : le laboratoire FAST à l'Université d'Orsay (Harold Auradou, Véronique Lazarus et Marc Francois), le laboratoire SVI CNRS/Saint-Gobain (Davy Dalmas et Lina Alzate) et le laboratoire PMMH à l'ESPCI (Damien Vandembroucq et Sylvain Patinet).

6.2 Régime de rupture dynamique : relation entre désordre microstructural et micro-endommagement

Dans la continuité du chapitre 5, nous nous proposons aussi de comprendre comment la présence d'un désordre microstructural sur une échelle donnée peut influencer le développement du micro-endommagement en rupture dynamique. Nous reproduirons pour cela les expériences réalisées dans le chapitre 5 sur les frittés de billes de polystyrène à microstructure modulable décrits dans la section précédente. Ces expériences vont nous amener à une compréhension fine des mécanismes suivant lesquels la texture d'un verre polymérique affecte les processus de dissipation et d'endommagement en rupture dynamique, et par suite sélectionnent la vitesse de fissuration et l'énergie de fracture. Nous espérons, au travers de ces expériences modèles, mieux comprendre les mécanismes qui régissent la réponse en rupture des céramiques sous sollicitations rapides (problèmes d'impact par exemple).

Ces expériences vont constituer la deuxième partie de la thèse de Jonathan Barès et démarrer courant 2012. Nous déposons un projet à l'ANR cette année sur ce sujet, en collaboration avec le laboratoire SVI (Davy Dalmas) et le LTDS de l'Ecole Centrale Lyon (Julien Scheibert).

6.3 Influence des dommages induits par irradiation sur le comportement en rupture et corrosion sous contrainte des verres d'oxydes

Ce projet de recherche fondamentale, initié et porté par Cindy Rountree, est directement motivé par les problèmes liés au stockage à long terme des radionucléides produits par les centrales nucléaires. Ces déchets sont généralement intégrés dans la structure de verres d'oxyde complexes, qui, du coup, va évoluer lentement, localement, sous auto-irradiation. Si beaucoup d'études expérimentales et numériques ont permis de caractériser relativement précisément les altérations induites dans la microstructure, la manière dont celles-ci se répercutent sur le comportement en rupture et en corrosion sous contrainte reste

à découvrir.

C'est dans ce cadre que s'inscrit le projet. L'idée consiste à soumettre des verres d'oxyde modèles, de composition modulable, à des faisceaux d'ions et d'électrons de manière à simuler les effets d'irradiations α et β de doses variables. Les altérations structurales induites seront étudiées et caractérisées à l'échelle atomique/mésoscopique en combinant différentes approches spectroscopiques (RMN, REP, RAMAN). Les lois dictant le comportement en corrosion sous contrainte seront élucidées en adaptant le dispositif expérimental et la méthodologie présentés dans le chapitre 1. Notons que la localisation des dégâts d'irradiation introduit une échelle de longueur mésoscopique (quelques micromètres dans le cas des irradiations α , jusqu'à quelques millimètres dans le cas des irradiations β), intermédiaire entre l'échelle microstructurale et celle du spécimen. Cela induit une complexité supplémentaire par rapport aux systèmes désordonnés spatialement homogènes étudiés dans les chapitres précédents. Au-delà du problème de stockage des radionucléides, nous espérons donc, au travers de ce projet, mieux comprendre comment la présence d'un désordre spatialement inhomogène (avec des gradients importants) peut influencer sur les propriétés macroscopiques de rupture.

Ce projet de recherche va donner lieu au dépôt d'un projet ANR, porté par Cindy Rountree.

6.4 Nucléation, organisation, et localisation des microfissures en rupture quasi-fragiles

De manière plus générale, ces dernières décennies ont vu beaucoup d'études consacrées aux problèmes de propagation des fissures dans les matériaux fragiles. Comme nous l'avons vu au travers des chapitres précédents, la MLER fournit un cadre théorique riche et performant pour décrire cette propagation dans des matériaux élastiques continus, et nous commençons avoir une image relativement claire sur la manière de prendre en compte les perturbations induites par le désordre microstructural. En revanche, on sait très peu de chose sur la façon dont une fissure initiale macroscopique va naître dans un matériau sain ou endommagé à l'échelle micro/mésoscopique, en l'absence de défauts, entailles ou préfissures qui sélectionneraient celle-ci de manière triviale. En particulier, les roches, les bétons, les céramiques et plus généralement les matériaux dit quasi-fragiles commencent par s'endommager en se multi-fracturant partiellement de manière imperceptible, avant de casser de manière brutale et imprévisible quand une fissure émerge à l'échelle macroscopique et percole au sein du nuage de microfissures.

La concentration et la redistribution global du champ de contrainte autour et après les événements de microfissuration ne peuvent pas être pris proprement en compte par les méthodes d'homogénéisation classiques proposées en mécanique des milieux continus. Et la plage d'échelles d'espace et de temps mis en jeu rend les méthodes numériques classiques (dynamique moléculaire et éléments finis en particulier) peu efficaces pour ce type de problème. Dans ce contexte, ces dernières décades ont vu émerger des approches alternatives, issues de la physique statistique, qui apparaissent prometteuse pour traiter la complexité du problème – les modèles de faisceaux de fibres (Fiber Bundle Models - FBM) [149] et les modèles de fusibles aléatoires (Random Fuse Models – RFM) [150], par exemple, ont permis de reproduire, avec un minimum d'ingrédients, les propriétés d'invariance d'échelles observées sur la dynamique de micro-endommagement [151], la loi de Bazant sur les effets d'échelles observés sur la contrainte à rupture [152], et la loi de Basquin pour la fatigue [153]. Ces approches théoriques restent néanmoins très éloignées des matériaux réels.

Je souhaiterais mettre en place des expériences modèles qui permettraient de qualifier ces approches. L'idée est d'imposer une déformation aux frittés de billes de polystyrène mentionné précédemment (dans la section 6.1) et d'augmenter graduellement cette déformation jusqu'à la rupture complète du matériau. La transparence du matériau nous permettra alors de suivre directement, en 3D, la dynamique de micro-endommagement. La modularité de la microstructure permettra (i) d'étudier les effets d'échelle sur une large plage de longueur ; (ii) d'adapter l'échelle des phénomènes que l'on souhaite étudier à la résolution

CHAPITRE 6. PROJETS ET PERSPECTIVES

de notre système d'imagerie; et (iii) d'imaginer des systèmes avec un faible nombre de défauts (un ou deux) de manière à bien caractériser les règles microscopiques d'endommagement. Ces expériences nous permettront de confirmer/infirmar les modèles.

Annexe A

Curriculum Vitae

Daniel Bonamy

CEA Saclay
DSM/IRAMIS/SPCSI Bat. 462
91191 Gif sur Yvette Cedex, France
Web: <http://iramis.cea.fr/Pisp/2/daniel.bonamy.html>

Tel: +33 1 69 08 21 14
Fax: +33 1 69 08 84 46
mél: daniel.bonamy@cea.fr

Né le 21 novembre 1974 à Bloomington (Indiana, USA), vie maritale, 1 enfant, de nationalité française

Thèmes de recherche principaux

- Physique (statistique) de la rupture des matériaux désordonnés;
- Corrosion sous contrainte des verres;
- Rupture dynamique des matériaux fragile;
- Morphologie nanométrique des surfaces solides

Formation

2001 **Doctorat** en Physique, (Paris XI)
1997 **DEA** en Physique des Plasmas (Paris XI)
1997 **Diplôme d'Ingénieur** de l'Ecole Centrale Paris (Chatenay-Malabry)

Expérience professionnelle

Depuis 2007 **Responsable** du groupe *Systèmes complexes & Fracture* au CEA Saclay, DSM/IRAMIS/SPCSI
Depuis 2003 **Chercheur permanent** au CEA Saclay dans le groupe *Fracture* au sein du *Service de Physique et Chimie des Surfaces et Interfaces (DSM/IRAMIS/SPCSI)*
2002-2003 **Séjour postdoctoral** au *Aerospace Engineering & Engineering Mechanics*, Université du Texas, Austin, USA
2002 **Séjour postdoctoral** au *Laboratoire des Verres*, Université de Montpellier, France
1999-2001 **Thèse de doctorat** au CEA Saclay dans le groupe *Instabilité & Turbulence* au sein du *Service de Physique de l'Etat Condensé (DSM/IRAMIS/SPEC)*

Expérience d'enseignement

2005-2009 **Tutorats** en Troisième année de l'ESPCI dans le cadre du cours « *Echelles d'Espace et de temps* » de Michel Lagues
2004-2005 **Tutorats** en Première année de l'ESPCI dans le cadre du cours « *Thermodynamique Statistique* » de Jean-Philippe Bouchaud.
2000-2001 **Travaux Pratiques** en Troisième année de l'ECP.

Expérience d'encadrement

10/2010 - ? **Thèse** de Jonathan Barés sur la *Propagation de fissures dans les matériaux hétérogènes : du laboratoire aux tremblements de terre.*
05/2010 - 10/2011 **Post-doc** de Lamine Hattali sur la *Rupture des matériaux hétérogènes fragiles.*
09/2007 - 08/2009 **Post-doc** de Pierre-Philippe Cortet (co-tutelle avec Bérengère Dubrulle CEA/SPEC) sur *Vers une thermodynamique des écoulements turbulents et*

granulaires. A l'issue de son post-doc, Pierre-Philippe Cortet a été recruté comme chargé de recherche au CNRS dans le laboratoire FAST à Orsay.

- 02/2008 - 01/2009 **Post-doc** de Julien Scheibert sur *la rupture dynamique des verres polymériques*. A l'issue de son post-doc, Julien Scheibert a obtenu une bourse européenne Marie Curie pour effectuer un post-doc à l'Université d'Oslo.
- 10/2006 - 12/2009 **Thèse** de Claudia-Maribel Guerra-Amaro sur la rupture dynamique des matériaux hétérogènes, en cotutelle avec D. Dalmas, CNRS-Saint-Gobain. A l'issue de sa thèse, Claudia Guerra a obtenu une bourse de l'école Polytechnique pour effectuer un post-doc à l'Université de Lyon.
- 09/2006 - 09/2007 **Post-doc** de Fabrice Célarié sur *les transferts dynamiques de contrainte sous forme d'ondes acoustiques accompagnant la rupture rapide d'un matériau fragile*. A l'issue de son post-doc, Fabrice Célarié a été recruté comme maître de conférences à l'université de Rennes.
- 10/2003 - 12/2006 **Thèse** de Laurent Ponson sur *l'étude des faciès de rupture dans les matériaux hétérogènes*, en cotutelle avec E. Bouchaud (CEA/SPCSI) et H. Auradou & J.-P. Hulin, (Université Paris XI). A l'issue de sa thèse, Laurent Ponson a obtenu une bourse européenne Marie Curie pour effectuer un post-doc à Caltech.
- 2004 **Stage 2^{ème} année IUP** : Xavier Noel sur Etude de matériaux hétérogènes à l'échelle de leur microstructure
- 2001 **Stage 3^{ème} année de l'ECP** : Samuel Bernard-Bernardet sur Réarrangements internes dans un empilement granulaires sous faible perturbation (co-encadrant avec F. Daviaud, CEA)
- 2000 **Stage 1^{ère} année de l'ENPC** : Benoit Faucherand Ecoulements de surface dans un milieu granulaire
- 2000 **Stage de magistère** : Mickael Planelles Ecoulements de surface dans un milieu granulaire

Programme scientifique

- 2011 **Partenaire** du projet *IM-AFM*. Ce projet est financé partiellement par l'**Ile de France (IdF)** (257.4k€) et partiellement par le **RTRA Triangle de la Physique** (60 k€) vise à mettre en place une plateforme de microscopie à force atomique orientée vers la nanomécanique. Il implique 9 laboratoires appartenant à 5 institutions différentes (CEA Saclay, CNRS, SOLEIL, Université Paris VI et Université Paris XI-Orsay). Il est coordonné par Cindy Rountree.
- 2009-2011 **Partenaire** du projet *Rupture Dynamique des Matériaux Hétérogènes* (MEPHYSTAR). Ce projet, financé par une **ANR SYSCOMM**, et coordonné par Davy Dalmas de l'*Unité Mixte CNRS/Saint Gobain* regroupe mon équipe au CEA/SPCSI, celle de Véronique Lazarus au laboratoire FAST/Université d'Orsay, celle de Damien Vandembroucq au PMMH/ESPCI, et celle de Davy Dalmas. Il a été doté d'un budget de 500 k€.
- 2009-2011 **Partenaire** du projet *Vers une "thermodynamique" des écoulements turbulents et granulaires* (ThermETG). Ce projet, financé par le **RTRA Triangle de la Physique**, est coordonné par Bérengère Dubrulle du CEA-SPEC et a permis le financement partiel (6 mois) du stage postdoctoral de Pierre-Philippe Cortet.
- 2008-2010 **Coordinateur** du projet *Comment déchiffrer les surfaces de rupture* (CODERUP). Ce projet, financé par le **RTRA Triangle de la Physique**, regroupe Cindy Rountree, Elisabeth Bouchaud et moi-même du groupe *Systèmes Complexes et Fracture* du SPCSI et Harold Auradou, Véronique Lazarus et Jean-Pierre Hulin du laboratoire FAST à l'université Paris XI. Il a été doté d'un budget de 85 k€.

2006-2008 **Coordinateur** du projet *Rupture Dynamique des Matériaux Hétérogènes* (RuDyMatH). Ce projet, financé par une **ANR Jeune Chercheur**, regroupe Claudia-Maribel Guerra-Amaro, Fabrice Célarié, Julien Scheibert et moi-même du groupe *Systèmes Complexes et Fracture* du SPCSI et Davy Dalmas de l'Unité Mixte CNRS/Saint Gobain. Il a été doté d'un budget de 150 k€.

Organisation de conférences

2009 *Symposium Complexity in soft and condensed Matter* à la troisième *International Conference on Complex Systems and Applications (ICCSA2009)*, tenue au Havre (29 juin au 2 juillet 2009), organisé en collaboration avec F. Daviaud (CEA-SPEC), A. Prigent et I. Mutabazi (Université du Havre)

2009 *Symposium Statistical Physics & Fracture* lors de *International Conference of Fracture (ICF12)* tenue à Ottawa, Canada (12 au 17 juillet 2009), organisée en collaboration avec D. Dalmas (UMR CNRS/Saint-Gobain) et C. Rountree (CEA-SPCSI)

2008 Minicolloque Rupture & déformations plastiques lors des Journées de la Matière Condensée (JMC11) à Strasbourg, France, organisée en collaboration avec D. Dalmas

2006 Conférence Internationale Statistical Physics in Mechanics de deux semaines à Grasse, France, organisée en collaboration avec D. Vandembroucq (UMR CNRS/Saint-Gobain) et É. Bouchaud (CEA-SPCSI)

Depuis 2007 Organisation des séminaires du SPCSI, co-organisation des journées des thèses du SPCSI.

Prix & Distinction

2006 Médaille *Jean Rist*, Société Française de Métallurgie et Matériaux (SF2M)

2004 Prix *Le monde* de la Recherche Universitaire, VII^e édition

2002 Lauréat d'une bourse *Lavoisier*, Ministère des Affaires Etrangères

Referee et expertises

- J'ai été plusieurs fois referee pour les revues suivantes : *Ecological Complexity*, *EPL*, *European Physical Journal E*, *European Physical Journal B*, *International Journal of Fracture*, *Journal of Applied Mechanics*, *Journal of Physics D*, *Journal of Non-Crystalline Solids*, *Physica A*, *Physical Review Letters*, *Physical Review E*, *Physical Review B*, *Review of Modern Physics*.
- J'ai été expert pour un projet ANR *Matériaux et Procédés*
- Depuis 2011, je suis membre du bureau *Matière Complexe* du RTRA Triangle de la Physique
- Depuis 2011, je suis membre du bureau *Dynamiques lentes et émergentes dans les systèmes hors-équilibre*, l'un des trois thèmes prioritaires du Labex PALM

Production scientifique

33 articles originaux publiés, 14 articles publiés suite à une conférence, 2 brevets, 1 chapitre de livre, 1 livre, 18 conférences invitées, 23 séminaires invitées.

Articles

1. C. Guerra, J. Scheibert, D. Bonamy, D. Dalmas, *Understanding fast macroscale fracture from microcrack post-mortem patterns*, Proceedings of the National Academy of Sciences USA (in press).
2. S. Patinet, D. Bonamy, and L. Proville, *Atomic-scale avalanche along dislocation in random crystal*, Physical Review B **84**, 174101 (2011)
3. O. Bezencenet, D. Bonamy, R. Belkhou, P. Ohresser A. Barbier, *Origin and tailoring of the antiferromagnetic domains structure in thin films* Physical Review Letters **106**, 107201 (2011)
4. D. Bonamy, E. Bouchaud, *Failure of Heterogeneous Materials: A dynamic phase transition*, Physics Report **498**, 1 (2011) (*review*).
5. T.T.T. Nguyen, D. Bonamy, L. Phan Van, J. Cousty and L. Barbier, *Scaling and universality in the kinetic smoothening of interfaces: Application to the analysis of the relaxation of rough vicinal steps of an oxide surface*, EPL **89**, 60005 (2010).
6. C. L. Rountree, D. Bonamy, D. Dalmas, S. Prades, C. Guillot, E. Bouchaud and R. Kalia, *Fracture in glass via molecular dynamics simulations and atomic force microscopy experiments*, European Journal of Glass Science and Technology Part B **51**, 127 (2010)
7. J. Scheibert, C. Guerra, F. Célarié D. Dalmas, D. Bonamy, *Brittle/quasi-brittle transition in dynamic fracture: An energetic signature*, Physical Review Letters **104**, 045501 (2010), **Highlighted in Physical Review Focus (story of 12 February 2010)**.
8. D. Bonamy, *Intermittency and roughening in the failure of brittle heterogeneous materials*, Journal of Physics D **42**, 214014 (2009) (*review*).
9. P.-P. Cortet, D. Bonamy, F. Daviaud, O. Dauchot, B. Dubrulle, M. Renouf, *Relevance of visco-plastic theory in a multi-directional inhomogeneous granular flow* EPL **88** 14001 (2009)
10. D. Bonamy, P.-H. Chavanis, P.-P. Cortet, B. Dubrulle, F. Daviaud, M. Renouf *Euler-like modelling of dense granular flows: application to a rotating drum*, European Physical Journal B **68**, 619 (2009)
11. L. Barbier, D. Bonamy, L. Ponson, *Reply to the comment on "Cleaved surface of i-AlPdMn quasicrystals: Influence of the local temperature elevation at the crack tip on the fracture surface roughness* Physical Review B **78**, 216202 (2008).
12. T.T.T. Nguyen, D. Bonamy, L. Pham Van, L. Barbier, J. Cousty *Coarsening of two-dimensional Al₂O₃ islands on vicinal (1, -1, 0, 2) sapphire surfaces during annealing in air* Surface Science **602** 3232 (2008).
13. E. Bouchaud, D. Boivin, J.-L. Pouchou, D. Bonamy, B. Poon, G. Ravichandran, *Fracture through cavitation in a metallic glass*, Europhysics Letters **83**, 66006 (2008)
14. D. Bonamy, S. Santucci, L. Ponson, *Crackling dynamics in material failure as the signature of a self-organized transition*, Physical Review Letters **101**, 045501, (2008)
15. S. Morel, D. Bonamy, L. Ponson, E. Bouchaud, *Transient damage spreading and anomalous scaling in mortar crack surfaces*, Physical Review E **78** 016112 (2008)
16. L. Ponson, D. Bonamy, L. Barbier, *Cleaved surface of i-AlPdMn quasicrystals: Influence of the local temperature elevation at the crack tip on the fracture surface roughness*, Physical Review B **74**, 184205, (2006)

17. M. Bataille, L. Ponson, S. Gota, L. Barbier, D. Bonamy, M. Gautier-Soyer, C. Gatel and E. Snoeck *Characterization of antiphase boundary network in Fe₃O₄ epitaxial thin films: Effect on anomalous magnetic behaviour*, Physical Review B **74**, 155438 (2006)
18. A. Marchenko, D. Fichou, D. Bonamy, E. Bouchaud, *Time resolved observation of fracture events in mica crystal using scanning tunnelling microscopy* Applied Physics Letters **89**, 093124 (2006).
19. D. Bonamy, L. Ponson, S. Prades, E. Bouchaud, C. Guillot, *Scaling exponents for fracture surfaces in homogeneous glass and glassy ceramics*, Physical Review Letters **97**, 135504 (2006).
20. D. Bonamy, S. Prades, L. Ponson, D. Dalmas, C. L. Rountree, E. Bouchaud, C. Guillot « Experimental Investigation of damage and Fracture in Glassy Materials at the nanometer scale» *International Journal of Material & Product Technology* **26**, 339 (2006)
21. L. Ponson, D. Bonamy, E. Bouchaud, *Two dimensional scaling properties of experimental fracture surfaces* Physical Review Letters **96**, 035506, (2006)
22. S. Prades, D. Bonamy, D. Dalmas, E. Bouchaud & C. Guillot *Nano-ductile crack propagation in glasses under stress corrosion: Spatiotemporal evolution of damage in the vicinity of the crack tip*, International Journal of Solids and Structures **42** 637 (2005),
23. D. Bonamy, K. Ravi-Chandar, *Dynamic Crack response to a localized shear pulse perturbation in brittle amorphous materials : On crack surface roughening*, International Journal of Fracture **134**, 1 (2005)
24. M. Renouf, D. Bonamy, F. Dubois, P. Alart, *Numerical simulation of two-dimensional steady granular flows in rotating drum: On surface flow rheology*, Physics of Fluids **17** 103303, (2005)
25. D. Bonamy & K. Ravi-Chandar, « A Reply to the Comment by E. Sharon, G. Cohen, and J. Fineberg », Physical Review Letters **93** 099602 (2004),
26. F. Célarié, S. Prades, D. Bonamy, L. Ferrero, E. Bouchaud, C. Guillot & C. Marlière, *Glass break as metals, but at the nanometer scale*, Physical Review Letters **90**, 075504 (2003), **highlighted in Physical Review Focus (5 mars 2003)**
27. D. Bonamy & K. Ravi-Chandar, *Interaction of shear waves and propagating cracks*, Physical Review Letters **91** 235502 (2003),
28. D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent & P. Mills., *Texture of granular surface flows*, Granular Matter **4** 183 (2003),
29. Bonamy & P. Mills, *Diphasic non-local model of granular surface flows* Europhysics Letters **63** 42 (2003)
30. D. Bonamy, S. Bernard-Bernardet, F. Daviaud, & L. Laurent, *Rearrangements response of a granular packing to local surface perturbation* Physical Review E **68** 042301 (2003)
31. D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent, M. Bonetti, J.-P. Bouchaud, *Multiscale clustering in granular surface flows*, Physical Review Letters **89** 034301 (2002)
32. D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent, *Experimental study of granular surface flows via a fast camera : A continuous description*, Physics of Fluids **14** 1666 (2002)
33. D. Bonamy, L. Laurent, P. Claudin, J.P Bouchaud et F. Daviaud, *Electrical conductance of a 2D packing of metallic beads under thermal perturbation*, Europhysics Letters. **51**, 614-620 (2000)

Brevets

L. Ponson, D. Bonamy, E. Bouchaud, « Procédé de détermination du parcours de propagation d'une fissure à partir d'une surface de rupture créée par cette fissure (déposé en 2005), référence brevet France : 511058, référence brevet USA : 11/311, 280 (2005)

O. Bezencenet, D. Bonamy, A. Barbier, « Couche antiferromagnétique à structure magnétique contrôlée » (déposé en 2008), ref : WO 2010/05523

Livre, chapitre de livre

D. Bonamy, "Phénomènes collectifs dans les matériaux granulaires", *Editions Universitaires Européennes* (2010)

D. Bonamy, « Matériaux granulaires et avalanches : le regard du physicien », dans *Sur les chemins de la découverte*, coordonnée par Nayla Farouki, PUF collection *Partage du savoir*. (2006)

Publications suite à conférence

1. D. Dalmas, C. Guerra, J. Scheibert, D. Bonamy, *Experimental study of the dynamics of microscopic damage during fracture in PMMA*, *Mécanique et Industrie* **12**, 205 (2011)
2. D. Dalmas, C. Guerra, J. Scheibert, D. Bonamy, *Morphological aspects and deterministic reconstruction of dynamical fracture surfaces in brittle materials*, *EPJ Web of Conferences* **6**, 39010 (2010)
3. J. Scheibert, C. Guerra, D. Dalmas, D. Bonamy, *Damage and dissipation mechanisms in the dynamic fracture of brittle materials: Velocity driven transition from nominally brittle to quasi-brittle*, *EPJ Web of Conferences* **6**, 39011 (2010)
4. L. Ponson, D. Bonamy, *Crack propagation in brittle heterogeneous solids: Material disorder and crack dynamics*, *International Journal of Fracture* **162**, 21 (2010)
5. C. Rountree, S. Prades, D. Bonamy, E. Bouchaud, R. Kalia and C. Guillot *A unified study of crack propagation in amorphous silica: Using experiments and simulations*, *J. Alloys & Compounds* **434**, 60 (2007)
6. L. Ponson, D. Bonamy, H. Auradou, G. Mourot, S. Morel, E. Bouchaud, C. Guillot, J.-P. Hulin *Anisotropic self-affine properties of experimental fracture surfaces*, *International Journal of Fracture* **140**, 27 (2006)
7. D. Bonamy, S. Prades, C. L. Rountree, L. Ponson, D. Dalmas, E. Bouchaud, K. Ravi-Chandar, C. Guillot, *Nanoscale Damage During Fracture in Silica Glass*, *International Journal of Fracture*, **140**, 3 (2006)
8. M. Renouf, D. Bonamy, F. Dubois, P. Alart, *Influence of the lateral friction on the surface flow: a 3D numerical approach*, Dans: *Powder & Grains 2005*, (ed. : R. Garcia-Rojo, H.J. Herrmann and S. McNamara, publ : A.A. Balkema, Amsterdam), (2005)
9. F. Célarié, S. Prades, D. Bonamy, A. Dickelé, L. Ferrero, E. Bouchaud, C. Guillot & C. Marlière *Surface fracture of glassy materials as detected by real-time Atomic Force Microscopy (AFM) experiments*, *Applied Surface Science* **212**, 92 (2003)
10. C. Marlière, S. Prades, F. Célarié, D. Dalmas, D. Bonamy, C. Guillot & E. Bouchaud *Crack front and damage in glass at the nanometer scale*, *Journal of Physics, Condensed Matter* **15**, S2377 (2003) **Selected in the top 10 papers of J. Phys. Condensed Matter in 2003.**
11. D. Bonamy, L. Laurent, F. Daviaud, *Conductance électrique d'un empilement granulaire faiblement perturbé : sur l'origine de la fragilité granulaire*, *Récents progrès en génie des procédés*, **15**, 447-452 (2001)
12. D. Bonamy, L. Laurent, F. Daviaud, *Electrical conductance of a thermally perturbed packing: on the origin of granular fragility*, Dans *Powders & Grains 2001* (ed. : Y. Kishino, publ : A.A. Balkema, Amsterdam), 77-80, (2001)
13. D. Bonamy, B. Faucherand, M. Planelles, F. Daviaud, L. Laurent, *Granular surface flows in a rotating drum: experiments and continuous description*, Dans *Powders & Grains 2001* (ed. : Y. Kishino, publ : A.A. Balkema, Amsterdam), 463-466, (2001)
14. D. Bonamy, B. Faucherand, L. Laurent & F. Daviaud, *Avalanches dans un empilement granulaire quasi 2D* », Dans *Colloque Physique et Mécanique des Matériaux Granulaires*, Champs sur Marnes, 2, 377-382 (2000)

Conférences invitées

1. *Dynamics of crack propagation in brittle disordered materials*, **Fluctuations in Materials Properties**, Courmayeur, Italie, (2011), présentation invitée.
2. *Rupture et endommagement dynamique des matériaux fragiles*, **Matériaux2010**, Nantes, octobre 2010, conférence keynote invitée.
3. *De l'importance des défauts sur les propriétés de rupture*, **conférence grand public à l'université Le Havre, donné le 2 Juillet 2009 dans le cadre de ICCSA2009**, Le Havre, France, 2009.
4. *Intermittent crack growth in heterogeneous brittle materials*, **MMM2008**, Tallahassee, USA (2008), **présentation invitée.**
5. *Motif de rupture : de l'importance d'être imparfait*, **conférence expérimentale Espace Pierre-Gilles de Gennes**, Paris France, 13 April 2008
6. *Rupture et endommagement des matériaux vitreux*, **Ecole Surface du Verre**, GDR Vitreux, dourdan, France (2008), cours invité
7. *Rupture des matériaux désordonnés fragiles: Dynamique intermittente de fissuration*, **GDR MEPHY**, Paris, France (2008), présentation invitée.
8. *Rupture des matériaux désordonnés fragiles: Dynamique intermittente de fissuration, morphologie des surfaces de rupture*, **MECAMAT**, Fontainebleau, France (2008), présentation invitée.
9. *Crack propagation in disordered brittle materials*, **Size effects and Scaling**, Monté Verita, Suisses (2008), présentation invitée
10. *Failure of disordered materials*, APS March Meeting, Denver, USA (2007), **Conférence keynote invitée**
11. *Failure of heterogeneous materials: How to decipher the scaling properties of fracture surfaces?»,* **20th Kongsberg seminar**, Oslo, Norvège (2007), présentation invitée
12. *Rupture des matériaux : Les apports de la physique statistique*, **Journées Systèmes Complexes**, CEA Saclay, France (2007), présentation invitée
13. *Rupture Dynamique des Matériaux Hétérogènes: Fluctuations de vitesse et transferts dynamiques de contrainte dans un matériau élastique en rupture rapide*, **Colloque ANR JCJC**, Orleans, France (2007), présentation invitée
14. *Comment décrypter les surfaces de rupture*, **Matériaux2006**, Dijon, France (2006), présentation invitée.
15. *On the morphology of fracture surfaces*, **KITP Program**, Santa Barbara, USA (2005), présentation invitée.
16. *Fracture and damage of glass on the nanoscale: implication on the fracture surface morphology*, **Physics of Fracture and Friction**, Cuernavaca, Mexico (2005) présentation invitée.
17. *Damage in vitreous materials and its implications on the scaling properties of crack surfaces*, **Depinning transitions in disordered media: theory and applications**, Copenhagen, Danemark, 2004, présentation invitée.
18. *Experimental investigations of the texture of granular surface flows. Implications on current and future rheological models for dense flows*, **Particle Size Segregation, Mixing and Pattern Formation in Granular Materials**, Lancaster, UK (2002), présentation invitée.

Séminaires invités

1. *Fissures rapides dans les polymères fragiles*, CEA-SPEC, Saclay, 2 novembre 2011
2. *Rupture et endommagement dynamique des matériaux fragiles*, Institut d'Alembert, Jussieu, 4 mai 2011
3. *Dynamique de fissure dans les matériaux désordonnés fragiles*, Colloquium générale de l'ENS Lyon, 28 mars 2011
4. *Dynamique de fissure dans les matériaux désordonnés fragiles*, SRMA, CEA-DEN, 10 Février 2011
5. *Alternative descriptions of granular surface flows: from rheological to statistical approaches*, PGP, University of Oslo, Norway, 16 octobre 2010
6. *Transition fragile/quasi-fragile dans la rupture dynamique des matériaux amorphes*, Gulliver, ESPCI, 19 avril 2010
7. *Propagation de fissures dans les matériaux désordonnés*, Laboratoire MSC, université Paris Diderot, 11 Novembre 2009
8. *Propagation de fissures dans les matériaux hétérogènes fragiles : quelques apports de la physique statistique*, SRMA, CEA-DEN, 5 Février 2009
9. *Rupture des matériaux désordonnés : quelques apports de la physique statistique*, LPS, ENS-Paris, 4 Février 2009
10. *Rupture des matériaux désordonnés : quelques apports de la physique statistique*, LPDMI, Université Marnes la Vallée, 16 Janvier 2009
11. *Crackling noise (and roughening) in cracks: Some possible contributions from statistical physics*, Caltech, Pasadena USA, 5 Novembre 2008
12. *Croissance intermittente d'une fissure dans un matériau désordonné: Description théorique et confrontation expérimentale*, UMR CNRS-Saint-Gobain, 26 October 2007
13. *La rupture du verre observée à l'échelle nanométrique*, ESPCI, Paris, France (2005)
14. *Rupture d'un matériau vitreux observée à l'échelle de sa microstructure*, IUSTI, Marseilles, France (2005)
15. *Réponse d'un front de fissure à une perturbation localisée dans un matériau vitreux en rupture dynamique*, Université Montpellier 2, France (2003)
16. *Granular surface flows: Experiments and theoretical implications*, University of Texas, Austin, USA (2002)
17. *Ecoulements granulaires de surface dans un tambour tournant*, Service de Physique des Particules, CEA Saclay, France (2002)
18. *Ecoulements à la surface d'un empilement granulaire dans un tambour tournant*, Laboratoire des Verres, Université Montpellier 2, France (2001)
19. *Ecoulements à la surface d'un empilement granulaire dans un tambour tournant*, Service de Physique des Particules, CEA Saclay, France (2001)
20. *Ecoulements à la surface d'un empilement granulaire dans un tambour tournant*, Laboratoire FAST, Université Paris XI, Orsay France (2001)
21. *Ecoulements de surface et avalanches dans un empilement granulaire*, LCPC, Marne la Vallée, France (2001)
22. *Ecoulements de surface en tambour tournant*, IUSTI, Marseille, France (2001)
23. *Fluctuations électriques et réarrangements internes dans un matériau granulaire*, GMCM, Université de Rennes, France (2001)

Vulgarisation & média

- D. Bonamy, E. Bouchaud, « La rupture du verre au travers d'un microscope » dans *Reflets de la Physique* **N2** Dec. 2006/Jan. 2007
- « Les jeunes scientifiques » dans *Le monde change* diffusé sur RFI (27 mars 2006)
- « La recherche et l'environnement » dans *Complement terre* diffusé sur Direct8 (19 janvier 2006)
- « Motifs de rupture » Entrevue réalisée par Emmanuel Monnier, *Science & Vie* **228**, 136-141, (septembre 2004)
- « Le comportement métallique du verre » dans *Pour la science* **N308** (juin 2003) p 14-15.
- « Les nanocassures du verre » dans *La recherche* **N364** (mai 2003) p 12.
- « Quand la physique traque les avalanches » dans *Science & vie* **N1026** (mars 2003) p 146.
- « Das Perfekte Lawinen-Warnsystem » dans *P.M. Magazine* **N364** (mars 2003) p 12.
- « Comprendre les avalanches » dans *Figaro Magazine*, 48-52, (23 mars 2002)
- « La Physique du Pois Chiche » dans *Les défis du CEA*, **88** (avril 2001)

Annexe B

Sélection de cinq publications

Les cinq publications inclues en appendix de ce mémoire illustrent mes contributions sur des thématiques qui ne portent pas sur la rupture solide et qui, par conséquent, n'ont pas été abordées dans les chapitres qui précèdent. Les deux premières (**P1,P2**) concernent la rhéologie des matériaux granulaires et s'inscrivent dans la continuité de mes travaux de thèse. Les trois suivantes (**P3,P4,P5**) sont le fruit d'interaction avec les équipes d'expérimentateurs travaillant au SPCSI dans le domaine des nanosciences – mes contributions ont consisté alors à proposer des outils d'analyse statistique permettant de caractériser au mieux les fluctuations/rugosités/distributions sur les images obtenues par ces équipes.

Rhéologie des écoulements granulaires

P1 – M. Renouf, D. Bonamy, F. Dubois, P. Alart, *Numerical simulation of two-dimensional steady granular flows in rotating drum : On surface flow rheology*, Physics of Fluids **17**, 103303 (2005).

L'étude présentée dans cet article s'inscrit dans la continuité des expériences que j'ai menées pendant ma thèse sur les écoulements avalancheux à la surface d'un empilement granulaire. Dans ce contexte, nous avons simulé numériquement ce type d'écoulements en géométrie tambour tournant. Dans la matière en grains, les transferts de moment cinétique et de quantité de mouvement s'effectuent par l'intermédiaire de contacts frictionnels et de collisions inélastiques multiples, délocalisées dans l'ensemble du système, qui, de fait, sont mal pris en compte par les méthodes classiques de Dynamique Moléculaire. Nous avons donc opté pour un algorithme de type Dynamique des Contacts particulièrement adapté pour ce type de problème. Nos simulations ont été validées en les comparant avec les expériences menées pendant ma thèse. Elles nous permettent de mesurer non seulement les champs de vitesse et de compacité dans l'écoulement, mais aussi les champs de coordinence, de fluctuation de vitesse (température effective) et de contrainte qui n'étaient pas accessibles expérimentalement. L'analyse de ces différentes grandeurs, et des relations qui les lient les unes aux autres, nous ont permis de montrer que le nombre inertiel I , défini comme le rapport entre force d'inertie et force de confinement, constituait le nombre sans dimension pertinent pour décrire l'état local de l'écoulement : la ligne de transition entre la phase en écoulement et la partie quasi-statique coïncide notamment avec une valeur constante $\simeq 1.8 \times 10^{-2}$ de I et la valeur locale du coefficient de friction effectif μ^{25} semble dépendre uniquement de I . En revanche, la constante de Janssen locale²⁶ ne dépend pas de manière univoque et locale de I . Ce dernier point rend caduc l'application d'un modèle rhéologique locale pour décrire ces écoulements avalancheux.

25. Le coefficient de friction local est défini comme le rapport entre la contrainte de cisaillement locale et la contrainte normale prise suivant l'axe perpendiculaire à l'écoulement.

26. La constante de Janssen locale est définie comme le rapport entre les contraintes normales prises suivant les axes pris respectivement perpendiculaires et parallèles à l'écoulement.

ANNEXE B. SÉLECTION DE CINQ PUBLICATIONS

Les simulations ont été entièrement réalisées par Mathieu Renouf dans le cadre de sa thèse au Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC) de l'Université de Montpellier 2, sous la direction de Frederic Dubois et Pierre Alart. J'ai pour ma part participé au dépouillement de ces simulations, à l'extraction des champs et à leur analyse.

P2 – D. Bonamy, P.-H. Chavanis, P.-P. Cortet, B. Dubrulle, F. Daviaud, M. Renouf, *Euler-like modeling of dense granular flows : application to a rotating drum*, European Physical Journal B **68**, 619 (2009).

Dans la continuité de l'étude précédente, nous cherchons dans cet article à obtenir une description alternative aux descriptions rhéologiques classiques. L'idée est de supposer que, pour des écoulements stationnaires tels que ceux obtenus en tambour tournant, le forçage et la dissipation s'équilibrent localement, et que, par conséquent, en moyenne (dans un sens qui reste à définir), les champs de vitesse, température granulaire et compacité obéissent aux équations d'Euler. Dans l'approximation dite de Boussinesq (faible variation de compacité dans l'écoulement, ce qui est classiquement observé dans les écoulements granulaires denses), on peut alors montrer que certaines grandeurs construites à partir de la température granulaire et de la vorticité locale s'expriment comme fonctions univoques de la fonction courant local. Réciproquement, la connaissance de ces fonctions permet de caractériser entièrement les champs de vitesse, de compacité et de température granulaire. Cette prédiction a été testée avec succès sur nos écoulements numériques en tambour tournant. Nous cherchons maintenant à voir dans quelle mesure il est possible de contraindre/prédire la forme de ces fonctions. Nous adaptons pour cela un formalisme développé initialement par Pierre-Henry Chavanis et Bérengère Dubrulle pour décrire les états stationnaires dans les écoulements turbulents, qui consiste à maximiser la probabilité d'observer un champ de vitesse/température granulaire donné sous un certain nombre de contraintes imposées par le fait que ces équations obéissent aux équations d'Euler dans l'approximation de Boussinesq.

Ce travail a été réalisé dans le cadre du post-doc de Pierre-Philippe Cortet dans le Service de Physique de l'Etat Condensé (SPEC) du CEA Saclay et s'est inscrit dans le projet RTRA "Vers une thermodynamique des écoulements turbulents et granulaires – ThermETG" qui a impliqué Bérengère Dubrulle (CEA-SPEC, PI), Arnaud Chiffaudel (CEA-SPEC), Francois Daviaud (CEA-SPEC) et moi-même.

Relaxation vers l'équilibre de surfaces vicinales dans le saphir

P3 – T.T.T. Nguyen, D. Bonamy, L. Pham Van, L. Barbier, J. Cousty, *Coarsening of two-dimensional Al₂O₃ islands on vicinal (1,-1, 0, 2) sapphire surfaces during annealing in air*, Surface Science **602**, 3232 (2008).

Nous nous sommes intéressés ici à la cinétique de mise à l'équilibre de surfaces vicinales initialement rugueuses²⁷ autour du plan $(1, \bar{1}, 0, 2)$ d'un cristal de saphir. Cette rugosité initiale se traduit par des défauts qui, sous recuit à l'air, forment des îlots bidimensionnels qui grandissent et se localisent au voisinage des bords de marche monoatomique. L'évolution morphologique de ces îlots a été suivie par AFM après recuit à différents temps et température. L'analyse statistique des images AFM révèle que, pour des température suffisamment petites et/ou des temps suffisamment courts²⁸, l'évolution de ces îlots révèle un mécanisme de murissement d'Ostwald contrôlé par une diffusion anisotrope et permet d'estimer l'énergie d'activation (autour de 1.3 eV) associée au transport de matière le long des terrasses.

P4 – T.T.T. Nguyen, D. Bonamy, L. Phan Van, J. Cousty and L. Barbier, *Scaling and universality in*

²⁷. La rugosité initiale est obtenue par polissage mécanique et chimique de la surface considérée.

²⁸. Nous avons procédé ici à des recuits isochrones (1 heure) pour des températures comprises entre 973 K et 1173 K, et isothermes (1173 K) pour des durées allant jusqu'à 53 heures.

the kinetic smoothening of interfaces : Application to the analysis of the relaxation of rough vicinal steps of an oxide surface, EPL **89**, 60005 (2010).

Sur des gammes de température supérieures et/ou des temps plus longs, l'ensemble des îlots s'agrègent sur les marches et disparaissent des terrasses. L'évolution des surfaces vicinales sous recuit est alors gouvernée par le lissage des marches. Celle-ci est bien décrite par l'équation d'Edward-Wilkinson. Dans ce contexte, nous avons dérivé analytiquement la fonction de corrélation en espace et en temps prédite dans le régime hors équilibre par cette équation. Trois régimes d'échelle successifs peuvent être distingués : régime d'équilibre thermique aux petites échelles, régime transitoire de lissage aux échelles intermédiaires et mémoire des conditions initiales aux grandes échelles. En outre, la fonction de corrélation complète en espace et en temps prend une forme bien particulière qui généralise le scaling de Family-Viseck aux situations de lissage vers l'équilibre. En comparant cette fonction aux courbes expérimentales, nous avons pu extraire des valeurs de tension de marches, des constantes de diffusion, et des énergies d'activation qui restaient inaccessibles dans les surfaces d'oxyde jusqu'à maintenant.

Les expériences discutées dans les deux articles ci-dessus ont été effectuées par Thi Thu Thuy Nguyen dans le cadre de sa thèse dirigée par Jacques Cousty au CEA-SPCSI.

Morphologie des domaines antiferromagnétiques dans les films minces Fe_2O_3

P5 – O. Bezencenet, D. Bonamy, R. Belkhou, P. Ohresser, A. Barbier, *Origin and tailoring of the anti-ferromagnetic domains structure in thin films*, Physical Review Letters **106**, 107201 (2011).

Dans cet article, nous cherchons à comprendre comment se forment les domaines magnétiques dans les structures antiferromagnétiques. En utilisant l'imagerie magnétique par absorption des rayons X issus du rayonnement synchrotron²⁹, il a été possible de visualiser directement, avec une résolution spatiale autour de $\simeq 100$ nm, la structure spatiale en domaines magnétiques de couches d'hématite (Fe_2O_3) minces, d'épaisseur contrôlée (variée entre 2 nm et 35 nm), déposée par épitaxie sur un substrat de platine. La couche hématite est dans un état ferrimagnétique (phase $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) pour des épaisseurs faibles (< 3 nm), puis devient complètement antiferromagnétique (phase $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) lorsque l'épaisseur dépasse 3 nm.

L'analyse statistique des images révèle des domaines antiferromagnétiques fractals et distribués en loi de puissance, caractérisés par un jeu d'exposants compatible avec celui attendu pour une croissance selon un modèle d'Ising aléatoire (Random Ising Model). De manière plus surprenante, cette statistique reste quantitativement invariable³⁰ lorsque l'épaisseur du film varie, et en particulier identique à celle observée pour les couches de très faibles épaisseurs qui sont ferrimagnétiques. Nous démontrons ainsi que la structure des domaines antiferromagnétique s'établit au tout début de la croissance de la couche, lorsque celle-ci était ferrimagnétique, avant la transition ferri-antiferromagnétique. Cette structure reste ensuite gelée, indépendante de l'épaisseur de la couche et/ou des perturbations extérieures imposées. Cela laisse entrevoir une voie prometteuse permettant de maîtriser la structure des domaines magnétiques : en effet, si l'application d'un champ magnétique externe est sans effet sur une couche antiferromagnétique dont l'aimantation globale est nulle, il devient possible, en appliquant ce champ au début de la croissance de la couche (lorsque celle-ci est ferrimagnétique), d'imprimer la structure souhaitée – celle-ci restera gelée par la suite. La méthode a été vérifiée expérimentalement.

Les expériences présentées dans l'article ci-dessus ont été réalisées par Odile Bezencenet dans le cadre de sa thèse dirigée par Antoine Barbier au CEA-SPCSI.

29. Les expériences d'imagerie ont été réalisées sur les synchrotrons ELETTRA (Trieste, Italie) et SLS (Villigen, Suisses).

30. Le vocable "quantitativement" indique ici que les exposants *et les longueurs caractéristiques de coupure* restent les mêmes.

Numerical simulation of two-dimensional steady granular flows in rotating drum: On surface flow rheology

M. Renouf

Projet SIAMES/BIPOP, Institut de Recherche en Informatique et Systèmes Aléatoires (IRISA)/Institut National de Recherche en Informatique et en Automatique (INRIA) Rennes, Campus Universitaire de Beaulieu, Avenue du Général Leclerc, 35042 Rennes Cedex, France

D. Bonamy

Groupe Fracture, Direction des Sciences de la Matière (DSM)/Département de Recherche sur l'État Condensé, les Atomes et les Molécules (DRECAM)/Service de Physique et Chimie des Surfaces et Interfaces (SPCSI), Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA) Saclay, F-91191 Gif sur Yvette, France

F. Dubois and P. Alart

Laboratoire de Mécanique Génie Civil—Unité Mixte de Recherche (UMR) Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS)-UM2 5508, Université Montpellier 2, C. C. 48 Place Bataillon, F-34 095 Montpellier Cedex 5, France

(Received 14 February 2005; accepted 18 August 2005; published online 12 October 2005)

The rheology of two-dimensional steady surface flow of cohesionless cylinders in a rotating drum is investigated through *nonsmooth contact dynamics* simulations. Profiles of volume fraction, translational and angular velocity, rms velocity, strain rate, and stress tensor are measured at the midpoint along the length of the surface-flowing layer, where the flow is generally considered as steady and homogeneous. Analysis of these data and their interrelations suggest the local inertial number—defined as the ratio between local inertial forces and local confinement forces—to be the relevant dimensionless parameter to describe the transition from the quasistatic part of the packing to the flowing part at the surface of the heap. Variations of the components of the stress tensor as well as the ones of rms velocity as a function of the inertial number are analyzed within both the quasistatic and the flowing phases. Their implications are discussed. © 2005 American Institute of Physics. [DOI: 10.1063/1.2063347]

I. INTRODUCTION

Granular media present numbers of interesting and unusual behaviors: they can flow as liquids, but, under some circumstances, they can jam and resist external shear stress without deforming. Understanding the rheology of granular systems has thus developed along two major themes: The *rapid flows*—gaseous-like—regime, where grains interact through binary collisions, are generally described in the framework of the kinetic theory;^{1–3} the *slow flow*—solid-like—regime, where grain inertia is negligible, is most commonly described using the tools of soil mechanics and plasticity theory.⁴ In between these two regimes there exists a *dense flow*—liquid-like—regime where grain inertia becomes important, but contacts between grains are kept. The rheology of this last regime has been widely investigated experimentally, numerically, and theoretically (see Ref. 5 for a review), but still remains far from being understood. Several models have been proposed recently to describe dense granular flows by accounting for nonlocal effects,^{6–10} by adapting kinetic theory,^{11–13} by modeling dense flows as partially fluidized flows,^{14,15} or by considering them as quasistatic flows where the mean motion results from transient fractures modeled as a self-activated process,^{16–19} but, to our knowledge, none of them has succeeded in accounting for all the features experimentally observed.

The most spectacular manifestation of this solid/liquid duality occurs during an avalanche when a thin layer of

grains starts to roll at the surface of the packing, most of the grains remaining apparently static. The global evolution of such surface flows can be captured by models derived from nonlinear physics^{20–22} or fluid mechanics.^{23–26} However, some experimental results remain unexplained: For instance, experimental velocity profiles measured in two-dimensional (2D) flows^{27–29} or three-dimensional (3D) flows^{26,30–32} clearly exhibit the selection of a constant velocity gradient within the flowing layer, while momentum balance implies that the shear stress increases linearly with depth. This observation is incompatible with any local and one-to-one stress/strain constitutive relations. Recent experiments³³ have provided evidence of “jammed” aggregates embedded in the avalanche. These “solid” clusters are found to be power-law distributed without any characteristic length scales and may explain the failure of present models. But a clear understanding of the avalanche rheology is still missing.

The purpose of this paper is to investigate the surface flow rheology through numerical simulations of 2D “minimal” granular systems made of cohesionless weakly polydisperse cylinders confined in a slowly rotating drum. Those allow us to track the evolution of quantities such as stress that are not accessible in real experiments. Moreover, they allow to get rid of artifacts such as the friction of beads on the lateral boundaries of the drum that may confuse the interpretation of an experiment. The numerical simulations were performed using contact dynamic methods^{34,35} based on

a fully implicit resolution of the contact forces, without any resort to regularization schemes. At a given step of evolution, all the kinematic constraints within the packing are simultaneously taken into account together with the equations of motions to determine all the contact forces in the packing. This allows to deal properly with nonlocal momentum transfers implied in multiple collisions, contrary to molecular-dynamics schemes traditionally used that reduce the system evolution to a succession of binary collisions.

The simulation scheme and the description of the simulated systems are detailed in Sec. II. In Sec. III, we report comprehensive analysis of volume fraction and velocity (translational and rotational) profiles at the center of the drum. They are compared with experimental data available in the literature. Stress analysis and implications on the rheology of free-surface flows are discussed in Secs. IV and V, respectively. Section VI is focused on the analysis of both the translational and rotational velocity fluctuations. Finally, Sec. VII summarizes our findings.

II. SIMULATION METHODOLOGY

For this study, we simulate granular systems similar to those investigated experimentally in Refs. 27–29 and 33. We model a 2D rotating drum of diameter D_0 equal to 450 mm half-filled with 7183 rigid disks of density $\rho_0=2.7 \text{ g cm}^{-3}$ and diameter uniformly distributed between 3 and 3.6 mm. This weak polydispersity prevents any 2D ordering effect that may induce nongeneric effects. Normal restitution coefficient between two disks (respectively between disks and drum) is set to 0.46 (respectively 0.46) and the friction coefficient to 0.4 (respectively 0.95). Normal restitution coefficients and disk/disk friction coefficient were chosen to mimic the experimental flows of aluminum beads investigated in Refs. 28 and 29. The drum/disk friction coefficient was set close to 1 to prevent sliding at the drum boundary.

Numerical simulations dedicated to evolution of granular media can be based either on explicit^{36–39} or implicit^{34,35,40} method. One of the drawbacks of explicit models is to reduce nonlocal momentum transfers implied in multiple collisions to a succession of binary collisions. Moreover, numerical instabilities can occur in granular flows. They are corrected either by introducing some artificial viscosity or by reducing the size of the time step. The *nonsmooth contact dynamics* method used here is implicit. It provides a nonsmooth formulation of the body's impenetrability condition, the collision rules, and the dry Coulomb friction law. The method is extensively described in Ref. 41 and briefly explained below.

Firstly, equations of motion are written for a collection of rigid bodies and discretized by a time integrator.⁴² The interaction problem is then solved at contact level (local level) rather than at particle level (global level) as commonly performed in explicit methods. In other words, equations are written in terms of relative velocities \mathbf{u}_α and local impulsions \mathbf{r}_α defined at each contact point indexed by α . The impenetrability condition evoked previously means that particles candidates for contact should not cross the boundaries of the antagonists' bodies. We consider also that contacting bodies do not attract each other, i.e., that the reaction force is posi-

tive and vanishes when the contact vanishes. This can be summarized in the following so-called velocity Signorini condition:

$$u_n \geq 0, \quad r_n \geq 0, \quad u_n r_n = 0, \quad (1)$$

where the index n denotes the normal component of the various quantities (index α is omitted). Let us note that this philosophy is different from what is used in explicit methods, where normal forces are usually proportional to the penetration between two particles. The dry frictional law is the Coulomb's one for which the basic features are as follows: The friction force lies in the Coulomb's cone ($\|r_t\| \leq \mu r_n$, μ friction coefficient), and if the sliding relative velocity is not equal to zero, its direction is opposed to the friction force ($\|r_t\| = \mu r_n$). This is summarized in the following relation:

$$\|r_t\| \leq \mu r_n, \quad \|u_t\| \neq 0 \rightarrow r_t = -\mu r_n \frac{u_t}{\|u_t\|}. \quad (2)$$

For rigid bodies we also need to adopt a collision law because the velocity Signorini condition does not give enough information. We adopt the Newton restitution law, $u_n^+ = -e_n u_n^-$, realistic for collection of disks. The reader can refer to Ref. 43 for more explanations about collision laws. Time discretization of equations of motion, where the global contact forces are the only missing quantities to determine the motion of each bead, lead to the following scheme:

$$\begin{cases} \mathbb{W}\mathbf{r} - \mathbf{u} = \mathbf{b} \\ \text{law}_\alpha[\mathbf{u}_\alpha, \mathbf{r}_\alpha] = \text{true}, \quad \alpha = 1, n_c, \end{cases} \quad (3)$$

where \mathbf{u} and \mathbf{r} denotes the vectors containing the relative velocity and the mean contact impulse for *all* the contact points, respectively. The matrix \mathbb{W} is the Delassus operator⁴⁴ that contains all the local information (local frames and contact points) as well as the information related to the contact's connectivity. The right-hand side of the first line in Eq. (3) represents the free relative velocity calculated by only taking into account the external forces. The operator law_α encodes the friction-contact law which should be satisfied by each component of couple $(\mathbf{u}_\alpha, \mathbf{r}_\alpha)$; n_c denotes the number of contact. Systems of Eq. (3) can be solved by a classical nonlinear Gauß-Seidel algorithm⁴¹ or a conjugate projected gradient one.⁴⁵ This two algorithms benefit from parallel versions^{46,47} which show their efficiency in the simulations of large systems. Information from this local level, the contact level, is transferred to the global level, the grain level, and the configuration of the system is updated.

The procedure to achieve a numerical experiment is the following: All the disks are placed in an immobile drum. Once the packing is stabilized, a constant rotation speed Ω (ranging from 2 to 15 rpm) is imposed to the drum. After one round, a steady continuous surface flow is reached (this has been checked by looking at the time evolution of the total kinetic energy within the packing over the next round). One starts then to capture 400 snapshots equally distributed over a rotation of the drum. The time step is set to 6×10^{-3} s. The number of time steps necessary to achieve an experiment ranges from 4×10^3 to 10^4 depending on the rotation speed. All simulations have been performed with

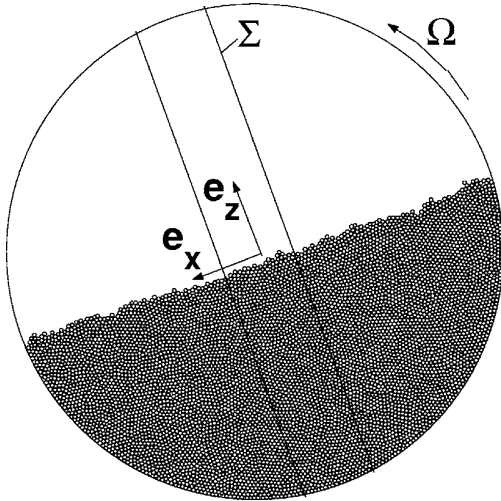


FIG. 1. Typical snapshot of the steady surface flows in the simulated 2D rotating drum. Its diameter and its rotation speed are, respectively, $D_0 = 450$ mm and $\Omega = 6$ rpm. It is filled with 7183 disks of density $\rho_0 = 2.7$ g cm $^{-3}$ and diameter uniformly distributed in the interval [3 mm; 3.6 mm]. The disk/disk coefficient of restitution and disk/disk friction coefficient are set, respectively, to $e_n = 0.46$ and $\mu = 0.2$. The disk/drum coefficient of restitution and disk/drum friction coefficient are set, respectively, to $e_n^0 = 0.46$ and $\mu^0 = 0.95$.

LMGC90 software.⁴⁸ On a SGI Origin 3800 with 16 processors, about 20 h are required to achieve one of these simulations.

A typical snapshot of the simulated granular packing is shown in Fig. 1. For each bead of each of the 400 frames within a given numerical experiment, one records the position \mathbf{x} of its center of mass, the “instantaneous” velocity \mathbf{c} of this center of mass measured over a time window $\delta_t = 6 \times 10^{-3}$ s, and its angular velocity w . Voronoi tessellation was used to define the local volume fraction associated with each bead (see, e.g., Ref. 33). The components of contact stress tensor σ associated with each bead i are computed as^{49,50}

$$\sigma_{\alpha\beta} = \frac{1}{2V_i} \sum_{j \neq i} x_{ji}^\alpha F_{ji}^\beta, \quad \alpha, \beta \in \{1, 2\}, \quad (4)$$

where V_i is the volume of the Voronoi polyhedra associated with the bead i , \mathbf{F}_{ji} the contact force between i and j , and $\mathbf{x}_{ji} = \mathbf{x}_j - \mathbf{x}_i$. In all the following, these quantities are nondimensionalized: Calling g the gravity constant and d the mean disk diameter, distances, time, velocities and stresses are given in units of d , $\sqrt{d/g}$, \sqrt{gd} , and $\rho_0 g d$, respectively. In this paper, we concentrate on the continuum scale by looking at profiles of the time- and space-averaged quantities. Statistical analysis of these quantities at the grain scale will be presented in a separate paper.

In rotating-drum geometries, the surface flow is not fully developed. The frame of study should now be chosen appropriately. One thus define the frame \mathfrak{R} rotating with the drum that coincides with the reference frame $\mathfrak{R}_0 = (\mathbf{e}_x, \mathbf{e}_z)$ fixed in the laboratory, so that \mathbf{e}_x (\mathbf{e}_z) is parallel (perpendicular) to the free surface (see Fig. 1 and Ref. 51). In the frame \mathfrak{R} , the flow can be considered as quasihomogeneous at the center of the

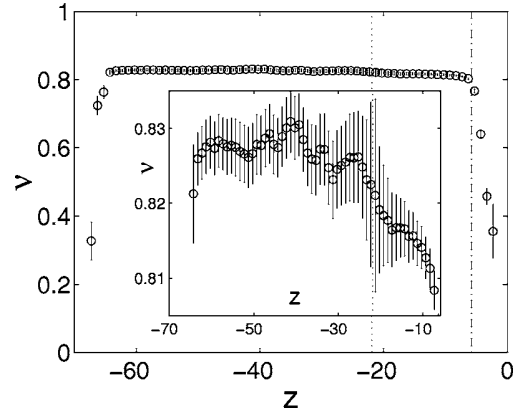


FIG. 2. Volume fraction profile $\nu(z)$ (averaged over 400 frames) at the center of the drum obtained for $\Omega = 6$ rpm. The error bars correspond to a 99% confident interval. The vertical mixed line locates the free-surface boundary, set to the point where ν crosses the value 0.7, from which ν drops quickly down to zero. The vertical dotted line locates the static/flowing interface, defined from the streamwise velocity profile (see Fig. 3). Apart from these two zones, ν appears almost constant, around 0.8. Inset, zoom in the “constant region” enhancing the small variations of ν within the two phases.

drum, e.g., within the elementary slice Σ (see Fig. 1) 20 bead diameters wide, parallel to \mathbf{e}_z located at $x = 0$. This slice is divided into layers of one mean bead diameter wide parallel to the flow. The given value of a given continuum quantity $\bar{a}(z)$ (volume fraction, velocity, stress, etc.) at depth z is then defined as the average of the corresponding quantity defined at the grain scale over all the beads in all the 400 frames of the sequence whose center of mass is inside the layer.

III. KINEMATIC ANALYSIS

A. Volume fraction profile

Let us first focus on volume fraction profiles within the packing. Figure 2 displays the volume fraction profile measured for $\Omega = 6$ rpm. To check the homogeneity of the flow with regard to ν , the elementary slice Σ was translated with an increment of five bead diameters in both positive x and negative x . The volume fraction profile is found to be invariant under infinitesimal translation along \mathbf{e}_x . At the free surface, ν drops quickly to zero within a small zone of thickness around three-four bead diameters independent of Ω . In all the following, the free-surface boundary is set at the lower boundary of this small region (mixed line in Fig. 2), defined at the point where ν becomes larger than 0.7. At the drum boundary, ν jumps also to a much smaller value within a small region about two-three bead diameters thick, which should be attributed to the presence of the smooth drum boundary. Apart from these two narrow regions, the volume fraction ν is almost constant within the drum, around the random close packing (RCP) value $\nu^{\text{RCP}} \approx 0.82$. A closer look (inset of Fig. 2) suggests that ν is constant within the static phase and decreases weakly within the flowing layer as defined from the velocity profile in Sec. III B. Such behavior is expected since granular systems should dilate before being able to deform. However, this decrease is very small and

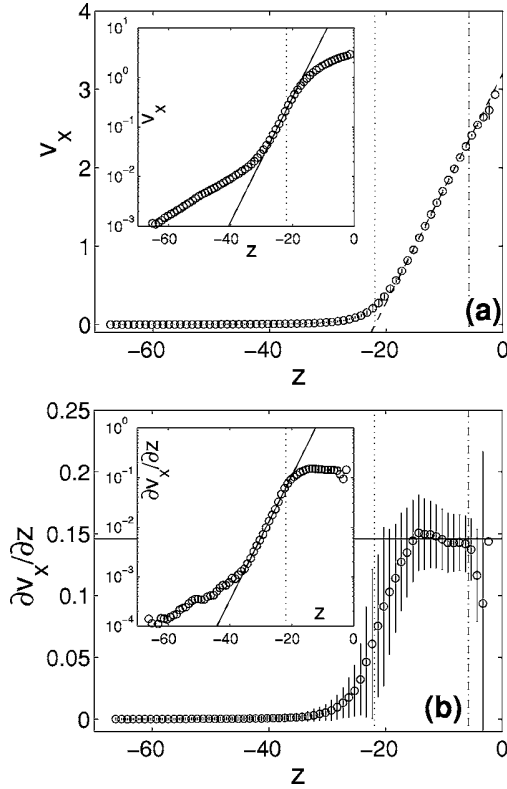


FIG. 3. Profile of (a) streamwise velocity $v_x(z)$ and (b) streamwise velocity gradient $\partial_z v_x(z)$ (averaged over 400 frames) at the center of the drum as obtained for $\Omega=6$ rpm. The error bars correspond to a 99% confident interval. The profile of the velocity gradient (the velocity gradient) is linear (constant) within the flowing layer. The plain straight line in (a) [(b)] corresponds to a linear fit: $v_x = \dot{\gamma}(z+H)$ (a constant $\partial_z v_x = \dot{\gamma}$), where $\dot{\gamma} = 0.15$. The vertical mixed line locates the free-surface boundary (see Fig. 2). The flowing/static interface (dotted line) is defined from the depth where the straight line intersects the z axis in figure (a). The flowing layer thickness H can then be deduced: $H = 14.6$. Inset of (a) [(b)]: plot of the profile of the velocity $v_x(z)$ [velocity gradient $\partial_z v_x(z)$] in semilogarithmic scales. In both insets, the plain straight line corresponds to an exponential fit of characteristic decay length $\lambda \approx 3.4$.

compressible effects can thus be neglected with regard to momentum balance, even if they may significantly alter the local flow rheology.³³

B. Velocity profiles

As expected for a quasihomogeneous flow, the normal component v_z of the velocity was found to be negligible compared to the tangential component v_x at any depth z . Figure 3 depicts both the streamwise velocity profile $v_x(z)$ [Fig. 3(a)] and the shear rate profile $\partial_z v_x(z)$ [Fig. 3(b)] for $\Omega=6$ rpm. Both these profiles were found to be invariant under infinitesimal translation along \mathbf{e}_x . Two phases can clearly be observed: A flowing layer exhibiting a linear velocity profile and a static phase experiencing creep motion, where both v_x and $\partial v_x / \partial z$ decay exponentially with depth [see inset of Fig. 3(b)]. Such shapes are very similar to the ones observed experimentally in 2D flows^{27–29} as well as in 3D flows.^{26,30–32} The interface between the two phases can

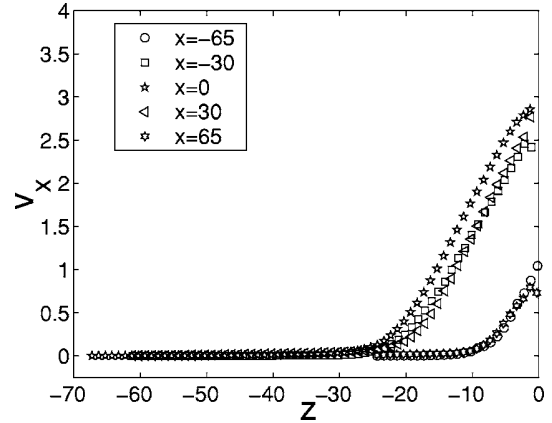


FIG. 4. Velocity profiles obtained for $\Omega=6$ rpm at five different locations x . The velocity gradient within the flowing layer as well as the exponential decreasing within the static phase are found to depend weakly on the precise location in the drum. They are consequently independent of both the flowing layer thickness H and its x derivative $\partial_x H$.

then be defined by extrapolating the linear velocity profile of the flowing phase to zero [see Fig. 3(a)]. The flowing layer thickness H can then be deduced.

Velocity profiles measured for $\Omega=6$ rpm at five different locations x are represented in Fig. 4. At these locations, $\partial_x H$ is no more equal to zero. The width of the elementary slice Σ has thus been decreased to two bead diameters in order to minimize this drift. The shape of the velocity profile remains the same in these locations, with a clear linear velocity profile within the flowing layer and an exponentially decaying velocity within the static phase. Both the characteristic decay length λ of the exponential creep within the static phase and the constant velocity gradient $\dot{\gamma}_0$ within the flowing layer are observed to be independent of the precise location x for a given value of Ω .

The “natural” control parameter in our experiment is the rotation speed Ω . However, comparisons between experiments in heap geometry and rotating-drum geometry⁵ suggest that the main control parameter for the surface flow is the nondimensionalized flow rate Q , defined as

$$Q = \int_{z=-R_0}^0 v(z)u_x(z)dz. \tag{5}$$

Its variation as well as that of the flowing layer thickness H and the mean slope θ with respect to Ω are reported in Table I.

Velocity profiles obtained in the center of the drum for various Q are represented in Fig. 5(a). Apart from the flow-

TABLE I. Variation of the nondimensionalized flow rate Q , the mean angle θ of the flow, and the flowing layer thickness H with respect to the rotating speed Ω within the elementary slice Σ at the center of the drum.

Ω	2 rpm	4 rpm	5 rpm	6 rpm	10 rpm	15 rpm
Q	8	15.3	19.5	21.8	39.8	57.7
θ	18.1	18.9	19.3	19.7	21.2	23.0
H	9	11.5	13.3	14.6	17.2	21.0

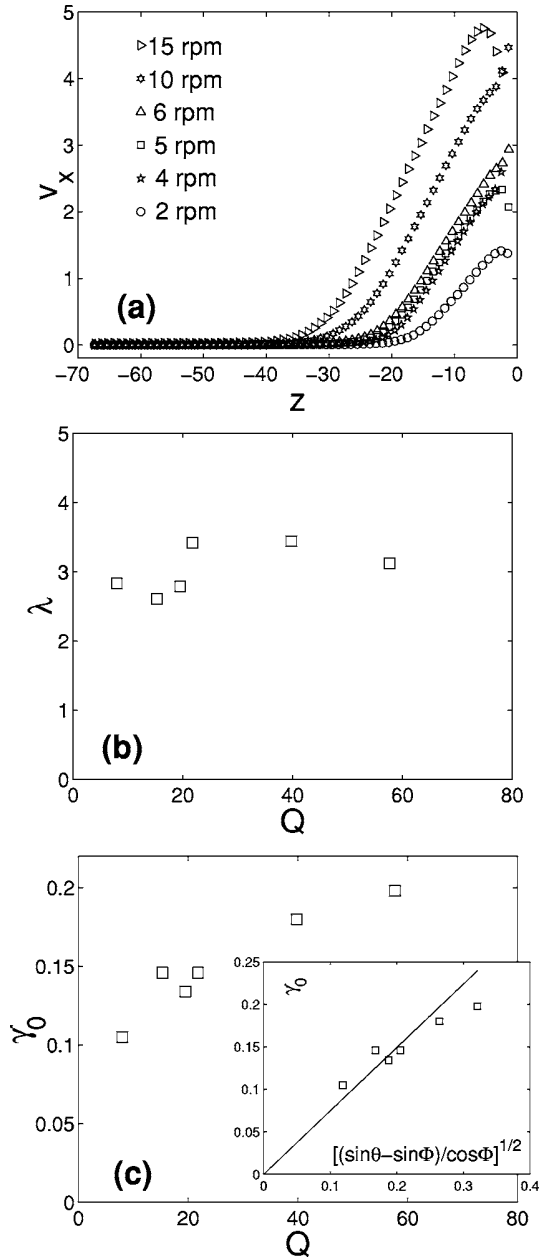


FIG. 5. (a) Velocity profiles at the center of the drum for various rotating speed Ω . (b) Characteristic decay length λ of the shear strain $\partial_z v_x$ as a function of the flow rate Q . Within the error bars, λ is constant, around 3. (c) Constant shear rate $\dot{\gamma}_0$ within the flowing layer as a function of the flow rate Q . Inset: $\dot{\gamma}$ vs $(\sin\theta - \sin\Phi)^{1/2}/\cos^{1/2}\Phi$, where the Coulomb friction angle $\Phi=17.4^\circ$ has been identified with the value $\mu_{\text{eff}}(Q=0)$ defined in Fig. 6(b). The straight line is a linear fit $\dot{\gamma}=0.75(\sin\theta - \sin\Phi)^{1/2}/\cos^{1/2}\Phi$.

ing layer thickness H , the streamwise velocity profile at the center of the drum is characterized by two parameters, namely, the characteristic decay length λ of the exponential creep within the static phase and the constant shear rate $\dot{\gamma}_0$ within the flowing layer. Their evolution with respect to the flow rate Q is reported in Figs. 5(b) and 5(c). Within the error bars, λ is independent of Q , of the order of 3 ± 0.3 . This behavior is similar to what is reported in both 3D heap-flow experiments⁵² and 3D rotating-drum experiments,^{26,28,53} where λ was found to be $\lambda \approx 1.4$ and $\lambda \approx 2.5$, respectively.

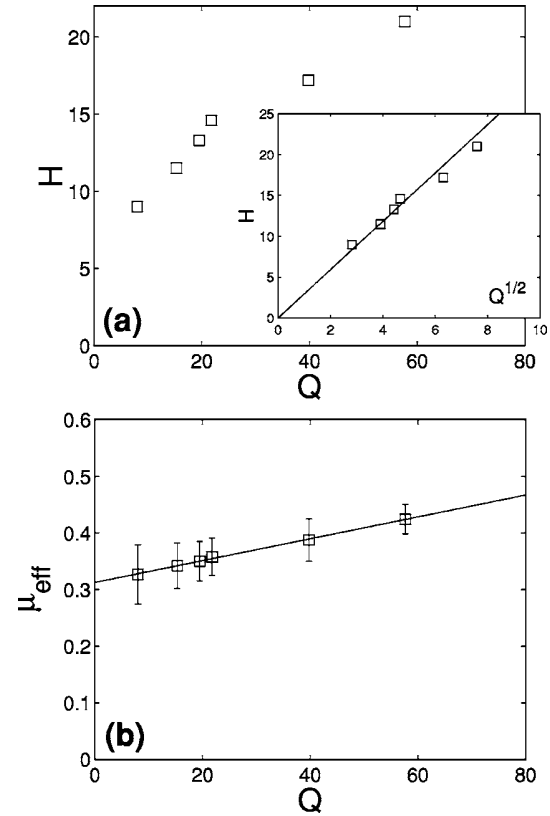


FIG. 6. (a) Flowing layer thickness H at the center of the drum as a function of the flow rate Q . Inset, H vs \sqrt{Q} . The straight line is a linear fit $H=3\sqrt{Q}$. (b) Variation of the effective friction coefficient $\mu_{\text{eff}}=\tan\theta$ of the surface flow with respect to Q (nondimensionalized units). The error bars show the standard deviation over the sequence at constant Q . The straight line is a linear fit: $\mu_{\text{eff}}(Q)=0.31+1.9 \times 10^{-3}Q$.

In our numerical simulation, $\dot{\gamma}_0$ exhibits a weak dependence on Q [see Fig. 5(c)]. It ranges typically from 0.1 to 0.25 when Q is made to vary from 8 to 58. This dependency is compatible with the ones observed experimentally in 2D rotating drum by Rajchenbach,²⁷ who proposed that $\dot{\gamma}_0$ scales as $\dot{\gamma}_0 \propto (\sin\theta - \sin\Phi)^{1/2}/\cos^{1/2}\Phi$, where Φ refers to the Coulomb friction angle. The value of this angle can be estimated from the variation of the mean flow angle with respect to Q (see Fig. 6 and Sec. III C) and was found to be $\Phi=17.4^\circ$. The inset of Fig. 5(c) shows that the scaling proposed by Rajchenbach is compatible with our results. It is worth to mention that $\dot{\gamma}_0$ was found to be constant, around 0.5, independent of Q in 3D experiments in Hele-Shaw drums.^{5,26} This strongly suggests some nontrivial effect of either the lateral confinement or the flow dimension on the profile within the flowing layer. This will be explored in future 3D simulations of rotating drums.

C. Flowing layer thickness and mean flow angle

The thickness of the flowing layer H is plotted as a function of the flow rate Q in Fig. 6(a). As observed experimentally,^{5,26} H scales as \sqrt{Q} , which is expected since the shear rate varies weakly within the flowing layer.

The mean flow angle θ can then be assimilated to an effective friction coefficient $\mu_{\text{eff}}=\tan\theta$ between the flowing

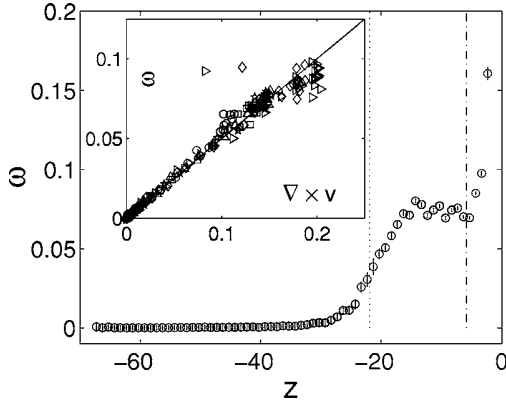


FIG. 7. Mean angular velocity profile $\omega(z)$ (averaged over 400 frames) at the center of the drum obtained for $\Omega=6$ rpm. The error bars correspond to a 99% confident interval. The vertical mixed line (vertical dotted line) show the free-surface boundary as defined in Fig. 2 (the static/flowing interface as defined in Fig. 3). Inset, ω vs vorticity $\nabla \times \mathbf{v} = \partial_z v_x$ for $\Omega=2$ rpm (\circ), $\Omega=4$ rpm (\star), $\Omega=5$ rpm (\square), $\Omega=6$ rpm (\triangle), $\Omega=10$ rpm (\diamond), and $\Omega=15$ rpm (\triangleright). The straight line is given by $\omega = \frac{1}{2} \nabla \times \mathbf{v}$.

layer and the static phase.²⁴ Its evolution with respect to the flow rate Q is represented in Fig. 6. The effective friction coefficient is found to increase with Q . A similar increase was observed experimentally, at a much larger scale. It was attributed to wall effects^{5,26} since this dependency was observed to be weaker when the drum thickness is increased.^{5,28} No such wall effects can be invoked in the present study. In other words, part of the increase of the effective friction with flow rate cannot be induced by wall friction contrary to what was suggested in Refs. 5 and 26 and should be found in the granular flow rheology.

D. Angular velocity profiles

A typical mean angular velocity profile $\omega(z)$ has been represented in Fig. 7. It is interesting to plot ω with respect to the vorticity $\nabla \times \mathbf{v} = \partial_z v_x$ (see inset of Fig. 7). There is a clear relationship between these two quantities: $\omega = \frac{1}{2} \nabla \times \mathbf{v}$ in the whole packing, independent of Q . This relationship is analogous to the one obtained in classical hydrodynamics, where the mean rotating speed of the particles is equal to half the vorticity. Such relationship was observed in molecular-

dynamics simulations of dilute granular flows,^{54,55} but was expected to fail at higher volume fractions.^{56,57} In this latter case, grains were expected to organize in layers, the grains of which rotate in the same direction. This would decrease the mean angular velocity of the grains and ω would be smaller than $\frac{1}{2} \nabla \times \mathbf{v}$. In our numerical simulation, such behavior is not observed, which suggests that the grains spin, but do not organize in layer despite the high density of the flow.

IV. STRESS ANALYSIS

A. Stress tensor profile

Let us now look at stress profiles that can be difficultly measured experimentally. The stress tensor σ is the sum of three contributions: $\sigma = \sigma^c + \sigma^k + \sigma^r$, where σ^c , σ^k , and σ^r refer to the contact, kinetic, and rotational components of the stress tensor, respectively. In our dense free-surface flows, σ^k and σ^r are found to be negligible with regard to σ^c . One can thus assume that $\sigma \approx \sigma^c$.

Components of the contact stress tensor associated with each bead have been computed for each snapshot of each numerical experiment (see Sec. II). The profile of the continuum value of each component of the contact stress tensor—and, consequently, the total stress tensor— $\sigma_{\alpha\beta}(z)$ is then defined over the elementary slice Σ located in the center of the drum (see Fig. 1) according to the same procedure used to calculate the velocity and volume fraction profiles. The tensor σ is found to be symmetric, i.e., $\sigma_{xz} = \sigma_{zx}$. For 2D surface flows, it is thus defined by three independent components σ_{xx} , σ_{xz} , and σ_{zz} . Typical profiles of these components with respect to the depth z at the center of the drum are represented in Fig. 8.

The shapes of these profiles are quite surprising. In the rotating frame \mathfrak{R} , velocity and volume fraction profiles were found to be invariant along infinitesimal translation along \mathbf{e}_x within the elementary slice Σ . In other words, for $x=0$, one gets $\partial v / \partial x \approx \partial v' / \partial x \approx 0$. More generally, it is commonly assumed that at the center of the drum the x derivative of the stress tensor vanishes.^{5,10,27,28,33} The Cauchy equations would then read

$$\frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} = -\nu \sin \theta, \tag{6a}$$

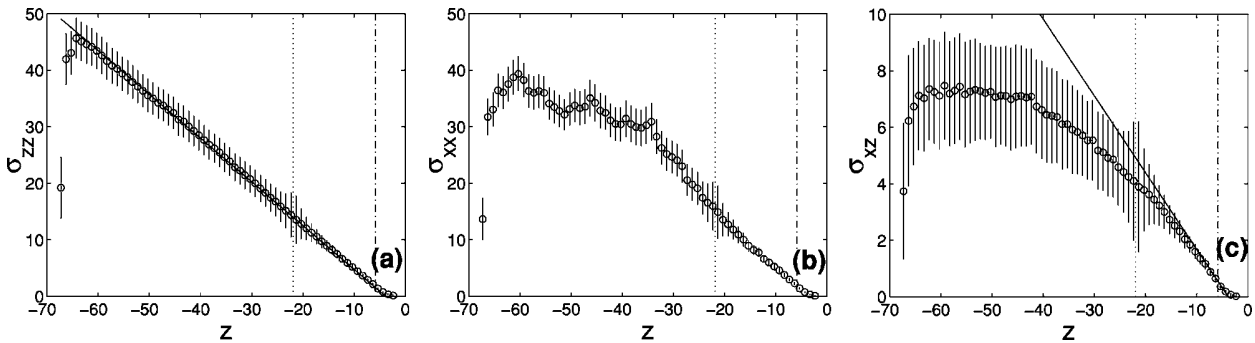


FIG. 8. Profiles of the three independent components of the static stress tensor σ_{zz} (a), σ_{xx} (b), and σ_{xz} (c) for $\Omega=6$ rpm. The error bar corresponds to a 99% confident interval. In (a), [(c)] the straight line is given by $\sigma_{zz} = -\nu^{\text{RCP}} \cos \theta$ ($\sigma_{xz} = -\nu^{\text{RCP}} \sin \theta$) as expected from the Cauchy equations for a homogeneous surface incompressible flow of volume fraction $\nu^{\text{RCP}}=0.82$. For $\Omega=6$ rpm, θ was measured to be $\theta=19.7^\circ$. The vertical mixed lines and the vertical dotted lines show the free-surface boundary and the static/flowing interface as defined in Figs. 2 and 3, respectively.

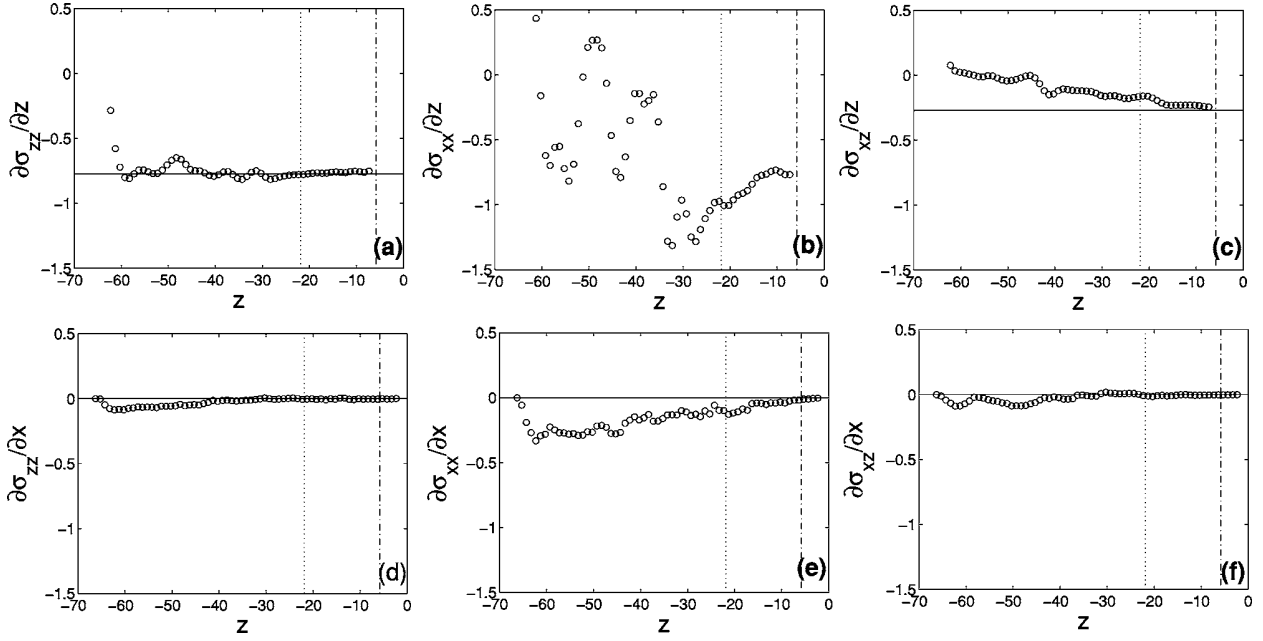


FIG. 9. Top: Profiles of the six independent components of the contact stress tensor gradient, namely, $\partial\sigma_{zz}/\partial z$ (a), $\partial\sigma_{xx}/\partial z$ (b), $\partial\sigma_{xz}/\partial z$ (c), $\partial\sigma_{zz}/\partial x$ (d), $\partial\sigma_{xx}/\partial x$ (e), and $\partial\sigma_{xz}/\partial x$ (f) for $\Omega=6$ rpm. The error bars correspond to a 99% confident interval. In (a), (c), (d), and (f), the horizontal straight line is given by $\partial\sigma_{zz}/\partial z = -\nu^{\text{RCP}} \cos \theta$, $\partial\sigma_{xz}/\partial z = -\nu^{\text{RCP}} \sin \theta$, $\partial\sigma_{zz}/\partial x = 0$, and $\partial\sigma_{xz}/\partial x = 0$, respectively, as expected from the Cauchy equations for a homogeneous surface incompressible flow of volume fraction $\nu^{\text{RCP}}=0.82$ and mean flow angle $\theta=19.7^\circ$ as measured for $\Omega=6$ rpm. The vertical mixed lines and the vertical dotted lines show the free-surface boundary and the static/flowing interface as defined in Figs. 2 and 3, respectively.

$$\frac{\partial\sigma_{zz}}{\partial z} = \nu \cos \theta + \nu\Omega v_x + \nu\Omega^2 z, \quad (6b)$$

where θ denotes the mean flow angle. The second right-hand term of Eq. (6b) is the Coriolis term. This term is maximum at the free surface, where it reaches 15% of the first right-hand gravity term, e.g., for $\Omega=6$ rpm. The last right-hand term of Eq. (6b) is the centrifugal term. This term is maximum at the drum boundary, where it reaches 1% of the first right-hand gravity term, e.g., for $\Omega=6$ rpm. Thus, inertial effects can be neglected and the Cauchy equations for pure steady homogeneous flows would reduce to

$$\frac{\partial\sigma_{xz}}{\partial z} = -\nu \sin \theta, \quad (7a)$$

$$\frac{\partial\sigma_{zz}}{\partial z} = -\nu \cos \theta, \quad (7b)$$

and, since the volume fraction ν is almost constant, close to the random close packing value $\nu^{\text{RCP}}=0.82$:

$$\sigma_{xz}(z) = -z\nu^{\text{RCP}} \sin \theta, \quad (8a)$$

$$\sigma_{zz}(z) = -z\nu^{\text{RCP}} \cos \theta. \quad (8b)$$

These predictions were compared to the measured profiles (Fig. 8). The measured profile σ_{zz} fits well with Eq. (8b). However, σ_{xz} departs from Eq. (8a) within the static phase. To understand this discrepancy, one looks at the gradient of the stress tensor (see Fig. 9). The x derivative of the various components were calculated by translating the elementary slice Σ with an increment $\delta x=5$ from one side to the other of the reference position $x=0$. We checked that the obtained

values do not depend on δx . Both $\partial\sigma_{zz}/\partial x$ and $\partial\sigma_{xz}/\partial x$ vanish within Σ at the center of the drum. However, $\partial\sigma_{xx}/\partial x$ does not. In other words, steady surface flows in rotating drums cannot be considered as quasihomogeneous even at the center of the drum. The Cauchy equations should then read

$$\frac{\partial\sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial\sigma_{xz}}{\partial z} = -\nu \sin \theta, \quad (9a)$$

$$\frac{\partial\sigma_{zz}}{\partial z} = -\nu \cos \theta. \quad (9b)$$

This may explain the slight discrepancies observed between homogeneous steady heap surface flows and steady surface flows in rotating drum (see, e.g., Ref. 9 for related discussions).

V. CONSTITUTIVE LAWS

A. Inertial number I

It was recently suggested^{5,58-60} that the shear state of a dense granular flow can be characterized through a dimensionless number I , referred to as the inertial number, defined as

$$I = \frac{\partial_z v_x}{\sqrt{\sigma_{zz}}}. \quad (10)$$

This parameter can be regarded as the ratio between the typical time of deformation $1/\partial_z v_x$ and the typical time of confinement $1/\sqrt{\sigma_{zz}}$.⁵

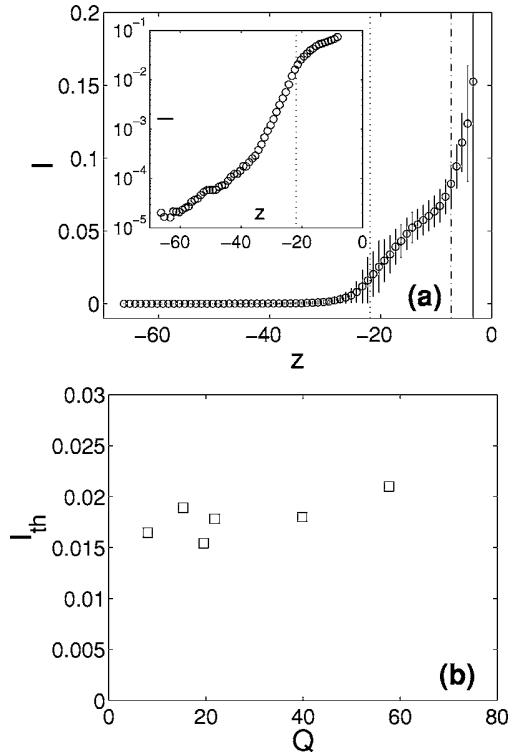


FIG. 10. (a) Profiles of the inertial parameter $I(z)$ for $\Omega=6$ rpm. The error bar corresponds to a 99% confident interval. The vertical mixed lines and the vertical dotted lines show the free-surface boundary and the static/flowing interface as defined in Figs. 2 and 3, respectively. (b) Variation of the value I_{th} of the inertial number at the static/flowing interface with respect to the flow rate Q .

A typical profile of the inertial number I is plotted in Fig. 10(a). This nondimensionalized parameter was shown to be the relevant parameter to account for the transition from the quasistatic regime to the dense inertial regime in plane-shear configuration, annular shear, and inclined plane configuration.^{5,58,59} Therefore, it is natural to consider I as the relevant parameter to describe the transition from the quasistatic phase and the flowing layer in the surface flow geometry. To check this assumption, we determine the value I_{th} of the inertial number at the interface between the static phase/flowing layer interface—defined by extrapolating the linear velocity profile of the flowing phase to zero (see Fig. 3)—for all our numerical experiments carried out at various Ω . Variations of I_{th} as a function of Q is represented in Fig. 10(b). This threshold is found to be constant, equal to

$$I_{th} \approx 1.8 \times 10^{-2}, \quad (11)$$

which provides a rather strong argument to consider this nondimensionalized parameter as the relevant one to describe surface flows.

B. Rheology

Now that a relevant parameter describing the local shear state of the flow has been proposed, one can discuss in more detail the flow rheology. As a first guess, it is tempting to consider *local* constitutive laws relating the components of

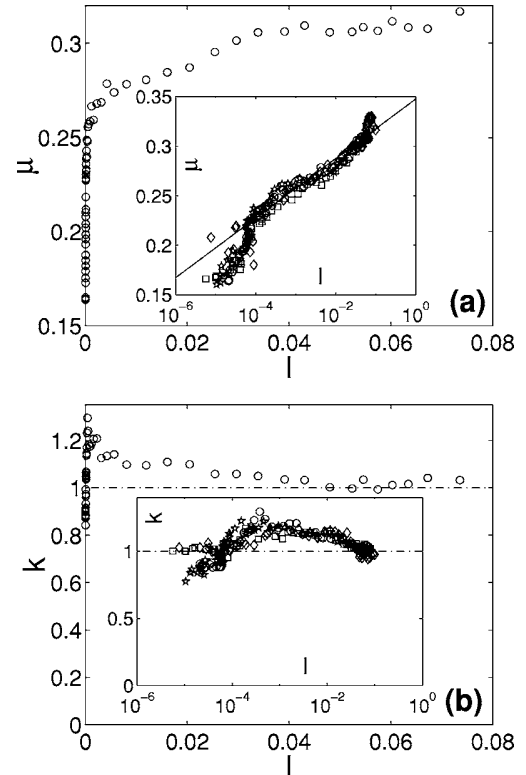


FIG. 11. (a) Variation of the effective friction coefficient $\mu = \sigma_{xz}/\sigma_{zz}$ as a function of I for $\Omega=6$ rpm. Inset: Variation of μ as a function of I for $\Omega=2$ rpm (\circ), $\Omega=4$ rpm (\star), $\Omega=5$ rpm (\square), $\Omega=6$ rpm (\triangle), and $\Omega=10$ rpm (\diamond) in semilogarithmic scale. The dash-dotted line is given by $\mu = 0.35 + 0.013 \log I$. (b) Variation of the ratio $k = \sigma_{xx}/\sigma_{zz}$ as a function of the inertial number I for $\Omega=6$ rpm. Inset: Variation of k as a function of I for $\Omega=2$ rpm (\circ), $\Omega=4$ rpm (\star), $\Omega=5$ rpm (\square), $\Omega=6$ rpm (\triangle), and $\Omega=10$ rpm (\diamond) in semilogarithmic scale. The dash-dotted horizontal line corresponds to $k=1$.

the stress tensor to I through a one-to-one relation. In this case, dimensional analysis leads to

$$\sigma_{xz}/\sigma_{zz} = \mu(I), \quad \sigma_{xx}/\sigma_{zz} = k(I). \quad (12)$$

Typical variations of the effective friction coefficient μ as a function of the inertial number I are plotted on Fig. 11(a). A semilogarithmic representation [see inset of Fig. 11(a)] shows that the data collected for different flow rates Q collapse relatively well within the scaling:

$$\mu = a + b \log I, \quad (13)$$

with $a \approx 0.35$ and $b \approx 0.013$ when I ranges from 10^{-4} to 10^{-1} . A departure from this scaling is observed when I becomes smaller than 10^{-4} . In this latter case, μ decreases more rapidly with I . It is worthy to note that the scaling given by Eq. (13) is quantitatively similar to the one observed in the inclined plane geometry,⁵⁹ which suggests that both free-surface flow and flows down a rough inclined plane may be described through the same constitutive laws. Relating μ and I through a *local* constitutive law seems thus to be relevant.

Figure 11(b) shows the variations of $k = \sigma_{xx}/\sigma_{zz}$ as a function of I . In the flowing layer, i.e., when I exceeds I_{th} , $k \rightarrow 1$. The *nonmonotonic* behavior observed in the static phase is much more surprising: The parameter k starts from a

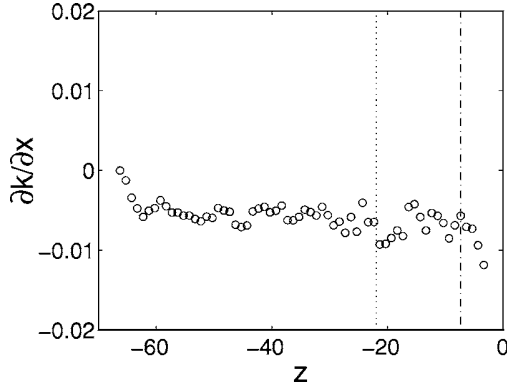


FIG. 12. Profiles of the x gradient $\partial k/\partial x$ of the ratio $k = \sigma_{xx}/\sigma_{zz}$ at the center of the drum as observed for $\Omega = 6$ rpm. The vertical mixed lines and the vertical dotted lines show the free-surface boundary and the static/flowing interface as defined in Figs. 2 and 3, respectively.

value lower than 1 at the drum boundary $k(I \rightarrow 0) \approx 0.8$, increases, reaches a maximum for $I \approx 10^{-3}$, where $k(I \approx 10^{-3}) \approx 1.2$, and finally decreases for increasing I and tends to 1 within the flowing layer. Such observation is very different from the $k=1$ behavior observed in the whole material in both annular shear and incline geometry.^{5,39,59}

While the profile $\{\mu(z)\}$ is observed to be invariant along infinitesimal translation, the profile $\{k(z)\}$ is not (Fig. 12). The x derivative of k is found to be almost constant $\partial k/\partial x \approx -0.05$ within the whole packing. In other words, the flow cannot be considered as homogeneous at the center of the drum as regard with the parameter k . Furthermore, while the curves $\mu(I)$ collected for different flow rates Q collapse fairly well, the curves $k(I)$ do not. This strongly suggests that the nonlocal effects implied, e.g., by the existence of multi-scale rigid clusters embedded in the flow,³³ should be found in the constitutive law $k(I)$ rather than in $\mu(I)$ contrary to what was suggested in Refs. 5, 9, 29, and 33.

VI. FLUCTUATION ANALYSIS

Let us now analyze the fluctuations δv and $\delta \omega$ of the velocity and the vorticity, respectively. Calling $\mathbf{c}(\mathbf{x}, t)$ the instantaneous velocity of a bead located at the position \mathbf{x} within the elementary slice Σ at a given time t , the fluctuating part of the velocity $\delta \mathbf{c}(\mathbf{x}, t)$ is defined as $\delta \mathbf{c}(\mathbf{x}, t) = \mathbf{c}(\mathbf{x}, t) - v_x(z)\mathbf{e}_x$, where $v_x(z)$ denotes the average velocity at the depth z [see Fig. 3(a)]. Profiles of velocity fluctuation $\delta v^2(z)$ are then computed by dividing Σ into layers of one mean bead diameter wide and averaging $\delta \mathbf{c}^2$ over all the beads of the 400 frames, whose center of mass is inside the corresponding layer. The same procedure is applied to determine the profiles of angular velocity fluctuations. In our athermal granular systems, the only time scale is provided by the velocity gradient $\partial_z v_x$. Therefore, we looked at profiles of $\{\delta v/\partial_z v_x\}$ and $\{\delta \omega/\partial_z v_x\}$ rather than direct profiles of $\{\delta v\}$ and $\{\delta \omega\}$.

Figure 13 displays both the translational velocity fluctuation profile [Fig. 13(a)] and the angular fluctuation [Fig.

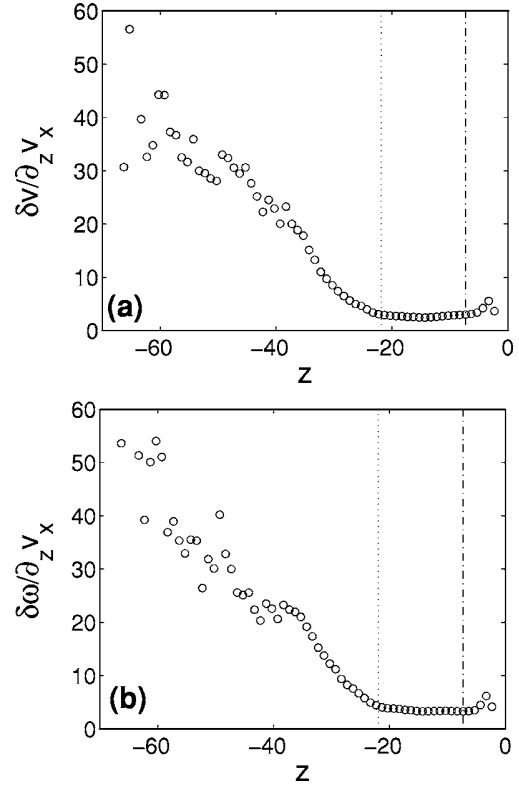


FIG. 13. Profile of translational velocity fluctuations δv (a) and angular velocity fluctuation $\delta \omega$ (b) nondimensionalized by the shear rate $\partial_z v_x$ at the center of the drum obtained for $\Omega = 6$ rpm. The vertical mixed lines and the vertical dotted lines show the free-surface boundary and the static/flowing interface as defined in Figs. 2 and 3, respectively.

13(b)] nondimensionalized by the shear rate $\partial_z v_x$. In both cases, the nondimensionalized fluctuations are found to be constant within the flowing layer, i.e.,

$$\frac{\delta v}{\partial_z v_x} \approx 2.65 \quad \text{for } z \geq -H \text{ or } I \geq I_{\text{th}},$$

$$\frac{\delta \omega}{\partial_z v_x} \approx 3.35 \quad \text{for } z \geq -H \text{ or } I \geq I_{\text{th}}. \quad (14)$$

In the static phase, both $\delta v/\partial_z v_x$ and $\delta \omega/\partial_z v_x$ are found to increase with the distance from the static/flowing interface. Figure 14 plots both $\delta v/\partial_z v_x$ [Fig. 14(a)] and $\delta \omega/\partial_z v_x$ [Fig. 14(b)] as functions of the inertial number I . It evidences the existence of two different scalings within the static phase, namely,

$$\frac{\delta v}{\partial_z v_x} \propto I^{-1/2} \quad \text{for } I \leq I_{\text{th}}, \quad (15a)$$

$$\frac{\delta \omega}{\partial_z v_x} \propto I^{-1/3} \quad \text{for } I \leq I_{\text{th}}. \quad (15b)$$

Such scalings are very similar to the one observed in the shear geometry.⁵⁹ The importance of these fluctuations with regards to the typical rate of deformation $\partial_z v_x$ (up to 40), as well as the scaling given by Eq. (15a) exhibited within the static phase, are compatible with the picture presented in

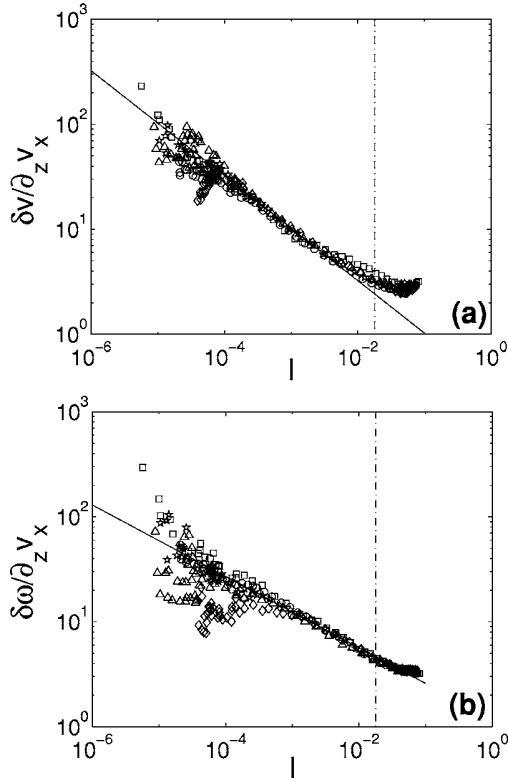


FIG. 14. (a) Nondimensionalized velocity fluctuation $\delta v / \partial_z v_x$ as a function of the inertial number I for $\Omega=2$ rpm (\circ), $\Omega=4$ rpm (\star), $\Omega=5$ rpm (\square), $\Omega=6$ rpm (\triangle), and $\Omega=10$ rpm (\diamond). The axes are logarithmic. The slope of the plain straight line is $-1/2$. (b) Nondimensionalized velocity fluctuation $\delta\omega / \partial_z v_x$ as a function of the inertial number I for $\Omega=2$ rpm (\circ), $\Omega=4$ rpm (\star), $\Omega=5$ rpm (\square), $\Omega=6$ rpm (\triangle), and $\Omega=10$ rpm (\diamond). The axes are logarithmic. The slope of the plain straight line is $-1/3$. In both graphs, the vertical dash-dotted line shows the static/flowing interface as defined by $I=I_{th}$.

Ref. 5 to describe quasistatic flow: The average grain motion is made of a succession of very slow motions when the particle climbs over the next one and a rapid motion when it is pushed back into the next hole by the confining picture.

VII. CONCLUDING DISCUSSION

Rheologies of 2D dense granular flows were investigated through nonsmooth contact dynamics simulations of steady surface flows in a rotating drum. Profiles of the different continuum quantities were measured at the center of the drum where the flow is nonaccelerating. Volume fraction ν is found to be almost constant, around the random close packing value $\nu^{RCP} \approx 0.82$ within the whole packing, except for a tiny dilation (few percents) within the flowing layer, as expected from dilatancy effects. As observed experimentally,^{26–32} the streamwise velocity profile $\{v_x(z)\}$ is found to be linear within the flowing layer and to decrease exponentially within the static phase. The mean profile of the angular velocity was also measured at the center of the drum and was shown to be equal to half of the vorticity in the whole packing.

In a second step, profiles of the three independent component of the stress tensor were measured at the center of the drum. Quite surprisingly, the flow is found to be nonhomogeneous at the center of the drum with regard to one of this component, namely, σ_{xx} . In other words, $\partial_x \sigma_{xx}$ does not vanish, whereas $\partial_x v$, $\partial_x v$, $\partial_x \sigma_{zz}$, and $\partial_x \sigma_{xz}$ vanish.

The inertial number I , defined as the ratio between inertial solicitations and confinement solicitations, was determined. This number is shown to be the relevant one to investigate quantitatively the rheology of the surface flows. The transition from the static to the flowing phase is found to occur to a fixed value I_{th} of I , independent of the flow rate Q . Constitutive laws relating the components of the stress tensor to I were determined. The effective friction $\mu = \sigma_{xz} / \sigma_{zz}$ is found to increase *logarithmically* with I , independent of the flow rate Q . This relation is found to match *quantitatively* the one observed in rough incline geometry. On the other hand, the ratio $k = \sigma_{xx} / \sigma_{zz}$ is found to be *significantly different* from $k=1$ in contrast to what was observed in plane shear, annular shear, and rough incline geometry.^{39,59} To be more precise, k is found to vary nonmonotonically with I . Moreover, $\partial_x k$ is found not to vanish contrary to the x derivative of the other continuum quantities. It is worthy to note that $k=1$ together with a univocal relation between μ and I would have naturally implied a Bagnold velocity profile, as observed in rough incline geometry, but not in the present free-surface flow geometry. In other words, the selection of the velocity profile resides more in the function $k(I, \dots)$ than in $\mu(I)$.

Dependencies of $\{k(I)\}$ with Q , as well as the fact that $\partial_x k$ does not vanish, lead us to conjecture that the ratio k encodes the structure of the percolated network of grains in extended contact with each others—referred to as the arches network. In this scenario, the structure of this network, and therefore the ratio k , is related to the global geometry of the packing as well as to the orientation of the flow. This picture is broadly consistent with nonlocal models based on the coexistence of particle chains and fluid-like materials.^{6,9} However, a more detailed study is needed to verify this and understand how k can be related to the global structure of the force network.

Finally, both velocity δv and angular velocity $\delta\omega$ fluctuations were analyzed. These quantities nondimensionalized by the shear rate $\partial_z v_x$ were found to be constant— independent of the flow rate—within the flowing layer thickness. In the static phase, both $\delta v / \partial_z v_x$ and $\delta\omega / \partial_z v_x$ were found to decrease as different power-laws with I . This behavior is consistent with the idea of an intermittent dynamics generated from the succession of rapid rearrangements and slow displacement.⁵ This change of behavior at the static/flowing interface is broadly consistent with recent measurements of Orpe and Khakhar,⁶¹ revealing a sharp transition in the rms velocity distribution at this interface. Understanding what set precisely the scaling laws require precise statistical analysis of bead velocities at the grain scale. This represents an interesting topic for a future investigation.

ACKNOWLEDGMENTS

This work is supported by the CINES (*Centre Informatique National de l'Enseignement Supérieur*), Montpellier-France, Project No. mgc257.

- ¹S. B. Savage and D. J. Jeffrey, "The stress tensor in a granular flow at high shear rates," *J. Fluid Mech.* **110**, 255 (1981).
- ²J. T. Jenkins and S. B. Savage, "A theory for the rapid flow of identical smooth inelastic, spherical particle," *J. Fluid Mech.* **130**, 187 (1983).
- ³C. K. K. Lun and S. B. Savage, "The effect of an impact dependent coefficient of restitution on stresses developed by sheared granular materials," *Acta Mech.* **63**, 15 (1986).
- ⁴R. Nedderman, *Statics and Kinematics of Granular Materials* (Cambridge University Press, Cambridge, 1992).
- ⁵G. D. R. Midi, "On dense granular flows," *Eur. Phys. J. E* **14**, 341 (2004).
- ⁶P. Mills, D. Loggia, and M. Texier, "Model for stationary dense granular flow along an inclined wall," *Europhys. Lett.* **45**, 733 (1999).
- ⁷B. Andreotti and S. Douady, "Selection of velocity profile and flow depth in granular flows," *Phys. Rev. E* **63**, 031305 (2001).
- ⁸J. T. Jenkins and D. M. Hanes, "Kinetic theory for identical, frictional, nearly elastic spheres," *Phys. Fluids* **14**, 1228 (2002).
- ⁹D. Bonamy and P. Mills, "Diphasic-non-local model for granular surface flows," *Europhys. Lett.* **63**, 42 (2003).
- ¹⁰J. Rajchenbach, "Dense rapid flow of inelastic grains under gravity," *Phys. Rev. Lett.* **90**, 144302 (2003).
- ¹¹S. B. Savage, "Analysis of slow high concentration flows of granular materials," *J. Fluid Mech.* **377**, 1 (1998).
- ¹²L. Bocquet, W. Losert, D. Schalk, T. Lubensky, and J. Gollub, "Granular shear flow dynamics and forces: Experiment and continuum theory," *Phys. Rev. E* **65**, 011307 (2002).
- ¹³L. S. Mohan, K. K. Rao, and P. R. Nott, "Frictional cosserrat model for slow shearing of granular materials," *J. Fluid Mech.* **457**, 377 (2002).
- ¹⁴I. S. Aranson and L. S. Tsimring, "Continuum theory of partially fluidized granular flows," *Phys. Rev. E* **65**, 061303 (2002).
- ¹⁵C. Jossierand, P.-Y. Lagrèe, and D. Lhuillier, "Stationary shear flows of dense granular materials: A tentative continuum modelling," *Eur. Phys. J. E* **14**, 127 (2004).
- ¹⁶O. Pouliquen and R. Gutfraind, "Stress fluctuations and shear zones in quasi-static granular flows," *Phys. Rev. E* **53**, 552 (1996).
- ¹⁷G. Debregeas and C. Jossierand, "A self-similar model for shear flows in dense granular materials," *Europhys. Lett.* **52**, 137 (2000).
- ¹⁸O. Pouliquen, Y. Forterre, and S. L. Dizes, "Slow dense granular flows as a self induced process," *Adv. Complex Syst.* **4**, 441 (2001).
- ¹⁹A. Lemaitre, "The origin of a repose angle: Kinetic rearrangement for granular materials," *Phys. Rev. Lett.* **89**, 064303 (2002).
- ²⁰J. P. Bouchaud, M. E. Cates, J. R. Prakash, and S. F. Edwards, "A model for the dynamics of sandpile surface," *J. Phys. II* **4**, 1383 (1994).
- ²¹T. Boutreux, E. Raphael, and P. G. de Gennes, "Surface flows of granular materials: A modified picture for thick avalanches," *Phys. Rev. E* **58**, 4692 (1998).
- ²²A. Aradian, E. Raphael, and P. G. de Gennes, "Thick surface flows of granular materials: The effect of velocity profile on the avalanche amplitude," *Phys. Rev. E* **58**, 4692 (1998).
- ²³S. B. Savage and K. Hutter, "The motion of a finite mass of granular material down a rough incline," *J. Fluid Mech.* **199**, 177 (1989).
- ²⁴S. Douady, B. Andreotti, and A. Daerr, "On granular surface flow equations," *Eur. Phys. J. B* **11**, 131 (1998).
- ²⁵D. V. Khakhar, J. J. McCarthy, T. Shinbrot, and J. M. Ottino, "Transverse flows and mixing of granular materials in a rotating cylinder," *Phys. Fluids* **9**, 31 (1997).
- ²⁶D. Bonamy, F. Daviaud, and L. Laurent, "Experimental study of granular surface flows via a fast camera: A continuous description," *Phys. Fluids* **14**, 1666 (2002).
- ²⁷J. Rajchenbach, "Granular flows," *Adv. Phys.* **49**, 229 (2000).
- ²⁸D. Bonamy, "Phénomènes collectifs dans les matériaux granulaires," Ph.D. thesis, Université Paris XI, Orsay, France, 2001.
- ²⁹D. Bonamy and P. Mills, "Texture of granular surface flows: Experimental investigation and biphasic non-local model," *Granular Matter* **4**, 183 (2003).
- ³⁰A. V. Orpe and D. V. Khakhar, "Scaling relations in quasi 2D cylinders," *Phys. Rev. E* **64**, 031302 (2001).
- ³¹N. Jain, J. Ottino, and R. Lueptow, "An experimental study of the flowing granular layer in a rotating tumbler," *Phys. Fluids* **14**, 572 (2002).
- ³²G. Felix, "Écoulements de matériaux granulaires en tambour tournant," Ph.D. thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France, 2001.
- ³³D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent, M. Bonetti, and J.-P. Bouchaud, "Multi-scale clustering in granular surface flows," *Phys. Rev. Lett.* **89**, 034301 (2002).
- ³⁴M. Jean and J. J. Moreau, Unilaterality and dry friction in the dynamics of rigid bodies collection, in *Contact Mechanics International Symposium*, edited by A. Curnier (Presses Polytechniques et Universitaires Romanes, Lausanne, 1992), pp. 31–48.
- ³⁵J. J. Moreau, "Some numerical methods in multibody dynamics: Application to granular materials," *Eur. J. Mech. A/Solids* **13**, 93 (1994).
- ³⁶T. G. Drake, "Granular flows: Physical experiments and their implications for microstructural theories," *J. Fluid Mech.* **225**, 121 (1991).
- ³⁷P. A. Cundall and O. D. L. Strack, "A discrete numerical model for granular assemblies," *Geotechnique* **29**, 47 (1979).
- ³⁸Y. Kishino, in *Micromechanics of Granular Materials*, edited by M. Satake and J. T. Jenkins (Elsevier, Amsterdam, 1988), pp. 143–152.
- ³⁹L. E. Silbert, D. Ertas, G. S. Grest, T. C. Halsey, D. Levine, and S. J. Plimpton, "Granular flow down an inclined plane: Bagnold scaling and rheology," *Phys. Rev. E* **64**, 051302 (2001).
- ⁴⁰G. de Saxcé and Z. Feng, "New inequation and functional for contact with friction," *Mech. Struct. Mach.* **19**, 301 (1991).
- ⁴¹M. Jean, "The non-smooth contact dynamics method," *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* **177**, 235 (1999).
- ⁴²J. J. Moreau, "Numerical aspects of sweeping process," *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* **177**, 329 (1999).
- ⁴³J. J. Moreau, in *Nonsmooth Mechanics and Applications*, CISM Courses and Lectures Vol. 32, edited by J.-J. Moreau and P.-D. Panagiotopoulos (Springer, New York, 1988), pp. 1–82.
- ⁴⁴E. Delassus, "Mémoire sur la théorie des liaisons finies unilatérales," *Ann. Sci. Ec. Normale Super.* **34**, 95 (1917).
- ⁴⁵M. Renouf and P. Alart, "Conjugate gradient type algorithms for frictional multicontact problems: Applications to granular materials," *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* **194**, 2019 (2004).
- ⁴⁶M. Renouf, F. Dubois, and P. Alart, "A parallel version of the non smooth contact dynamics algorithm applied to the simulation of granular media," *J. Comput. Appl. Math.* **168**, 375 (2004).
- ⁴⁷M. Renouf and P. Alart, "Solveurs parallèles pour la simulation de systèmes multi-contacts," *Rev. Eur. Elem. Finis* **13**, 691 (2004).
- ⁴⁸F. Dubois and M. Jean, in *Actes du sixième colloque national en calcul des structures* (CSMA-AFM-LMS, Giens, 2003), Vol. 1, pp. 111–118.
- ⁴⁹F. Radjai, M. Jean, J. J. Moreau, and S. Roux, "Force distribution in dense two-dimensional granular systems," *Phys. Rev. Lett.* **77**, 274 (1996).
- ⁵⁰F. Radjai, D. E. Wolf, M. Jean, and J. J. Moreau, "Bimodal character of stress transmission in granular packings," *Phys. Rev. Lett.* **80**, 61 (1998).
- ⁵¹The procedure to define the angle between the x axis and the horizontal is the following: (i) On each of the 400 snapshots of the sequences, one defines the free surface of the packing and calculates its slope. (ii) The angle θ is defined as the average of these slope over the 400 snapshots of the sequence.
- ⁵²T. S. Komatsu, S. Inagasaki, N. Nakagawa, and S. Nasuno, "Creep motion in a granular pile exhibiting steady surface flow," *Phys. Rev. Lett.* **86**, 1757 (2001).
- ⁵³S. Courrech du Pont, R. Fisher, P. Gondret, B. Perrin, and M. Rabaud, "Instantaneous velocity profiles during granular avalanches," *Phys. Rev. Lett.* **94**, 048003 (2005).
- ⁵⁴C. S. Campbell and C. E. Brennen, "Kinetic theory for granular flow of dense slightly inelastic, slightly rough spheres," *J. Appl. Mech.* **52**, 172 (1985).
- ⁵⁵C. K. K. Lun, "Kinetic theory for granular flow of dense slightly inelastic, slightly rough spheres," *J. Fluid Mech.* **233**, 539 (1991).
- ⁵⁶C. S. Campbell, "The effect of microstructure development on the collisional stress tensor in a granular flow," *Acta Mech.* **164**, 107 (1986).
- ⁵⁷C. S. Campbell and A. Gong, "The stress tensor in a two-dimensional granular shear flow," *J. Fluid Mech.* **164**, 107 (1986).
- ⁵⁸F. da Cruz, F. Chevoir, J.-N. Roux, and I. Iordanoff, "Macroscopic friction of dry granular materials," in *30th Leeds Lyon Symposium on Tribology, Lyon, 2–5 September 2003* (Elsevier, Amsterdam, 2004), Vol. 43.

⁵⁹F. da Cruz, "Ecoulement de grain secs: Frottement et blocage," Ph.D. thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Champs sur Marnes, France, 2004.

⁶⁰P. Jop, Y. Forterre, and O. Pouliquen, "Crucial role of side walls for

granular surface flows: Consequences for the rheology," *J. Fluid Mech.* (in press).

⁶¹A. V. Orpe and D. V. Khakhar, "Solid-fluid transition in a granular shear flow," *Phys. Rev. Lett.* **93**, 068001 (2004).

Euler-like modelling of dense granular flows: application to a rotating drum

D. Bonamy¹, P.-H. Chavanis², P.-P. Cortet^{1,3}, F. Daviaud^{3,a}, B. Dubrulle³, and M. Renouf⁴

¹ CEA, IRAMIS, SPCSI, Grp. Complex Systems & Fracture, 91191 Gif-sur-Yvette, France

² Laboratoire de Physique Théorique, CNRS UMR 5152, Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse, France

³ CEA, IRAMIS, SPEC, CNRS URA 2464, Groupe Instabilités & Turbulence, 91191 Gif-sur-Yvette, France

⁴ Equipe TMI, LaMCoS, CNRS UMR 5259, INSA Lyon, 18-20 rue des sciences, 69621 Villeurbanne, France

Received 28 November 2008 / Received in final form 23 February 2009

Published online 8 April 2009 – © EDP Sciences, Società Italiana di Fisica, Springer-Verlag 2009

Abstract. General conservation equations are derived for 2D dense granular flows from the Euler equation within the Boussinesq approximation. In steady flows, the 2D fields of granular temperature, vorticity and stream function are shown to be encoded in two scalar functions only. We checked such prediction on steady surface flows in a rotating drum simulated through the Non-Smooth Contact Dynamics method even though granular flows are dissipative and therefore not necessarily compatible with Euler equation. Finally, we briefly discuss some possible ways to predict theoretically these two functions using statistical mechanics.

PACS. 47.57.Gc Granular flow – 47.10.-g General theory in fluid dynamics – 83.80.Fg Granular solids

1 Introduction

The intrinsic dissipative nature of the interactions between the constituent macroscopic particles sets granular media apart from conventional solids, liquids and gases [1]. Understanding the rheology of granular systems is thus rather difficult. Depending on the flow velocity, three regimes are usually distinguished: the *rapid flow* – gaseous-like – regime where grains interact through binary collisions, is generally described within the framework of the kinetic theory [2–4]; the *slow flow* – solid-like – regime, where grain inertia is negligible, is most commonly described using the tools of soil mechanics and plasticity theory [5]. In between these two regimes there exists a *dense flow* – liquid-like – regime where grain inertia becomes important but contacts between grains are still relevant. This last regime has been widely investigated experimentally, numerically and theoretically (see [6] for a review) in various flow configurations. Several constitutive laws have been derived by accounting for non-local effects [7–11], by adapting kinetic theory [12–14], by modelling dense flows as partially fluidized flows [15], by considering them as quasi-static flows where the mean motion results from transient fractures modelled as self activated process [16–19] or more recently by considering them as visco-plastic fluids [20–22]. To our knowledge, all these approaches fail to account for all the features experimentally observed.

In some sense, similar difficulties are encountered in the understanding and modelling of turbulent flows. In that case, the challenge is to relate the Reynolds stresses, based on small scale fluctuations, to large scales or time averaged quantities. A new way to tackle this problem was recently suggested [23–26], through the consideration of non-linear steady solutions of the Euler equations, thereby disregarding any non-universal effects induced by (large scale) forcing and (small scale) dissipation. When applied to a turbulent von Kármán flow, this approach leads to the characterization of the steady state velocity fields through two scalar functions only, encoding all information about the forcing and the dissipation. In the present paper, this method is generalized to the case of inhomogeneous dense granular flows. As a result, one obtains a characterization of the steady state through two scalar functions, dependent on the forcing geometry and on the dissipation processes, that relate the fields of granular temperature, vorticity and stream function. In other words, the knowledge of these two scalar functions is sufficient to encode the two-dimensional (2D) hydrodynamical inhomogeneous fields.

The paper is organized as follows: in Section 2, the structure of 2D steady granular flows is derived under some specific assumptions. Hydrodynamics and state equations in granular media are briefly discussed in Section 2.1. Conservation equations are then rewritten assuming that volume fraction is nearly constant within the

^a e-mail: francois.daviaud@cea.fr

flow (Boussinesq approximation) in Section 2.2, and then restricted to 2D geometries in Section 2.3. In Section 2.4 the general shape of the stationary solutions is given in the Euler approximation, assuming that, once time-averaged, forcing and dissipation balance locally. In particular, it is shown that these stationary states can be fully characterized through the knowledge of two scalar functions F and G . Section 3 confronts these predictions with steady surface flows in rotating drum as obtained in Contact Dynamics simulations reported in [27] that were shown to reproduce the experimental features observed in references [28–30]. The simulation scheme and the description of the simulated systems are briefly recalled in Section 3.1. Spatial distribution of the averaged temperature, volume fraction, vorticity and stream function fields are computed within the whole drum, at the grain scale (Sect. 3.2). It appears that these hydrodynamical fields can indeed be described through only two scalar functions F and G . This result is non trivial because it tells us our granular dissipative flow is compatible with non-dissipative Euler equation. The two characteristic functions F and G are then determined from the numerical data (Sect. 3.3), commented (Sect. 3.4) and checked (Sect. 3.5). In the last section of this paper (Sect. 4) some possible ways to predict theoretically these two functions are briefly discussed.

2 Theoretical framework: conservation equations within the Boussinesq approximation

2.1 Granular hydrodynamics

It is commonly assumed that granular media can be described with continuum models. In all the following, distances, time, velocities and stresses are given in units of d , d/g , \sqrt{gd} and ρ_0gd respectively where g refers to the gravity constant, d to the mean grain diameter, and ρ_0 to the mass density of the grains. The mass, momentum and energy conservation equations then lead to:

$$\begin{aligned} \partial_t \nu + \nabla \cdot (\nu \mathbf{v}) &= 0, \\ \partial_t \nu \mathbf{v} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \nu \mathbf{v} &= -\nabla P + \nu \mathbf{g} + \mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}, \\ \partial_t \nu T + \nabla \cdot (\nu T \mathbf{v}) &= -P \nabla \cdot \mathbf{v} + E_{visc} + E_{forc}. \end{aligned} \quad (1)$$

In these equations, $\nu(\mathbf{r}, t)$ is the field of volume fraction; $\mathbf{v}(\mathbf{r}, t)$ is the coarse-grained velocity field given by $\mathbf{v}(\mathbf{r}, t) = \langle \mathbf{c}_b(t) \rangle_{b \in \Sigma(\mathbf{r})}$ where $\mathbf{c}_b(t)$ refers to the instantaneous velocity of the bead b located at time t within the elementary volume $\Sigma(\mathbf{r})$ located at position \mathbf{r} ; \mathbf{g} is the gravitational acceleration; $T(\mathbf{r}, t)$ is the field of granular temperature defined in term of the RMS part of the velocity field, $T(\mathbf{r}, t) = \frac{1}{2} \langle (\mathbf{c}_b(t) - \mathbf{v}(\mathbf{r}, t))^2 \rangle_{b \in \Sigma(\mathbf{r})}$; $\mathbf{F}_{forc}(\mathbf{r}, t)$, $E_{forc}(\mathbf{r}, t)$ denote the forcing (apart from gravity force) applying on this elementary volume and $\mathbf{F}_{visc}(\mathbf{r}, t)$, $E_{visc}(\mathbf{r}, t)$ stand for the dissipative processes inside this elementary volume. This system has to be supplemented by an equation of state $P = g(\nu)T$ and a rheology, i.e. some constitutive equations describing \mathbf{F}_{forc} , E_{forc} , \mathbf{F}_{visc} , E_{visc} .

Contrary to classical liquids, the density and temperature dependence of transport coefficients play an important role in determining the flow density. For dilute systems they are usually obtained using kinetic theory of granular gases [2–4] within the Enskog approximation. For dense gases, there is no available systematic theory allowing their description. They are therefore usually prescribed using phenomenological models [13] or fitted using experimental [21,22,31] or numerical [32] data. In particular, the equation of state can be written in the high-density limit [21,32]:

$$P \simeq K \frac{\nu_*^2}{\nu_* - \nu} T, \quad (2)$$

where K is a constant and ν_* the random close packing limit: $\nu_* \simeq 0.82$ (resp. $\nu_* \simeq 0.64$) for 2D (resp. for 3D) monodisperse packing. At $\nu = \nu_*$, this equation therefore predicts a zero granular temperature, consistent with the absence of motion. As for the dissipative terms and forcing, the precise shape of the equation of state shall not be needed in the sequel. This is a distinguished feature of our approach.

2.2 The Boussinesq approximation

For simplicity, one focuses on situations where the volume fraction is nearly constant close to the random close packing limit $\nu \approx \nu_*$. In dense granular flows, this approximation is generally satisfied within 10 percents [6]. Generalization to non constant volume fraction is possible, but more involved. In that limit, the classical Boussinesq approximation is implemented by neglecting the fluctuation of volume fraction in the continuity equation so that it becomes:

$$\nabla \cdot \mathbf{v} \approx 0. \quad (3)$$

The other conservation equations may then be simplified by defining a reference state with $\mathbf{v} = 0$, $T = 0$, $P = P_*$, $\nu = \nu_*$, so that:

$$\nabla P_* = \nu_* \mathbf{g}, \quad (4)$$

i.e. an hydrostatic equilibrium in the vertical direction. Along with non-zero velocity, we introduce temperature and volume fraction deviations with respect to the reference state as:

$$\nu = \nu_* - \delta\nu; \quad T = \delta T; \quad P = P_* + \delta P. \quad (5)$$

The momentum equation can then be written as:

$$\begin{aligned} \partial_t \mathbf{v} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{v} &= -\frac{1}{\nu} \nabla P + \mathbf{g} + \mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}, \\ &\approx -\frac{1}{\nu_*} \nabla \delta P - \frac{\delta\nu}{\nu_*^2} \nabla P_* + \mathbf{g} - \frac{1}{\nu_*} \nabla P_* \\ &\quad + \mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}, \\ &= -\frac{1}{\nu_*} \nabla \delta P - \frac{\delta\nu}{\nu_*} \mathbf{g} + \mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}, \end{aligned} \quad (6)$$

where the hydrostatic equilibrium has been used to simplify the last equation. A similar treatment of the temperature equation leads to:

$$\partial_t \delta T + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \delta T = E_{visc} + E_{forc} - \frac{P_*}{\nu_*} \nabla \cdot \mathbf{v} \approx E_{visc} + E_{forc}. \quad (7)$$

The system of resulting equations can be further transformed so that it involves only temperature fluctuations by using equation (2):

$$\frac{\delta \nu}{\nu_*} = \frac{\delta T}{T_{ref}}, \quad (8)$$

where the reference temperature field $T_{ref}(\mathbf{r})$ is given by $T_{ref} = P_*/K\nu_*$ so that $\mathbf{g} = K\nabla T_{ref}$, and only the first order terms in $\delta\nu/\nu_*$, $\delta T/T_{ref}$ and $\delta P/P_*$ are kept. The system of equations of the weakly compressible granular medium then takes the shape:

$$\begin{aligned} \nabla \cdot \mathbf{v} &= 0, \\ \partial_t \mathbf{v} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{v} &= -\frac{1}{\nu_*} \nabla \delta P - \frac{\delta T}{T_{ref}} \mathbf{g} + \mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}, \\ \partial_t \delta T + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \delta T &= E_{visc} + E_{forc}. \end{aligned} \quad (9)$$

Note that the system can also be formulated in a more classical Boussinesq-like form by introducing the variable $\theta = \delta T/T_{ref}$ and noting that T_{ref} is not a constant (it varies along the gravity direction), so that:

$$\begin{aligned} \nabla \cdot \mathbf{v} &= 0, \\ \partial_t \mathbf{v} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{v} &= -\frac{1}{\nu_*} \nabla \delta P - \theta \mathbf{g} + \mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}, \\ \partial_t \theta + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \theta + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \log T_{ref} &= E_{visc} + E_{forc}. \end{aligned} \quad (10)$$

In the sequel, we shall however rather work with the formulation (9).

2.3 2D case

We now specialize our granular hydrodynamics to the case of 2D medium, such as flow within a thin rotating drum of diameter $2R$, rotated along the y axis at a constant angular velocity Ω as investigated in Section 3. If the width of the drum in the y direction is thin with respect to the characteristic length scale of (x, z) motions, the velocity field can be assumed two-dimensional $\mathbf{v}(x, z, t)$. In that case, the vorticity is directed along the y axis and the forcing is supplied by the boundary conditions. One can recast equation (9) in cartesian coordinates (x, z) as:

$$\begin{aligned} \partial_x v_x + \partial_z v_z &= 0, \quad (11) \\ \partial_t v_x + v_x \partial_x v_x + v_z \partial_z v_x &= -\frac{1}{\nu_*} \partial_x \delta P - g_x \frac{\delta T}{T_{ref}} \\ &\quad + F_{visc}^x + F_{forc}^x, \\ \partial_t v_z + v_x \partial_x v_z + v_z \partial_z v_z &= -\frac{1}{\nu_*} \partial_z \delta P - g_z \frac{\delta T}{T_{ref}} \\ &\quad + F_{visc}^z + F_{forc}^z, \\ \partial_t \delta T + v_x \partial_x \delta T + v_z \partial_z \delta T &= E_{visc} + E_{forc}, \end{aligned} \quad (12)$$

where x and z indices or superscripts denote the components of the considered vector in a cartesian referential. Thanks to incompressibility and the 2D nature of the flow, v_x and v_z can be expressed in term of the stream function ψ defined by:

$$v_x = \partial_z \psi \quad \text{and} \quad v_z = -\partial_x \psi.$$

Calling q the y -component of the vorticity, one gets:

$$q = \partial_z v_x - \partial_x v_z = \Delta \psi. \quad (13)$$

where $\Delta = \partial_x^2 + \partial_z^2$ is the Laplacian. Taking the curl of the equation for velocity, equations (12) can be recast as:

$$\begin{aligned} \partial_t \delta T + \{\psi, \delta T\} &= E_{visc} + E_{forc}, \quad (14) \\ \partial_t q + \{\psi, q\} &= K \{\log T_{ref}, \delta T\} + \nabla \cdot (\mathbf{F}_{visc} + \mathbf{F}_{forc}) \end{aligned}$$

where $\{\psi, \phi\} = \partial_z \psi \partial_x \phi - \partial_x \psi \partial_z \phi$ is the Jacobian. The relation between gravity and T_{ref} was used to simplify the buoyancy term. This formulation of the stratified Navier-Stokes equation has to be supplemented by appropriate boundary conditions. Notice that only two scalar fields are sufficient to describe the flows under consideration: δT , the granular temperature and q , the y -component of the vorticity.

2.4 Steady state solutions

Let us now consider steady regimes. At the global scale, the dissipation generated by the interactions between grains should balance exactly the external forcing applied by the drum on the packing. From now, we *assume* that forcing and dissipation equilibrate *locally* on average. This balance is all the more likely since the considered elementary volume is large. In other words, $\overline{\mathbf{F}_{visc}(x, z, t) + \mathbf{F}_{forc}(x, z, t)} = 0$ and $\overline{E_{visc}(x, z, t) + E_{forc}(x, z, t)} = 0$, where the overlines denote averaging over time, and we focus on the left-hand side of equations (14) to see the implications on the form taken by the fields ψ , q and δT . The steady states then obey the averaged equations:

$$\begin{aligned} \overline{\{\psi, \delta T\}} &= 0, \quad (15) \\ \overline{\{\psi, q\}} &= K \{\log T_{ref}, \overline{\delta T}\}. \end{aligned}$$

Neglecting correlations $\overline{\{\psi, \delta T\}} \approx \{\overline{\psi}, \overline{\delta T}\}$, one gets:

$$\begin{aligned} \{\psi, \delta T\} &= 0, \quad (16) \\ \{\psi, q\} &= K \{\log T_{ref}, \delta T\}, \end{aligned}$$

where the overlines over q , T and ψ are now omitted for sake of simplicity. The first equation is satisfied if

$$\delta T = F(\psi), \quad (17)$$

where F is an arbitrary function. Using the general identity

$$\{f, h(g)\} = h'(g) \{f, g\} = \{h'(g)f, g\}, \quad (18)$$

where f , g and h are arbitrary functions, the second equation becomes

$$\{\psi, q + F'(\psi)K \log T_{ref}\} = 0. \quad (19)$$

Therefore, the general stationary solution of equations (14) is of the form

$$\delta T = F(\psi) \quad \text{and} \quad q + KF'(\psi) \log T_{ref} = G(\psi), \quad (20)$$

where F and G are arbitrary functions. Recalling the connection between q and ψ , one can fully characterize the stationary states through the two functions F and G as:

$$\begin{aligned} \delta T &= F(\psi), \\ \Delta\psi &= q = -KF'(\psi) \log T_{ref} + G(\psi). \end{aligned} \quad (21)$$

It should be emphasized that the functions F and G depend on the forcing and dissipation. Indeed, the competition between these two effects is responsible for the selection of the precise shape for F and G . But once these functions are known, one can solve the second equation of (21) to get ψ as a function of x and z , and then derive from this expression the temperature and velocity profile. To close the system of conservation equations, it is then sufficient to give the expression for F and G . There are probably several ways to prescribe these functions. For example, one could use a statistical mechanics approach in order to select their “most probable” form depending on macroscopic constraints and microscopic processes, using methods of information theory (see e.g. [23,24,33,34] for illustrations in turbulence). One could also follow the procedure used in rheology studies, and try to define these functions through “minimal” experimental or numerical measurements performed on the considered system.

3 Application to simulated steady surface flows

3.1 Simulation methodology

The formalism described in the previous section is now applied to the inhomogeneous steady surface flows observed in rotating drums. The simulations have been performed using Non-Smooth Contact Dynamics approach [35,36]. The algorithms benefit from parallel versions [37,38] which show their efficiency in the simulation of large systems. The scheme has been described in detail elsewhere [27] and is briefly recalled below: An immobile drum of diameter $D_0 = 45$ cm is half-filled with 7183 rigid disks of density $\rho_0 = 2.7$ g cm $^{-3}$ and diameter uniformly distributed between 3 and 3.6 mm. The weak polydispersity introduced in the packing prevents 2D ordering effects. The normal restitution coefficient between two disks (resp. between disks and drum) is set to 0.46 (resp. 0.46) and the friction coefficient to 0.4 (resp. 0.95). Once the packing is stabilized, a constant rotation speed ranging from 2 to 15 rpm is imposed to the drum. After one round, a steady continuous surface flow is reached. One starts then to capture

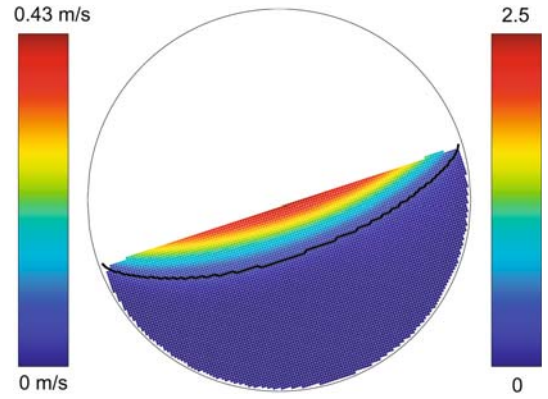


Fig. 1. (Color online) x -component of the time and ensemble averaged velocity field in the simulated 2D rotating drum for a $\Omega = 6$ rpm rotation speed. The black line shows the interface between the flowing layer and the “static” packing. Velocities are expressed in m s $^{-1}$ (left-hand colorbar) or non-dimensionalized by \sqrt{gd} (right-hand colorbar) where g refers to the gravity constant and d to the mean diameter of the beads (see text for details).

400 snapshots equally distributed over one rotation of the drum.

For each bead of each of the 400 frames within a given numerical experiment, one records the position \mathbf{r} of its center of mass and its “instantaneous” velocity \mathbf{c} averaged over the time step $\delta t = 6 \times 10^{-3}$ s of the simulation. For each rotation velocity, we have performed 20 experiments starting from different initial packing of the beads. The reference frame \mathfrak{R} is defined as the frame rotating with the drum that coincides with the reference frame $\mathfrak{R}_0 = (\mathbf{e}_x, \mathbf{e}_z)$ fixed in the laboratory so that \mathbf{e}_x (resp. \mathbf{e}_z) is parallel (resp. perpendicular) to the free surface (Fig. 1). The drum is then divided into elementary square cells $\Sigma(x, z)$ of size set equal to the mean bead diameter.

The average value of a field $a(x, z, t)$ at a position (x, z) is computed as a mixture of time and ensemble average. Indeed, we performed averages of a quantity defined at the grain scale over *all* the beads in *all* the 400 frames of *all* the 20 experiments whose center of mass is within the cell located at (x, z) . Figure 1 shows the spatial distribution of the x -component of the time-averaged velocity field $\mathbf{v}(x, z)$ as obtained within this procedure. The flowing layer and the static phase are then defined as the point where v_x is above and below a threshold value arbitrary chosen to 0.2. Let us note that all the results presented below do not depend on this threshold value. The interface between the two phases as defined within this procedure is represented as a black line in Figure 1.

3.2 Spatial distribution of the relevant continuous fields within the drum

Let us first determine the granular temperature field within the drum. Calling $\mathbf{c}_i(t)$ the instantaneous velocity of a bead i at a given time t , the fluctuating part

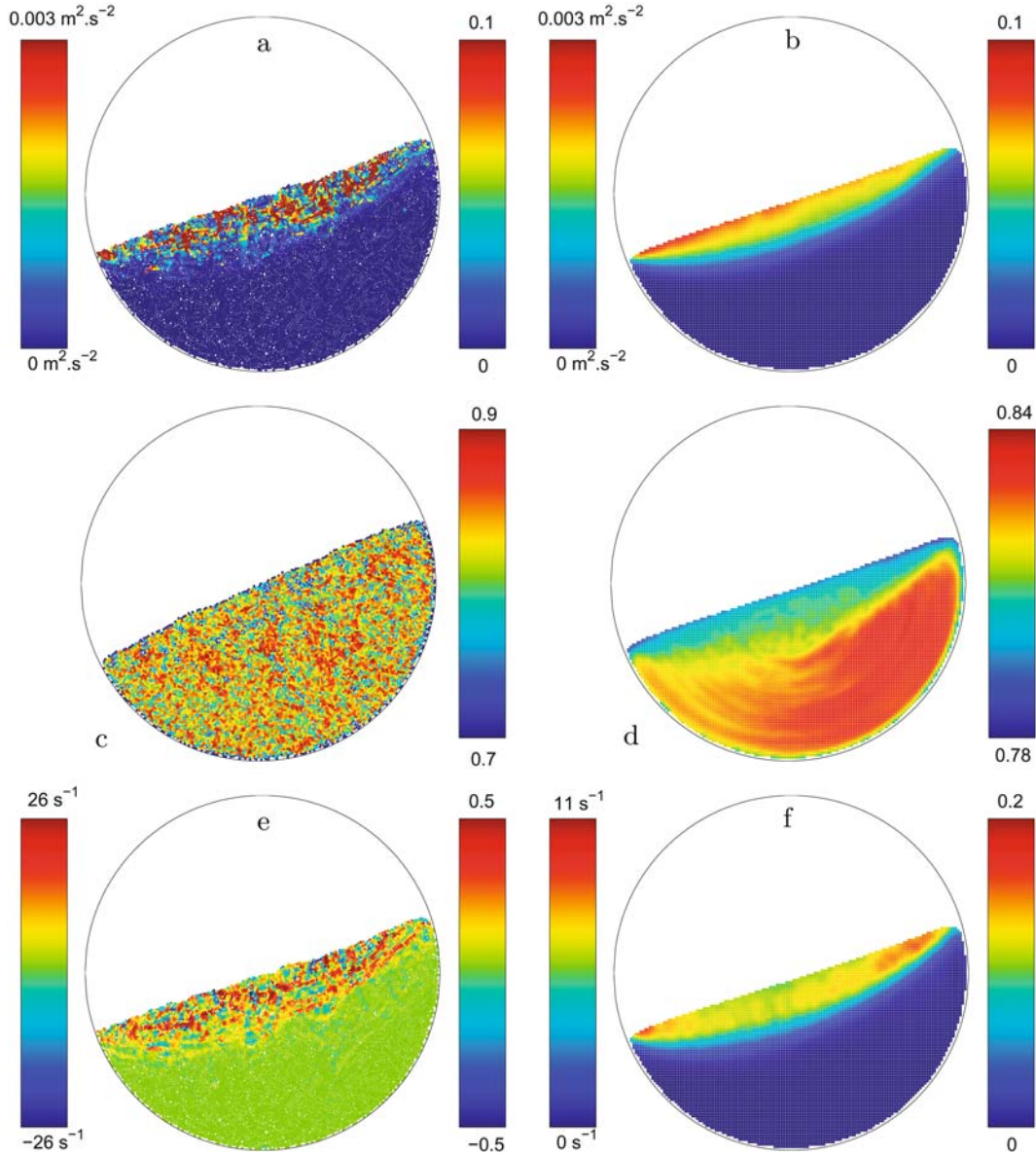


Fig. 2. (Color online) Spatial distribution of various continuous fields measured within the drum for experiments with a $\Omega = 6$ rpm rotation speed. Left: typical snapshot of the instantaneous spatial distribution of granular temperature (a), volume fraction (c) and vorticity (e) within the rotating drum. Right: time and ensemble averaged field of temperature (b), volume fraction (d) and vorticity (f). The average was taken over the 400 snapshots of each of the 20 experiments for $\Omega = 6$ rpm. Temperatures are expressed in $\text{m}^2 \text{s}^{-2}$ (left-hand colorbar) or non-dimensionalized by gd (right-hand colorbar). Vorticities are expressed in s^{-1} (left-hand colorbar) or non-dimensionalized by $\sqrt{g/d}$ (right-hand colorbar) where g refers to the gravity constant and d to the mean diameter of the beads (see text for details).

of the velocity $\delta \mathbf{c}_i(t)$ is defined as $\delta \mathbf{c}_i(t) = \mathbf{c}_i(t) - \mathbf{v}(x, z)$ where $\mathbf{v}(x, z)$ is the mean velocity value on the cell $\Sigma(x, z)$ that contains the bead i . One can then associate a granular temperature $T_i(t) = \frac{1}{2} \delta c_i^2(t)$ to the considered bead. Figure 2a shows a typical snapshot of the instantaneous temperature distribution within the drum as obtained using this procedure. Two phases can be clearly distinguished. Within the static phase, the temperature is very close to zero. Within the flowing layer, the spatial distribution of instantaneous local temperature shows large fluctuations, with hot and cold spots gathered in tran-

sient clusters of various sizes. This structure of hot and cold aggregates probably has its origin in the existence of “jammed” aggregates embedded in the flow, as evidenced in rotating drum experiments [39]. Since we are primarily interested in steady averaged fields in relation with the theoretical framework developed in Section 2, we focus on the spatial distribution of the temperature after averaging over the 400 snapshots of each of the 20 experiments performed for a given rotation velocity. The corresponding – time and ensemble – averaged temperature field is represented in Figure 2b.

Voronoi tessellation is then used to associate an instantaneous elementary volume as defined in Continuum Mechanics to each bead i on each snapshot (see e.g. [27] for related discussion). Calling A_i the area of the Voronoi polyhedra enclosing the grain i , the instantaneous volume fraction ν_i is defined as $\nu_i = \pi d_i^2/4A_i$ where d_i denotes the diameter of bead i . Typical snapshot of the resulting instantaneous map of volume fraction is presented in Figure 2c. Apart from a very narrow region – about one bead diameter wide – at the free surface and along the drum boundary, the volume fraction appears almost constant, around 0.825, with apparent random fluctuations with standard deviation around 0.04. However, the – time and ensemble – averaged field of volume fraction presented in Figure 2d reveals that $\nu(x, z)$ decreases slightly within the flowing layer, as expected since dilatancy effects should accompany granular deformation [40].

To compute the instantaneous vorticity ω_i associated to each bead i of each snapshot, the following procedure is adopted: (i) the Voronoi polygon associated with the bead i is dilated homothetically by a factor two, so that each edge goes through one of the neighboring beads' center; (ii) the circulation $\Gamma_i(t) = \sum_j \mathbf{c}_j(t) \cdot \mathbf{s}_j(t)$ is calculated around the resulting polygon – each point of a given segment \mathbf{s}_j is assumed to have a constant velocity $\mathbf{c}_j(t)$ equal to the one of the embedded bead; (iii) the instantaneous vorticity $q_i(t)$ is then defined as $q_i(t) = \Gamma_i(t)/A_i(t)$ where $A_i(t)$ refers to the area of the initial Voronoi polygon.

A typical snapshot of the instantaneous vorticity distribution within the drum as obtained using this procedure is presented in Figure 2e. This distribution is complex. It exhibits large fluctuations that self-organize into transient network of 1D chains. The characterization of this transient structure is postponed to future work. Figure 2f presents the – time and ensemble – averaged vorticity field in the drum for $\Omega = 6$ rpm.

The last continuous field of interest in relation with the theoretical framework presented in Section 2 is the stream function $\psi(x, z)$. Its value is set to $\psi = 0$ at the drum boundary. The value $\psi(x, z)$ is then defined as the flow rate going through a line connecting the point M at position $\mathbf{r}(x, z)$ to any point at the drum boundary like e.g. point M_0 at position $\mathbf{r}_0(x, -\sqrt{D_0^2/4 - x^2})$:

$$\psi(x, z) = \int_{-\sqrt{D_0^2/4 - x^2}}^z v_x(x, u) du. \quad (22)$$

The resulting spatial distribution of the stream function is shown in Figure 3.

3.3 Determination of the two scalar functions within Boussinesq approximation

Let us first determine the value of the parameters K and ν_* involved in the equation of state given by equation (2). This determination requires the pressure field P_* in the reference frame, when $\mathbf{v} = \mathbf{0}$. From equation (4), one gets

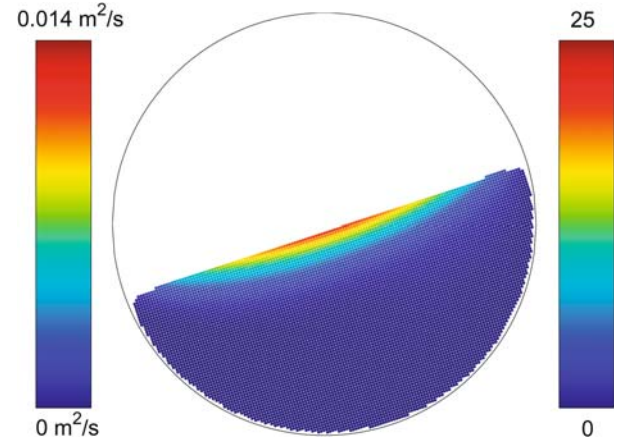


Fig. 3. (Color online) Spatial distribution of the time and ensemble averaged stream function ψ in the drum for $\Omega = 6$ rpm. The stream function is expressed in $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ (left-hand colorbar) or non-dimensionalized by $d\sqrt{gd}$ (right-hand colorbar) where g refers to the gravity constant and d to the mean diameter of the beads (see text for details).

Table 1. Variation of the parameter K involved in the state equation (2) with respect to the rotating velocity Ω of the drum. $K \simeq 1$ is found weakly dependent on the rotating velocity Ω .

Ω	2 rpm	4 rpm	5 rpm	6 rpm	10 rpm	15 rpm
K	0.4	0.8	1.1	1.1	1	0.8

$P_*(x, z) = -z\nu_* \cos \theta$ where θ is the slope of the free surface. Equation (8) can then be rewritten as:

$$\nu(x, z) = \nu_* + K\nu_* \frac{T(x, z)}{z \cos \theta}. \quad (23)$$

The time and ensemble averaged local volume fraction $\nu(x, z)$ is plotted as a function of the ratio $T(x, z)/z \cos \theta$ in Figure 4. The values of both ν_* and K can then be deduced. The volume fraction ν_* is found to be $\nu_* \simeq 0.824 \pm 0.003$ independently of the rotation velocity. The parameter K is found to be close to unity, weakly dependent on the rotating speed Ω^1 (see Tab. 1). The reference temperature field $T_{ref}(x, z) = -z \cos \theta/K$ is then known.

The knowledge of both the field $T(x, z)$ and $\psi(x, z)$ allows to check the first equation in system (21). Figure 5a shows $T(x, z)$ as a function of $\psi(x, z)$ for $\Omega = 6$ rpm. The data points clearly gather along a single function. It is worth to emphasize that such result would have been trivial in unidirectional “homogeneous” flows such as observed in plane shear or inclined plane geometry: in such flows, all the continuum quantities depend on a single spatial coordinate and are thus naturally related univocally by single functions. On the contrary, the fact that the 2D

¹ Strictly speaking, the parameter K is found to be significantly smaller for $\Omega = 2$ rpm. However, for this particular rotating speed the flowing layer is very thin. As a result, the variation range of both $\nu(x, z)$ and $T(x, z)$ is very small and makes the fit with equation (23) rather imprecise.

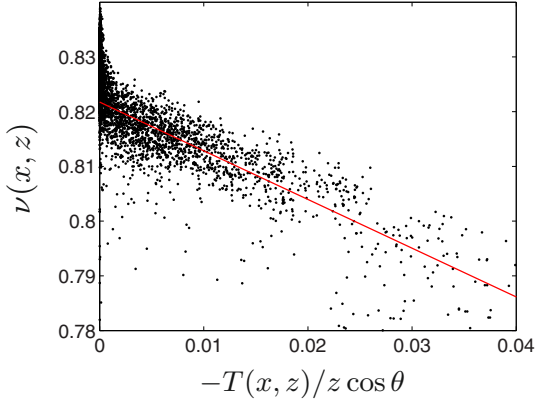


Fig. 4. (Color online) Time and ensemble averaged volume fraction $\nu(x, z)$ as a function of the ratio $-T(x, z)/z \cos \theta$ for $\Omega = 6$ rpm. For this rotation speed, the mean slope of the free surface was measured to be $\theta \simeq 19.7^\circ$ [27]. The straight line is a fit given by equation (23) with $K \simeq 1.1$ and $\nu_* \simeq 0.822$. The temperature is non-dimensionalized by gd where g refers to the gravity constant and d to the mean diameter of the beads (see text for details).

fields $T(x, z)$ and $\psi(x, z)$ can be related by a *single* function in the inhomogeneous multidirectional surface flow considered here, where the continuum quantities depend on *both* spatial coordinates x and z , is highly non trivial and constitutes then a rather severe test for the approach derived in Section 2. The function F (red line in Fig. 5a) is defined by averaging the values T falling into logarithmically distributed bins defined along ψ . The functions F obtained using this procedure for the various rotating speeds Ω are represented in Figure 5b.

One can now determine the second closure relation $G(\psi)$. The function $F(\psi)$ defined in the previous section (red line in Fig. 5a) is first derived numerically. The resulting function is then applied at each point (x, z) to the field $\psi(x, z)$. Since the reference temperature $T_{ref}(x, z) = -z \cos \theta / K$ and the vorticity field $q(x, z)$ are also known at each point, one can deduce the value of the field $q(x, z) + KF'(\psi(x, z)) \log T_{ref}(x, z)$ at each point, and plot it as a function of $\psi(x, z)$ (see Fig. 6a). Again, the points clearly gather along a single curve. The function G (red line in Figure 6a) is then defined by averaging the values $q(x, z) + KF'(\psi(x, z)) \log T_{ref}(x, z)$ falling into logarithmically distributed bins defined along ψ . The functions G obtained using this procedure for the various rotating speeds Ω are represented in Figure 6b.

3.4 Discussion of the results

Our determination of the two scalar functions calls for some comments. A first noticeable feature is that the function extends smoothly, without any noticeable transition, from the static to the flowing region. This is quite remarkable, since both phases are characterized by different dynamical properties, and since our hydrodynamic description presumably applies best within the flowing region.

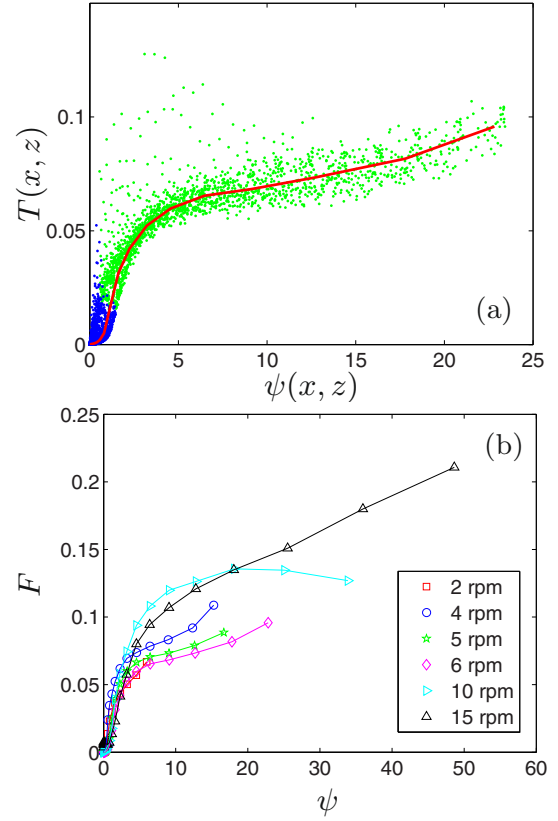


Fig. 5. (Color online) (a) Variation of the local temperature $T(x, z)$ as a function of the local stream function $\psi(x, z)$ for $\Omega = 6$ rpm. Each dot of the cloud corresponds to an elementary square cell $\Sigma(x, z)$ of size equal to the mean bead diameter. Green/light gray dots (resp. blue/strong gray dots) correspond to points that belong to the flowing layer (resp. to the static phase). The red line shows the function $\langle T \rangle = F(\psi)$ where $\langle T \rangle$ is defined as the average of the values T for the cells $\Sigma(x, z)$ whose $\psi(x, z)$ fall into logarithmically distributed bins. (b) Variation of $F(\psi)$ as a function of Ω . The temperature and stream function are non-dimensionalized by gd and $d\sqrt{gd}$ respectively, where g refers to the gravity constant and d to the mean diameter of the beads (see text for details).

The main difference between the two phases is in the scattering of the data along the fit: it is larger in the flowing region than in the static region. This may be traced to correlated fluctuations that have been neglected in our approach (see after Eq. (15)) and that are larger in the flowing region. It would be interesting to see if a larger statistics leads to a reduction of this scattering.

An interesting comparison can also be made with respect to a real fluid system, where a similar approach can be used and where dissipation is made through ordinary viscosity. In that case, it has been shown in [25] that the determination of the scalar function is valid only in the bulk flow region. Outside this region, the data scatters randomly, without forming any specific shape. A possible explanation was that outside the bulk, i.e. closer to the boundaries and the flow forcing devices, viscous and forcing processes become important and do not balance *locally* on average as assumed here. The reason why it works so

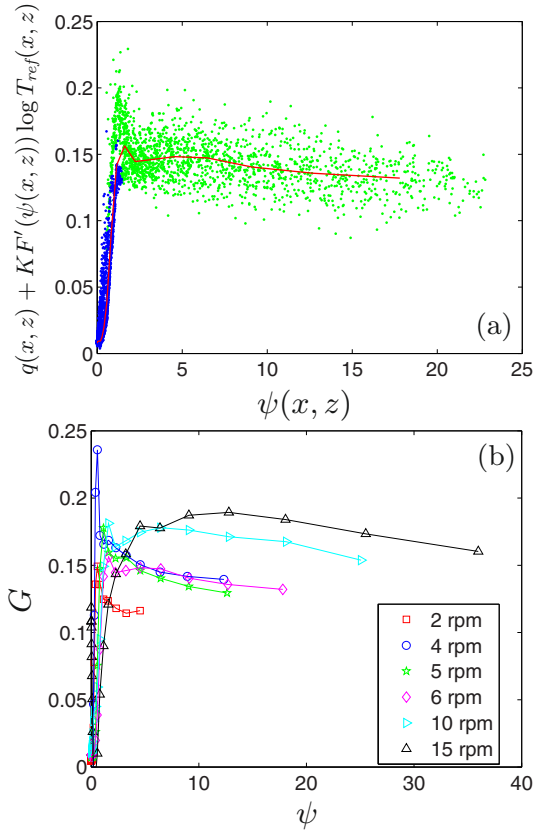


Fig. 6. (Color online) (a) Variation of the local field $q(x, z) + KF'(\psi(x, z)) \log T_{ref}(x, z)$ as a function of the local stream function $\psi(x, z)$ for $\Omega = 6$ rpm. Each dot of the cloud corresponds to an elementary square cell $\Sigma(x, z)$ of size equal to the mean bead diameter. Green/light gray dots (resp. blue/strong gray dots) correspond to points that belong to the flowing layer (resp. to the static phase). The red line shows the function $\langle q + KF'(\psi) \log T_{ref} \rangle = G(\psi)$ where $\langle \cdot \rangle$ is defined as the average on the cells $\Sigma(x, z)$ with values $\psi(x, z)$ which fall into logarithmically distributed bins. (b) Variation of $G(\psi)$ as a function of Ω . The temperature, vorticity and stream function are non-dimensionalized by gd , $\sqrt{g/d}$ and $d\sqrt{gd}$ respectively, where g refers to the gravity constant and d to the mean diameter of the beads (see text for details).

well in the granular case, without any need of selecting any flow region, may lie in the local character of the dissipative processes that precludes any long-range correlation between forcing and dissipation.

3.5 Consistency check

As a consistency check, we can use the experimental curve F and G to recompute the velocity and temperature fields and check that they agree with profiles obtained in a rotating drum. From Figures 5 and 6, one sees that, in the “liquid” phase, F is asymptotically linear $F \sim a\psi$, while G is approximately constant, $G \sim b$. Inserting these shapes

in equation (21) leads to:

$$\begin{aligned} \delta T &= a\psi, \\ \Delta\psi &= -aK \log(-z \cos \theta/K) + b. \end{aligned} \quad (24)$$

Integrating the second equation with respect to z , one finds:

$$\psi = (b - aK \log(\cos \theta/K)) \frac{z^2}{2} + \frac{3}{2}aKz - \frac{aK}{2}z^2 \log(-z) \quad (25)$$

so that the temperature profile is quadratic, with logarithmic correction and the velocity profile is linear, with logarithmic correction. This is indeed the behavior observed in our rotating drum and, more generally, in this type of flow in the flowing phase [6,11,27,29].

In the static phase, F appears quadratic in ψ , $F \sim c\psi^2$ and G is linear $G \sim d\psi$. Therefore, equation (21) becomes:

$$\begin{aligned} \delta T &= c\psi^2, \\ \Delta\psi &= (d - 2cK \log T_{ref})\psi. \end{aligned} \quad (26)$$

The solution for ψ is in this case

$$\begin{aligned} \psi &= \psi_0 \exp(h(z)), \\ h'^2(z) + h''(z) &= d - 2cK \log T_{ref} > 0, \end{aligned} \quad (27)$$

so that both the velocity profile and the temperature profiles are exponential, with algebraic corrections. This is indeed the behavior observed in the static phase of our rotating drum or other similar type of flows [29,41–43].

4 Concluding discussion

In this paper, we investigate the steady states in 2D dense granular flows within the Boussinesq-Euler approximation, assuming local balance between time-averaged forcing and dissipation exerted on an elementary volume. We derived specific relations between the continuum fields (temperature, vorticity and stream function). In particular, we show that the fully 2D steady states can be completely encoded in two scalar functions F and G . This prediction is then successfully checked onto the stationary states of a dense inhomogeneous multidirectional granular flow in a rotating drum. This means that stationary states of the rotating drum can be described by a pure Euler description, where neither the forcing, nor the dissipation are explicitly taken into account. In the strict Euler equation framework, both F and G would supposedly be determined by boundary and initial conditions. However, in our approach, these conditions are only effective and the functions F and G account implicitly for the dissipation processes and the forcing geometry of the considered forced dissipative flow. In this sense, the two scalar functions F and G can be seen as fully encoding the 2D fields for temperature and velocity in our apparatus. This represents a reduction of the complexity of the description of the rotating drum granular flows.

The main question in the present framework is therefore now to understand and predict the shape of F and

G as a function of the forcing and dissipation. From an experimental or numerical point of view, one may try and find empirical laws from variation of the control parameters like rotation speed, size of the beads, friction coefficient, etc. From a theoretical point of view, it would be very interesting to be able to derive these functions from a systematic theory. In a forthcoming paper, we explore a strategy, based upon the statistical mechanics. This will lead to a selection of the possible shapes of F and G based on conservation laws and maximisation of an information entropy. Moreover, this strategy leads to Gibbs distributions providing a direct link between the function F and G and the fluctuations of physical quantities. Therefore, from the knowledge of the mean flow, one will be able to predict the velocity fluctuations. In this respect, the present approach provides a useful insight for dense granular flow in rotating drum and could be applied to other granular flows. Finally, we stress that the present approach relies heavily on the 2D character of the flow, that allows the description of the flow non-linearities in terms of Jacobian. This feature can be easily generalized to the case of 3D flows with symmetries [24]. Its extension to arbitrary 3D geometry is currently the subject of a very active research.

We gratefully acknowledge O. Dauchot for a critical reading of the manuscript. Simulations are performed using LMG90 software. This work is supported by the CINE (*Centre d'Information Nationale et d'Enseignement*) under the project lmc2644. We are grateful to S. Aumaître, O. Dauchot, F. Leschenault and R. Monchaux for many enlightening discussions.

References

- H.M. Jaeger, S.R. Nagel, R.P. Behringer, *Rev. Mod. Phys.* **68**, 1259 (1996)
- S.B. Savage, D.J. Jeffrey, *J. Fluid Mech.* **110**, 255 (1981)
- J.T. Jenkins, S.B. Savage, *J. Fluid Mech.* **130**, 187 (1983)
- C.K.K. Lun, S.B. Savage, *Acta Mech.* **63**, 15 (1986)
- R.M. Nedderman, *Statics and Kinematics of Granular Materials* (Cambridge University Press, Cambridge, 1992)
- G.D.R. Midi, *Eur. Phys. J. E* **14**, 341 (2004)
- P. Mills, D. Loggia, M. Texier, *Europhys. Lett.* **45**, 733 (1999)
- B. Andreotti, S. Douady, *Phys. Rev. E* **63**, 031305 (2001)
- J.T. Jenkins, D.M. Hanes, *Phys. Fluids* **14**, 1228 (2002)
- D. Bonamy, P. Mills, *Europhys. Lett.* **63**, 42 (2003)
- J. Rajchenbach, *Phys. Rev. Lett.* **90**, 144302 (2003)
- S.B. Savage, *J. Fluid Mech.* **377**, 1 (1998)
- L. Bocquet, W. Losert, D. Schalk, T.C. Lubensky, J.P. Gollub, *Phys. Rev. E* **65**, 01307 (2002)
- L.S. Mohan, K.K. Rao, P.R. Nott, *J. Fluid Mech.* **457**, 377 (2002)
- I.S. Aranson, L.S. Tsimring, *Phys. Rev. E* **65** 061303 (2002)
- O. Pouliquen, R. Gutfraind, *Phys. Rev. E* **53**, 552 (1996)
- G. Debregeas, C. Josserand, *Europhys. Lett.* **52**, 137 (2000)
- O. Pouliquen, Y. Forterre, S.L. Dizes, *Adv. Complex System* **4**, 441 (2001)
- A. Lemaitre, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 064303 (2002)
- I. Iordanoff, M.M. Khonsari, *ASME J. Tribol.* **14**, 341 (2004)
- F. Da Cruz, S. Eman, M. Prochnow, J.-N. Roux, F. Chevoir, *Phys. Rev. E* **72**, 021309 (2005)
- P. Jop, Y. Forterre, O. Pouliquen, *Nature* **441**, 727 (2006)
- N. Leprovost, B. Dubrulle, P.-H. Chavanis, *Phys. Rev. E* **71**, 036311 (2005)
- N. Leprovost, B. Dubrulle, P.-H. Chavanis, *Phys. Rev. E* **73**, 046308 (2006)
- R. Monchaux, F. Ravelet, B. Dubrulle, A. Chiffaudel, F. Daviaud, *Phys. Rev. Lett.* **96**, 124502 (2006)
- R. Monchaux, P.-P. Cortet, P.-H. Chavanis, A. Chiffaudel, F. Daviaud, P. Diribarne, B. Dubrulle, *Phys. Rev. Lett.* **101**, 174502 (2008)
- M. Renouf, D. Bonamy, F. Dubois, P. Alart, *Phys. Fluids* **17**, 103303 (2005)
- J. Rajchenbach, *Adv. Phys.* **49**, 229 (2000)
- D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent, *Phys. Fluids* **14**, 1666 (2002)
- D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent, P. Mills, *Gran. Matt.* **4**, 183 (2003)
- P. Jop, Y. Forterre, O. Pouliquen, *J. Fluid Mech.* **541**, 167 (1990)
- R.J. Speedy, *J. Chem. Phys.* **110**, 4559 (1999)
- P.-H. Chavanis, J. Sommeria, *Phys. Rev. Lett.* **78**, 3302 (1997)
- P.-H. Chavanis, J. Sommeria, *Phys. Rev. E* **65**, 026302 (2002)
- J.-J. Moreau, in *Non Smooth Mechanics and Applications, CISM Courses and Lectures*, edited by P.-D. Panagiotopoulos (Springer-Verlag, Wien, New York, 1988), p. 1
- M. Jean, *Comp. Meth. Appl. Mech. Engrg.* **177**, 235 (1999)
- M. Renouf, P. Alart, *Comp. Meth. Appl. Mech. Engrg.* **194**, 2019 (2004)
- M. Renouf, F. Dubois, P. Alart, *J. Comput. Appl. Math.* **168**, 375 (2004)
- D. Bonamy, F. Daviaud, L. Laurent, M. Bonetti, J.-P. Bouchaud, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 034301 (2002)
- O. Reynolds, *Phyl. Mag. Ser. 5* **20**, 469 (1885)
- T.S. Komatsu, S. Inagasaki, N. Nakagawa, S. Nasuno, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 1757 (2001)
- S. Courrech du Pont, R. Fisher, P. Gondret, B. Perrin, M. Rabaud, *Phys. Rev. Lett.* **94**, 048003 (2005)
- J. Crassous, J.-F. Metayer, P. Richard, C. Laroche, *J. Stat. Mech.*, P03009 (2008)



Coarsening of two-dimensional Al_2O_3 islands on vicinal (1, -1, 0, 2) sapphire surfaces during annealing in air

T.T.T. Nguyen, D. Bonamy, L. Pham Van, L. Barbier, J. Cousty*

CEA/DSM/IRAMIS/SPCSI, Centre de Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 6 June 2008

Accepted for publication 22 August 2008

Available online 13 September 2008

Keywords:

Atomic force microscopy (AFM)

Surface diffusion

Surface structure, morphology, roughness

and topography

Alumina

Single crystal surfaces

ABSTRACT

The evolution of two-dimensional (2D) islands which result from a chemo-mechanical polishing of vicinal (1, -1, 0, 2) sapphire surfaces was explored by atomic force microscopy (AFM) after annealing in air. The evolution of the surface morphology is followed after isothermal annealing (1173 K) for duration varying from 1 h to 53 h and isochronal annealing at temperatures between 1023 K < T < 1253 K. Statistical analysis of the AFM images gives evidence that an anisotropic Ostwald ripening governs the evolution of the 2D island distribution. The activation energy for mass transport on the terrace is found to be 1.3 ± 0.1 eV.

© 2008 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Upon annealing, surfaces of solids begin to fluctuate and evolve towards equilibrium. Regarding annealed surfaces of single crystals, the evolution of their topography at the nanometer scale or at atomic resolution can be studied by using different microscopies in particular scanning tunneling microscopy (STM). Beyond simple observations, the statistical analysis of the topographies yields the unambiguous identification of the relevant processes in the surface reorganization. In this context, surface evolution of metals [1–5], semi conductors [1,6,7], and metal oxides [8,9] or nitrides [1] has been explored in real time with different techniques. Coupled with theoretical studies, these investigations of the dynamics of steps and islands on non-equilibrium surfaces had contributed to the understanding of surface structures, growth phenomena and stability of nanostructures [10]. The growth of larger islands from small islands randomly distributed over wide terraces is described by the classical theory of Ostwald ripening [10]. From the time evolution of the mean area of islands $\langle A \rangle$, different driving mechanisms are recognized. Depending on the ratio of the activation energies for terrace diffusion and re-attachment to the island, the island decay is either attachment–detachment limited with $\langle A \rangle$ scaling as t or diffusion limited with $\langle A \rangle$ varying as $t^{2/3}$. In that case, the characteristic length associated to the distribution of isotropic islands $\langle L \rangle$ varies as $t^{1/3}$. Several examples illustrate these time dependences. The average area of silicon two-dimensional (2D)

islands deposited on Si (100) varies linearly with time for annealing at 943 K as shown by low energy electron microscopy (LEEM), which is then consistent with attachment and detachment reaction kinetics of atoms at the step edges of neighboring islands [6]. From in-situ STM investigations of an isolated Ag island on Ag (111) at room temperature, it was shown that its radius varies as $t^{0.27}$. Such an exponent value closed to the expected one (0.33) was associated to a diffusion-limited decay of the island [5]. For oxides, the (110) surface of crystals of oxygen-deficient rutile, which is a conductive material was intensively explored [11]. For example, analysis of spot profile in low energy electron diffraction patterns had shown that the average terrace size increases as $t^{1/4}$ during annealing at $T \sim 800$ K in vacuum [8]. Such a time scaling was understood as a morphology evolution of sputtered TiO_2 (110) surface, which is limited by surface diffusion [8]. In contrast, recent in-situ LEEM studies of TiO_2 (110) surface have shown that changing the temperature of oxygen-deficient rutile crystals causes steps on the (110) surfaces to move [9]. In another study, the same group showed that the oxygen pressure influences the island growth during annealing at 1053 K [12]. These TiO_2 surface studies illustrate well that the mobility of defects at the surface and in the superficial bulk layer depends on the crystal stoichiometry. For insulating oxides as sapphire or MgO, a small number of works regards thermal evolution of their surface morphology at nanometer scales [13–16]. There are some studies of sapphire surface structures carried out by using the reflection electron microscopy (REM). In particular, the arrangement of steps in vicinal (1, -1, 0, 2) sapphire surfaces was investigated [17–19]. From the thermal evolution of the steps, information on surface diffusion was deduced [17].

* Corresponding author. Tel.: +33 16908 41 48; fax: +33 16908 84 46.

E-mail address: jacques.cousty@cea.fr (J. Cousty).

However, two of these studies noticed that electron beam causes surface damages and modifies the dynamical process of sapphire surface [18,20]. Indeed, a quantitative study of mass transportation on these oxides is a challenging issue requiring high temperature annealing, the control of surface stoichiometry and investigation with techniques involving no electrons, which exclude STM, REM and LEEM.

In this paper, we present an experimental study of the dynamics of two-dimensional (2D) islands on vicinal $(1, -1, 0, 2)$ sapphire surfaces annealed in air based on atomic force microscopy (AFM) observations. We have studied the coarsening of 2D islands resulting from the initial chemo-mechanical polishing process of samples after different annealing conditions. As AFM observations at high temperature are impossible in air, areas and shapes of these islands were investigated at room temperature after annealing. Analyses of changes in their morphology provide new insights on the kinetics of mass transport on sapphire surface.

2. Experimental

Samples consist in square slabs of sapphire (Le Rubis S.A. and Matek 10 mm side, 0.2 mm thick) with a surface oriented close to the $(1, -1, 0, 2)$ plane (misorientation $\sim 0.06^\circ$). One side of these samples was chemo-mechanically polished to an optical grade by the provider. The samples were first carefully cleaned in acetone and isopropyl alcohol using an ultrasonic bath. Then the samples were annealed in air in a pure alumina tube heated by a furnace. Annealing in air at temperatures ranging from 800 K up to 1250 K maintains the surface stoichiometry. After every annealing, the sample is cooled down to room temperature before to be imaged by AFM. In this temperature range, the rate of temperature change is typically 15–20 K/min during the heating up or cooling down process. We use a Pico + AFM (from Molecular Imaging) in contact mode with gold coated Si_3N_4 cantilevers (0.58 N/m stiffness). A 90 μm piezoscanner was used. Images (512×512 points) were captured after a 30 min scanning to minimize drifts due to piezoceramics.

After some isothermal annealing, we observed the very same area of the sample before and after treatment by using a unique set up. This device allows a reproducible and accurate positioning of the AFM tip on the surface. The sample is settled on the same point on a frame on which the AFM head rests in stand alone. The three fine-thread screws of the microscope head rest on a conical hole, a V-groove and a plane surface, respectively. In such a way, the tip is located within 10 μm from the previously observed area. Obviously, changing the AFM cantilever prevents any tip positioning on the same area.

Step orientation with respect to the crystal directions was determined by LEED patterns after a short annealing in UHV.

3. Results

We first present the morphology of the sapphire surface before and after heating at high temperature in air. The evolution of the surface morphology after two types of thermal treatment is then reported and analysed: (i) a series of annealing at a given temperature for increasing cumulated durations (isothermal annealing); (ii) a series of annealing at increasing temperature for one hour (isochronal annealing).

3.1. Surface morphology

Fig. 1 presents an AFM image of clean chemo-mechanically polished surface before and after annealing in air. Before annealing (Fig. 1a), no feature associated to a vicinal surface can be recog-

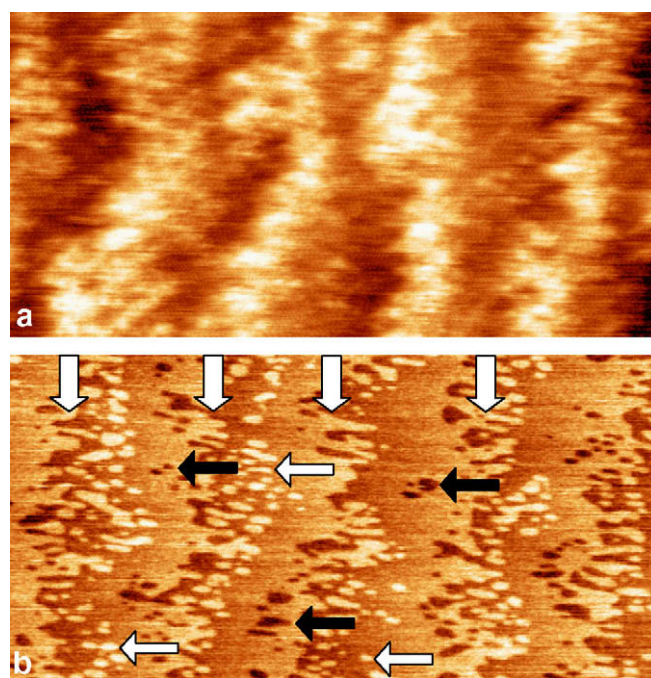


Fig. 1. Contact mode AFM images of a $(1, -1, 0, 2)$ vicinal surface of sapphire before annealing (a) and after annealing at 1073 K for one hour (b). In (a), the topography shows no feature as step or terrace which can be recognized (z amplitude 2 nm). In (b), steps, terraces and islands are imaged. Meandering steps (vertical white arrows) with a 0.35 nm height show some protrusions and fjord-like hollows. Some atom (vacancy) islands are indicated by white (black) arrows. Note that atom islands are located in the bottom terrace while vacancy islands are near the step edge in the upper terrace. This particular distribution of islands is probably related to the chemo-mechanically polishing process. Scanned area: $1440 \times 720 \text{ nm}^2$.

nized. After annealing at 1073 K, the surface topography shown by AFM image (Fig. 1b) presents meandering lines corresponding to steps which border terraces covered by islands. The measured step height is $0.35 \pm 0.02 \text{ nm}$ corresponding to the height of one unit cell taken perpendicularly to the $(1, -1, 0, 2)$ surface [21]. Hereafter we call them simple steps. The height of protruding islands corresponds to the one of simple steps. For holes the finite size of the AFM tip may affect their measured depth which is smaller or equal to the step height. Therefore, these holes are identified as islands of vacancies. In contrast with many coarsening studies based on deposited over layer or ion-sputtered surfaces, the density of these two dimensional (2D) islands is not homogenous since it varies along the terraces width. The density of both atom and vacancy islands is minimum at the centre of terraces and maximum near the step edge. This specific distribution of islands is probably related to the surface preparation i.e. the chemo-mechanical polishing.

3.2. Surface morphology evolution after isothermal annealing

The evolution of the surface morphology after annealing at 1073 K and 1173 K for 1 h up to 53 h. Fig. 2 shows a series of AFM images obtained after annealing at 1173 K. The chosen temperatures yield both reasonable annealing duration and observable evolution after one hour annealing. Two studies were performed at 1173 K. In the first one, a statistical analysis of the islands was performed from AFM images. The second study deals with observations on the very same area of the surface in order to follow the shape changes of particular islands. In each case, we only consider the evolution of atom islands.

The series of AFM images in Fig. 2 brings clear evidence of coarsening of the island population upon cumulated annealing durations. After one hour annealing at 1173 K (Fig. 2a) terraces

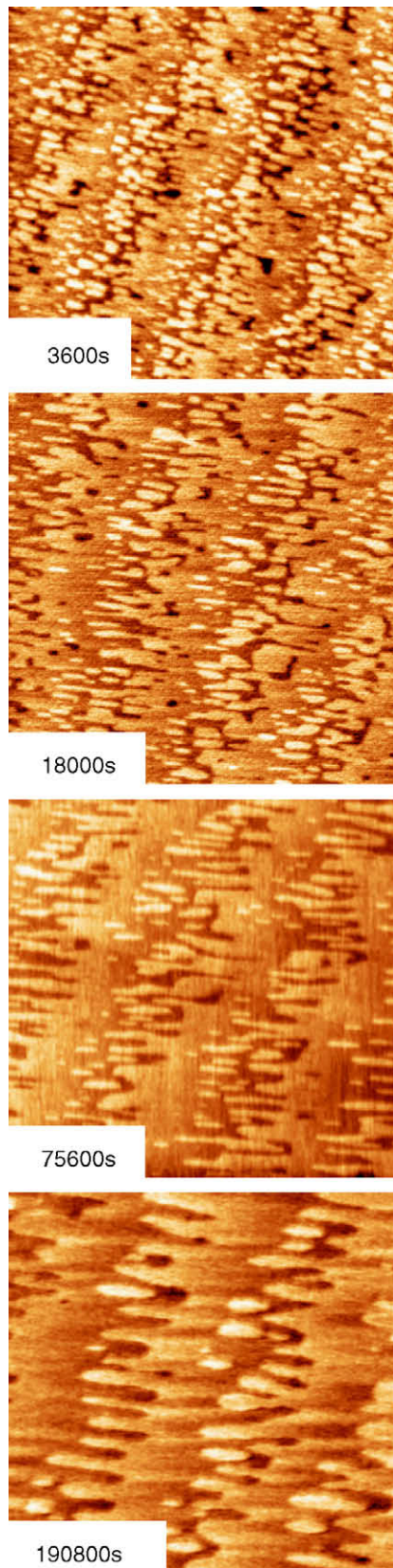


Fig. 2. Contact mode AFM images of a (1,−1,0,2) vicinal surface of sapphire after annealing at 1173 K for duration of 3600 s (a), 18000 s (b), 75600 s (c), 190800 s (d). The structures in the terraces (especially d) are artefact related to the removing of mean line. Height of steps is 0.35 nm. Scanned area: 2000 × 2000 nm².

and meandering step edge are recognized. The step height is 0.35 ± 0.02 nm. In the series of images presented in Fig. 2, both

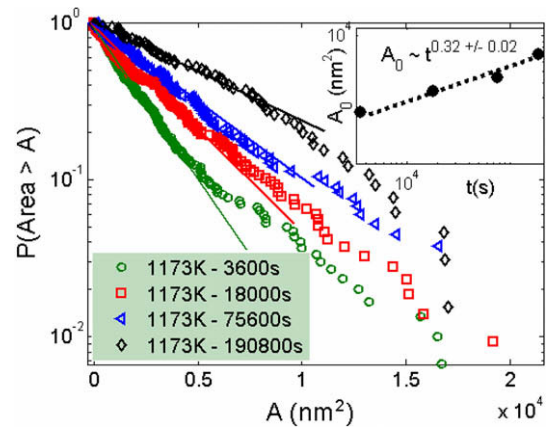


Fig. 3. Distribution $P(A(t))$ of finding an island with an area larger than A after different annealing durations at 1173 K in a semi-logarithmic diagram. The straight dotted lines are exponential fits $P(A(t)) \sim \exp(-A/A_0(t))$ for 1175 K. Deviations from the exponential fit indicate insufficient statistics for largest islands. Inset: Log–log diagram of the typical area $A_0(t)$ as a function of t . The dot line corresponds to a fit $A_0(t) \sim t^{0.32}$.

the short-range waviness of step edges and the island density decrease as the annealing duration increases. On the 400 nm-wide terraces, we observed that the density of 2D islands decreases while their areas increase with the annealing duration. These images also reveal a preferential direction for both 2D islands and protrusions in the step edges which runs along the $[-1, 1, 0, 1]$ direction of the sapphire lattice (hereafter called x -direction).

A quantitative analysis of the surface morphology evolution during isothermal annealing was first performed by measurements of the area of the atom islands. We define $A(T, t)$ as the area measured at room temperature of a given island after annealing at the temperature T during the time t . Using a watershed algorithm [22], each island can be identified and isolated from its neighbours and from the adjacent step edge. The distribution $P(A(T, t))$ of finding an island with an area larger than $A(T, t)$ was then computed from images for various time t ranging from 1 h up to 53 h. To improve statistics, three successive step edges in each images of 2000×2000 nm² were taken into account. As shown in Fig. 3, these distributions follow exponential laws characterized by one single parameter $A_0(t)$ for $T = 1173$ K

$$P(A(t)) \propto \exp(-A/A_0(t)) \quad (1)$$

Considering the exponential distributions of island area after an annealing duration t , their mean value ($A_0(t)$) is equal to the standard deviation. Then, island areas are broadly distributed. We find that a power-law fits the variation of $A_0(t)$ with annealing duration (inset in Fig. 3).

$$A_0(t) \propto t^\alpha \text{ with } \alpha = 0.32 \pm 0.02. \quad (2)$$

This analysis reveals that the exponent differs from the values $\alpha = 2/3$ or $\alpha = 1$ expected from the usual scenarios whether the morphological changes are controlled by the terrace diffusion or by the attachment–detachment processes from the step edges [23].

3.3. Morphology evolution of a constant area surface after several isothermal annealing

In order to get deeper insights on the coarsening process, the evolution of the step morphology during isothermal annealing has been recorded on the same place. Using a spotting system coupled with the AFM, we were able to successfully scan the very same area of the sample after successive thermal treatments. Three

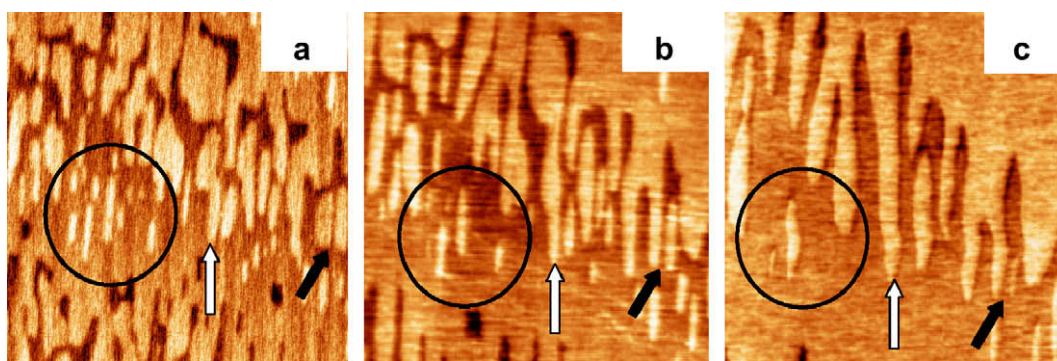


Fig. 4. Contact mode AFM images of the topography of a (1,-1,0,2) vicinal surface of sapphire after annealing at 1173 K for duration of (a) 18000 s, (b) 75600 s, (c) 190800 s. The very same surface area has been scanned (see text for details). The horizontal scan size is 1100 nm. These images are selected parts of images shown in Fig. 2.

selected images within a series of images showing the evolution upon annealing at 1173 K of the very same area are presented in Fig. 4. As an illustration of the coarsening process, the number of islands in the area delimited by the black circles decreases from 10 small islands (Fig. 4a) to two islands (Fig. 4c). We also point out that some large islands coalesce forming or extending protrusions at the step edge (see white and black arrows in (Fig. 4a and b). Finally, it must be noted that the shape of step edge protrusions tends to align along one direction and overhangs to shrink with annealing time (see white arrows in Fig. 4b and c) while the islands keep similar elongated shapes. As shown in Fig. 2, the resulting morphology clearly indicates that a particular direction of island edges is favoured. As the evolution of the local morphology can be followed from one image to the next, analysis of the relief indicates that positions of islands remains rather fixed. This suggests that the redistribution of mass between islands and with the adjacent step is mediated by detachment–attachment of defects from the edge of the islands or from the step edge and diffusion across the terraces. In addition, it is not possible to catch any mass conservation law along the selected direction.

3.4. Island-shape evolution after isothermal annealing

The anisotropy of the island shape shows that the present system does not satisfy the hypothesis of isotropy implicitly assumed in the models. Therefore, the evolution of atom island topography was performed again taking in account their elongated shape. Using the same approach than for basing relation (1), the cumulative distribution $P(L_x(t))$ ($P(L_y(t))$) of finding an island with a size along the x -direction (y -direction) longer than L_x , (respectively L_y) has then been computed from the series of AFM images obtained after the isothermal annealing (Fig. 2). Both distributions follow an exponential law

$$P(L_i(t)) \propto \exp(-L_i/L_{i0}(t)) \quad (3)$$

with $i = x, y$, and L_{i0} being the mean length of islands along each direction. Fig. 5 shows the dependence of L_{i0} as a function of time in a log–log diagram (dots). This figure demonstrates the anisotropic evolution of the atom islands on (1, -1, 0, 2) surface since L_{y0} does not increase more than a factor 1.2 (triangles in Fig. 5) while L_{x0} scales as $t^{0.3}$ and increases by a factor 3.6 (circles in Fig. 5). This makes the island areas to vary in function of time as

$$A(t) \approx L_y \cdot L_x(t) \sim t^{0.3}$$

This is consistent with relation (2) deduced from Fig. 4. This analysis indicates that the anisotropic islands evolve on the (1,-1, 0, 2) surface by an Ostwald ripening process limited by anisotropic diffusion on terraces.

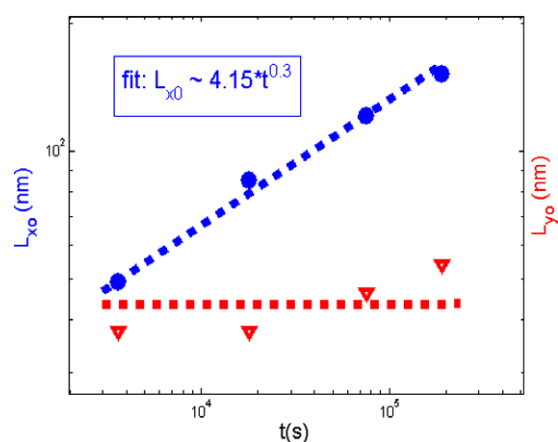


Fig. 5. Variation of the typical size along x -direction $L_{x0}(t)$ (dots) and of the typical size along y -direction $L_{y0}(t)$ (triangles) as a function of t after annealing at 1173 K. The axes are logarithmic. The dotted line linking the dots corresponds to a power-law fit $L_{x0} \propto t^\alpha$ with $\alpha = 0.30 \pm 0.02$.

3.5. Surface morphology evolution after isochronal annealing

For a better understanding of this Ostwald ripening process, a series of AFM observations was performed after isochronal (1 h) annealing at increasing temperatures, from 973 K up to 1173 K. The temperature increments and the annealing times were chosen in such a way that the cumulated contribution of the partial annealing at lower T remains negligible for each temperature of measurement. After annealing at 973 K, the images reveal a surface with a small roughness covered by both numerous islands and vacancies in which steps and terraces cannot be identified. When annealed above 973 K, the surface morphology can be recognized as formed by wide flat terraces partially covered by numerous small islands and meandering simple steps (Fig. 6a). Such a morphology corresponds to a vicinal surface with (1,-1, 0, 2) terraces limited by steps which are surrounded by atom islands on one side and vacancy islands on the other. This surface structure looks like the one presented in Fig. 3a but with smaller islands and rougher step edges. Observations of these images obtained after annealing from 1023 K up to 1173 K show the typical evolution of the surface morphology. As for isothermal annealing, we notice that the density of islands decreases while their size increases and that the step edge roughness decreases. As for isothermal annealing, islands and step protrusions tend to lengthen along the $\langle 1, -1, 0, -1 \rangle$ direction but this tendency decreases after annealing at 1223 K. Upon annealing, the surface evolves towards thermodynamic equilibrium since

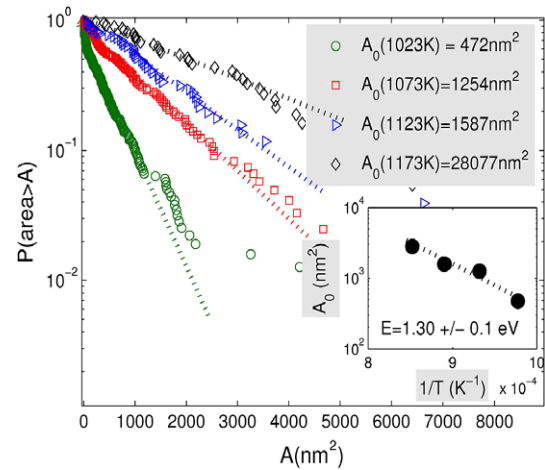
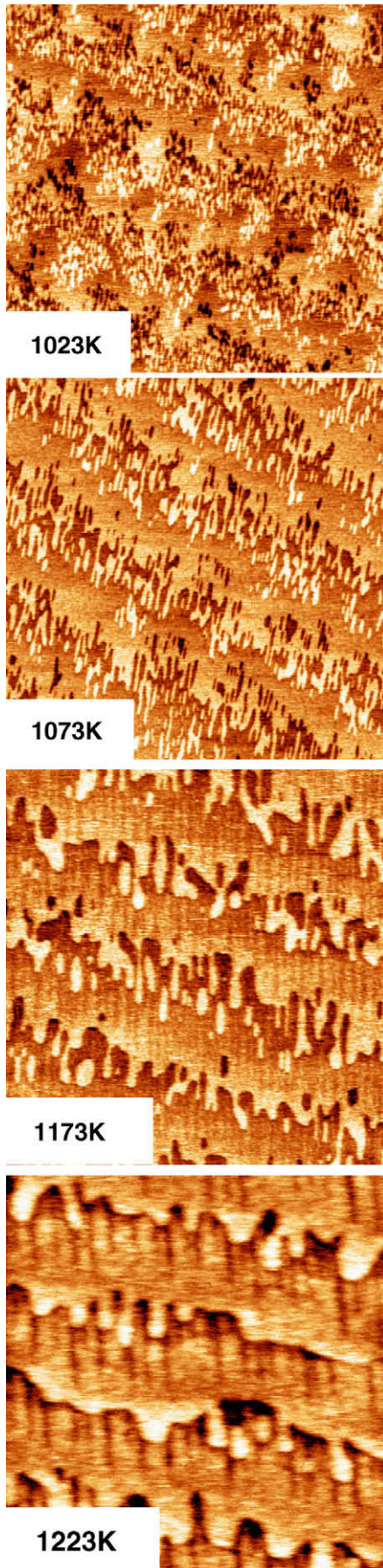


Fig. 7. Distribution $P(A(T))$ of finding an island with an area larger than A after one hour of annealing at several temperatures (1023 K, 1073 K, 1123 K and 1173 K) in a semi-logarithmic diagram. The straight dotted lines are exponential fits $P(A(T)) \sim \exp(-A/A_0(T))$ for each annealing temperature. Deviations from the exponential fit indicate insufficient statistics for largest islands. Inset: Arrhenius diagram of $A_0(T)$ versus $1/T$. The dotted line corresponds to $A_0(T) = \exp(-E/kT)$ with $E = 1.30 \pm 0.1$ eV.

increasing the island size reduces the total length of island edges and the step edge length becomes shorter. It is interesting to note that the steps keep the same mean direction in the series of images without local faceting. After annealing at 1273 K all the islands have disappeared but the step edges still exhibit meanders. We point out that, if the edge energy is the thermodynamic driving force, the kinetic is governed by diffusion processes and not by this energy.

For a quantitative analysis of the morphological evolution of the vicinal surface, the area of the protruding 2D-islands is first considered. In a similar way than the analysis of surface morphology after isothermal annealing, the evolution of the $A(T,t)$ distribution during the isochronal annealing is investigated for each temperature. The cumulative distribution $P(A(T,t))$ of finding an island with an area larger than A (T , 3600 s) was then computed. Islands near three successive step edges within one 1420×1420 nm² image are taken into account to improve statistics. Variation of $P(A(T))$ for isochronal annealing at temperatures T from 1023 K to 1173 K is given in Fig. 7. For each temperature the distribution is found to obey an exponential law

$$P(A, T) \propto \exp(-A/A_0(T)) \quad (4)$$

As for isothermal annealing, the island areas are broadly distributed, with a mean value equal to the standard deviation $A_0(T)$ measured by exponential fit (Fig. 7). The values were then determined from exponential fits. Inset in Fig. 7 shows that $A_0(T)$ obeys an Arrhenius law

$$A_0(T) \propto \exp(-E_a/kT)$$

where k refers to the Boltzmann constant and E_a the activation energy. From this analysis, activation energy for diffusion of mobile species on (1, -1, 0, 2) terraces which limits the 2D islands coarsening is found to be $E_a = 1.30 \pm 0.1$ eV.

Fig. 6. Contact mode AFM images of the topography of a (1, -1, 0, 2) vicinal surface of sapphire after annealing at different temperatures for one hour. (a) 1023 K; (b) 1073 K; (c) 1123 K; (d) 1173 K. The origin of stripes (0.1 nm depth) observed on terraces after annealing at 1173 K and 1223 K remains unknown. We note that they disappear after annealing above 1223 K. Scanned area: 1420×736 nm².

4. Discussion

We first consider the stability of sapphire surfaces when heated in air. The formation of ultra smooth (0001) sapphire surface for high-quality thin-film fabrication was reported by Yoshimoto et al. [13]. From chemo-mechanical polished samples, they obtained atomically flat surfaces with some islands and simple steps after annealing at 1273 K in air for one hour. The evolution of these islands upon further thermal annealing was not reported. In a previous study on vicinal (0001) surface, we reported on the formation of straight steps with quantified height after annealing in air at temperatures ranging from 1273 K up to 1773 K [15]. In this temperature range, no defect was found on the flat terraces. In contrast, craters due to an intense sublimation from this surface are observed after annealing in air at higher temperatures (2300 K) [24]. Reconstruction induced by oxygen evaporation is obtained for (0001) surface after annealing at 1623 K in vacuum [25]. A detailed study of another face of sapphire, the (1, 1, -2, 0) surface, by LEED and Helium-atom scattering demonstrates the surface smoothness after annealing in vacuum at $T < 1200$ K [26]. All these results are consistent with negligible evaporation during air annealing in the temperature range explored in our study $\sim 0.5 T_{\text{melting}}$ (~ 1100 K). This means that surface diffusion is the most probable process for mass transport on sapphire surface annealed in air at $0.5 T_{\text{melting}}$.

A sapphire crystal cut parallel to a (1, -1, 0, 2) plane shows a surface structure with channels determined by oxygen atoms running along $[-1, 1, 0, 1]$ direction as illustrated in Fig. 8. The distance between adjacent rows is 0.48 nm. A recent diffraction study of this surface demonstrates the existence of a channelled structure for surface atoms at room temperature [27]. Therefore, the surface topography looks like the one of (110) face of FCC lattice. For Ag (110) and Au (110), anisotropic islands observed by STM during Ostwald ripening process were related to the channelled structure of these surfaces [28,29]. Furthermore, it is well known that surface diffusion is influenced by the surface structure on (110) FCC surface [30]. Then, we infer that the channelled structure of sapphire (1, -1, 0, 2) terraces makes easier the diffusion of mobile species along channels. In this framework, the elongated shapes of both islands and protrusions at step edges observed in AFM images are related to the anisotropic structure of this surface. This is also consistent with our preliminary observations of (1-102) surface by AFM in UHV shown in Fig. 9. The initially flat terraces of this surface exhibit after annealed at ~ 1300 K vacancy islands due to evaporation. All the islands present an elongated shape along $[-1, 1, 0, 1]$ direction [31].

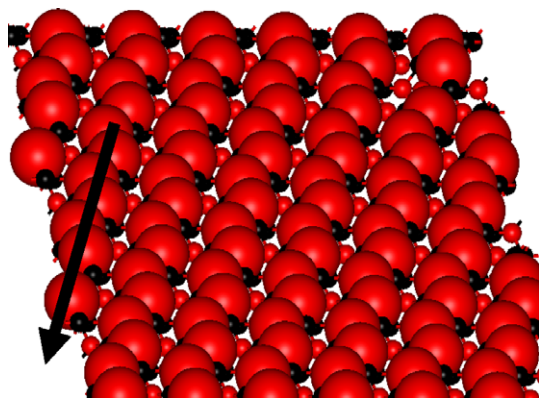


Fig. 8. Atomic model of (1, -1, 0, 2) surface. Big and small grey circles are for oxygen atoms, small black circles for aluminium ones. The arrow indicates the channel direction.

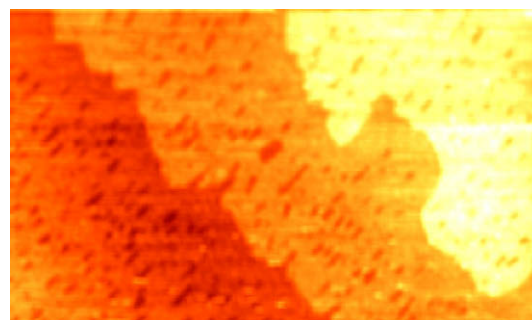


Fig. 9. Topography of a (1, -1, 0, 2) sapphire surface after annealing at ~ 1500 K in UHV and obtained by AFM at room temperature in UHV. Islands resulting from desorption of surface atoms exhibit elongated shape along $[-1, 1, 0, 1]$ direction. Scanned area: 1600×800 nm².

We now turn to an examination of the activation energy for surface diffusion and compare it with those reported in literature for diffusion in alumina. We found that diffusion on the terraces characterized by $E_a = 1.3 \pm 0.1$ eV limits the island shape evolution during the island coarsening. This E_a value is much smaller than activation energy for bulk diffusion in alumina: 5.3 eV for Al atoms [32] and 6.59 eV for oxygen [33] measured at higher temperatures. Such a difference between activation energies for surface and bulk diffusion supports the importance of surface diffusion in morphology evolution of these sapphire surfaces. The measured E_a is significantly smaller than the one (2 eV) estimated from coalescence of steps at higher temperatures on (0001) surface [15] or the barrier height (5.5 eV) deduced from step mobility on (1-102) surface [17]. Our value of E_a measured on (1, -1, 0, 2) terraces is a little smaller than the migration energy of an Al atom on (0001) surface obtained from density functional theory (DFT) calculations [34]. Such a small difference in activation energy would suggest that Al atoms control mass transport on (1, -1, 0, 2) surface. However, identification of mobile species deserves new theoretical studies of formation and migration energy of oxygen and aluminium atoms on this channelled surface considering direct jumps of atoms on the surface and also their exchange with atoms in channels [35]. We would like to point out the importance of a controlled surface stoichiometry for studying oxide surfaces. This is well exemplified by macroscopic measurements of smoothing of ripples created by ion sputtering on (0001) sapphire in UHV which yield $E_a = 0.72$ eV for surface diffusion [36]. Although the surface structures are different, the gap between this value and 1.3 eV measured on the (1-102) surface could be related to the presence of defects in the sputtered (0001) surface. The influence of defects on the surface diffusion process was reported on TiO₂ sample [12,37].

Finally, another process takes part in the surface morphology changes during air annealing of these rough vicinal surfaces besides the Ostwald process of islands controlled by surface diffusion. This process is the smoothing of far-from-equilibrium step edges which was observed after both isothermal and isochronal annealing. Analysis of their evolution towards equilibrium is in progress on vicinal surfaces without islands [38].

5. Conclusion

In summary, morphology changes in 2D alumina islands on vicinal (1, -1, 0, 2) sapphire surfaces after annealing in air are studied by AFM at room temperature for the first time. The shape modifications of islands, which result from an initial chemo-mechanical polishing treatment of the surface, were examined after both isochronal and isothermal annealing. From the analysis of evolution of mean area (or length) of atom islands, we deduced that these

2D islands experience an Ostwald ripening process which is controlled by anisotropic surface diffusion on terraces. The activation energy for mass transport on the terrace along $[-1, 1, 0, 1]$ direction is found to be 1.3 ± 0.1 eV. This work also demonstrates that mobile species are sensitive to the channelled structure of $(1, -1, 0, 2)$ sapphire terraces.

Finally, this analysis of the morphology evolution of non-equilibrium vicinal oxide surfaces from ex-situ AFM observations makes up a first attempt to provide insights on mechanisms involved in surface diffusion on oxide during annealing in air at $T \sim 0.5 T_{\text{melting}}$.

Acknowledgements

The authors acknowledge the technical support of C. Lubin, F. Thoyer and S. Foucquart. The AFM images presented in this work were processed with WSXM [39].

References

- [1] S. Kodambaka, S.-V. Khareb, I. Petrova, J.-E. Greenea, Surf. Sci. Rep. 60 (2006) 55. references therein.
- [2] W.-W. Pai, A.-K. Swan, Z. Zhang, J.-F. Wendelken, Phys. Rev. Lett. 79 (1997) 3210.
- [3] G.-S. Icking-Konert, M. Giesen, H. Ibach, Surf. Sci. 398 (1998) 37.
- [4] M. Giesen, G.-S. Icking-Konert, H. Ibach, Phys. Rev. Lett. 80 (1998) 552.
- [5] K. Morgenstern, G. Rosenfeld, G. Comsa, Phys. Rev. Lett. 76 (1996) 2113.
- [6] N.-C. Bartelt, W. Theis, R.-M. Tromp, Phys. Rev. B 54 (1996) 11741.
- [7] W. Theis, N. Bartelt, R. Tromp, Phys. Rev. Lett. 75 (1995) 3328.
- [8] B. Grossmann, P. Piercy, Phys. Rev. Lett. 74 (1995) 4487.
- [9] K.-F. McCarty, N.-C. Bartelt, Phys. Rev. Lett. 90 (2003) 046104.
- [10] A. Pimpinelli, J. Villain, Physics of Crystal Growth, Cambridge University Press, London, 1998.
- [11] U. Diebold, Surf. Sci. Rep. 48 (2003) 53.
- [12] K.-F. McCarty, N.-C. Bartelt, J. Cryst. Growth 270 (2004) 691.
- [13] M. Yoshimoto, T. Maeda, T. Ohnishi, H. Koinuma, O. Ishiyama, M. Shinohara, M. Kubo, R. Miura, A. Miyamoto, Appl. Phys. Lett. 67 (1995) 2615.
- [14] J.R. Heffelfinger, C. B Carter, Surf. Sci. 389 (1997) 88.
- [15] L. Pham-Van, O. Kurnosikov, J. Cousty, Surf. Sci. 411 (1998) 263.
- [16] P.R. Ribic, G. Bratina, Surf. Sci. 601 (2007) 44.
- [17] L.-M. Peng, J.T. Czernuszka, Surf. Sci. 243 (1991) 210.
- [18] Y. Kim, Tung Hsu, Surf. Sci. 275 (1992) 339.
- [19] Z.L. Wang, Surf. Sci. 271 (1992) 477.
- [20] Z.L. Wang, J. Bentley, Ultramicroscopy 39 (1991) 103.
- [21] G.-H. Lee, H. Aiyer, Solid State. Comm. 118 (2001) 441.
- [22] <<http://rsb.info.nih.gov/ij/plugins/watershed.html>>.
- [23] M. Giesen, Prog. Surf. Sci. 68 (2001) 1.
- [24] S.G. Kim, J.S. Yang, W.T. Kim, J. Am. Ceram. Soc. 89 (2006) 3194.
- [25] G. Renaud, Surf. Sci. Rep. 32 (1998) 1.
- [26] Th. Becker, A. Birkner, G. Witte, Ch. Wöll, Phys. Rev. B 65 (2002) 115401.
- [27] T.P. Trainor, P.J. Eng, G.E. Brown, I.K. Robinson, M. De Santis, Surf. Sci. 496 (2002) 238.
- [28] K. Morgenstern, E. Laegsgaard, I. Stensgaard, F. Besenbacher, Phys. Rev. Lett. 83 (1999) 1613.
- [29] M.-J. Rost, R. VanGastel, J.-W.-M. Frenken, Phys. Rev. Lett. 84 (2000) 1966.
- [30] J. Cousty, R. Peix, B. Perrailon, Surf. Sci. 107 (1981) 586.
- [31] T.T.T. Nguyen, L. Pham Van, J. Cousty, unpublished results.
- [32] M. Le Gall, B. Lesage, J. Bernardini, Phil. Mag. A 70 (1994) 761.
- [33] D. Prot, C. Monty, Phil. Mag. A 73 (1996) 899.
- [34] J. Rosen, M.-J. Schneider, K. Larsson, Solid State. Comm. 135 (2005) 90.
- [35] M.Yu. Lavrentiev, N.L. Allan, J.H. Harding, D.J. Harris, J.A. Purton, Comp. Mater. Sci. 36 (2006) 54.
- [36] H. Zhou, Y. Wang, L. Zhou, R.L. Headrick, A.S. Özcan, Y. Wang, G. Özyaydin, K.F. Ludwig Jr., D.P. Siddons, Phys. Rev. B 75 (2007) 155416.
- [37] M.J.J. Jak, A. van Kreuningen, J. Verhoeven, J.W.M. Frenken, Appl. Surf. Sci. 201 (2002) 161.
- [38] T.T.T. Nguyen, D. Bonamy, L. Pham Van, J. Cousty, L. Barbier, Submitted for publication.
- [39] I. Horcas, R. Fernandez, J.M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. Gomez-Herrero, A.M. Baro, Rev. Sci. Instrum. 78 (2007) 013705.

Scaling and universality in the kinetic smoothening of interfaces: Application to the analysis of the relaxation of rough vicinal steps of an oxide surface

T. T. T. NGUYEN^(a), D. BONAMY^(b), L. PHAN VAN, J. COUSTY and L. BARBIER

CEA, IRAMIS, SPCSI - 91191 Gif-sur-Yvette, France, EU

received 13 November 2009; accepted in final form 10 March 2010
published online 19 April 2010

PACS 05.70.Np – Interface and surface thermodynamics
PACS 64.60.Ht – Dynamic critical phenomena
PACS 68.35.Ct – Interface structure and roughness

Abstract – Relaxation of initially out-of-equilibrium rough interfaces in the presence of thermal noise is investigated using Langevin formalism. During thermal equilibration towards the well-known roughening regime, three scaling regimes observed over three successive ranges of length-scales are evidenced: thermal roughening (late stage) at small scales, transient smoothening at intermediate scales and remnant of the initial conditions at large scales. A generalization of the Family-Vicsek scaling is found for the smoothening regime. This approach allows interpreting a series of AFM images of sapphire surfaces showing the thermal evolution of initially rough step edges.

Copyright © EPLA, 2010

Roughening of growing surfaces and interfaces is a ubiquitous phenomenon in nature, ranging from wetting front [1,2], flame propagation [3,4], bacterial growth [5], fluid flows in porous media [6,7] and fracture [8–10], to cite a few. Extensive theoretical and experimental studies have shown that these very different systems follow morphological scaling properties at large scale that can be classified into few universality classes characterized by the values of scaling exponents [11]. In most cases, the dynamics can be described by a growth Langevin-type equation:

$$\frac{\partial h}{\partial t} = \Phi(\vec{\nabla}h) + \xi(\vec{x}, t), \quad (1)$$

where $h(\vec{x}, t)$ is the height of the interface at substrate location \vec{x} and time t , $\Phi(\vec{\nabla}h)$ is a function that defines a particular model, and ξ is a noise term. In the steady regime, where the interface fluctuations are statistically time invariant, the morphological scaling features of the surface can be characterized by computing the height-height correlation function $G(\Delta\vec{x}) = \langle (h(\vec{x} + \Delta\vec{x}) - h(\vec{x}))^2 \rangle$ that scales as $G(|\Delta\vec{x}|) \propto |\Delta\vec{x}|^\zeta$. The value of the so-called roughness exponent ζ is found to be the same in very different systems and depends

on the system dimension, the noise correlation, and the symmetry of $\Phi(\vec{\nabla}h)$, only [11].

Kinetic roughening from initially flat conditions has been widely investigated, both experimentally [12–15] and theoretically [16–19]. The time evolution $G(\Delta x, t)$ of the height-height correlation function was shown to obey the dynamic scaling:

$$G^{Rough}(\Delta x, t) = t^{2\beta_R} f(\Delta x/t^{1/z}), \quad (2)$$

$$\text{where } f(u) = \begin{cases} f_0 \times (u/u_0)^{2\zeta}, & \text{if } u \ll u_0, \\ f_0, & \text{if } u \gg u_0, \end{cases}$$

where β_R and z refer to the growth exponent and the dynamic exponent, respectively. Two distinct scaling are defined: i) Family-Vicsek scaling where the three exponents are related through $z = \zeta/\beta_R$ [16] and ii) anomalous scaling where this last relation is not fulfilled [18]. While the constants f_0 and u_0 depend on the precise form of Φ and ξ , the exponents ζ , z and β_R (or ζ and z only for Family-Vicsek scaling) allow to characterize entirely the universality class of the considered model.

Beyond this simple situation of perfectly smooth initial conditions (hardly relevant in experiments), initiating the growth (or smoothening) from various non-equilibrium initial conditions induces transient regimes that, as shown here, may exhibit also universal scaling properties, the

^(a)Present address: Département de mathématiques, EISTI - avenue du Parc, 95000 Cergy, France, EU.

^(b)E-mail: daniel.bonamy@cea.fr

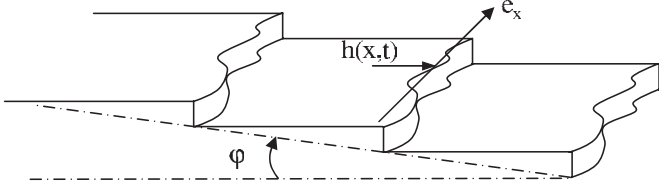


Fig. 1: Sketch and notations introduced in the text: the frame $\{\vec{e}_x, \vec{e}_y\}$ is chosen so that \vec{e}_x and \vec{e}_y are perpendicular and parallel to the mean step edges, respectively, φ denotes the angle between terrace and the mean surface plane.

analysis of which allows extracting valuable information on the system. In this respect, Bustingorry *et al.* [20–22] have recently considered the case of an interface driven out from its initial thermal equilibrium by modifying suddenly the working “temperature”, *i.e.* the variance of the noise term in eq. (1). They evidenced a complex aging dynamics reminiscent of glassy systems. Here, we consider the transient flattening regime from an initially highly rough surfaces, and derive an analytical solution for its dynamics. A new universal dynamic scaling applying far from equilibrium is evidenced. The predictions are then compared to experimental AFM images showing the thermal relaxation of initially rough sapphire surfaces. The time evolution of the step height correlation function can be perfectly reproduced and values of both the step stiffness and the atom hopping rate are deduced.

Specifically, we consider a vicinal surface as depicted in fig. 1 where i) the step density —controlled by the vicinal angle— is low enough so that step-step interaction can be neglected and ii) matter is not conserved along the steps. This situation corresponds to the one investigated experimentally and will allow for *quantitative* comparisons between model’s predictions and experiments. However, as will be discussed, the out-of-equilibrium scalings obtained thereafter appear to be generic and can be extended to other smoothing dynamics.

For the considered case (no step-step interaction, no matter conservation along steps), the time evolution of step profiles can be described by Langevin eq. (1) with [23–26]:

$$\Phi(\nabla h) = \nu \frac{\partial^2 h}{\partial x^2}, \quad \langle \xi(x, t) \xi(x', t') \rangle = D \delta(x - x') \delta(t - t'), \quad (3)$$

where $\nu = \Gamma \eta / kT$ and $D = 2\Gamma$, with Γ the atom hopping rate, η the stiffness of the step edge, T the temperature, and $\delta(u)$ the usual delta function. This equation is classically referred to as the one-dimensional Edward-Wilkinson (1d-EW) equation. To solve this equation analytically, we first discretize the step profile: $h_{n_x}(t) = h(x = n_x a_x, t)$ ($n_x = \{-N/2, \dots, N/2 - 1\}$ with a_x the lattice constant) and call $\tilde{h}_q(t) = (1/\sqrt{N}) \sum_{n_x} h_{n_x}(t) \exp(-2\pi i q \frac{n_x}{N})$ the x -discrete Fourier transform of h . The solution of eq. (1)

writes

$$\tilde{h}_q(t) = \exp\left(-\frac{4\pi^2}{a_x^2 N^2} \nu q^2 t\right) \times \left(\tilde{h}_q(0) + \int_0^t \tilde{\eta}_q(u) \exp\left(\frac{4\pi^2}{a_x^2 N^2} \nu q^2 u\right) du\right), \quad (4)$$

where $\tilde{\xi}_q(t)$ and $\tilde{h}_q(0)$ are the x -Fourier transform of $\xi(x, t)$ and of the initial step profile $h(x, 0)$, respectively. The complete time evolution of the spatial correlation function $G(\Delta x, t)$ is deduced:

$$G(\Delta x, t) = \frac{2D a_x N}{\pi^2 \nu} \sum_{q=1}^{N/2} \frac{1}{q^2} \left(1 - \exp\left(-\frac{8\pi^2}{a_x^2 N^2} \nu q^2 t\right)\right) \times \left(1 - \cos\left(2\pi \Delta x \frac{q}{a_x N}\right)\right) + \frac{4}{N} \sum_{q=1}^{N/2} |\tilde{h}_q(0)|^2 \exp\left(-\frac{8\pi^2}{a_x^2 N^2} \nu q^2 t\right) \times \left(1 - \cos\left(2\pi \Delta x \frac{q}{a_x N}\right)\right), \quad (5)$$

that separates into the sum of two terms:

$$G = G^{Rough}(\Delta x, t) + G^{Smooth}(\Delta x, t). \quad (6)$$

The first term, $G^{Rough}(\Delta x, t)$, describes the roughening of an initially flat step under the action of the thermal noise ξ and takes the dynamic scaling given by eq. (2) with 1d-EW exponents $\{\zeta = 1/2, \beta_R = 1/4, z = \zeta/\beta_R = 2\}$ and parameters $\{f_0 \propto D\nu^{-1/2}, u_0 \propto \nu^{1/2}\}$. The second term, $G^{Smooth}(\Delta x, t)$, describes the smoothing of the initial profile $h(y, t=0)$ due to the effective line tension ν in absence of thermal fluctuations. It is then the competition between the disorder in the initial front morphology and the elastic term that sets universal dynamic scaling in this latter case. Let us consider the case of an initially uncorrelated profile with zero average and σ_0^2 variance, the dynamics of which is described by the 1d-EW eq. (3). Then, $G^{Smooth}(\Delta x, t)$ is found to take the following scaling form:

$$G^{Smooth}(\Delta x, t) = t^{-2\beta_S} g(\Delta x/t^{1/z}), \quad (7)$$

$$\text{where } g(v) = \begin{cases} g_0 \times (v/v_0)^2, & \text{if } v \ll v_0, \\ g_0, & \text{if } v \gg v_0, \end{cases}$$

where the scaling exponents are $\beta_S = 1/4$ and $z = 2$, and the parameters v_0 and g_0 are given by $v_0 \propto \nu^{1/2}$ and $g_0 \propto \sigma_0^2 a_x \nu^{-1/2}$, respectively. Note the existence of an exponent of 2 at small scales, instead of 2ζ in the case kinetic roughening starting from initially flat conditions (eq. (2)). This dynamic scaling was directly confronted to direct simulation: starting at $t=0$ with an initial uncorrelated random front h_0 of 1024 points with zero average and unit variance, the time evolution of the profile $h(x, t)$ is computed over $t = 8192$ units by solving eq. (3) using i) a finite difference scheme (time step $\delta t = 0.1$) and ii) periodic boundary conditions ($h(0) = h(L)$). The

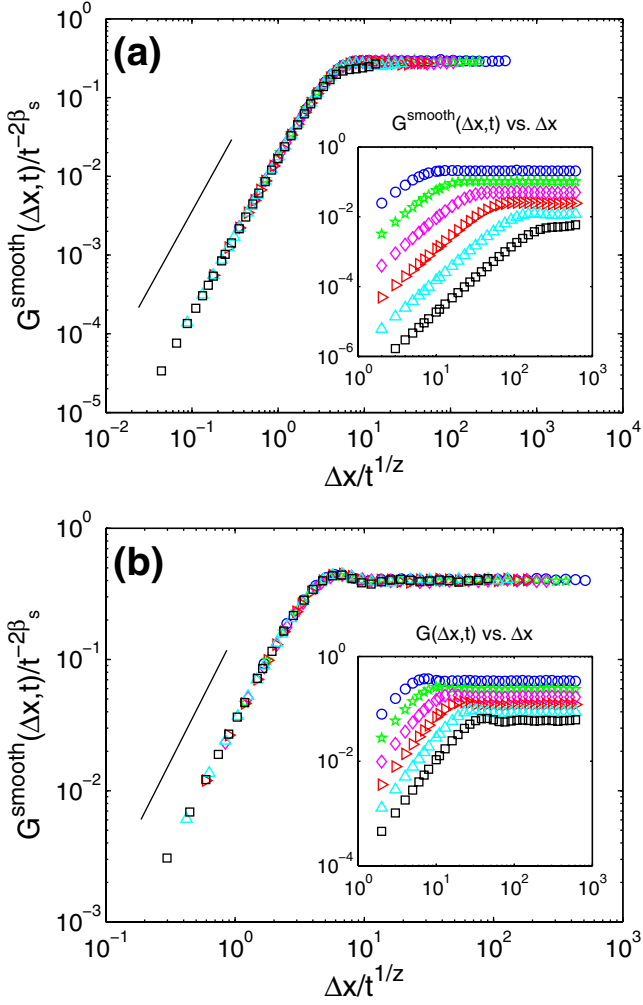


Fig. 2: (Colour on-line) Dynamic scaling of the height-height correlation function $G^{Smooth}(\Delta x, t)$ in the out-of-equilibrium smoothing regime for (a) EW equation (eq. (3)) with $\nu=1$, and (b) Langevin equation incorporating surface diffusion and conservative noise (eq. (9)) with $K=1$. The scaling exponents are found to be $\{z=2, \beta_S=1/2z=1/4\}$ in (a), and $\{z=4, \beta_S=1/2z=1/8\}$ in (b). In both cases, the axis are logarithmic and the straight plain lines correspond to power laws with an exponent of 2. The initial condition $h(t=0)$ is a rough uncorrelated profile of uniform distribution, zero average and $\sigma_0^2=1$ variance. The various symbols correspond to successive time steps, namely $t=2$ (\circ), $t=8$ (\star), $t=32$ (\diamond), $t=128$ (\triangleright), $t=512$ (\triangle), $t=2048$ (\square).

time evolution of the height-height correlation function $G(\Delta x, t)$ is then computed and averaged over 50 noise realizations for the initial profile h_0 . It is found to obey perfectly the dynamic smoothing scaling given by eq. (7) with $\beta_S=1/4$ and $z=2$ (fig. 2a), as expected.

Similar analytical development holds for any linear growth model, with conserved or not noise ξ , and yields eq. (7). The two scaling exponents β_S and z are found to be related through

$$\beta_S = \frac{1}{2z}. \quad (8)$$

This relation is analogue to Family-Viscek's one, $\beta_R = \zeta/z$, that intervenes in kinetic roughening from initially flat conditions (see eq. (2)). For instance, let us consider the situation of an initially rough profile that relaxes by diffusion along itself in presence of a conservative noise. Its dynamics is then described by a Langevin growth equation (eq. (1)) with [27]

$$\begin{aligned} \Phi(\nabla h) &= -K \frac{\partial^4 h}{\partial x^4}, \\ \langle \xi(x, t) \xi(x', t') \rangle &= D \frac{\partial}{\partial x} \delta(x - x') \delta(t - t'), \end{aligned} \quad (9)$$

As presented in fig. 2b, the numerical solutions of this stochastic equation are found to obey the kinetic smoothing scaling given by eqs. (7) and (8) with the dynamic exponent $z=4$ expected for linear conservative dynamics and conservative noise [11].

Scaling and relation given by eqs. (7) and (8) are also conjectured to hold in presence of a non-linear term, like in KPZ equation for instance. In this latter case, the dynamic exponent z that intervenes within the out-of-equilibrium smoothing regime (eqs. (7) and (8)) can be different from that in the standard Family-Viscek roughening scaling starting from initially flat conditions (eq. (7))¹.

Back to linear growth models, from the forms of $G^{Rough}(\Delta x, t)$ and $G^{Smooth}(\Delta x, t)$ — given by eq. (2) and eq. (7), respectively— the global behaviour of $G(\Delta x, t)$ is deduced (see footnote ¹). It is sketched in fig. 3. Depending on the time t , two cases can be distinguished:

- For small time $t \ll t_x$, the variation of the spatial correlation function $G(\Delta x, t)$ can be decomposed into three regimes. At small scales, thermal equilibrium is reached and $G^{Rough}(\Delta x, t)$ is the dominant term in $G(\Delta x, t)$. At medium and large scales, $G(\Delta x, t)$ results from the smoothing of the initial roughness and $G^{Smooth}(\Delta x, t)$ dominates:

$$\begin{aligned} \Delta x \ll \lambda(t), & \quad G(\Delta x, t) \propto \Delta x^{2\zeta}, \\ \lambda(t) \ll \Delta x \ll \xi(t), & \quad G(\Delta x, t) \propto t^{-2(\beta_S+1/z)} \Delta x^2, \\ \Delta x \gg \xi(t), & \quad G(\Delta x, t) \propto t^{-2\beta_S}, \end{aligned} \quad (10)$$

with $\lambda(t) \propto t^{(\beta_S+1/z)/(1-\zeta)}$ and $\xi(t) \propto t^{1/z}$.

- For large time $t \gg t_x$, the influence of the initial conditions $h(x, t=0)$ is not seen anymore. The spatial correlation function $G(\Delta x, t)$ is then given by $G^{Rough}(\Delta x, t)$ for all Δx with two power law regimes:

$$\begin{aligned} \Delta x \ll \xi(t), & \quad G(\Delta x, t) \propto \Delta x^{2\zeta}, \\ \Delta x \gg \xi(t), & \quad G(\Delta x, t) \propto t^{2\beta_R}, \end{aligned} \quad (11)$$

with $\xi(t) \propto t^{1/z}$.

¹Numerical simulations of KPZ equations reveal that the kinetic smoothing regime can be described using the scaling given by eq. (7) with an effective exponent $z=2$, and not the dynamic exponent $z=3/2$ that intervenes in the Family-Viscek scaling that characterizes the kinetic roughening at equilibrium.

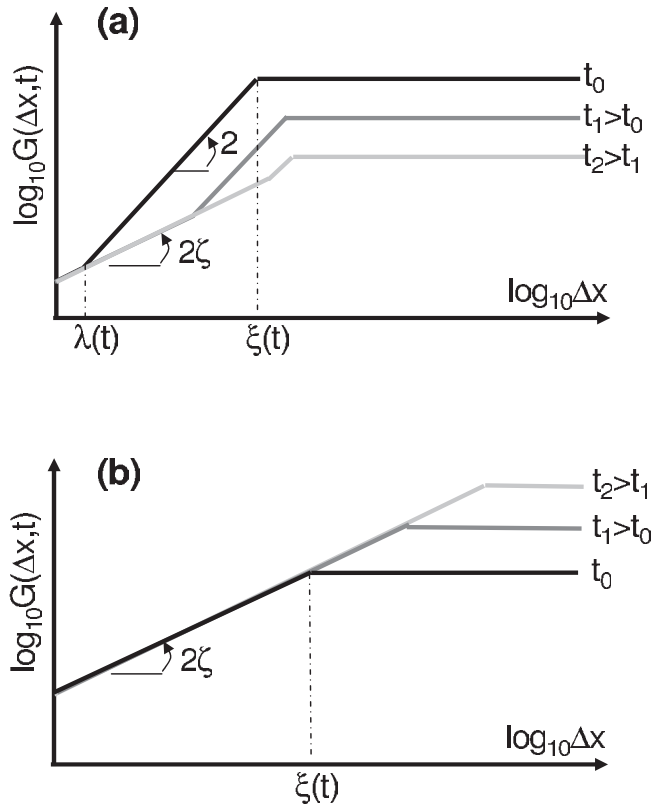


Fig. 3: Schematic illustration of the spatial correlation function describing the time evolution of a step profile starting from an initially uncorrelated profile $h(x, t=0)$ with zero average and σ_0^2 variance. (a) Smoothing regime observed for small times (see eq. (10)). (b) Roughening regime observed at large times (see eq. (11)).

The crossover t_\times between these two regimes is given by

$$t_\times = \left(\frac{g_0 v_0^2}{f_0 u_0^2} \right)^{1/2(\beta_R + \beta_S)}. \quad (12)$$

Equations (10), (11) and (12) allow to describe entirely the dynamic scaling of a one-dimensional interface described by a Langevin equation (eq. (1)) with any linear growth model Φ and conserved or not noise ξ . In the case of a vicinal step described by the 1d-EW eq. (3), t_\times can be related to σ_0 , D and ν : $t_\times = \sigma_0^2 a_x / D$.

To illustrate the validity and richness of the above approach, it is now applied to analyse AFM observations during the smoothening of vicinal surfaces of oxide surfaces. The samples studied here consist in square slabs of sapphire (Le Rubis S.A., 10 mm side, 0.2 mm thick) with a surface oriented close to the $(1, \bar{1}, 0, 2)$ -plane (misorientation $\simeq 0.06^\circ$). They present important technological interest as substrate for nanostructures, magnetic thin layers or giant magnetoresistance devices [28–30]. These surfaces are first chemo-mechanically polished to an optical grade, and carefully cleaned in an ultrasonic bath. As a result, one gets an out-of-equilibrium rough vicinal surface. A series of annealing in air (essential to maintain

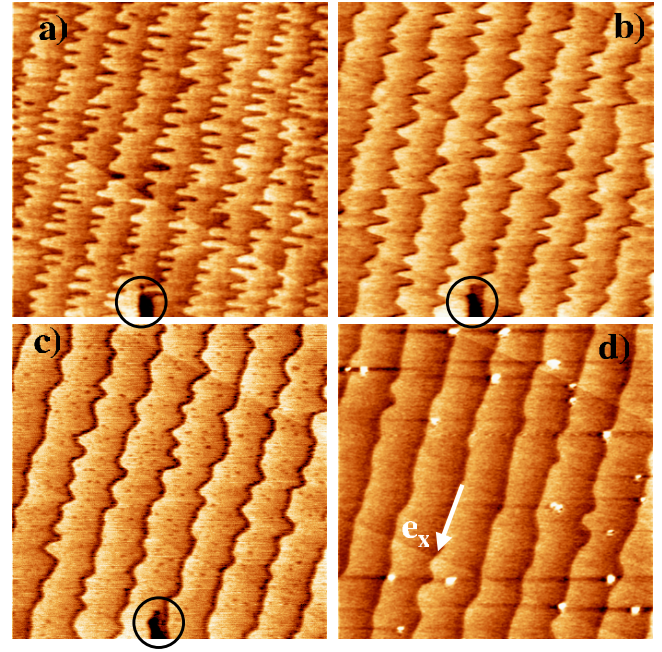


Fig. 4: (Colour on-line) $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ contact mode AFM images of the topography of a $(1\bar{1}02)$ vicinal surface of sapphire after a) 5400 s, b) 12600 s, c) 23400 s and d) 37800 s of annealing at 1273 K. The axis e_x coincides with the $[\bar{1}, 1, 0, 1]$ direction. Note the defect (black circles) in (a)–(c) that proves the accurate repositioning of the AFM tip between two successive annealing processes.

the surface stoichiometry) at constant temperature for increasing cumulated durations are then performed in an oven. After each annealing step, the sample is cooled down to room temperature (cooling rate of 30 K/min) and the vicinal surface is imaged via a Molecular Imaging Pico+ AFM in contact mode with gold coated Si_3N_4 cantilevers (0.58 N/m stiffness). Special attention was paid so that our setup allows for an accurate and reproducible positioning of the AFM tip onto the surface and allows to image *the very same* area after each annealing treatment (see, *e.g.*, [31] for details). This prevents dispersion due to local variations of the surface roughness.

Depending on the temperature T , two regimes can be observed. At low temperature $973 \text{ K} \leq T \leq 1173 \text{ K}$, the evolution of the surface morphology is governed by the coarsening of 2D islands through anisotropic Ostwald ripening during the experimental time. This regime was studied in a previous paper [31] and will not be discussed further. At high temperature $1173 \text{ K} \leq T \leq 1473 \text{ K}$, all the islands shrink up and overhangs in steps disappear rapidly, in less than one hour for $T = 1173 \text{ K}$. After this initial regime, the evolution of the surface morphology is governed by the smoothening of the vicinal steps.

AFM typical images of the vicinal surface taken after cumulated annealing time are presented in fig. 4. The meandering lines are the steps defining the terraces. Contrast enhancement, image analysis and edge detection allow measuring $h(m, x, t)$ and then computing

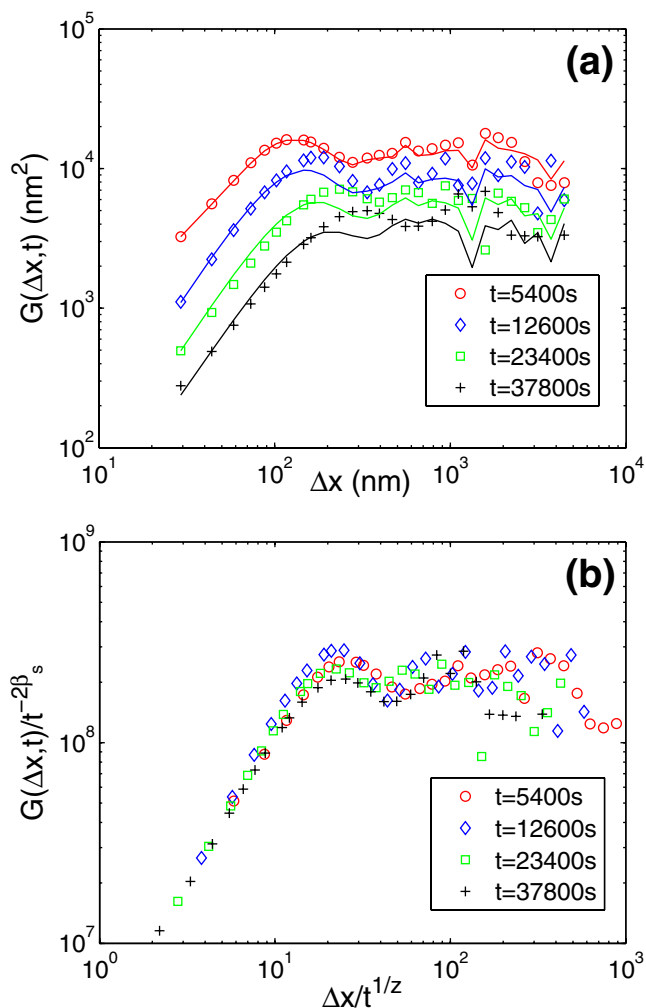


Fig. 5: (Colour on-line) (a) Spatial correlation function $G(\Delta x, t)$ of the step edges of the $(1\bar{1}02)$ alumina surface for various cumulative durations t of annealing at $T = 1273\text{ K}$. The axis are logarithmic. The symbols correspond to experiments while the continuous lines corresponds to the analytical expression given by eq. (5) with $\nu = 7.2 \times 10^{-2} \text{ nm}^2 \text{ s}^{-1}$ and $D = 5.3 \times 10^{-2} \text{ nm}^3 \text{ s}^{-1}$. (b) Collapse using eq. (7) with scaling exponents $\{z = 2, \beta_s = 1/2z = 1/2\}$.

$G(\Delta x, t) = \langle (h(m, x + \Delta x, t) - h(m, x, t))^2 \rangle_{m,x}$ where the average has been performed over all edges of a given image to improve the statistics. Note that the mean distance between two successive steps remains constant and pretty large ($\approx 750\text{ nm}$). This suggests that the morphological fluctuations of a given step are independent from the neighbouring ones, as assumed in the 1d-EW description (eqs. (1) and (3)).

The experimental correlation functions are plotted in fig. 5. They exhibit the scaling given by eq. (7) (inset of fig. 5) expected in the far-from-equilibrium smoothing regime. Initial conditions are set by the image taken at $t_0 = 5400\text{ s}$, the step profiles of which give the initial Fourier amplitudes $|\tilde{h}_q|^2(t_0)$. The subsequent experimental correlation functions are then fitted successfully using the

analytical expression (eq. (5)) (continuous lines in fig. 5). This provides a severe test in favor of the present extension of Langevin formalism to far out-of-equilibrium systems.

Note that the linear regime expected at thermal equilibrium is not apparent after more than 10 h annealing. From the fitted values $\nu = 7.2 \times 10^{-2} \text{ nm}^2 \text{ s}^{-1}$ and $D = 5.3 \times 10^{-2} \text{ nm}^3 \text{ s}^{-1}$ (fig. 5), the initial roughness $\sigma_0 \approx 100\text{ nm}$, and from the pixel size $a_x = 14.6\text{ nm}$ of the images, one estimates the time t_x to pass from the out-of-equilibrium smoothing regime to the equilibrium roughening regime: $t_x = \sigma_0^2 a_x / D \approx 32$ days. This makes this last regime difficult to observe experimentally and emphasizes all the importance of the out-of-equilibrium extension of the Langevin formalism to determine the physical parameters in oxide surfaces. This also means that the mechanisms of diffusion on the sapphire surface could be identified before those responsible for the atom mobility in bulk alumina [32].

In 1d Langevin linear growth models, the dynamic exponent z depends usually whether or not the dynamics and the noise are conservative (see [11] for review). In particular, $z = 4$ for linear conservative dynamics and conservative noise that is expected at the onset of active diffusion [33] and commonly observed in metallic surfaces [34]. Such a regime is not observed for the $(1, \bar{1}, 0, 2)$ sapphire surfaces investigated here. Two origins of these non-conservative processes can be invoked: i) the channeled structure of terraces which was shown to influence the Ostwald ripening at low T [31]. These channels parallel to $[\bar{1}, 1, 0, 1]$, *i.e.* roughly perpendicular to the step edge, make the mobility along the step edge difficult. As a result, atoms emitted from the step are diffusing onto the terraces then captured on one step at a different site (detachment/attachment mechanism). ii) The exchange of oxygen atoms, during annealing, with the surrounding atmosphere, evidenced by a different morphology of terraces after UHV annealing at 1273 K [35]. This makes the detailed extension of the present work to higher dimensions of high interest. It would also be important to see to which extent the scaling proposed here (eqs. (7), (10) and (11)) holds in presence of non-linear terms in the growth models (see footnote ¹). Work in this direction is currently under progress.

In conclusion, we have derived here an analytical solution for the dynamics of an initially out-of-equilibrium surface, described by a linear Langevin-like growth equation. For an initially uncorrelated random profile, the correlation functions during the smoothing phase exhibit a universal dynamic scaling (eq. (7)): in the intermediate regime, the correlation function scales with the distance with an exponent of 2 while at large distances, the correlation function remains a plateau. The time scaling exponents for the crossover is $1/z$ and $-2\beta_s$ for the plateau level, where z is the dynamic exponent and β_s relates to z through $\beta_s = 1/2z$. As for other critical systems, these two scaling exponents are function of the correlation range of the disorder. It is

then worth noting that in the smoothening process, the relevant disorder is set by the initial profile. In other words, *the initial conditions will define the universality class*. For example, it is interesting to consider the case on an initially self-affine profile $h(x, t=0)$ characterized by an initial roughness exponent ζ_0 . This situation is encountered in the evolution of a profile at thermal equilibrium T_0 after a thermal quenching at a new temperature T considered theoretically in [20–22] or starting from the various available morphologies reached after growth [36–38]. Then the universality class of the smoothening is a function of ζ_0 , and, *e.g.*, $z=2$ and $\beta_S = -\zeta_0/2$ in a smoothening process described by the 1d-EW equation (eq. (3)). As a consequence, the study of kinetic smoothening in experimental systems where the initial morphology can be varied opens interesting perspectives in the understanding of critical phenomena.

The authors thank the invaluable technical support of C. LUBIN, F. THOYER and S. FOUCQUART. Interesting discussions with S. BUSTINGORRY are also gratefully acknowledged.

REFERENCES

- [1] KARDAR M. and ERTAS D., *Phys. Rev. E*, **49** (1994) 2532.
- [2] MOULINET S., ROSSO A., KRAUTH W. and ROLLEY E., *Phys. Rev. E*, **69** (2004) 035103.
- [3] ZHANG J., ZHANG Y.-C., ALSTROM P. and LEVINSSEN M. T., *Physica A*, **189** (1992) 383.
- [4] MYLLYS M., MAUNUKSELA J., ALAVA M. J., ALANISSILA T. and TIMONEN J., *Phys. Rev. Lett.*, **84** (2000) 1946.
- [5] VICSEK T., CSERZÖ M. and HORVÁTH V. K., *Physica A*, **167** (1990) 315.
- [6] SAHIMI M., *Flow and Transport in Porous Media and Fractured Rock* (John Wiley and Sons, New York) 1995.
- [7] ALAVA M. J., DUBÉ M. and ROST M., *Adv. Phys.*, **53** (2004) 83.
- [8] HANSEN A., HINRICHSSEN E. L. and ROUX S., *Phys. Rev. Lett.*, **66** (1991) 2476.
- [9] BOUCHAUD E., *J. Phys: Condens. Matter*, **9** (1997) 4319.
- [10] BONAMY D., *J. Phys. D*, **42** (2009) 214014.
- [11] BARBARASI A. L. and STANLEY H. E., *Fractal Concepts in Surface Growth* (Cambridge University Press, Cambridge) 1995.
- [12] BALANKIN A. S. *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **96** (2006) 056101.
- [13] OMI H., KAGESHIMA H. and UEMATSU M., *Phys. Rev. Lett.*, **97** (2006) 016102.
- [14] MOREL S., BONAMY D., PONSON L. and BOUCHAUD E., *Phys. Rev. E*, **78** (2008) 016112.
- [15] CORDOBA-TORRES P., MESQUITA T. J., BASTOS I. N. and NOGUEIRA R. P., *Phys. Rev. Lett.*, **102** (2009) 055504.
- [16] FAMILY F. and VICSEK T., *J. Phys. A*, **18** (1985) L75.
- [17] KRUG J., *Phys. Rev. Lett.*, **72** (1994) 2907.
- [18] LOPEZ J. M., *Phys. Rev. Lett.*, **83** (1999) 4594.
- [19] ESCUDERO C., *Phys. Rev. Lett.*, **100** (2008) 116101.
- [20] BUSTINGORRY S., CUGLIANDOLO L. F. and DOMINGUEZ D., *Phys. Rev. Lett.*, **96** (2006) 027001.
- [21] BUSTINGORRY S., CUGLIANDOLO L. F. and IGUAIN J. L., *J. Stat. Mech.* (2007) P09008.
- [22] BUSTINGORRY S., *J. Stat. Mech.* (2007) P10002.
- [23] BARTELT N. C., GOLDBERG J. L., EINSTEIN T. L. and WILLIAMS E., *Surf. Sci.*, **273** (1992) 1.
- [24] MASSON L., BARBIER L., COUSTY J. and SALANON B., *Surf. Sci.*, **317** (1994) L1115.
- [25] BARBIER L., MASSON L., COUSTY J. and SALANON B., *Surf. Sci.*, **345** (1996) 197.
- [26] LE GOFF E., BARBIER L., MASSON L. and SALANON B., *Surf. Sci.*, **432** (1999) 139.
- [27] WOLF D. E. and VILLAIN J., *Europhys. Lett.*, **13** (1990) 389.
- [28] FUJII T. *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **66** (1989) 3168.
- [29] EERENSTEIN W., PALSTRA T. T. M., SAXENA S. S. and HIBMA T., *Phys. Rev. Lett.*, **88** (2002) 247204.
- [30] RAMOS A. V. *et al.*, *Phys. Rev. B*, **75** (2007) 224421.
- [31] NGUYEN T. T. T. *et al.*, *Surf. Sci.*, **602** (2008) 3232.
- [32] HEUER A. H., *J. Eur. Ceram. Soc.*, **28** (2008) 1495.
- [33] LE GOFF E., BARBIER L. and SALANON B., *Surf. Sci.*, **531** (2003) 337.
- [34] GIESEN M., *Prog. Surf. Sci.*, **68** (2001) 1.
- [35] NGUYEN T. T. T., PhD Thesis (2008).
- [36] FRISCH T. and VERGA A., *Phys. Rev. Lett.*, **96** (2006) 166104.
- [37] OMI H. *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **95** (2005) 216101.
- [38] HAMOUDA A. B. H., PIMPINELLI A. and PHANEUF R. J., *Surf. Sci.*, **602** (2008) 2819.

Origin and Tailoring of the Antiferromagnetic Domain Structure in α -Fe₂O₃ Thin Films Unraveled by Statistical Analysis of Dichroic Spectromicroscopy (X-Ray Photoemission Electron Microscopy) Images

Odile Bezenecet,^{1,*} Daniel Bonamy,¹ Rachid Belkhou,² Philippe Ohresser,² and Antoine Barbier^{1,†}

¹CEA, IRAMIS, SPCSI, F-91191 Gif sur Yvette, France

²Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers Saint-Aubin, B.P. 48, F-91192 Gif-sur-Yvette Cedex, France

(Received 20 August 2010; revised manuscript received 27 January 2011; published 7 March 2011)

The magnetic microstructure and domain wall distribution of antiferromagnetic α -Fe₂O₃ epitaxial layers is determined by statistical image analyses. Using dichroic spectromicroscopy images, we demonstrate that the domain structure is statistically invariant with thickness and that the antiferromagnetic domain structure of the thin films is inherited from the ferrimagnetic precursor layer one, even after complete transformation into antiferromagnetic α -Fe₂O₃. We show that modifying the magnetic domain structure of the precursor layer is a genuine way to tune the magnetic domain structure and domain walls of the antiferromagnetic layers.

DOI: 10.1103/PhysRevLett.106.107201

PACS numbers: 75.30.Gw, 75.30.Et, 75.70.Kw

Modern spintronics devices [1] are based on the use of a limited number of magnetic properties including ferromagnetic-antiferromagnetic (FM-AFM) interfacial exchange bias [2–5], spin torque currents [6], and domain wall motion [7,8] used, e.g., in race track memory cells [9]. Antiferromagnets are expected to play an active role in this generation of devices, but the investigation, observation, and tuning of their domains remains unchallenged because they do not carry any net external magnetic dipole moment. The nanoscale control of magnetic [10] and/or electric [11,12] domains in devices is of tremendous current interest because of the expected high industrial impact. Additionally, the magnetic domain microstructure in magnetic exchange coupled devices determines the level of electronic (Barkhausen) noise [13], originating from magnetic domain wall motion, which is detrimental to most magnetoresistive sensors [14]. The investigation and observation of AFM domains [4,15–18] has been made possible only recently by photoelectron microscopies. Nevertheless, the detailed description and manipulation of the microstructure of AFM domains, domain shape, and size distribution still remain in infancy. More generally, extracting global information from sets of samples with different histories requires the development of specific tools. Here we demonstrate, by using statistical physics methods applied to spectromicroscopy images [19], that the magnetic domain structure of an AFM thin film is inherited from the magnetic domain structure of the ferrimagnetic precursor layer that exists at small layer thicknesses, before the AFM spin ordering sets in, and remains unchanged afterwards, even after complete FM \rightarrow AFM transformation. Modifying the magnetic domain structure of the ferrimagnetic precursor layer appears as a new and promising route to tailor the magnetic domain structure of AFM layers having a ferro- or ferrimagnetic parent phase.

Our samples were hematite (α -Fe₂O₃) layers in the 2–30 nm thickness range, that is, below the probing depth of our analysis, grown on Pt(111) substrates. They were prepared by atomic-oxygen plasma-assisted molecular beam epitaxy with the substrate held at \sim 750 K and a deposition rate of 2 Å/min [20]. They have a number of crucial advantages: (i) Hematite layers can easily be cleaned after air exposure; (ii) Pt(111) single crystals promote high quality epitaxial thin film growth [21]; and (iii) metallic substrates provide an efficient way to overcome charge buildup effects induced otherwise by insulating hematite layers which hinder the use of electron-based techniques. Previous x-ray magnetic circular and linear dichroism (XMCD and XMLD) measurements revealed a ferrimagnetic γ -Fe₂O₃(111) layer with spinel structure up to a thickness of 3 nm, whereas pure AFM α -Fe₂O₃(0001), with corundum structure, is obtained above [20]. Both phases were not found to coexist for any sample. With respect to these properties our α -Fe₂O₃ films can be considered prototypical for corundum structured magnetic metal oxides.

High-resolution magnetic imaging experiments were performed on the Nanospectroscopy beam line at the ELETTRA synchrotron (Trieste, Italy) and the SIM beam line at the SLS synchrotron (Villigen, Switzerland), using an Elmitec GmbH commercial low-energy and photoemission electron microscope (LEEM-PEEM) [19]. The AFM micromagnetic spin structure of the hematite surface has been determined by taking advantage of the large XMLD effect associated with the Fe $L_{2,3}$ edges using vertical and horizontal polarized light [3]. In the XMLD-PEEM method, the electron yield difference between the two main multiplet lines (called, by convention, L_{2A} and L_{2B} with respect to increasing photon energies) is proportional to the scalar product of the AFM axis and the x-ray polarization vector [22]. When the linear polarization lies

in the surface plane of the sample, it enables one to essentially map the in-plane component of the AFM axis. The ferrimagnetic domain structure of γ -Fe₂O₃ was obtained by using circular dichroic images derived from incident right- and left-handed circularly polarized photons, exploiting the XMCD effect at the Fe L_3 edge [3,4].

Figures 1(a)–1(c) show typical x-ray photoemission electron microscopy (XPEEM) images of magnetic domains for three important layer thicknesses: 2.5 (γ -Fe₂O₃), 10, and 20 nm (α -Fe₂O₃), respectively. At first glance, although obtained through two different contrast methods (XMCD and XMLD), these three images seem closely similar. Quantitatively comparing different samples is difficult. Beyond this first observation, we have used a statistical approach to quantitatively characterize the morphology of these magnetic domains. Perimeter L and gyration radii R_g [23] of domains derived from images of Fe₂O₃ layers with different thicknesses are plotted as a function of their area A in Figs. 2(a) and 2(b), respectively. In both graphs, the curves obtained for various layer thicknesses below and above the FM to AFM transition are found to overlap almost perfectly without any rescaling factor. In other words, the domain morphology is shown to be statistically invariant with the layer thickness, independently of the magnetic spin ordering, as conjectured from the direct observation of the images in Fig. 1. This observation is not obvious since, for example, ferroelectric domains were reported to exhibit size dependence with layer thickness [12].

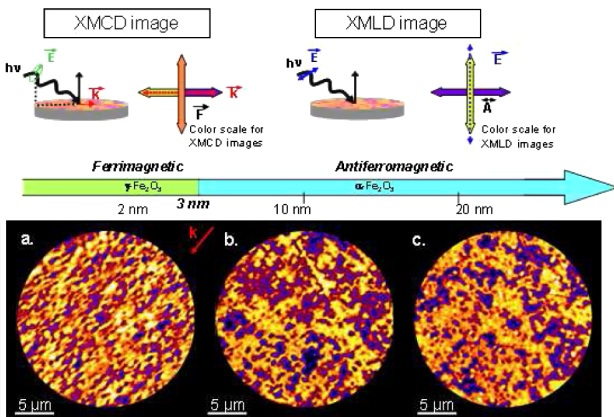


FIG. 1 (color online). 20 μm field of view XPEEM images recorded at the Fe $L_{2A,B}$ edge for different Fe₂O₃ film thicknesses: (a) 2 nm γ -Fe₂O₃; (b) 10 nm α -Fe₂O₃; (c) 20 nm α -Fe₂O₃. The incident x-ray beam was oriented at 74° with respect to the surface normal direction. The contrast mainly arises from ferrimagnetic domains in γ -Fe₂O₃ and from AFM domains in α -Fe₂O₃ using, respectively, XMCD and XMLD dichroic images at the Fe L_3 edge and the multiplet structure at the Fe L_2 edge, respectively. The upper panel of the figure illustrates the relationship between the contrast scale of the images and the in-plane projection of the ferrimagnetic axis \mathbf{F} (respectively, AFM axis \mathbf{A}) with the x-ray propagation direction \mathbf{k} (respectively, the photon polarization \mathbf{E}).

To increase the statistics and determine precisely the morphological scaling features of our system, we made use of the statistical invariance with layer thickness and gathered all the data into a single realization set. Domain perimeter L is found to scale as A^σ with a surface exponent $\sigma = 0.70 \pm 0.02$ over almost five decades [Fig. 2(b), inset]. Since these domains are dense objects, this noninteger exponent is attributed to self-affine scaling features of the boundary. Then, calling ζ the roughness exponent of the magnetic walls and ℓ a unit scale, we expect L to scale [24] as $\ell^{2-\zeta}$ and A as ℓ^2 . Consequently, L scales as $A^{\sigma=(2-\zeta)/2}$, which leads here to $\zeta = 0.60 \pm 0.04$. Such a roughness exponent is very close to the value $\zeta = 0.633$ predicted by the one-dimensional (1D) Kardar-Parisi-Zhang [25] equation with quenched noise which describes the evolution of an interface in a wide range of systems, e.g., propagation of combustion fronts [26], rupture of paper [27], or flow invasion in porous media [28]. Finally, the gyration radius R_g was found to scale as A^{1/d_f} with the fractal dimension

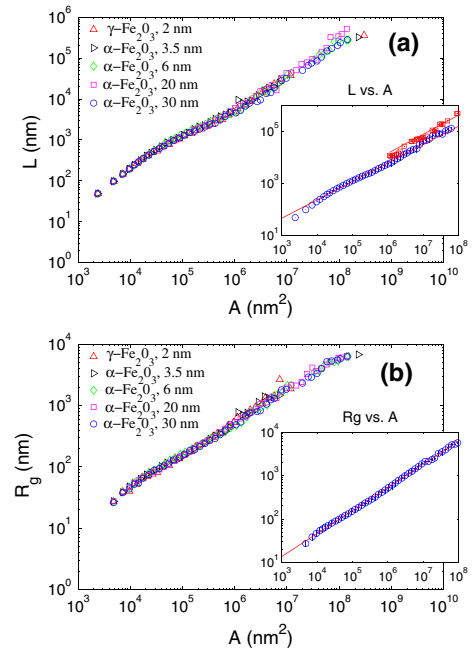


FIG. 2 (color online). Morphological features of the magnetic domains of Fe₂O₃ at various stages of the oxide layer growth: ferrimagnetic γ -Fe₂O₃ for thickness $t < 3$ nm and AFM α -Fe₂O₃, $t > 3$ nm. (a) Domain perimeters L versus domain area A . (b) Domain area A as a function of the domain gyration radius R_g . The axes are logarithmic. Insets in both graphs: Average curve over all thicknesses t . The power-law behavior (straight line) in the inset of (a) indicates self-affine domain walls with a roughness exponent $\zeta = 0.60 \pm 0.04$. A magnetic field of 2 T was applied to the 2 nm thick γ -Fe₂O₃ before the FM-AFM transition. The growth was then pursued up to a thickness of 10 nm. The corresponding data are plotted in red (upper line). The power-law behavior (straight line) in the inset of (b) indicates a fractal domain dimension $d_f = 1.89 \pm 0.02$. For both exponents, \pm indicates error bars for a 95% confident interval.

$d_f = 1.89 \pm 0.02$ over almost five decades. This value is very close to the fractal dimension $d_f = 91/48$ exhibited by connected clusters in the vicinity of the transition in the two-dimensional (2D) standard percolation theory [29].

To complete the statistical analysis of our images, we have computed the distributions of the domains area A , perimeter L , and gyration radius R_g (Fig. 3). As for the morphological analysis presented in the preceding paragraph, no effect of the layer thickness was evidenced [Fig. 3(a), main]. This allows gathering all the data to increase the statistics. All these quantities were found to be power-law distributed with an exponential cutoff, the characteristic scale which sets the upper limit of scale invariant morphological features. The exponents τ , β , and α corresponding to A , L , and R_g , respectively, were found to be $\tau = 1.25 \pm 0.04$, $\beta = 1.24 \pm 0.09$, and $\alpha = 1.59 \pm 0.24$. It should be emphasized that these exponents are related: Since A scales as $R_g^{d_f}$, $P(A)$ decreases as $A^{-\tau}$, the distribution $P(R_g)$ goes as $R_g^{-[1-d_f(1-\tau)]}$, and therefore $\alpha = 1 - d_f(1 - \tau)$. A similar argument allows

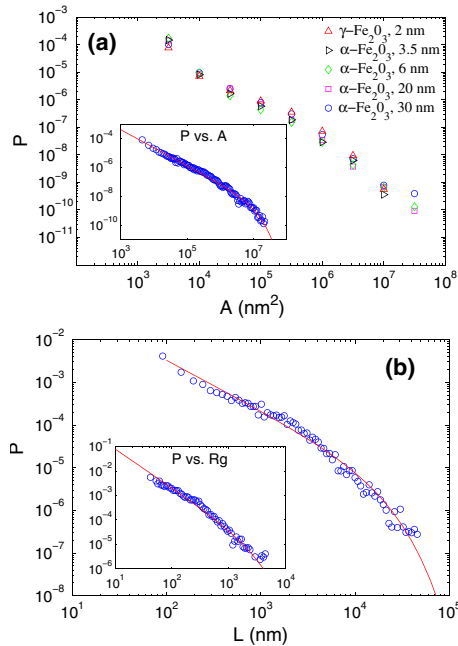


FIG. 3 (color online). (a) Main: Probability density function P of the domain area A at various stages of the oxide layer growth: ferrimagnetic $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ for thickness $t < 3$ nm and AFM $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ $t > 3$ nm. Inset: The same curve obtained after having gathered all available data, independently of t , so that the statistics is increased. (b) Probability density function P of the domain perimeter L (main) and gyration radius R_g (inset) obtained on the gathered data. The red lines in (a), main, (b), main, and (b), inset correspond to fits $P(A) \propto A^{-\tau} \exp(-A/A_0)$, $P(L) \propto L^{-\beta} \exp(-L/L_0)$, and $P(R_g) \propto R_g^{-\alpha} \exp(-R_g/R_{g0})$, respectively, with $\tau = 1.25 \pm 0.04$, $\beta = 1.24 \pm 0.09$, and $\alpha = 1.59 \pm 0.24$, and $A_0 = 8.1 \pm 1.1 \times 10^6$ nm², $L_0 = 1.40 \pm 0.39 \times 10^4$ nm, and $R_{g0} = 2.3 \pm 1.4 \times 10^3$ nm, respectively, where all error bars stand for a 95% confident interval.

one to link β and τ : $\beta = (\tau - \zeta/2)/(1 - \zeta/2)$. These two relations are perfectly fulfilled, indicating a good quality of our statistic data. Hence, the knowledge of a single exponent—say, τ —is sufficient to describe the distribution of the A , L , and R_g .

Figures 2 and 3 fully characterize the distributions and the morphology of the magnetic domains and their boundaries in our system for various thicknesses. The perfect overlap of all the curves demonstrates that the domain structure in the AFM phase is (i) statistically invariant with the layer thickness and (ii) identical to the one of the parent ferrimagnetic phase. The first result is highly nontrivial: In FM layers, the mean domain size is known to increase as the square root of the layer thickness [30], and this behavior has been suggested to be more general since recent experiments reveal a similar scaling in AFM BiFeO₃ films [12]. The second result suggests that the AFM and ferrimagnetic domain structures are closely linked. To confirm experimentally this conjecture, we applied a saturating magnetic field of 2 T to the 2 nm thick $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ layer before the FM-AFM transition. The growth was then pursued with the sample left in a remanent state up to a thickness of 10 nm. From the partial demagnetization process, one expects the smaller domains to disappear. XPEEM imaging [Fig. 4(c)] and statistical analysis were carried out. The resulting variation of the perimeter as a function of the domains area is plotted (in red) in Fig. 2(a). The exponent σ remains unchanged, but the prefactor *increases* significantly, shifting the curve in logarithmic scales from the merged curves obtained in all previous situations. This definitively demonstrates experimentally that the AFM domain structure of Fe₂O₃ is inherited from the FM parent layer. The absence of FM parent phases in perovskites like BiFeO₃ films [12] is also consistent with this analysis.

Different magnetic treatments were tested during growth. Figure 4 presents the corresponding XMLD XPEEM images. A 2 nm thick ferrimagnetic $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ layer was grown and exposed to a demagnetization process [Fig. 4(a)] or to a saturating magnetic field [Fig. 4(c)] prior the addition of 11 nm of Fe₂O₃ grown without a magnetic

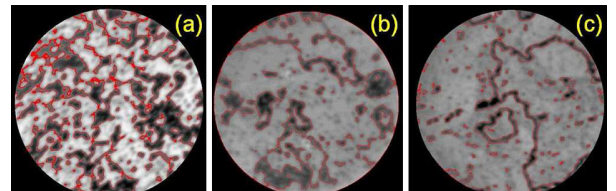


FIG. 4 (color online). AFM domain structure of a 13 nm thick $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Pt}(111)$ film having experienced different magnetic histories during growth. The field of view is 20 μm . At 2 nm thickness (a) was demagnetized (without air exposure) by using 40 cycles in a magnetic field of ± 15 mT and (c) was exposed during 10 minutes to a 2 T saturating magnetic field. Sample (b) was grown without a magnetic field. Straight lines highlight the domain boundaries.

field. Compared to an unmodified layer [Fig. 4(b)] grown without exposure to a magnetic field, demagnetization obviously breaks up the magnetic domains, and magnetic saturation promotes larger domains. Importantly, the resulting domain structure is not linked to crystalline parameters. Although magnetic exchange coupling may have a role in the transmission of magnetic domain configuration, the coexistence of FM and AFM layers is here not required. This property may be used to tune the magnetic structure and the domain wall configuration of an AFM layer in spintronics devices [31] without requiring any additional patterning process [10].

It is now worth discussing the values of the various experimentally measured exponents σ , d_f , ζ , and τ . The morphological scaling features of clusters of aligned spins were computed through Monte Carlo simulations in 2D Ising models [32] and 2D random field Ising models [33] below the critical temperature. The exponents σ and d_f were found to be $\sigma = 0.68 \pm 0.04$ and $d_f = 1.90 \pm 0.06$ in both models, i.e., very close to the ones observed experimentally here. Moreover, it was shown that the propagation of the domains walls in random field Ising models can be described by the 1D Kardar-Parisi-Zhang equation with quenched noise [34]. In this respect, the values of σ , d_f , and ζ characterizing the morphology of the magnetic domain structure in Fe_2O_3 thin films appear natural in the ferrimagnetic phase. On the other hand, it was unexpected that these models would apply to the AFM phase observed here for thicknesses larger than 3 nm. This is a direct consequence of the morphological inheritance from the ferrimagnetic parent layer. It appears as a general behavior of thin AFM films: Applying the same statistical approach to characterize previously published PEEM images of 40 nm thick LaFeO_3 films leads to $d_f = 1.90 \pm 0.02$ and $\zeta = 0.58 \pm 0.04$, i.e., similar exponents [3]. Let us finally mention that the value of $\tau = 1.25 \pm 0.04$ obtained here is significantly smaller than the $\tau = 2.05 \pm 0.04$ observed in 2D Ising models [32] but compatible with observations performed in 2D random field Ising models where τ is found to decrease with the strength of the disorder in the magnetic structure [35].

In summary, the statistical characterization of XPEEM images allowed us to determine the origin of the AFM domain structure in $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. It is properly dictated by the domain structure of the parent ferrimagnetic $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ phase. Any modification of this parent domain structure reflects on the final AFM layer, independently of its thickness. This suggests a new and promising route to tailor the magnetic domain wall configuration of AFM thin films having ferro- or ferrimagnetic parent phases that are major components of modern spintronic devices.

We are grateful to the SLS-SIM and ELETTRA-Nanospectroscopy beam line (FRB) staffs whose efficient efforts have made these experiments possible. The research leading to these results has received funding from the European Community Seventh Framework Program

(FP7/2007-2013). We thank Luc Barbier for many fruitful discussions and reading the manuscript.

*Present address: THALES Research and Technology France, 1, avenue Augustin Fresnel, F-91767 Palaiseau cedex, France.

†Corresponding author.
abarbier@cea.fr

- [1] C. Chappert, A. Fert, and F. N. V. Dau, *Nature Mater.* **6**, 813 (2007).
- [2] H. Magnan *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **105**, 097204 (2010).
- [3] F. Nolting *et al.*, *Nature (London)* **405**, 767 (2000).
- [4] A. Scholl *et al.*, *Science* **287**, 1014 (2000).
- [5] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, *Phys. Rev.* **102**, 1413 (1956).
- [6] L. Thomas *et al.*, *Nature (London)* **443**, 197 (2006).
- [7] S. Urazhdin and N. Anthony, *Phys. Rev. Lett.* **99**, 046602 (2007).
- [8] L. Thomas, R. Moriya, C. Rettner, and S. P. Parkin, *Science* **330**, 1810 (2010).
- [9] S. P. Parkin, M. Hayashi, and L. Thomas, *Science* **320**, 190 (2008).
- [10] Y. Takamura *et al.*, *Nano Lett.* **6**, 1287 (2006).
- [11] Y. H. Chu *et al.*, *Nano Lett.* **9**, 1726 (2009).
- [12] G. Catalan *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **100**, 027602 (2008).
- [13] H. Barkhausen, *Phys. Z.* **20**, 401 (1919).
- [14] O. G. Shpyrko *et al.*, *Nature (London)* **447**, 68 (2007).
- [15] O. Hellwig *et al.*, *Nature Mater.* **2**, 112 (2003).
- [16] M. Sato and A. J. Sievers, *Nature (London)* **432**, 486 (2004).
- [17] W. Kuch *et al.*, *Nature Mater.* **5**, 128 (2006).
- [18] M. Bode *et al.*, *Nature Mater.* **5**, 477 (2006).
- [19] E. Bauer, *Rep. Prog. Phys.* **57**, 895 (1994).
- [20] A. Barbier *et al.*, *Phys. Rev. B* **72**, 245423 (2005).
- [21] A. Barbier *et al.*, *Mater. Sci. Eng. B* **144**, 19 (2007).
- [22] S. Brice-Profeta *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.* **288**, 354365 (2005).
- [23] The gyration radius is defined here as $R_g = \langle (x - \langle x \rangle)^2 + (y - \langle y \rangle)^2 \rangle^{1/2}$, where the average $\langle \rangle$ is taken over the positions (x, y) of all pixels belonging to the considered domain.
- [24] J. Feder, *Fractals* (Plenum, New York, 1988).
- [25] M. Kardar, G. Parisi, and Y. C. Zhang, *Phys. Rev. Lett.* **56**, 889 (1986).
- [26] J. Maunuksela *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 1515 (1997).
- [27] J. Kertesz, V. K. Horvath, and F. Weber, *Fractals* **1**, 67 (1993).
- [28] S. V. Buldyrev *et al.*, *Phys. Rev. A* **45**, R8313 (1992).
- [29] D. Stauffer and A. Aharony, *Introduction to Percolation Theory* (Taylor & Francis, London, 1992), 2nd ed.
- [30] A. M. Bataille *et al.*, *Phys. Rev. B* **74**, 155438 (2006).
- [31] O. Bezencenet, D. Bonamy, and A. Barbier, U.S. Patent No. WO2010055238 (2010).
- [32] J. L. Cambier and M. Nauenberg, *Phys. Rev. B* **34**, 8071 (1986).
- [33] J. L. Cambier and M. Nauenberg, *Phys. Rev. B* **34**, 7998 (1986).
- [34] P. Devillard and H. Spohn, *Europhys. Lett.* **17**, 113 (1992).
- [35] J. Esser, U. Nowak, and K. D. Usadel, *Phys. Rev. B* **55**, 5866 (1997).

ANNEXE B. SÉLECTION DE CINQ PUBLICATIONS

Bibliographie

- [1] B. Lawn. *Fracture of brittle solids*. Cambridge University Press, 1993.
- [2] E. W. Taylor. Plastic deformation of optical glass. *Nature*, 163 :323, 1949.
- [3] A. Perriot, D. Vandembroucq, E. Barthel, V. Martinez, L. Grosvalet, C. Martinet, and B. Champagnon. Raman microspectroscopic characterization of amorphous silica plastic behavior. *Journal of the American Ceramic Society*, 89 :596–601, 2006.
- [4] H. Ji, V. Keryvin, T. Rouxel, and T. Hammouda. Densification of window glass under very high pressure and its relevance to vickers indentation. *Scripta Materialia*, 55 :1159, 2006.
- [5] A. A. Griffith. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transaction of the Royal Society of London*, A221 :163, 1920.
- [6] H. Scholze. *Le Verre*. Institut du Verre, Paris, 1980.
- [7] F. Célarié, S. Prades, D. Bonamy, L. Ferrero, E. Bouchaud, C. Guillot, and C. Marlière. Glass breaks like metal but at the nanometer scale. *Physical Review Letters*, 90 :075504, 2003.
- [8] F. Celarié, S. Prades, D. Bonamy, A. Dickel, E. Bouchaud, C. Guillot, and C. Marlière. Surface fracture of glassy materials as detected by real-time atomic force microscopy (afm) experiments. *Appl. Surf. Scien.*, 212 :92–96, 2003.
- [9] C. Marlière, S. Prades, F. Célarié, D. Dalmas, D. Bonamy, C. Guillot, and E. Bouchaud. Crack fronts and damage in glass at the nanometre scale. *Journal of Physics Condensed Matter*, 15 :S2377–S2386, 2003.
- [10] S. Prades, D. Bonamy, D. Dalmas, E. Bouchaud, and C. Guillot. Nano-ductile crack propagation in glasses under stress corrosion : spatiotemporal evolution of damage in the vicinity of the crack tip. *Int. J. Sol. Struct.*, 42 :637–645, 2005.
- [11] D. Bonamy, S. Prades, C. L. Rountree, L. Ponson, D. Dalmas, E. Bouchaud, K. Ravi-Chandar, and C. Guillot. Nanoscale damage during fracture in silica glass. *Int. J. Fract.*, 140 :3–14, 2006.
- [12] D. Bonamy, S. Prades, L. Ponson, D. Dalmas, C. L. Rountree, E. Bouchaud, and C. Guillot. Experimental investigation of damage and fracture in glassy materials at the nanometer scale. *Int. J. Prod. Tech.*, 26 :339–353, 2006.
- [13] M. Y. He, M. R. Turner, and A. G. Evans. Analysis of the double cleavage drilled compression specimen for interface fracture energy measurements over a range of mode mixities. *Acta Metall. Mater.*, 43 :3453, 1995.
- [14] D. Francois, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux, volume II : viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*. Hermes, 1993.
- [15] J. P. Guin and S. M. Wiederhorn. Fracture of silicate glasses : Ductile or brittle? *Physical Review Letters*, 92 :215502/1–4., 2004.
- [16] L. Van Brutzel, C. L. Rountree, R. K. Kalia, A. Nakano, and P. Vashishta. Dynamic fracture mechanisms in nanostructured and amorphous silica glasses million-atom molecular dynamics simulations. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 703 :V3.0.1–V3.9.6, 2002.

BIBLIOGRAPHIE

- [17] C. L. Rountree, R. K. Kalia, E. Lidorikis, A. Nakano, L. Van Brutzel, and P. Vashishta. Atomistic aspects of crack propagation in brittle materials : Multimillion atom molecular dynamics simulations. *Annual Review of Materials Research*, 32 :377–400, 2002.
- [18] S. M. Wiederhorn. Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 50 :407–414, 1967.
- [19] S. M. Wiederhorn and L. H. Boltz. Stress corrosion and static fatigue of glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 53 :543–548, 1970.
- [20] J. P. Guin and S. M. Wiederhorn. Surfaces formed by subcritical crack growth in silicate glasses. *International Journal of Fracture*, 140 :15–26, 2006.
- [21] J. M. Lopez-Cepero, S. M. Wiederhorn, T. Fett, and J. P. Guin. Do plastic zones form at crack tips in silicate glasses? *International Journal of Materials Research*, 98 :1170–1176, 2007.
- [22] K. Han and M. Ciccotti and S. Roux. Measuring nanoscale stress intensity factors with an atomic force microscope. *EPL*, 89 :66003, 2010.
- [23] D. Hull. *Fractography : Observing, Measuring and Interpreting Fracture Surface Topography*. Cambridge University Press, 1999.
- [24] B. B. Mandelbrot, D. E. Passoja, and A. J. Paullay. Fractal character of fracture surfaces of metals. *Nature*, 308 :721–722, 1984.
- [25] E. Bouchaud, G. Lapasset, and J. Planès. Fractal dimension of fractured surfaces : A universal value? *Europhysics Letters*, 13, 1990.
- [26] K. J. Måløy, A. Hansen, E. L. Hinrichsen, and S. Roux. Experimental measurements of the roughness of brittle cracks. *Physical Review Letters*, 68 :213–215, 1992.
- [27] E. Bouchaud. Scaling properties of cracks. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 9 :4319–4344, 1997.
- [28] V. Y. Millman, N. A. Stelmashenko, and R. Blumenfeld. Fracture surfaces : a critical review of fractal studies and a novel morphological analysis of scanning tunneling microscopy measurements. *Progress in Materials Science*, 38 :425–474, 1994.
- [29] S. Morel, T. Lubet, J.-L. Pouchou, and J.-M. Olive. Roughness analysis of the cracked surfaces of a face centered cubic alloy. *Physical Review Letters*, 93(6) :065504, Aug 2004.
- [30] P. Daguerre, B. Nghiem, E. Bouchaud, and F. Creuzet. Pinning and depinning of crack fronts in heterogeneous materials. *Physical Review Letters*, 78 :1062–1065, 1997.
- [31] M. Hinojosa, E. Reyes-Melo, C. Guerra, V. González, and U. Ortiz. Scaling properties of slow fracture in glass : from deterministic to irregular topography. *International Journal of Fracture*, 151 :81–93, 2008.
- [32] S. Morel, J. Schmittbuhl, J. M. Lopez, and G. Valentin. Anomalous roughening of wood fractured surfaces. *Physical Review E*, 58 :6999–7005, 1998.
- [33] J. Weiss. Fracture and fragmentation of ice : A fractal analysis of scale invariance. *Engineering Fracture Mechanics*, 68 :1975–2012, 2002.
- [34] J. M. Boffa, C. Allain, and J. P. Hulin. Experimental analysis of fracture rugosity in granular and compact rocks. *European Physical Journal-Applied Physics*, 2 :281–289, 1998.
- [35] J.-M. Boffa, C. Allain, and J.-P. Hulin. Experimental analysis of self-affine fractured rock surfaces through shadow length measurements. *Physica A*, 278 :65–86, 2000.
- [36] L. Ponson, H. Auradou, M. Pessel, V. Lazarus, and J.-P. Hulin. Failure mechanisms and surface roughness statistics of fractured fontainebleau sandstone. *Physical Review E*, 76 :036108, 2007.
- [37] G. Mourou, S. Morel, E. Bouchaud, and G. Valentin. Anomalous scaling of mortar fracture surfaces. *Physical Review E*, 71 :016136–1–016136–7, 2005.
- [38] L. Ponson, H. Auradou, P. Vié, and J.-P. Hulin. Low self-affine exponents of fractured glass ceramics surfaces. *Physical Review Letters*, 97 :125501, 2006.

- [39] L. Ponson. Crack propagation in disordered materials : how to decipher fracture surfaces. *Annales de Physique*, 32 :1, 2007.
- [40] E. Bouchbinder, I. Procaccia, and S. Sela. Disentangling scaling properties in anisotropic fracture. *Physical Review Letters*, 95 :255503, 2005.
- [41] P. Ebert, M. Feuerbacher, N. Tamura, M. Wollgarten, and K. Urban. Evidence for a cluster-based structure of aipdmn single quasicrystals. *Physical Review Letters*, 77(18) :3827–3830, Oct 1996.
- [42] J. J. Ammann and E. Bouchaud. Characterization of self-affine surfaces from 3d digital reconstruction. *European Physical Journal Applied Physics*, 4 :133–142, 1998.
- [43] D. Bonamy. Intermittency and roughening in the failure of brittle heterogeneous materials. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 42 :214014, 2009.
- [44] E. Bouchaud, D. Boivin, J.-L. Pouchou, D. Bonamy, B. Poon, and G. Ravichandran. Fracture through cavitation in a metallic glass. *EPL*, 83 :66006, 2008.
- [45] L. Ponson, D. Bonamy, and E. Bouchaud. 2d scaling properties of experimental fracture surfaces. *Physical Review Letters*, 96 :035506, 2006.
- [46] L. Ponson, D. Bonamy, H. Auradou, G. Mouro, S. Morel, E. Bouchaud, C. Guillot, and J-P. hulin. Anisotropic self-affine properties of experimental fracture surfaces. *International Journal of Fracture*, 140 :27–37, 2006.
- [47] L. Ponson, D. Bonamy, and E. Bouchaud. Method and system for determining the propagation path of at least one crack from one or more fracture surfaces created by said crack(s). *Patent Application 11/311,280*, 2005.
- [48] L. Ponson, D. Bonamy, and L. Barbier. Cleaved surface of i-aldpmn quasicrystals : Influence of the local temperature elevation at the crack tip on the fracture surface roughness. *Physical Review B*, 74 :184205, 2006.
- [49] A.-L. Barabasi and H. E. Stanley. *Fractal concepts in surface growth*. Cambridge University Press, 1995.
- [50] D. Bonamy, L. Ponson, S. Prades, E. Bouchaud, and C. Guillot. Scaling exponents for fracture surfaces in homogeneous glass and glassy ceramics. *Physical Review Letters*, 97 :135504, 2006.
- [51] E. Bouchbinder, I. Procaccia, S. Santucci, and L. Vanel. Fracture surfaces as multiscaling graphs. *Physical Review Letters*, 96(5) :055509, Feb 2006.
- [52] D. Dalmas, A. Lafarge, and D. Vandembroucq. Crack propagation through phase separated glasses : effect of the characteristic size of disorder. *Physical Review Letters*, 101 :255501, 2008.
- [53] S. Morel, D. Bonamy, L. Ponson, and E. Bouchaud. Transient damage spreading and anomalous scaling in mortar crack surfaces. *Physical Review E*, 78(1 Pt 2) :016112, Jul 2008.
- [54] Y. Termonia and P. Meakin. Formation of fractal cracks in a kinetic fracture model. *Nature*, 320 :429–431, 1986.
- [55] G. C. Batrouni and A. Hansen. Fracture in three-dimensional fuse networks. *Physical Review Letters*, 80 :325–328, 1998.
- [56] V. I. Raisanen, E. T. Seppala, M. J. Alava, and P.M. Duxbury. Quasistatic cracks and minimal energy surfaces. *Physical Review Letters*, 80 :329–332, 1998.
- [57] S. Zapperi, P. K. V V Nukala, and S. Simunovic. Crack roughness and avalanche precursors in the random fuse model. *Physical Review E*, 71(2 Pt 2) :026106, Feb 2005.
- [58] P. K. V. V. Nukala, S. Zapperi, and S. Simunovic. Crack surface roughness in three-dimensional random fuse networks. *Physical Review E*, 74(2 Pt 2) :026105, Aug 2006.
- [59] A. Hansen, H. Hinrichsen, and S. Roux. Roughness of crack interfaces. *Physical Review Letters*, 66(19) :2476–2479, May 1991.
- [60] J. P. Bouchaud, E. Bouchaud, G. Lapasset, and J. Planès. Models of fractal cracks. *Physical Review Letters*, 71 :2240–2243, 1993.

BIBLIOGRAPHIE

- [61] S. Ramanathan, D. Ertas, and D. S. Fisher. Quasistatic crack propagation in heterogeneous media. *Physical Review Letters*, 79 :873, 1997.
- [62] A. Hansen and J. Schmittbuhl. Origin of the universal roughness exponent of brittle fracture surfaces : Stress weighted percolation in the damage zone. *Physical Review Letters*, 90 :045504, 2003.
- [63] H. Gao and J. R. Rice. A first order perturbation analysis on crack trapping by arrays of obstacles. *Journal of Applied Mechanics*, 56 :828, 1989.
- [64] J. Schmittbuhl, S. Roux, J. P. Vilotte, and K. J. Måløy. Interfacial crack pinning : effect of nonlocal interactions. *Physical Review Letters*, 74 :1787–1790, 1995.
- [65] H. Larralde and R. C. Ball. The shape of slowly growing cracks. *Europhysics Letters*, 30 :87–92, 1995.
- [66] G. R. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24 :361, 1957.
- [67] E. Orowan. Energy criteria of fracture. *The Welding Journal Research Supplement*, 34 :157–160, 1955.
- [68] L. B. Freund. *Dynamic Fracture Mechanics*. Cambridge University Press, 1990.
- [69] R. V. Gol'dstein and R. Salganik. Brittle fracture of solids with arbitrary cracks. *International journal of Fracture*, 10 :507–523, 1974.
- [70] E. Sommer. Formation of fracture lances in glass. *Engineering Fracture Mechanics*, 1 :539–546, 1969.
- [71] L. Bisen and K. ravi Chandar. Criterion for initiation of cracks under mixed-mode i plus iii loading. *Intern*, 165 :175, 2010.
- [72] H. J. Gao and J. R. Rice. Shear stress intensity factors for a planar crack with slightly curved front. *ASME Journal of Applied Mechanics*, 53 :774, 1986.
- [73] V. Lazarus, J.-B. Leblond, and S. E. Mouchrif. Crack front rotation and segmentation in mixed mode i plus iii or i+ii+iii. part i : Calculation of stress intensity factors. *Journal of the Physics and Mechanics of Solids*, 49 :1399–1420, 2001.
- [74] V. Lazarus, J.-B. Leblond, and S. E. Mouchrif. Crack front rotation and segmentation in mixed mode i plus iii or i+ii+iii. part ii : Comparison with experiments. *Journal of the Physics and Mechanics of Solids*, 49 :1421–1443, 2001.
- [75] A. J. Pons and A. Karma. Helical crack-front instability in mixed-mode fracture. *Nature*, 464 :7285, 2010.
- [76] J.-B. Leblond, A. Karma, and V. lazarus. Theoretical analysis of crack front instability in mode i+iii. *Jour*, 59 :1872, 2011.
- [77] A. B. Movchan, H. Gao, and J. R. Willis. On perturbations of plane cracks. *International Journal of Solids and Structures*, 26 :3419–3453, 1998.
- [78] D. Ertas and M. Kardar. Critical dynamics of contact line depinning. *Physical Review E*, 49 :R2532, 1994.
- [79] P. Chauve, P. Le Doussal, and K. J. Wiese. Renormalization of pinned elastic systems : how does it work beyond one loop ? *Physical Review Letters*, page 1785, 2001.
- [80] A. Rosso and W. Krauth. Roughness at the depinning threshold for a long-range elastic string. *Physical Review E*, 65 :25101, 2002.
- [81] O. Duemmer and W. Krauth. Depinning exponents of the driven long-range elastic string. *Journal of Statistical Mechanics*, 1 :01019, 2007.
- [82] J. P. Sethna, K. A. Dahmen, and C. R. Myers. Crackling noise. *Nature*, 410 :242–250, 2001.
- [83] A. Garcimartin, A. Guarino, L. Bellon, and S. Ciliberto. Statistical properties of fracture precursors. *Physical Review Letters*, 79 :3202–3205, 1997.

- [84] S. Santucci, L. Vanel, and S. Ciliberto. Subcritical statistics in rupture of fibrous materials : Experiments and model. *Physical Review Letters*, 93 :095505, 2004.
- [85] J. Koivisto, J. Rosti, and M. J. Alava. Creep of a fracture line in paper peeling. *Physical Review Letters*, 99 :145504, 2007.
- [86] B. Gutenberg and C. F. Richter. *Seismicity of the earth and associated phenomena*. Princeton University Press, 1954.
- [87] T. Utsu. Representation and analysis of the earthquake size distribution : A historical review and some new approaches. *Pure and Applied Geophysics*, 155 :509–535, 1999.
- [88] M. Adda-Bedia, E. Katzav, and D. Vandembroucq. Second-order variation in elastic fields of a tensile planar crack with a curved front. *Physical Review E*, 73 :035106, 2006.
- [89] D. Bonamy, S. Santucci, and L. Ponson. Crackling dynamics in material failure as the signature of a self-organized dynamic phase transition. *Physical Review Letters*, 101 :045501, 2008.
- [90] L. Ponson and D. Bonamy. Crack propagation in brittle heterogeneous solids : Material disorder and crack dynamics. *International journal of Fracture*, 62 :121, 2010.
- [91] J. S. Urbach, R. C. Madison, and J. T. Markert. Interface depinning, self-organized criticality, and the barkhausen effect. *Physical Review Letters*, 75 :276–279, 1995.
- [92] G. Durin and S. Zapperi. Scaling exponents for barkhausen avalanches in polycrystalline and amorphous ferromagnets. *Physical Review Letters*, 84 :4705–4708, 2000.
- [93] J. F. Joanny and P.-G. de Gennes. A model for contact-angle hysteresis. *Journal of Chemical Physics*, 81 :552–562, 1984.
- [94] D. Bonamy and E. Bouchaud. Failure of heterogeneous materials : A dynamic phase transition? *Physics Report*, 498 :1–44, 2011.
- [95] S. Santucci, M. Grob, R. Toussaint, J. Schmittbuhl, A. Hansen, and K.-J. Maloy. Fracture roughness scaling : A case study on planar cracks. *EPL*, 92 :44001, 2010.
- [96] K. J. Måløy, S. Santucci, J. Schmittbuhl, and R. Toussaint. Local waiting time fluctuations along a randomly pinned crack front. *Physical Review Letters*, 96 :045501, 2006.
- [97] M. Grob, J. Schmittbuhl, R. Toussaint, L. Rivera, S. Santucci, and K. J. Måløy. Quake catalogs from an optical monitoring of an interfacial crack propagation. *Pure and Applied Geophysics*, 166 :777–799, 2009.
- [98] L. Laurson, S. Santucci, and S. Zapperi. Avalanches and clusters in planar crack front propagation. *Physical Review E*, 81 :046116, 2010.
- [99] E. Bouchaud. The morphology of fracture surfaces : A tool for understanding crack propagation in complex materials. *Surface Review and Letters*, 10 :797–814, 2003.
- [100] J. Schmittbuhl and A. Hansen. Roughness of interfacial crack fronts : stress-weighted percolation in the damage zone. *Physical Review Letters*, 90 :045505, 2003.
- [101] S. Roux, D. Vandembroucq, and F. Hild. Effective toughness of heterogeneous brittle materials. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 22 :743–749, 2003.
- [102] Y. Charles, D. Vandembroucq, F. Hild, and S. Roux. Material-independent crack arrest statistics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52 :1651–1669, 2004.
- [103] K. Ravi-Chandar. Dynamic fracture of nominally brittle materials. *International Journal of Fracture*, 90 :83–102, 1998.
- [104] J. Fineberg and M. Marder. Instability in dynamic fracture. *Physics Report*, 313 :1–108, 1999.
- [105] J. R. Rice. 1st-order variation in elastic fields due to variation in location of a planar crack front. *Journal of Applied Mechanics*, 52 :571–579, 1985.
- [106] V. Lazarus. Brittle fracture and fatigue propagation paths of 3d plane cracks under uniform remote tensile loading. *International Journal of Fracture*, 122 :23–46, 2003.

BIBLIOGRAPHIE

- [107] L. Legrand, S. Patinet, J.-B. Leblond, J. Frelat, V. Lazarus, and D. Vandembroucq. Coplanar perturbation of a crack lying on the mid-plane of a plate, *int. j. frac.*, 170, 1, 67 (2011) (site). *Inte*, 170 :1, 2011.
- [108] V. Lazarus. Perturbation approaches of a planar crack in linear elastic fracture mechanics : A review. *Journal of th*, 59 :121, 2011.
- [109] S. Ramanathan and D. S. Fisher. Dynamics and instabilities of planar tensile cracks in heterogeneous media. *Physical Review Letters*, 79 :877, 1997.
- [110] E. Bouchaud, J. P. Bouchaud, D. S. Fisher, S. Ramanathan, and J. R. Rice. Can crack front waves explain the roughness of cracks? *Journal of the Physics and Mechanics of Solids*, 50 :1703–1725, 2002.
- [111] J. W. Morrissey and J. R. Rice. Crack front waves. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 :467–487, 1998.
- [112] J. W. Morrissey and J. R. Rice. Perturbative simulations of crack front waves. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48 :1229–1251, 2000.
- [113] E. Sharon, G. Cohen, and J. Fineberg. Propagating solitary waves along a rapidly moving crack front. *Nature*, 410 :68–71, 2001.
- [114] B. Yang and K. Ravi-Chandar. Crack path instabilities in a quenched glass plate. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 42 :91–130, 2001.
- [115] D. Bonamy and K. Ravi-Chandar. Dynamic crack response to a localized shear pulse perturbation in brittle amorphous materials : on crack surface roughening. *International Journal of Fracture*, 134 :1–22, 2005.
- [116] J. Carlsson, L. Dahlberg, and F. Nilsson. Experimental studies of the unstable phase of crack propagation in metals and polymers. In G. C. Sih, editor, *Dynamic crack propagation*, pages 165–181. Noordhoff International Publishing, Leyden, 1973.
- [117] D. Holland and M. Marder. Ideal brittle fracture of silicon studied with molecular dynamic. *Physical Review Letters*, 80 :746–749, 1998.
- [118] D. Bonamy and K. Ravi-Chandar. Interaction of shear waves and propagating cracks. *Physical Review Letters*, 91 :235502, 2003.
- [119] H. Wallner. Linenstrukturen an bruchflächen. *Z. Phys.*, 114 :368–378, 1939.
- [120] S. Gross, J. Fineberg, M. Marder, W. D. McCormick, and H. L. Swinney. Acoustic emission from rapidly moving crack. *Physical Review Letters*, 71 :3162–3165, 1993.
- [121] J. F. Boudet, S. Ciliberto, and V. Steinberg. Dynamics of crack propagation in brittle materials. *J. Phys. II France*, 6 :1493–15, 1996.
- [122] E. Sharon, G. Cohen, and J. Fineberg. Crack front waves and the dynamics of a rapidly moving crack. *Physical Review Letters*, 88(8) :085503, Feb 2002.
- [123] H. Bergkvist. Some experiments on crack motion and arrest in polymethylmethacrylate. *Engineering Fracture Mechanics*, 6 :621–626, 1974.
- [124] J. Fineberg, S. P. Gross, M. Marder, and H. L. Swinney. Instability in dynamic fracture. *Physical Review Letters*, 67 :457–460, 1991.
- [125] J. Fineberg, S. P. Gross, M. Marder, and H. L. Swinney. Instability in the propagation of fast cracks. *Phys Rev. B*, pages 5146–5154, 1992.
- [126] E. Sharon and J. Fineberg. Confirming the continuum theory of dynamic brittle fracture for fast cracks. *Nature*, 397 :333–335, 1999.
- [127] M. Adda-Bedia, R. Arias, M. Ben-Amar, and F. Lund. Dynamic instability of brittle fracture. *Physical Review Letters*, 82 :2314–2317, 1999.
- [128] P. Gumbsch, S. J. Zhou, and B. L. Holian. Molecular dynamics investigation of dynamic crack stability. *Physical Review B*, 55 :3445, 1997.

- [129] H. Henry and H. Levine. Dynamic instabilities of fracture under biaxial strain using a phase field model. *Physical Review Letters*, 93 :105504, 2004.
- [130] E. Bouchbinder, J. Mathiesen, and I. Procaccia. Branching instabilities in rapid fracture : Dynamics and geometry. *Physical Review E*, 71 :056118, 2005.
- [131] R. Spatschek, M. Hartmann, E. Brener, H. Muller-Krumbhaar, and 015502 (2006) K. Kassner 96. Phase field modeling of fast crack propagation. *Physical Review Letters*, 2006 :015502, 96.
- [132] H. Henry. Study of the branching instability using a phase field model of inplane crack propagation. *EPL*, 83 :16004, 2008.
- [133] J. F. Kalthoff, S. Winkler, and J. Beinert. Dynamical stress intensity factors for arresting cracks in dbc specimens. *International Journal of Fracture*, 12 :317, 1976.
- [134] A. J. Rosakis, J. Duffy, and L. B. Freund. The determination of dynamic fracture toughness of aisi 4340 steel by the shadow spot method. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 32 :443–16, 1984.
- [135] C. Fond and R. Schirrer. Dynamic fracture surface energy values and branching instabilities during rapid crack propagation in rubber toughened pmma. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris*, 329 :195, 2001.
- [136] J. Scheibert, C. Guerra, F. Célarié, D. Dalmas, and D. Bonamy. Brittle/quasi-brittle transition in the dynamic fracture of nominally brittle materials : An energetic signature. *Physical Review Letters*, 104 :045501, 2010.
- [137] K. Ravi-Chandar and W. G. Knauss. An experimental investigation into dynamic fracture-ii microstructural aspects. *International Journal of Fracture*, 25 :65–80, 1984.
- [138] K. Ravi-Chandar and B. Yang. On the role of microcracks in the dynamic fracture of brittle materials. *Journal of Physics and Mechanics of Solids*, 45 :535–563, 1997.
- [139] V. R. Regel. O mekhanizme kheupkogo razusheniya plastmass. *Zhurnal Tekhnicheskoi Fiziki*, 21 :287–303, 1951.
- [140] Smekal. Zum bruchvorgang bei sprodem stoffverhalten unter ein- and mehrachsigen beanspruchungen. *Osterr. Ing. Arch*, 7 :49–70, 1953.
- [141] D. G. Holloway. The fracture of glass. *Physics Education*, 3 :317–322, 1968.
- [142] J. A. Kies and A. M. Sullivan and G. R. Irwin. Interpretation of fracture markings. *Journal of Applied Physics*, 21 :716–720, 1950.
- [143] G. R. Irwin and J. A. Kies. Fracturing and fracture dynamics. *Welding Journal Research Supplement*, 31 :95–100, 1952.
- [144] A. Rabinovitch, G. Belizovsky, and D. Bahat. Origin of mist and hackle patterns in brittle fracture. *Phy*, 61 :14968, 2000.
- [145] C. Guerra, J. Scheibert, D. Bonamy, and D. Dalmas. Understanding fast macroscale fracture from microscale post-mortem patterns. submitted.
- [146] P. D. Washabaugh and W. Knauss. A reconciliation of dynamic crack velocity and rayleigh wave speed in isotropic brittle solids. *Inte*, 65 :97–114, 1994.
- [147] K. Ravi-Chandar. *Dynamic Fracture*. Elsevier Ltd, 2004.
- [148] D. E. Moore and D. A. Lockner. The role of microcracking in shear-fracture propagation in granite. *Journal of Structural Geology*, 17 :95, 1995.
- [149] S. Pradhan, A. Hansen, and B. K. Chakrabarti. Failure processes in elastic fiber bundles. *Review of Modern Physics*, 82 :499, 2010.
- [150] M. J. Alava, P. K. V. V. Nukala, and S. Zapperi. Statistical models of fracture. *Advances in Physics*, 55 :349–476, 2006.
- [151] S. Zapperi, A. Vespignani, and H. E. Stanley. Plasticity and avalanche behaviour in microfracturing phenomena. *Nature*, 388 :658–660, 1997.

BIBLIOGRAPHIE

- [152] M. J. Alava, P. K. V. V. Nukala, and S. Zapperi. Role of disorder in the size scaling of material strength. *Physical Review Letters*, 100(5) :055502, Feb 2008.
- [153] F. Kun, H. A. Carmona, J. S. Andrade, and H. J. Herrmann. Universality behind basquin's law of fatigue. *Physical Review Letters*, 100 :094301, 2008.