



HAL
open science

Analyse multiéchelle des mécanismes de déformation du sel gemme par mesures de champs surfaciques et volumiques

Ababacar Gaye

► **To cite this version:**

Ababacar Gaye. Analyse multiéchelle des mécanismes de déformation du sel gemme par mesures de champs surfaciques et volumiques. Matériaux. Université Paris-Est, 2015. Français. NNT : 2015PESC1053 . tel-01260084

HAL Id: tel-01260084

<https://pastel.hal.science/tel-01260084>

Submitted on 21 Jan 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.

THESE

Pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université Paris-Est
Spécialité : Mécanique

par

Ababacar GAYE

Ecole Doctorale : SCIENCES, INGÉNIERIE ET ENVIRONNEMENT

Analyse multi-échelle des mécanismes de déformation du sel gemme par mesures de champs surfaciques et volumiques

Laboratoire NAVIER

Thèse soutenue le 20 Mars 2015

JURY

Rapporteurs	M. Stéphane Roux	Ecole Normale Supérieure Cachan
	M. Eric Maire	INSA Lyon
Examineurs	M. Nicolas Rupin	EDF R&D
	M. David Mainprice	Université Montpellier 2
Directeur de thèse	M. Karam Sab	Ecole des Ponts ParisTech
Co-encadrants de thèse	M. Michel Bornert	Ecole des Ponts ParisTech
	M. Alexandre Dimanov	Ecole Polytechnique
Invitée	Mme Eva Héripuré	Ecole Polytechnique

THESE

Pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université Paris-Est
Discipline : Mécanique

par

Ababacar GAYE

Ecole Doctorale : SCIENCES, INGÉNIERIE ET ENVIRONNEMENT

**Analyse multi-échelle des mécanismes de déformation du
sel gemme par mesures de champs surfaciques et
volumiques**

Thèse soutenue le 20 Mars 2015

Laboratoire NAVIER

Remerciements

Je remercie profondément tous les membres de mon jury d'avoir accepté de rapporter et d'examiner mes travaux. Je remercie le président de mon jury M. David Mainprice pour ses questions pertinentes et la vision extérieure qu'il a apporté à mes travaux de thèses. Mes remerciements vont ensuite aux rapporteurs de mes travaux, à savoir Messieurs Stéphane Roux et Eric Maire. Vous avez commenté mes travaux avec attention et patience. Vos remarques et corrections ont été d'une utilité extraordinaire. Un remerciement particulier à Stéphane Roux que j'ai eu comme professeur dans le cadre de mon master MAGIS à l'ENS de Cachan. Il fait partie des Professeurs qui m'ont initié aux techniques de corrélations d'images. Je ne peux que me réjouir du fait qu'il ait accepté de juger mes travaux. J'en suis très fier.

J'en profite aussi pour remercier tous mes professeurs de master qui m'ont donné goût à la mécanique des matériaux en général.

Je remercie également M. Nicolas Rupin d'avoir accepté d'examiner mon travail. Sa vision pragmatique d'industriel m'a permis de mieux expliciter et synthétiser certaines parties de ce manuscrit. Ces remarques ont été pertinentes et très utiles. Je voudrais aussi remercier très sincèrement Mme Eva Hériprié d'avoir accepté l'invitation à être membre de mon jury. Merci pour la lecture complète de mon manuscrit ainsi que les corrections apportées. Je voudrais aussi te remercier pour l'aide apportée pour les expériences MEB au laboratoire LMS (Ecole Polytechnique) ainsi que pour l'encadrement de la partie MEB de cette thèse.

Ce travail n'aurait jamais pu aboutir sans le soutien et l'aide de certains. Parmi ces personnes, je vais commencer par mes encadrants Michel Bornert et Alexandre Dimanov. Michel a été la première personne que j'ai eu à rencontrer, c'était l'été de l'année 2011 au laboratoire Navier (Ecole des Ponts et Chaussées). Tu m'as présenté et proposé ce sujet de thèse. Je me rappelle que tu m'avais présenté les premières "jolies" cartes de champs de déformation obtenues sur du sel synthétique sollicité en compression uniaxiale. J'ai été rapidement charmé par les résultats et l'intérêt micromécanique de l'étude expérimentale que j'aurai à mener durant ces futures trois années de thèse. C'est vrai que j'étais jeune et insouciant à l'époque. T'avoir comme encadrant principal a été un atout hors norme. Ceci, grâce à ta rigueur et ton esprit critique ainsi que le recul que tu as sur le domaine. J'ai pu apprendre beaucoup de choses avec toi. J'e t'en remercie énormément. L'aide et le soutien de mon deuxième encadrant Alexandre

qu'on appelait familièrement Alex a été incontournable. Tu m'as présenté les premières manipulations portant sur l'élaboration du matériau au laboratoire LMS. Tu as pu me donner goût à l'expérimentation alors qu'initialement j'étais plus intéressé par le calcul numérique. Ton éternelle bonne humeur et tes blagues ont permis de détendre l'environnement durant les moments les plus difficiles comme lors des expériences exténuantes au synchrotron (ESRF et Soleil). Tes conseils ont été très utiles pour la mise en place des plans d'expérience lors de mes travaux de thèse.

Je voudrais aussi remercier mes encadrants pour l'autonomie qu'ils m'ont donnée et la confiance qu'ils ont eue en moi durant ces trois de thèse. Ceci a été très agréable !

Je voudrais aussi remercier mon directeur de thèse M. Karam Sab, qui est le directeur du laboratoire Navier, pour m'avoir accueilli au laboratoire et pour tous les conseils durant cette thèse.

Du côté Navier, je remercie l'ensemble de l'équipe multiéchelle Navier, en particulier les ingénieurs de recherche Nicolas et Patrick avec qui j'ai fait les expériences de microtomographie aux rayons X du laboratoire. Je remercie également Camille et Jean-François pour leur aide. Je remercie aussi Sébastien pour l'initiation aux plugins sous ImageJ.

Je remercie aussi le personnel administratif de l'équipe mutiéchelle et particulièrement Rachida et Marie. Merci de m'avoir beaucoup allégé les tâches administratives. Je voudrais aussi remercier Mme Blanchemanche de l'école doctorale pour sa réactivité durant ma thèse. Je ne peux oublier de remercier Mme Rivière de la bibliothèque de l'école des Ponts pour sa disponibilité.

Un grand remerciement à ma "team" de Navier (constitué de vrais amis) qui m'a beaucoup épaulé durant les moments difficiles. Il s'agit de : Abdessamad, Raphael, Anne Laure, Géraldine, Francis, Nicolaine, Nam nghia et Thanh Tung. Merci pour les bons moments passés ensemble. Je voudrais aussi remercier Laurent et Nicolas pour les moments de sports partagés à la salle de musculation. Je remercie mes voisins chercheurs de l'aile V Navier : Matthieu, Sabine et Gilles. Je voudrais remercier les collègues de Kepler que je ne peux pas tous citer ici pour les matchs de foot sympathiques passés ensemble.

Je remercie aussi mon stagiaire Quentin qui m'a aidé à dépouiller quelques résultats d'expériences au synchrotron ESRF.

Du côté du laboratoire LMS, je voudrais remercier profondément les ingénieurs MEB, Alexandre et Simon pour leur aide et leurs conseils de microscopistes expérimentés. Je remercie également Mathieu et David qui m'ont précédé dans l'étude du comportement du sel gemme. Ils ont travaillé respectivement sur le polycristal et le monocristal de sel dans le cadre du projet ANR micronasel. Je vous remercie de m'avoir donné des astuces et techniques d'élaboration et d'observation sous MEB d'échantillons de sel synthétique. Mais aussi de m'avoir aidé durant les expériences de microtomographie aux rayons X au synchrotron ESRF.

Je remercie également le chercheur du LMS Jean Raphanel pour toutes les discussions et échanges fructueux que j'ai eu à avoir avec lui.

Je remercie également l'infatigable ingénieur Hakim pour son aide lors des expériences au synchrotron (ESRF et Soleil) mais aussi pour son soutien moral ainsi que pour les bons moments passés ensemble tout au long de la thèse.

Je remercie également les membres de l'équipe de foot du LMS (les MecanoSanguinaires) composés de doctorants et post doctorants. La liste est longue mais je ne peux oublier de citer Armel et Bassem.

Je remercie aussi Mme Joly du secrétariat LMS pour son aide administrative.

Je voudrais remercier Wolfgang et Nicola (ESRF) ainsi que Andrew (Soleil) pour leur aide et implication lors des expériences de microtomographie aux rayons X synchrotron.

Je vais clore cette partie en remerciant ma femme Camille qui a fait preuve de patience et de persévérance durant ces longues années de thèse. Tu m'as épaulé durant les phases les plus difficiles. Ta patience a été rudement mise à l'épreuve en particulier durant la phase de rédaction de ce manuscrit.

Je dédie ce travail à mes parents et à l'adorable petit David Modou...

Résumé

Dans ce travail est proposée une méthodologie générale de micromécanique expérimentale multi-échelle des polycristaux. Elle a été appliquée dans le cas d'un polycristal de sel gemme, qui en plus d'avoir des applications industrielles de stockage d'énergie et de déchets, constitue un matériau modèle de micromécanique présentant une déformation plastique aussi bien à l'ambiante qu'à chaud. La déformation ductile à l'échelle de la microstructure opère par la plasticité cristalline intra-granulaire traditionnelle, mais aussi des mécanismes de déformation inter-granulaires, tels que le glissement aux joints de grains. Nous avons dans un premier temps quantifié précisément la part de chacun de ces mécanismes locaux dans la déformation macroscopique du sel en se basant sur la technique de corrélation d'images numériques (CIN), obtenues au cours d'un essai de compression uni-axiale in-situ dans la chambre d'un microscope électronique à balayage (MEB). Afin d'augmenter la précision de cette quantification, des motifs spéciaux gravés aux interfaces des grains par micro-lithographie ont été proposés. Ensuite, les observations surfaciques (par MEB) ont été étendues au cœur du matériau grâce à la micro-tomographie à rayons X et à la technique de corrélation d'images volumiques (CIV). Pour ce faire, des particules micrométriques de cuivre (3 % en volume) ont été dispersées dans le matériau lors de son élaboration, afin d'avoir un marquage local volumique adapté pour la CIV. Différentes microstructures (en termes de taille moyenne de grain) ont été considérées. De nouvelles procédures de CIV ont permis d'accéder à la répartition tridimensionnelle de la déformation plastique à l'échelle de la microstructure polycristalline avec une résolution spatiale inférieure à la taille moyenne de grain. Les mécanismes de déformation observés à cœur d'échantillon sous chargement uni-axial sont cohérents avec ceux identifiés par les observations surfaciques. L'importance des mécanismes inter-granulaires dans la déformation ductile et dans l'endommagement diffus du sel a été confirmée. Une caractérisation tridimensionnelle de la microstructure par DCT (Diffraction Contrast Tomography) a été effectuée et comparée à des mesures surfaciques d'orientation cristalline par EBSD (Electron BackScattered Diffraction). Enfin, la comparaison des champs de déformation surfacique et volumique obtenus sur les mêmes échantillons a permis de retrouver les mêmes organisations et développements des localisations de déformation ductile en surface et en volume, et de les relier aux conditions de chargement et à la microstructure.

Abstract

We develop in this study new experimental methodologies for the multi-scale experimental investigation of the micromechanics of polycrystalline materials. These methodologies are applied to synthetic halite (NaCl), which is a convenient model polycrystal due to its viscoplastic behavior at both ambient and high temperatures (350°C). In addition, halite is used for industrial applications such as underground energy and waste storage. The ductile deformation at the scale of the microstructure operates not only through conventional intra-granular plasticity, but also through inter-granular deformation mechanisms, such as grain-boundary sliding (GBS). First, we precisely quantify the relative contribution of each of these local mechanisms to the macroscopic deformation of halite. For this purpose, we apply digital image correlation (DIC) technique to high resolution images obtained during uniaxial compression tests in the chamber of a scanning electron microscope (SEM). The DIC algorithms have been modified to account for the discontinuous kinematics at grain boundaries. We also propose a method to improve accuracy of GBS quantification, which consists in creating specific artificial patterns across grain-boundaries by electron beam lithography. The results show that GBS is present from the beginning of plastic deformation of the polycrystal. The 2D observations (using SEM) are complemented by 3D volume investigations using X-ray computed microtomography and Digital Volume Correlation (DVC) techniques. In order to obtain local volume markers differing in contrast (density) from NaCl and adapted to DVC, micrometric copper particles (3 % in volume) are dispersed into the material during its elaboration. Various microstructures (in terms of average grain size) are considered. New DVC protocols allow us to obtain the three-dimensional distribution of ductile deformation at the scale of the polycrystalline microstructure, with a spatial resolution finer than the average grain size. 3D and 2D local mechanical fields are compared on the same samples submitted to uniaxial compression. The strain patterns and the deformation mechanisms observed in depth of the sample are consistent with those identified by 2D observations. The results show the same organization and development of strain localization bands in relation with the loading conditions and microstructure, both at the surface and in volume. The importance of inter-granular mechanisms for the plastic deformation and diffuse damage of halite is also confirmed in 3D. Finally, in view of a further numerical model of the plasticity of the polycrystal, the three-dimensional polycrystalline microstructure is characterized by Diffraction Contrast Tomography and compared to 2D measurements obtained by Electron BackScattered Diffraction.

Sommaire

Introduction générale.....1

Chapitre 1. Le sel gemme : étude bibliographique de sa plasticité et caractérisation de sa microstructure.....9

1.1. Structure cristalline du monocristal.....	10
1.2. Origine physique de la plasticité (défauts cristallins)	11
1.3. Systèmes de glissement du monocristal	14
1.4. Activation du glissement cristallin	17
1.4.1. Chargement uniaxial d'un monocristal: loi de Schmid	18
1.4.2. Viscoplasticité du monocristal	22
1.5. Comportement du polycristal.....	23
1.5.1. Application des techniques d'expérimentation micromécanique au sel gemme : Microstructure et micro-mécanismes de déformation plastique du sel	25
1.5.2. Effet de la taille de grains sur les mécanismes de déformation	27
1.6. Fluage du sel gemme et mécanismes microphysiques	29
1.7. Techniques d'expérimentation micromécanique	33
1.7.1. Microscope électronique à balayage (MEB).....	33
1.7.2. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	35
1.7.3. Microtomographie d'absorption aux rayons X synchrotron	38
1.7.4. Tomographie par contraste de diffraction (DCT)	39
1.7.5. Technique d'imagerie à l'échelle microstructurale : essais in-situ combinés aux techniques de corrélation d'images	41

Chapitre 2. Quantification expérimentale par mesures surfaciques de la contribution du glissement aux joints à la déformation macroscopique.....44

2.1. Introduction.....	45
2.2. Méthode de partition de la déformation	45
2.3. Nouvelles procédures de corrélation d'images	49
2.4. Estimation des erreurs liées à la méthode.....	57
2.5. Acquisition des images et essai de compression in-situ	64
2.6. Application lors d'un essai de compression à température ambiante	65
2.6.1. Courbe macroscopique	65
2.6.2. Analyse des erreurs de mesures de glissement	67
2.6.3. Analyse de la contribution du glissement aux joints.....	73
2.7. Application lors d'un essai de compression à 350 °C	74
2.8. Comparaison de notre quantification du glissement avec les résultats de la littérature	81
2.9. Amélioration du marquage local aux interfaces par microlithographie	83

Chapitre 3. Répartition tridimensionnelle multiéchelle de la déformation plastique dans le sel gemme88

3.1. Cahier des charges.....	91
3.2. Elaboration du matériau.....	92
3.3. Préparation de la surface des échantillons	98
3.4. La microtomographie aux rayons X avec le rayonnement synchrotron.....	99
3.4.1. Physique de la tomographie d'absorption des rayons X	99
3.4.2. Eléments mis en jeu lors d'une expérience de tomographie à rayons X synchrotron.....	101
3.4.3. Reconstruction des images.....	105
3.5. Corrélation d'images volumiques.....	111

3.5.1. Principe général de la CIV	112
3.5.2. Minimisation du coefficient de corrélation et précision subvoxel	116
3.5.3. Gradient de la transformation et tenseurs de déformation.....	117
3.5.4. Du déplacement à la déformation locale	119
3.5.5. Du déplacement à la déformation globale	121
3.5.6. Incertitudes sur le calcul du gradient local et macroscopique	121
3.6. Acquisition des volumes des différents échantillons et essais de compression ex-situ	122
3.7. Localisation tridimensionnelle de la déformation : incertitudes expérimentales.....	135
3.7.1. Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement	135
3.7.2. Effet de la taille de fenêtre de corrélation sur les erreurs	148
3.8. Localisation tridimensionnelle multiéchelle dans les échantillons A, B et C de marquage local volumique homogène	149
3.8.1. Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon A	150
3.8.2. Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon B	154
3.8.3. Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon C	156
3.9. Localisation tridimensionnelle multiéchelle dans un échantillon avec un marquage local volumique non-homogène : Nouvelle procédure de CIV appliquée à l'échantillon D	162
3.9.1. Procédure d'interpolation du champ de déplacement	162
3.9.2. Localisation tridimensionnelle de la déformation dans l'échantillon D.....	167
3.10. Validité de la nouvelle procédure et amélioration de la base de mesure.....	171
3.11. Conclusion	174

Chapitre 4. Comparaison des mesures surfaciques et volumiques.....176

4.1. Motivations	177
4.2. Comparaison des mesures d'orientations cristallines EBSD et DCT	178

4.3. Comparaison des champs mécaniques volumiques et surfaciques	181
4.3.1. Marquage local de la surface de nos échantillons en vue de la CIN-MEB : démouillage de film métallique.	182
4.3.2. Méthodologie expérimentale adoptée.....	186
4.4. Corrélation d'images numériques surfaciques	190
4.4.1. Principe	190
4.4.2. Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement	190
4.5. Résultats de la comparaison des champs volumiques et surfaciques	194
4.6. Comparaison plus fine de la localisation de la déformation	202
Conclusions et perspectives.....	204
Références bibliographiques.....	211
Annexes A. Caractérisation et modélisation du bruit d'un imageur à rayon X.....	221
Annexes B. Effet de la taille de la fenêtre de corrélation sur les erreurs de CIV de l'échantillon D	229
Annexes C. Amélioration de la base de mesure de la déformation locale tridimensionnelle des échantillons B et C....	233
Annexes D. La corrélation d'images numériques : différences avec la corrélation d'images volumiques.....	241
Annexes E. Publication ARMA-2014.....	249

Introduction générale

Les applications industrielles de plus en plus pointues exigent des cahiers des charges de plus en plus contraignants. A titre d'exemple, on veut de nos jours des matériaux légers avec de très bonnes propriétés mécaniques même à haute température (super-alliages à base nickel, alliage de titane-aluminium...). De plus, les conditions extrêmes de sollicitations des structures (fluage, fatigue, corrosion, usure, irradiation...) nécessitent une modélisation de leur comportement thermo-mécanique afin de prédire leur durée de vie, ainsi que leur stabilité à court et à long terme. Compte tenu du développement des puissances de calcul, des modèles numériques robustes sont ainsi mis en place pour dimensionner les structures et optimiser leur fonction en service. La validation de ces modèles, et donc des hypothèses sous-jacentes reste toutefois délicate et parfois impossible. Elle se fait traditionnellement sur la base d'essais mécaniques macroscopiques qui permettent d'identifier les paramètres clés des lois de comportement modèles. Parfois certains paramètres sont purement empiriques. Ils servent seulement à l'ajustement du modèle, sans que leur sens physique soit vraiment établi. Cependant, les essais qui servent à caler le modèle sont réalisés dans des conditions bien déterminées, mais limitées. De ce fait, l'extrapolation de ces lois à d'autres conditions d'utilisation des structures, n'est généralement pas pleinement justifiée.

Les structures sont souvent constituées de matériaux polycristallins naturels (à titre d'exemple on peut citer les roches) ou élaborés par l'homme (par exemple les alliages métalliques) et leur comportement mécanique élasto-plastique est étroitement lié à leur microstructure. Dans l'optique d'élaborer des lois de comportement permettant d'expliquer le comportement macroscopique des polycristaux sur des bases de mécanismes physiques sont nées il y a près d'une soixantaine d'années les approches micromécaniques multi-échelles. Elles s'appuient sur des données expérimentales provenant des échelles fines de la microstructure et du grain de cristal individuel. Elles consistent à modéliser le comportement micromécanique représentatif des polycristaux, en prenant en compte les mécanismes physiques de déformation identifiés à l'échelle locale de la microstructure. La représentativité statistique de ces mécanismes est vérifiée sur une région bien définie contenant toutes les informations de la microstructure : il s'agit du VER (Volume Élémentaire Représentatif). Plusieurs types d'approches de modélisation ont été développés pour prédire les lois de comportement global utilisables dans les calculs de structure à partir de la microstructure et des mécanismes élémentaires au sein du monocristal. Elles se basent sur une description à « champ moyen »

ou « champ complet » des états mécaniques locaux. Une modélisation à champ moyen se base sur les techniques d'homogénéisation de Taylor ([Taylor et al., 1938]), ou sur des schémas auto-cohérents classiques linéaires ([Kröner, 1958]) et non linéaires ([Lebensohn et Tomé, 1993]). Elle permet d'accéder aux propriétés effectives des polycristaux ([Masson et al., 2001]), mais aussi aux fluctuations statistiques des champs de déformation et de contrainte dans les grains ou phases constitutives, en utilisant des modèles beaucoup plus sophistiqués ([Castañeda, 2002], [Liu et Castañeda, 2004]). Les approches à champ complet ont connu un grand essor avec l'augmentation des puissances de calcul disponibles. Ce sont des méthodes numériques qui permettent d'accéder aux champs mécaniques microstructuraux et intragranulaires ([Prakash et al., 2009]). Parmi ces méthodes, on peut citer les méthodes de simulation et de calcul de microstructure par éléments finis¹ ([Barbe et al., 2001]), ou les méthodes par transformée de Fourier rapide² (FFT pour Fast Fourier Transform en anglais) ([Moulinec et Suquet, 1994], [Lebensohn, 2001]).

Toutes ces méthodes, aussi novatrices qu'elles soient, souffrent souvent à la fois d'un manque énorme de données expérimentales d'entrée telles que la morphologie des grains, la texture initiale de la microstructure polycristalline ou les propriétés mécaniques des différentes phases, mais aussi de données expérimentales de validation des prédictions des modèles, telles que les champs locaux micromécaniques et l'évolution de la microstructure et de la texture. Ces restrictions ont été en partie surmontées grâce au développement des moyens d'observation et de caractérisation de microstructure tels que le microscope électronique à balayage (MEB) et la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD pour Electron BackScattered Diffraction en anglais). L'EBSD a permis d'accéder à la morphologie des grains ou sous-grains (leur taille et forme), ainsi qu'à leur texture cristallographique globale (analyse statistique des orientations dans l'espace) ([Randle et Engler, 2000], [Baudin, 2010]) mais aussi locale, à l'échelle individuelle des grains constitutifs d'un VER. A titre d'exemple, des simulations de microstructure et de modèles de plasticité cristalline par éléments finis ont été implémentés en se basant sur des données expérimentales de texture cristalline obtenues par EBDS ([Raabe et al., 2001], [Héripré et al., 2007]). Le développement des techniques de mesures de champs telles que la corrélation d'images numérique (CIN ou DIC pour Digital Image Correlation) ([Sutton et al., 1983]) ainsi que les essais

¹ Ces méthodes nécessitant un maillage de la microstructure demandent plus de puissance de calcul.

² Méthode dite sans maillage moins coûteuses en temps de calcul que celles des éléments finis, car exploitant la performance de l'algorithme de transformée de Fourier rapide.

micromécaniques in-situ ont permis d'accéder aux champs microstructuraux de déformations ([Doumalin, 2000]). La combinaison de ces champs locaux obtenus avec ces techniques et les simulations numériques de plasticité cristalline a permis l'identification de paramètres de lois de comportement par approche inverse ([Héripré et al., 2007], [Gérard, 2009]). Cependant, la plupart des données micromécaniques expérimentales (microstructures et champs) sont limitées à des observations surfaciques. La représentativité de ces mesures surfaciques peut potentiellement être biaisée par rapport au comportement à cœur du matériau par des effets de bord libre. De plus, la simulation numérique de champs mécaniques à partir des microstructures de surface pose le problème de la microstructure sous-jacente, inconnue. Certains auteurs ont essayé de surmonter cette limitation en générant numériquement des microstructures tridimensionnelles dont la surface libre coïncide avec les données expérimentales surfaciques obtenues par EBSD ([Zeghadi, 2005]). D'autres prennent en compte comme conditions aux bords dans les simulations numériques tridimensionnelles, les champs locaux expérimentaux surfaciques obtenus par CIN ([Soppa et al., 2001], [Héripré et al., 2007]). Certains auteurs ont pu accéder de manière destructive à la microstructure à cœur à partir de coupes surfaciques consécutives ([Musienko et al., 2007]).

Toutes ces solutions sont soit coûteuses en temps de calcul, soit destructives et font surtout intervenir des sources d'incertitudes dont l'estimation et la maîtrise ne sont point évidentes. De plus aucune de ces études n'est complètement satisfaisante dans la mesure où elles n'ont pas permis de répondre entièrement aux questions suivantes :

- Quelle est la pertinence d'informations mécaniques obtenues uniquement par des mesures surfaciques ? C'est-à-dire, quelle est la représentativité d'une analyse expérimentale surfacique à cœur du matériau ? Et comment un phénomène mécanique s'initiant à cœur peut être observé avec des mesures surfaciques ?
- Peut-on rendre compte des mesures mécaniques surfaciques en ignorant la microstructure réelle à cœur ? C'est-à-dire, peut-on se satisfaire de microstructures en volume totalement simulées. Doit-on absolument accéder à la microstructure complète en volume ? Ou peut-on se satisfaire de la caractérisation complète d'un volume restreint représentatif en proche surface ?
- Peut-on mettre en place une méthodologie expérimentale micromécanique générale permettant de caractériser la morphologie, la texture et les champs locaux surfaciques et volumiques sur un même échantillon ? Si oui, quelles sont les relations entre les mesures

d'orientations cristallines et de champs surfaciques et volumiques, obtenues par des techniques différentes et avec des résolutions différentes ?

De plus, dans un contexte d'expérimentation micromécanique, certains mécanismes locaux intergranulaires participant à la déformation des polycristaux tels que le glissement aux joints de grains, pourtant observés par [Hernandez-Castillo et al., 2005], [Rupin, 2007] ou [Soula et al., 2009] restent très peu étudiés. Peut-on proposer une étude complète permettant d'identifier ces mécanismes intergranulaires aussi bien en surface qu'en volume ? Si oui, quelle est la part des mécanismes locaux dans la déformation macroscopique du polycristal ?

L'objectif de ce travail de thèse est de répondre partiellement ou totalement à ces différentes interrogations à travers une étude expérimentale micromécanique complète des mécanismes de déformation plastique d'un polycristal de sel gemme³ par mesures de champs surfaciques et volumiques. Le choix du sel gemme porte sur le fait que cette thèse est une suite naturelle de travaux initiés en collaboration entre les laboratoires LMS et Navier. La thèse de Bourcier (2012), basée sur des mesures surfaciques par CIN, montre l'importance et la richesse des mécanismes locaux élémentaires de déformation (plasticité cristalline intragranulaire et glissement aux joints de grains) du sel gemme lors de sa déformation plastique, aussi bien à froid qu'à chaud (Bourcier et al., 2013). De plus, au contraire des métaux et alliages très absorbants, le sel gemme offre la possibilité d'effectuer facilement de l'imagerie tridimensionnelle en contraste d'absorption de rayons X, et permet ainsi le développement et la mise en place d'algorithmes de mesures de champs volumiques par corrélation d'images volumiques (CIV ou DVC pour Digital Volume Correlation en anglais, [Bay et al., 1999]). De plus, peu coûteux et facile à manier, il permet l'élaboration aisée de matériaux à microstructures maîtrisées. Il offre notamment la possibilité d'une caractérisation tridimensionnelle de sa microstructure par la technique DCT (Diffraction Contrast Tomography, [Ludwig et al., 2009]). Enfin, l'étude du comportement mécanique du sel gemme, initiée depuis près d'un demi-siècle ([Carter et al., 1970]), est en soi d'une grande importance sociétale. En effet, depuis le début des années 70 des cavités artificielles (dont la profondeur peut atteindre 2000 m) sont réalisées par lessivage (injection d'eau et soutirage de saumure), sans excavation et donc sans endommagement du massif. Compte tenu des propriétés mécaniques (bonne stabilité mécanique à court et à long terme) et physico-

³ Le sel gemme est aussi appelé halite. Dans la suite, par souci de simplicité, on parlera de sel gemme au lieu de polycristal de sel gemme.

chimiques (très faible perméabilité 10^{-21} m^2 à 10^{-10} m^2 , faible porosité et neutralité chimique) du sel gemme, ces cavités salines sont utilisées en France et dans le monde pour le stockage d'énergie sous forme d'hydrocarbures liquides ou gazeux. Plus récente, la technique CAES (Compressed Air Energy Storage) développée en Allemagne et aux Etats-Unis consiste à stocker de l'énergie sous forme d'air comprimé. Similairement au principe de stockage hydro-électrique, l'air comprimé injecté dans les cavités au moment des pics de production d'électricité, notamment renouvelable, peut être soutiré par la suite pour faire tourner des turbines. Ce type de stockage est essentiel pour pouvoir répondre rapidement à la demande aux heures de pointe et au moment du pic de demande. Enfin, en Allemagne et aux USA le stockage de déchets nucléaires est aussi envisagé dans des mines salines. Toutes ces applications exigent une bonne compréhension des propriétés mécaniques du sel gemme, aussi bien à court qu'à long terme. Mais, jusqu'à présent l'essentiel des études du comportement mécanique du sel gemme se base sur une approche macroscopique. Notre travail va apporter un regard micromécanique à l'étude de la plasticité du sel gemme, avec une attention particulière sur les interactions entre les différents mécanismes activés. Les développements décrits dans ce manuscrit ont toutefois une vocation essentiellement méthodologique et visent à être généralisés à l'avenir à l'étude micromécanique des polycristaux dans leur ensemble.

Cette thèse a été effectuée dans le cadre du projet ANR MicroNaSel et été menée en collaboration entre les laboratoires Navier et LMS, les autres partenaires de ce projet étant le CDM (Centre des matériaux) et l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, situé à Grenoble en France). L'imagerie tridimensionnelle par microtomographie à rayons X a été principalement acquise au synchrotron ESRF et au Synchrotron Soleil (situé à Saint-Aubin, en région parisienne).

Ce manuscrit est organisé en quatre chapitres, hormis cette introduction et une conclusion générale.

Chapitre 1 : Le sel gemme : étude bibliographique de sa plasticité et caractérisation de sa microstructure

Ce premier chapitre est composé de deux parties. Une première partie consacrée à une étude bibliographique des mécanismes de déformation d'un polycristal de sel gemme est suivie d'une seconde partie qui fera un inventaire des moyens expérimentaux de caractérisation de microstructure utilisés dans cette thèse. Dans la première partie, nous allons commencer par

présenter la structure cristalline du sel gemme, avant de rappeler quelques bases de plasticité cristalline du monocristal et du polycristal. Nous allons ensuite caractériser les différents systèmes de glissement responsables de la plasticité d'un monocristal de sel, ainsi que les conditions et paramètres permettant leur activation et favorisant la ductilité du monocristal. Suivra une synthèse bibliographique sur les facteurs influençant la déformation viscoplastique différée (fluage) d'un polycristal de sel gemme et sur les micro-mécanismes impliqués, activés en volume et aux interfaces des grains. Enfin, pour clore cette première partie nous allons montrer les résultats expérimentaux les plus récents sur la micromécanique du sel gemme (monocristal et polycristal), basés sur les mesures de champs surfaciques, et notamment, la mise en évidence de la coexistence de la plasticité cristalline avec le mécanisme de glissement aux joints de grains. La deuxième partie de ce chapitre est dédiée aux différentes techniques de caractérisation surfacique et volumique des microstructures polycristallines qui seront utilisées dans ce travail de thèse. Nous précisons en particulier les types d'informations microstructurales nécessaires à l'étude micromécanique du sel que nous aurons à acquérir grâce à elles.

Chapitre 2 : Quantification expérimentale par mesures surfaciques de la contribution du glissement aux joints à la déformation macroscopique

Dans ce chapitre on s'intéresse à l'importance du glissement aux joints de grains dans la viscoplasticité du sel gemme, à température ambiante et à haute température (350 °C). On propose de nouvelles procédures permettant la quantification expérimentale précise de la part du glissement aux joints de grains à la déformation viscoplastique macroscopique du matériau, à partir de mesures surfaciques de déplacement par corrélation d'images MEB. Les incertitudes et erreurs associées à cette quantification seront présentées, ainsi qu'une comparaison de nos résultats avec ceux issus de la littérature. Nous proposons à la fin de ce chapitre une amélioration de la précision de cette quantification, moyennant des techniques de marquage de la microstructure par microlithographie. Cette méthodologie de mesure quantitative de la contribution du glissement au joint à la déformation globale d'un polycristal pourra servir à l'intégration physiquement fondée de ces mécanismes dans les modèles micromécaniques.

Chapitre 3 : Répartition tridimensionnelle multi-échelle de la déformation

Ce chapitre est dédié aux mesures de champs mécaniques microstructuraux en volume du sel gemme, c'est-à-dire à la répartition tridimensionnelle de la déformation plastique et des

variations de volume. Les résultats présentés sont obtenus par CIV, sur la base de données de microtomographie à rayons X, acquises sous rayonnement synchrotron sur des échantillons de sel sollicités en compression. Nous présenterons d'abord les méthodes et techniques d'élaboration de sel synthétique (à microstructure contrôlée) et de préparation d'échantillons pour les essais mécaniques. Un accent sera mis sur le développement de techniques de marquage en volume adéquat pour la mesure cinématique tridimensionnelle. Nous détaillerons ensuite le calcul des erreurs systématiques et aléatoires associées à la détermination des composantes du gradient de la transformation par CIV et montrer ainsi la possibilité d'accéder à la déformation aussi bien macroscopique (à l'échelle de l'échantillon) qu'à petite échelle (de l'ordre d'une centaine de micromètre) en volume avec une bonne précision. Nous présenterons en particulier une nouvelle procédure de CIV, développée et validée en adéquation avec la microstructure et le marquage. Elle permet par une technique d'interpolation d'accéder aux champs locaux tridimensionnels en tout point de corrélation, y compris dans les portions de volumes spécifiquement exempts de marquage. Enfin, nous ferons une première comparaison qualitative des mécanismes de déformation observés en surface et à cœur.

Chapitre 4 : Comparaison des mesures surfaciques et volumiques

Ce chapitre fait l'objet d'une comparaison entre les mesures de champs microstructuraux surfaciques (imagerie optique et MEB) et volumiques (microtomographie aux rayons X synchrotron). Il rend compte des résultats obtenus suite à la première expérience de microtomographie réalisée sur la ligne Psiché du Synchrotron Soleil en septembre 2014, au cours de laquelle des mesures en volume ont été combinées avec des mesures en surface par MEB, sur un même échantillon. Pour mener à bien cette comparaison, les bases de mesure des déformations locales ont été ajustées de telle sorte à pouvoir comparer les mécanismes de déformation surfacique et volumique. Les nouvelles procédures de corrélations volumiques développées seront validées. La représentativité des mesures surfaciques à cœur sera discutée. Une comparaison de la microstructure tridimensionnelle obtenue par DCT (Diffraction Contrast Tomography) avec celle de surface, obtenue par EBSD sera aussi réalisée.

Le sel gemme : étude bibliographique de sa plasticité et caractérisation de sa microstructure

Ce chapitre bibliographique est d'abord consacré à la cristallographie et aux mécanismes physiques élémentaires de déformation du sel gemme. Un état de l'art des moyens de caractérisation microstructurale et d'analyse micromécanique des mécanismes élémentaires de déformation utilisés dans cette thèse sera ensuite dressé. Nous montrerons aussi des exemples pratiques d'application de ces techniques à l'étude du matériau.

Sommaire du chapitre

1.1.	Structure cristalline du monocristal.....	10
1.2.	Origine physique de la plasticité (défauts cristallins)	11
1.3.	Systèmes de glissement du monocristal	14
1.4.	Activation du glissement cristallin	17
1.4.1.	Chargement uniaxial d'un monocristal: loi de Schmid	18
1.4.2.	Viscoplasticité du monocristal.....	22
1.5.	Comportement du polycristal.....	23
1.5.1.	Application des techniques d'expérimentation micromécanique au sel gemme : Microstructure et micro-mécanismes de déformation plastique du sel	25
1.5.2.	Effet de la taille de grains sur les mécanismes de déformation	27
1.6.	Fluage du sel gemme et mécanismes microphysiques	29
1.7.	Techniques d'expérimentation micromécanique	33
1.7.1.	Microscope électronique à balayage (MEB)	33
1.7.2.	Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).....	35
1.7.3.	Microtomographie d'absorption aux rayons X synchrotron	38
1.7.4.	Tomographie par contraste de diffraction (DCT)	39
1.7.5.	Technique d'imagerie à l'échelle microstructurale : essais in-situ combinés aux techniques de corrélation d'images	41

1.1. Structure cristalline du monocristal

Un matériau cristallin est constitué d'un réseau cristallin, c'est-à-dire de l'agencement périodique d'un motif élémentaire d'atomes, d'ions ou de molécules dans les trois dimensions de l'espace. Le système cristallographique est défini par une maille cristalline possédant les symétries du cristal. La géométrie de la maille cristalline correspond à un polyèdre qui permet de paver de façon totalement compacte l'espace. Il existe sept types de polyèdres qui répondent à cette exigence, et donc sept systèmes cristallographiques. Nous allons nous limiter ici à la seule description du système cristallographique du sel gemme¹, ou chlorure de sodium (NaCl), qui cristallise dans le système cubique à face centré (CFC). Commun à tous les chlorures (KCl, AgCl, ...), ce système correspond aussi aux bromures, fluorures, carbures, nitrures, iodures, mais aussi à certains oxydes (MgO, FeO, ...) et à certains métaux purs (Cu, Al, Ag, Au, Pt, ...). Mais, à la différence des métaux, le NaCl est un cristal ionique dont le réseau cristallin est constitué de deux sous-réseaux cubiques à faces centrés (voir Figure 1). Le premier réseau CFC est constitué par les ions Na^+ (de rayon 0,99 Å) et le deuxième par les ions Cl^- (de rayon 1,81 Å). Son réseau cristallin est donc représenté par une maille multiple dont l'arête fait 5,64 Å et qui possède les symétries du cristal (source Structure de type NaCl : <http://www.sciences-en-ligne.com/>).

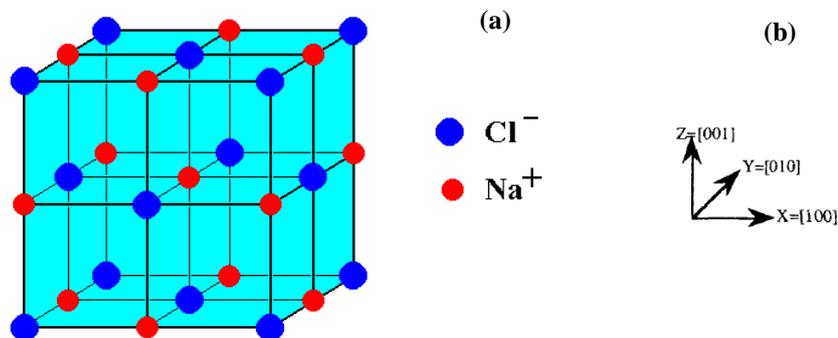


Figure 1. Structure cubique à faces centrées du chlorure de sodium. (a) maille élémentaire et (b) repère local associé au réseau cristallin.

Le sel gemme peut être considéré comme un matériau cristallin analogue aux métaux et pour cette raison il a été largement étudié du point de vue de ses propriétés viscoplastiques. Sa

¹ Le sel gemme, aussi appelé (la) halite est une espèce minérale. Il est composé du chlorure de sodium (NaCl) avec des traces d'impuretés comme le fer, le fluor, le brome, le silicium, l'oxygène et l'iode.

structure CFC expliquerait certaines ressemblances de ses propriétés en fluage à haute température ([Blum, 1973]) avec certains métaux cristallisant dans la même structure.

1.2. Origine physique de la plasticité (défauts cristallins)

Nous avons vu dans la section précédente qu'un cristal est un emboîtement tridimensionnel régulier et périodique d'une maille élémentaire d'atomes ou d'ions. Il s'agit là de la description géométrique d'un cristal parfait. En réalité, le cristal parfait n'existe pas. Des défauts de la structure cristalline sont omniprésents à différentes échelles. La présence de ces défauts est d'ailleurs très importante et explique certaines propriétés thermodynamiques et mécaniques du cristal², telle que la viscoplasticité, comme nous allons le voir dans la suite de ce chapitre. A l'échelle des atomes, il y existe des défauts ponctuels appelés aussi défauts de dimension nulle. Il s'agit de lacunes, d'atomes interstitiels (auto-interstitiel), substitutionnels (solution solide de substitution) ou hétéro-interstitiels (solution solide d'insertion) représentés sur la Figure 2.

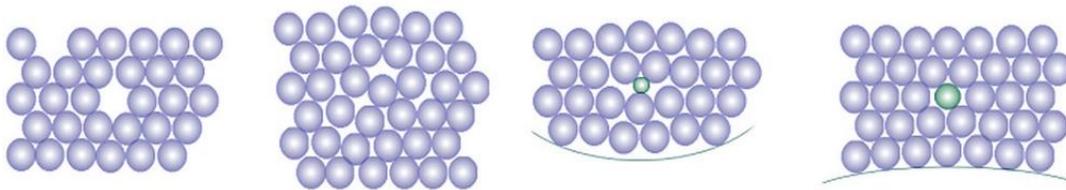


Figure 2. Illustration schématique des principaux défauts ponctuels dans les cristaux. De gauche à droite, on a une lacune, un auto-interstitiel, un hétéro-interstitiel et une solution solide de substitution, d'après le cours de [Raskin, 2009]. Ce type de défauts est essentiel pour les propriétés de transport (diffusion atomique/ionique, conductivité électrique, ...).

A l'échelle du réseau du cristal, il existe des défauts linéaires (ou défaut à une dimension) appelés dislocations. Le concept de dislocation a été introduit par le mathématicien Volterra en 1907 en calculant les champs de contrainte et de déformation internes dus à la présence d'une dislocation. Habituellement, les dislocations sont classées en deux types : les dislocations coins et vis. Une dislocation coin est un défaut d'empilement d'atomes résultant de la présence d'un demi-plan atomique supplémentaire dans le cristal (Figure 3a). Elle est définie par sa ligne³ L , de direction \vec{u} et son vecteur de Burgers⁴ \vec{b} qui définit sa direction de

² Il est important de noter que certaines propriétés comme le module de Young ne dépendent pas de la présence de ces défauts.

³ La ligne de la dislocation coin sur la figure 3.a est perpendiculaire au plan de la feuille.

glissement. Une dislocation coin a un vecteur de Burgers perpendiculaire à sa ligne. Alors qu'une dislocation vis est un défaut cristallin linéaire qui a un vecteur de Burgers parallèle à sa ligne (Figure 3b). En réalité, une dislocation est en général de type mixte et comporte des segments vis et des segments coin (voir Figure 3c). La plasticité des matériaux cristallins voit son origine dans le mouvement des dislocations, qui sous l'effet d'une contrainte appliquée produisent un cisaillement du réseau cristallin se déplaçant de proche en proche par une quantité de glissement correspondant au vecteur de Burgers dans des plans et selon des directions cristallographiques bien précises. De ce fait, le glissement cristallin est le mécanisme élémentaire de la déformation plastique. Sous l'effet d'une contrainte appliquée (externe ou interne) les dislocations se déplacent, et se génèrent à partir de sources internes (boucles de dislocations, ou sources d'Orowan) ou externes (interfaces et surfaces libres). En l'absence de mécanismes d'annihilation, leur multiplication conduit à l'écroutissage du matériau, c'est-à-dire à son durcissement du fait de la forte augmentation de la densité de dislocations, lesquelles se gênent mutuellement dans leurs glissements respectifs. On parle de forêt de dislocations qui épingle (accroche) les dislocations mobiles. Il est important de rappeler que le glissement cristallin est un processus conservatif qui s'opère sans transfert de matière lorsque la dislocation se déplace dans son plan de glissement. Mais il peut arriver qu'une dislocation (ou portion de dislocation) coin se déplace par transport diffusif d'atomes. On parle alors de « montée » de dislocation. Le déplacement de la ligne de dislocation s'effectue alors perpendiculairement et hors du plan de glissement. Ceci implique la mobilité des espèces chimiques constitutives, soit pour s'évacuer du demi-plan additionnel et faire remonter (d'où le terme « montée ») la ligne de dislocation dans un plan de glissement supérieur, soit pour venir prolonger le demi-plan et faire descendre la ligne de dislocation dans un plan de glissement inférieur. Ceci arrive surtout à haute température, lorsque les populations de défauts ponctuels et leurs mobilités augmentent du fait de leur activation thermique. La montée est un mécanisme qui permet à une dislocation coin épinglée par un obstacle (autre dislocation, inclusion/précipité...) de s'en libérer et retrouver sa mobilité. C'est aussi un exemple de mécanisme qui permet l'annihilation de dislocations mobiles, soit en les évacuant hors du volume du cristal, soit en amenant deux dislocations de signe opposé (deux extra demi-plans d'orientations opposées. On parle dans ce cas de dipôle de dislocations) à se recombinaison en un plan complet. Ce type de mécanismes est appelé mécanisme de restauration du matériau, car il contre balance la génération de dislocations,

⁴ Le vecteur de Burgers est obligatoirement un vecteur du réseau cristallin vu le caractère insécable des atomes du réseau.

favorise leur mobilité, et limite ainsi l'écroissage. Certains phénomènes de fluage ou d'écoulement plastique stationnaire du sel (voir section 1.6) peuvent être expliqués par l'activation de mécanismes de restauration. Notons aussi la possibilité pour une dislocation vis de changer de plan de glissement lors de son mouvement afin d'éviter des obstacles: on parle alors de glissement dévié. Pour plus de détails, le lecteur pourra se référer à [Poirier, 1985]. Pour clore cette partie, rappelons qu'il existe d'autres types de défauts tels que les défauts à deux dimensions (par exemple les empilements, ou parois de dislocations, les joints de grains...), ou à trois dimensions (par exemple les inclusions). Comme nous le verrons par la suite (partie 1.5), les joints de grains sont particulièrement importants pour le comportement plastique du polycristal. Ils délimitent des grains adjacents d'orientations cristallines différentes et peuvent selon la configuration géométrique rencontrée se comporter i) soit comme des sources, permettant la génération de dislocations dans un des grains par transmission du cisaillement lié au glissement dans le grain voisin, ii) soit comme des puits, permettant l'annihilation de dislocations en absorbant leur cisaillement, ii) soit comme des obstacles infranchissables, où les dislocations s'empilent.

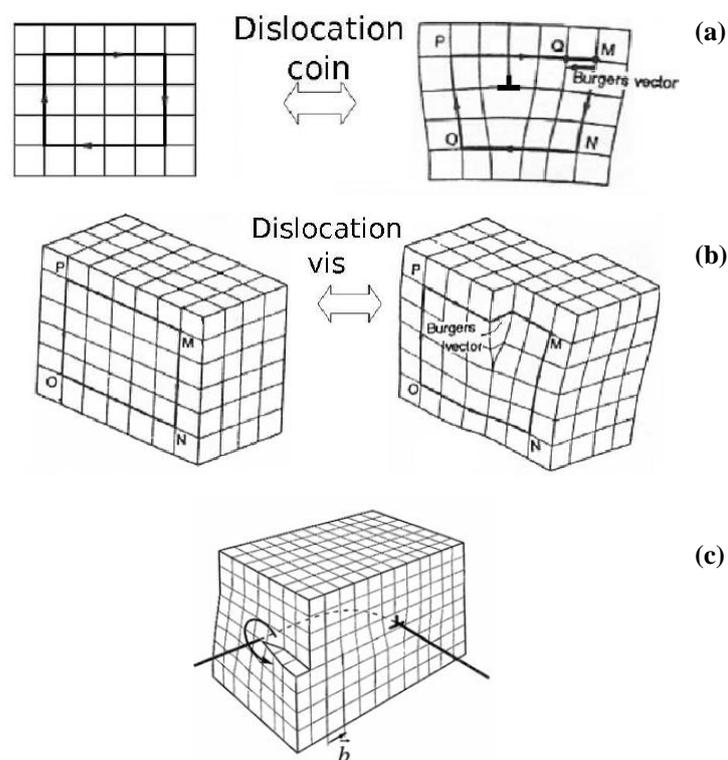


Figure 3. Représentation schématique de dislocations. (a) : réseau parfait et réseau contenant une dislocation coin. Le circuit MNO PQ permet de visualiser le vecteur de Burgers MQ, qui détermine la direction de glissement et le cisaillement élémentaire qui lui est associé. (b) : réseau parfait et réseau contenant une dislocation vis. (c) : réseau contenant une partie de boucle de dislocation combinant dislocation vis et coin (sources des figures a et b [Bourcier, 2012], Source figure c [Breteau et Castelneau, 2006]).

1.3. Systèmes de glissement du monocristal

La déformation plastique du NaCl opère par glissement cristallin dans des familles de plans et selon des familles de directions de glissement cristallographiques précis. La combinaison d'un plan et d'une direction de glissement est appelée système de glissement⁵. Une famille de systèmes de glissement s'écrit $\{hkl\} \langle uvw \rangle$, où h , k et l sont les indices de Miller du plan cristallographique concerné (le lecteur pourra se référer à un ouvrage spécialisé pour les rappels des notions de base de cristallographie, que nous n'allons pas aborder ici) et u , v et w les indices de Miller associés à la direction de glissement. Il est à noter que pour les métaux, le glissement d'une dislocation respecte une règle de proximité (ou de densité) atomique, c'est-à-dire qu'il opère dans les plans les plus denses et selon les directions cristallographiques les plus denses, car l'énergie mise en jeu lors du cisaillement élémentaire est alors la plus faible. Dans le cas d'un cristal ionique le glissement doit aussi permettre de conserver la distribution périodique des charges du réseau. La règle de proximité, purement géométrique, est ici assortie d'une règle supplémentaire d'ordre électrostatique. Le cisaillement élémentaire doit en effet respecter simultanément les symétries des structures cristallographiques et électroniques de liaison.

La famille des directions⁶ de glissement privilégiée pour le NaCl est de type $\langle 110 \rangle$. Les familles de plans⁷ de glissement sont de type $\{110\}$, $\{100\}$ et $\{111\}$ (voir figure 4). A chaque couple plan et direction de glissement donné correspond un système de glissement. Il y en a 24 en tout dans le NaCl. En effet, il y a 6 systèmes de glissement dodécaédriques (6 plans de type $\{110\}$ chacun ayant une direction de type $\langle 110 \rangle$), 12 systèmes octaédriques (4 plans de type $\{111\}$ chacun ayant 3 directions de type $\langle 110 \rangle$) et 6 systèmes de glissement cubiques (3 plans de type $\{100\}$ chacun ayant 2 directions de type $\langle 110 \rangle$). On peut ainsi remarquer que ces 24 systèmes de glissement sont constitués de 6 directions de glissement (voir tableau 1) et de 13 plans de glissement (voir Tableau 2). Les 24 systèmes de glissement sont caractérisés dans le tableau 3.

⁵ Un système de glissement s est défini par la normale à son plan de glissement \underline{n}^s et par sa direction de glissement \underline{m}^s .

⁶ La famille des directions de glissement est notée $\langle u v w \rangle$ alors qu'une direction donnée de cette famille est notée $[u v w]$.

⁷ La famille des plans de glissement est notée $\{h k l\}$ alors qu'un plan spécifique de cette famille est noté $(h k l)$.

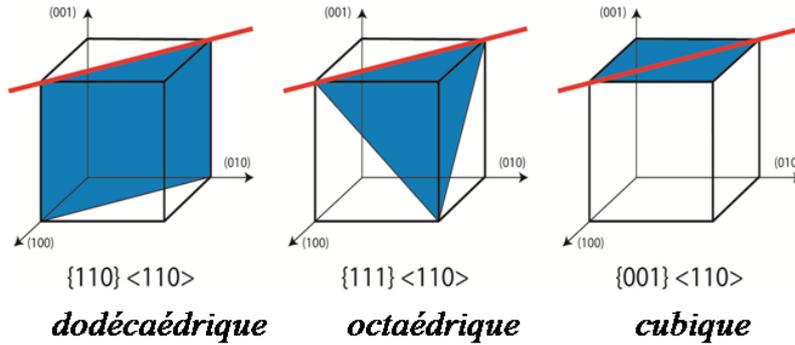


Figure 4. Systèmes de glissement dans le NaCl.

Il est aussi important de noter que l'activation des seuls systèmes de glissement dodécaédriques ne permet pas d'accommoder toutes les déformations d'un point matériel d'un monocristal, loin s'en faut. En effet, les systèmes (I-2) et (II-1) possèdent le même tenseur d'orientation (ou tenseur de Schmid) défini par :

$$\underline{\underline{\mu}}_s = \frac{1}{2} (\underline{m}^s \otimes \underline{n}^s + \underline{n}^s \otimes \underline{m}^s) \quad (1.1)$$

où \underline{n}^s et \underline{m}^s désignent respectivement la normale unitaire au plan de glissement et le vecteur unitaire dans la direction de glissement du système s . Ils n'engendrent ainsi qu'un sous-espace de dimension 1 dans l'espace des déformations déviatoriques de dimension 5. Les systèmes (III-4) et (IV-3) engendrent un second sous-espace de dimension 1 indépendant du premier. Mais le sous-espace engendré par les systèmes (V-6) et (VI-5) appartient à l'espace engendré par combinaison linéaire des deux précédents tenseurs d'orientation, si bien que l'espace des déformations engendrées par les systèmes de glissements dodécaédriques n'est que de dimension deux. Il s'agit en fait des déformations déviatoriques représentées par un tenseur dont les composantes hors diagonales exprimées dans le repère du cristal sont nulles. Ceci est à l'origine d'incompatibilités de déformation entre grains voisins dans un polycristal, dont l'accommodation nécessite l'activation d'autres mécanismes de déformation. Il peut s'agir des systèmes cubiques qui engendrent un espace de déformation de dimension 3 (formé des tenseurs de composantes diagonales nulles), tel que l'espace global engendré par les systèmes dodécaédriques et cubiques est de dimension 5, et/ou des systèmes octaédriques qui engendrent à eux seuls tout l'espace des déformations déviatoriques (comme dans la plupart des métaux CFC). Mais il peut aussi s'agir de mécanismes de glissement aux interfaces, que l'on étudiera plus particulièrement par la suite.

Tableau 1. Les 6 directions de glissement du NaCl et leur indexation.

Numéro	Directions <110>
1	[011]
2	[0-11]
3	[101]
4	[-101]
5	[-110]
6	[110]

Tableau 2. Les 13 plans de glissement du NaCl et leur indexation.

Numéro	Plans
I	(0 1 1)
II	(0 -1 1)
III	(1 0 1)
IV	(-1 0 1)
V	(-1 1 0)
VI	(1 1 0)
A	(-1 1 1)
B	(1 1 1)
C	(-1 -1 1)
D	(1 -1 1)
X	(1 0 0)
Y	(0 1 0)
Z	(0 0 1)

{110} (grouping rows I-VI)
 {111} (grouping rows A-D)
 {100} (grouping rows X-Z)

Lorsqu'un monocristal est soumis à un chargement déviatorique sous l'effet de la contrainte externe appliquée, les dislocations glissent selon les systèmes de glissement activables. Chacune de celles qui débouchent aux surfaces libres de l'échantillon transporte une quantité de cisaillement élémentaire. L'effet cumulé d'un nombre important de ces dislocations se manifeste physiquement par la déformation plastique macroscopique de l'échantillon et par l'apparition de lignes de glissement aux surfaces libres. Ces lignes de glissement sont les traces des plans de glissement activés par la sollicitation mécanique, qui interceptent le plan de la surface libre. Ces traces et leur espacement peuvent être observés au MEB en électrons secondaires, car elles forment une topographie en marches d'escalier microscopiques. Connaissant l'orientation du cristal (par exemple ses angles d'Euler dans le référentiel du

MEB) et l'état de contrainte, ces traces permettent l'identification des systèmes de glissement actifs comme décrit par la suite (voir section 1.4).

Tableau 3. Liste des 24 systèmes de glissement du NaCl et le nom associé. Notation de [Schmid et Boas, 1935].

Nom	Normale au plan	Direction de glissement
Systèmes dodécaédriques		
I-2	(0 1 1)	[0 -1 1]
III-4	(1 0 1)	[-1 0 1]
VI-5	(1 1 0)	[-1 1 0]
II-1	(0 -1 1)	[0 1 1]
IV-3	(-1 0 1)	[1 0 1]
V-6	(-1 1 0)	[1 1 0]
Systèmes octaédriques		
A2	(-1 1 1)	[0 -1 1]
A3	(-1 1 1)	[1 0 1]
A6	(-1 1 1)	[1 1 0]
B2	(1 1 1)	[0 -1 1]
B4	(1 1 1)	[-1 0 1]
B5	(1 1 1)	[-1 1 0]
C1	(-1 -1 1)	[0 1 1]
C3	(-1 -1 1)	[1 0 1]
C5	(-1 -1 1)	[-1 1 0]
D1	(1 -1 1)	[0 1 1]
D4	(1 -1 1)	[0 1 1]
D6	(1 -1 1)	[1 1 0]
Systèmes cubiques		
X1	(1 0 0)	[0 1 1]
X2	(1 0 0)	[0 -1 1]
Y3	(0 1 0)	[1 0 1]
Y4	(0 1 0)	[-1 0 1]
Z5	(0 0 1)	[-1 1 0]
Z6	(0 0 1)	[1 1 0]

1.4. Activation du glissement cristallin

Au niveau du réseau cristallographique la contrainte locale appliquée peut être décomposée en une composante normale (compressive ou extensive) au plan de glissement et en une composante tangentielle (cisailante). Selon la loi de Schmid et Boas, seule la seconde, appelée cission résolue, est utile à l'activation du glissement de dislocations. L'activation d'un

système de glissement est possible lorsque la cission résolue τ atteint une valeur critique τ_c , appelée cission résolue critique (CRSS, ou Critical Resolved Shear Stress en anglais). Dans le cas général, la cission résolue est donnée par l'équation 1.2.

$$\tau_s = \underline{\underline{\mu_s}} : \underline{\underline{\sigma}} \quad (1.2)$$

où $\underline{\underline{\sigma}}$ est la contrainte de Cauchy appliquée et $\underline{\underline{\mu_s}}$ le tenseur de Schmid introduit plus haut.

On peut ainsi remarquer que le mouvement d'une dislocation (activation d'un système) est directement dépendant de la projection de la contrainte appliquée dans le système correspondant. Autrement dit, de la contrainte de cisaillement appliquée au plan de glissement dans la direction de glissement. La cission résolue critique dépend du matériau, du système considéré, de la température et de la vitesse de déformation. Mais elle évolue aussi avec la déformation. En effet, elle dépend du niveau d'écrouissage du matériau, qui peut être décrit par une variable d'état interne, comme la densité de dislocations. Plus cette dernière est importante, plus la mobilité des dislocations sera réduite du fait de leurs interactions. On parle d'auto-écrouissage quand on considère uniquement les interactions au sein d'un même système. Quand les interactions impliquent des systèmes différents, dont certains sont activés plus tôt que d'autres, on parle d'écrouissage latent. Dans tous les cas, la cission critique augmente pour permettre aux dislocations mobiles d'outrepasser les obstacles résultants de ces interactions.

1.4.1. Chargement uniaxial d'un monocristal: loi de Schmid

Dans le cas d'un chargement uniaxial, l'équation 1.2 s'écrit de manière très simple connue sous le nom de la loi de Schmid (voir Figure 5) :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cos \theta \cos \chi \quad (1.3)$$

F étant la force appliquée et S_0 l'aire de la section de l'échantillon. Le scalaire $\cos \theta \cos \chi$ est appelé facteur de Schmid. Les angles θ et χ décrivent respectivement l'orientation de la direction de glissement et de la normale au plan de glissement par rapport à l'axe de sollicitation uniaxiale. La valeur du facteur de Schmid est comprise entre 0 et 0,5. Pour la même famille de systèmes, le glissement est d'autant plus facile pour un système de glissement que son facteur de Schmid est grand.

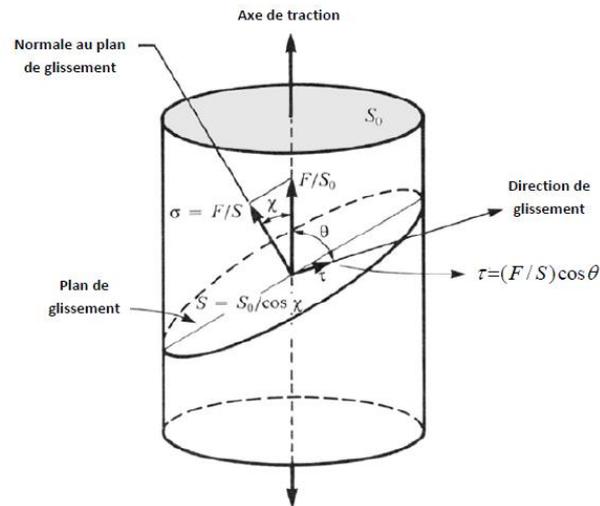


Figure 5. Illustration de la loi de Schmid dans le cas d'un chargement uniaxial de traction.

L'identification des systèmes de glissement dans des monocristaux de sel gemme d'orientations connues sollicités en extension (sous confinement) à différentes valeurs de températures et de vitesses de déformation a été effectuée expérimentalement par [Carter et Heard, 1970]. L'identification des systèmes activés a été faite à partir de leurs facteurs de Schmid et de la contrainte appliquée, mais aussi a posteriori en observant les lignes de glissement sur la surface des échantillons. Pour être sûr de pouvoir activer les différentes familles de systèmes de glissement, ces auteurs ont considéré trois orientations du monocristal par rapport à l'axe d'extension. Dans un premier temps, le monocristal est orienté selon [001] parallèlement à l'axe d'extension. Dans ce cas, à température ambiante, seul le système dodécaédrique est activé. A température ambiante et dans le cas où la direction de sollicitation fait 30° avec (100) et se trouve dans le plan (1-10), seul le système cubique est activé. Enfin, à température ambiante et dans le cas où la direction de sollicitation est selon [110], les systèmes octaédriques et dodécaédriques sont simultanément activés. Les valeurs des cissions résolues critiques que ces auteurs ont obtenues, permettant d'activer les différents systèmes de glissement, sont représentées dans le tableau 4. La synthèse des facteurs de Schmid calculés pour ces sollicitations est représentée dans le tableau 5. Les valeurs des cissions résolues critiques (à 3% de déformation macroscopique) des systèmes de glissement en fonction de la température sont représentées sur la figure 6. On peut en déduire que l'activation des systèmes dodécaédriques est la plus favorable à température ambiante et moyennement haute ($< 250^\circ\text{C}$), alors que pour des valeurs de température plus élevées et/ou pour des vitesses de déformations faibles, le glissement octaédrique est aussi activé. Avec la température, Stokes

([Stokes, 1966]) a montré qu'on active les systèmes cubiques et ensuite les systèmes octaédriques (voir Tableau 6).

Tableau 4. Cissions résolues critiques associées à l'activation des différents systèmes de glissement en fonction de la vitesse de déformation à température ambiante ([Carter et Heard, 1970]).

	dodécaédrique	dodécaédrique + octaédrique	cubique
$\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	5.1	18.9	24.8
$\dot{\epsilon} = 10^{-6} - 10^{-7} \text{ s}^{-1}$	3.9	12.1	18.9

Tableau 5. Nombre de systèmes activés et valeurs de facteurs de Schmid dans les systèmes de glissement potentiels pour différentes orientations du monocristal par rapport à l'axe de compression ([Carter et Heard, 1970]).

axe compression	Système de compression de	(110)[1-10]	(100)[110]	(111)[1-10]
	[001]		4 avec 0,50	6 avec 0,00
direction faisant un angle de 30° avec (001) dans la direction (011)		4 avec 0,07	2 avec 0,47 1 avec 0,43	2 avec 0,34
[011]		4 avec 0,25	4 avec 0,35	4 avec 0,41

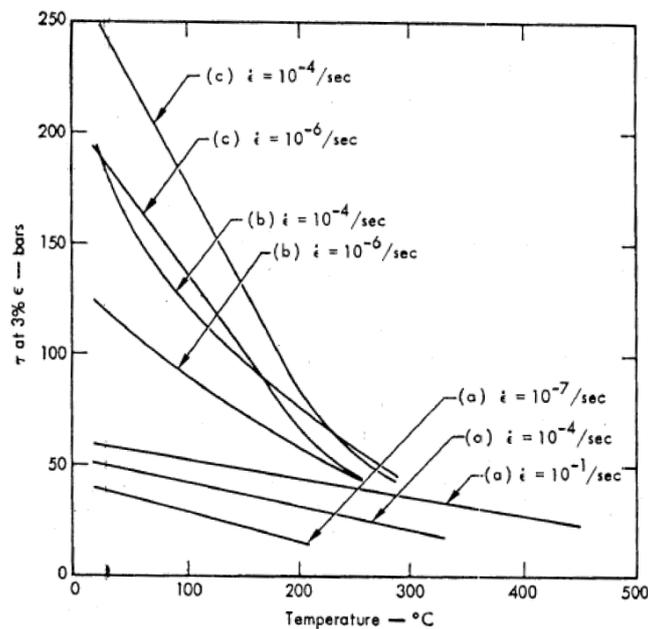


Figure 6. Cissions résolues critiques à 3% de déformation pour différentes vitesses de sollicitation en fonction de la température. Les systèmes de glissement observés correspondant sont : (a) : système dodécaédrique, (b) : système octaédrique combiné au système dodécaédrique et (c) système cubique ([Carter et Heard, 1970]).

Tableau 6. Nombre de systèmes activés en fonction de la température pour un monocristal de sel. T_m représente la température de fusion du sel ([Stokes, 1966]).

Système de glissement	Température	Nombre de systèmes actifs
dodécaédrique $\{011\} \langle 01\bar{1} \rangle$	$< 0,5 T_m$	2
cubique $\{100\} \langle 01\bar{1} \rangle$	$> 0,5 T_m$	3
octaédrique $\{111\} \langle 01\bar{1} \rangle$	$> 0,5 T_m$	5
Glissement plissé (wavy slip) $\{011\} \langle 01\bar{1} \rangle$ et $\{100\} \langle 01\bar{1} \rangle$	$\approx 0,4 T_m$	5

D'autres études récemment menées au sein du LMS par [Picard et al., 2014] sur un monocristal de sel synthétique (figure 7), sollicité en compression dans plusieurs directions à température ambiante (20 °C) et à 400 °C, ont partiellement confirmé les mécanismes de glissement et leurs conditions d'activations précédemment rappelés.

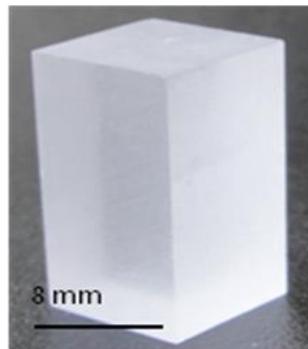


Figure 7. Echantillon de monocristal de sel synthétique ([Picard et al., 2014]).

Utilisant la technique de corrélation d'images numériques (CIN), les auteurs ont pu mettre en évidence les systèmes de glissement activés, la chronologie de leur activation au cours du chargement, ainsi que la répartition spatiale de la déformation au sein de l'échantillon et son évolution au cours du temps. Dans le cas, d'un monocristal de sel orienté selon la direction [001] et sollicité en compression parallèlement à cette direction à température ambiante, les auteurs ont pu activer deux systèmes dodécaédriques conjugués (facteur de Schmid égal à 0,5 voir Tableau 5). Ils n'ont par contre jamais pu activer simultanément les quatre autres systèmes dodécaédriques, pourtant géométriquement équivalents. Par ailleurs, des résultats

représentés sur la figure 8 montrent que localement les deux systèmes activés ne le sont pas avec la même intensité : un des systèmes est très actif, mais son homologue l'est très peu. Ces travaux ont pu montrer l'évolution au cours du chargement du champ de déformation à l'échelle de l'éprouvette (suivi optique) et à l'échelle locale (suivi au MEB). Le champ macroscopique est hétérogène en relation avec le type de chargement et la géométrie de l'échantillon, qui prend la forme de « tonneau », du fait de la formation de bandes de cisaillement centrées qui débouchent aux bords libres latéraux et des zones non déformées près des faces de chargement (Figure 8a). Localement, les bandes de cisaillement présentent une alternance de zones non déformées et de bandes de glissement cristallin discrètes (Figure 8b). Avec l'évolution du chargement, on observe i) l'intensification du cisaillement dans les bandes de glissement correspondant aux systèmes dodécaédriques, ii) la densification régulière de ces bandes au cours du temps, ce qui tend à homogénéiser la déformation (Figure 8c).

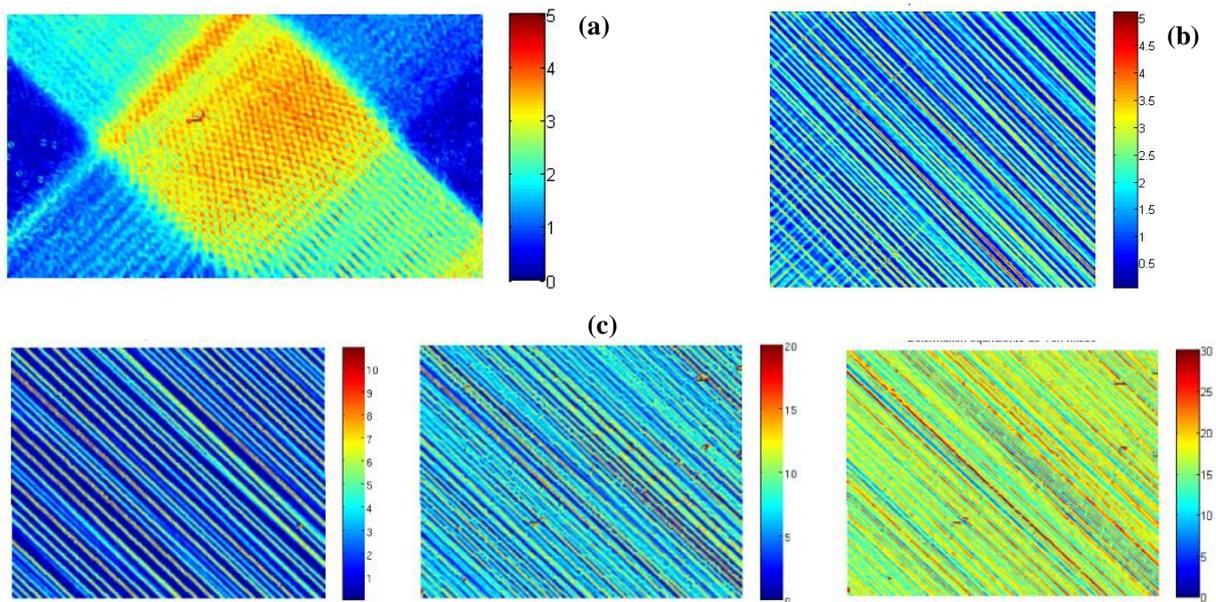


Figure 8. Cartes de déformations équivalentes observées lors de la compression (horizontale) d'un monocristal de sel synthétique suivant (001) à 20 °C ([Picard et al., 2014]). (a) : Bandes de cisaillement macroscopiques sur échantillon de 2 cm de long, mouchetis de peinture, suivi optique (base de mesure 106 μm). (b) : bandes de glissement discrètes (systèmes dodécaédriques conjugués) au sein des bandes de cisaillement macroscopiques (échantillon de 1 cm de long, zone d'observation 350 μm), microbilles d'or, suivi MEB (la base de mesure est de 3,12 μm). La déformation macroscopique est d'environ 2 %. (c) : Intensification et densification des bandes de glissement (un seul système) au cours de trois étapes du chargement (zone d'observation 350 μm , base de mesure de 3,12 μm).

1.4.2. Viscoplasticité du monocristal

Comme nous l'avons vu dans la section précédente, l'activation d'un système de glissement dépend de sa cission résolue critique, laquelle dépend de la température et de la vitesse de

sollicitation (Figure 6). Le taux d'érouissage dépend aussi de la température et de la vitesse. De ce fait, la ductilité et la rhéologie du monocristal dépend de ces deux paramètres. En effet, [Wanten et al., 1993] ont montré en sollicitant en compression uniaxiale un monocristal synthétique de sel, qu'une augmentation de la vitesse de sollicitation, augmente la limite élastique et le taux d'érouissage et réduit la ductilité du matériau (augmentation du module tangent) : il s'agit d'un comportement rhéologique viscoplastique (voir Figure 9a). Ces mêmes auteurs ont étudié l'effet de la température pour une vitesse de chargement donnée sur le comportement plastique du monocristal. Les résultats montrent qu'augmenter la température augmente la ductilité du matériau et réduit le taux d'érouissage (diminution du module tangent, Figure 9b).

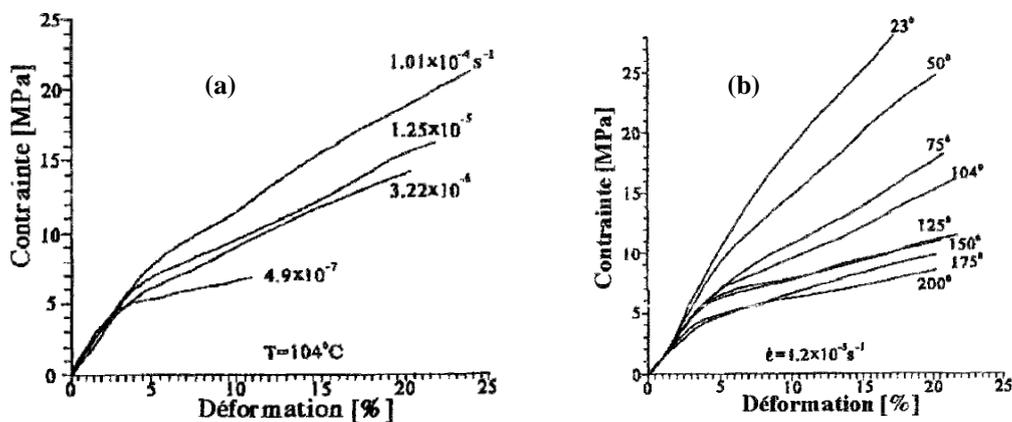


Figure 9. Courbes de chargement macroscopique de compression uniaxiale sur un monocristal de sel synthétique pour une température de 104 °C à plusieurs vitesses de sollicitation (a); (b) pour une vitesse de sollicitation de $1,2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et à plusieurs températures ([Wanten et al., 1993]).

L'effet de la température peut être expliqué par le fait que l'activation des mécanismes de glissement à l'origine du comportement plastique et des mécanismes de restauration sont thermiquement activés. Les effets de température et vitesse sont opposés : le matériau est d'autant plus ductile que la température est haute et que la vitesse est basse (voir figure 9). Ce comportement est la signature de mécanismes thermiquement activés. L'effet de la vitesse porte aussi bien sur la cission critique initiale que sur l'érouissage.

1.5. Comportement du polycristal

Un polycristal est un agrégat mono ou polyphasé, constitué d'un ensemble de grains monocristallins. Chaque grain possède une orientation cristallographique propre. Les interfaces de transition d'un grain à l'autre sont appelées joints de grains. Comme nous

l'avions mentionné (voir partie 1.2), du point de vue de la plasticité, ils peuvent être considérés comme des défauts planaires de la structure cristalline et ont des implications très importantes sur le comportement viscoplastique du matériau polycristallin. La désorientation entre grains voisins se mesure par les angles de rotation autour de deux axes, l'un appartenant au plan d'interface et l'autre étant normal à ce dernier (voir Figure 10). Ces angles définissent une désorientation de flexion et de torsion respectivement. Ils sont en général de plus de dix degrés. Les interfaces de plus faible désorientation (low angle boundaries) sont les cas particuliers les plus simples. Ce sont les joints de flexion ou de torsion, (tilt ou twist boundaries, voir Figure 10). Le joint de flexion contient l'axe de rotation des grains, le joint de torsion est perpendiculaire à cet axe. Ces types de joints peuvent résulter de l'empilement de dislocations en parois. La Figure 10b montre schématiquement comment une paroi de dislocations coin crée une tilt-boundary (ou joint de flexion), dont la désorientation dépend de la norme \vec{b} du vecteur de Burgers et de la distance entre les dislocations empilées. Similairement, un empilement de dislocations vis forme une twist-boundary (ou joint de torsion). Les joints de flexion et de torsion (aussi appelés sous-joints), préfigurent la formation de cellules (ou de sous-grains). Avec l'accroissement du nombre d'empilement, et donc de désorientation, les cellules tournent progressivement par rapport au réseau initial : on parle de recristallisation par rotation de réseau ou polygonisation. La description géométrique simple de la structure d'un joint de grain n'est possible que dans le cas des joints de torsion et de flexion. Dans le cas général, quand l'angle de désorientation est supérieur à 15° , la distorsion des réseaux cristallographiques devient trop grande et la structure du joint de grain s'établit selon des configurations locales spécifiques.

Nous avons vu que la réponse locale viscoplastique du monocristal de sel est hétérogène, avec formation de bandes discrètes de glissement. Le comportement viscoplastique du polycristal est aussi hétérogène à l'échelle du grain cristallin individuel, mais il l'est encore davantage à l'échelle de la microstructure polycristallin. La réponse de chaque grain à la sollicitation mécanique n'est pas seulement liée à son orientation propre par rapport à l'état de contrainte macroscopique, comme dans le cas du monocristal. Dans le cas du polycristal, la compatibilité de déformation plastique entre grains voisins soumis au même état de contrainte dépend fortement de leur degré de désorientation. Pour résumer, on peut dire que l'existence, le type et la densité de joints de grains (fonction de la taille des grains) conditionne fortement la réponse viscoplastique de l'agrégat.

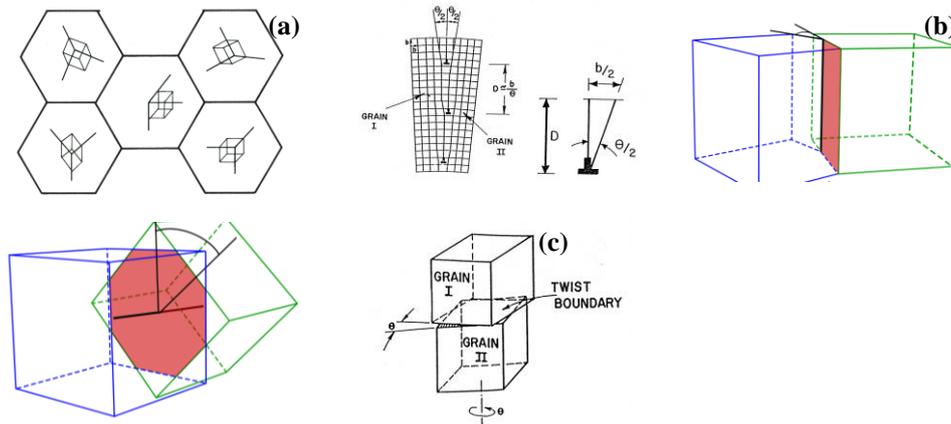


Figure 10. Représentation schématique d'un polycristal (a) et d'un joint de grain : (b) Low angle tilt boundary, (c) Low angle twist boundary.⁸

1.5.1. Microstructure et micro-mécanismes de déformation plastique du sel

L'hétérogénéité de déformation à l'échelle d'un agrégat de grains de sel gemme a été caractérisée en détail dans le cadre d'une étude antérieure ([Bourcier, 2012]). Elle portait sur un matériau synthétique élaboré en laboratoire et reposait sur la mise en œuvre de techniques d'expérimentation mécanique multiéchelle sous microscope électronique à balayage ou microscope optique et d'analyse d'images par corrélation. Ces outils, utilisés et développés également dans notre travail, seront décrits plus en détail ultérieurement. Nous rappelons ici les principaux résultats obtenus sur la caractérisation des champs locaux de déformation et sur les mécanismes de déformation observés.

La figure 11 montre la microstructure typique d'un échantillon de sel synthétique à gros grains (grains entre 100 et 500 μm de diamètre) élaboré au laboratoire LMS et observé au MEB en électrons secondaires.

La texture cristallographique typique d'un échantillon de sel synthétique est représentée sur la Figure 12. Elle montre une texture assez isotrope du polycristal.

⁸ Une partie de ces figures provient de http://en.wikipedia.org/wiki/Grain_boundary.

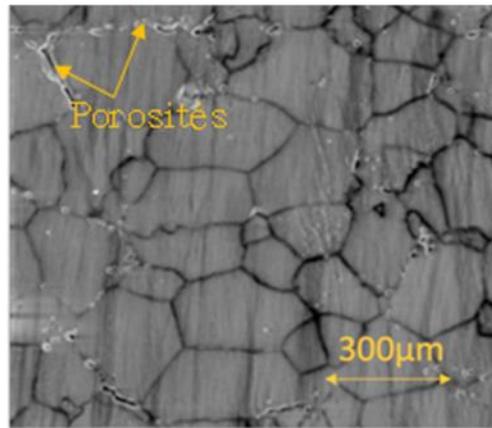


Figure 11. Microstructure d'un polycristal de sel synthétique à gros grains observée au MEB en électrons secondaires.

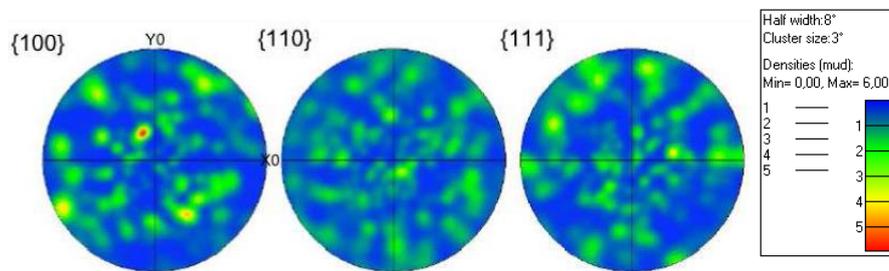


Figure 12. Texture cristallographique du sel gemme en figures de pôles obtenue après EBSD sur une surface contenant une centaine de grains ([Bourcier, 2012]).

En présence d'une contrainte appliquée à l'échantillon, chaque grain du polycristal activera ses systèmes de glissement les plus faciles en fonction de son orientation cristallographique propre et de la contrainte locale qui peut différer de la contrainte macroscopique, c'est-à-dire en fonction de leur facteur de Schmid local. De plus, les incompatibilités plastiques locales au niveau des joints des grains voisins de la microstructure (dont les orientations diffèrent), peuvent modifier l'état de contrainte local et induire l'activation de systèmes de glissement supplémentaires.

Afin de mettre en évidence les mécanismes microstructuraux de déformations responsables de la déformation viscoplastique d'un polycristal de sel à l'échelle de la microstructure ([Bourcier, 2012], [Bourcier et al., 2013]) a effectué des essais mécaniques de compression (voir courbe de chargement sur la Figure 13(2)) dans la chambre d'un MEB. Les essais ont été menés sur un polycristal de sel synthétique à gros grains (Figure 13(1)) (taille des grains entre 200 à 500 μm) à une vitesse de déformation de l'ordre de $8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. En utilisant une technique de corrélation d'images MEB de haute résolution (4096 x 3775 pixels) acquises durant l'essai,

les auteurs ont établi des cartes de déformation à différentes étapes de chargement (Figure 13(3)). Ils montrent, comme résumé en introduction de la section 1.5, que la déformation plastique d'un polycristal de sel est hétérogène aussi bien au sein des grains qu'à l'échelle de sa microstructure cristalline. De plus, les auteurs ont observé que l'écoulement viscoplastique du polycristal fait intervenir *deux mécanismes de déformation* :

- i. le glissement plastique intragranulaire. Ce glissement est lié au mouvement des dislocations dans les plans de glissement et selon les directions de glissement décrites auparavant (paragraphe 1.3). Il s'agit du mécanisme de plasticité cristalline classique (CSP ou Crystal Slip Plasticity en anglais). On observe à la surface des grains, comme pour le monocristal, des lignes de glissement discrètes dont l'intensité (quantité de cisaillement) et la densité augmentent avec la déformation macroscopique.
- ii. le glissement aux joints de grains (GBS pour Grain Boundary Sliding en anglais). Ce mécanisme de déformation apparaît secondaire en termes de contribution à la déformation plastique totale du polycristal. Mais, il est présent pour des microstructures à gros ou petits grains et aussi bien à température ambiante qu'à 350°C. Les auteurs interprètent son activation comme nécessaire pour accommoder les incompatibilités cinématiques entre grains adjacents de forte désorientation.

Néanmoins, des questions importantes sans réponses subsistaient. Y-a-t-il un seuil de déformation plastique à partir duquel le GBS s'active ? Quelle est quantitativement la part de ce mécanisme intergranulaire microscopique à la déformation macroscopique du matériau ? Quelle est sa dépendance avec la température ? Ce sont les questions auxquelles nous avons répondu dans ce manuscrit (voir chapitre 2).

1.5.2. Effet de la taille de grains sur les mécanismes de déformation

L'effet de la taille des grains dans le cas d'un polycristal de sel gemme a été étudié par [Stokes, 1966] en faisant une série d'essais de traction à une vitesse de 5.10^{-5} s^{-1} sur des échantillons de différentes tailles moyennes de grains (Figure 14). Les résultats montrent que la ductilité du matériau augmente avec la taille de grain. Plus la taille de grains est faible et plus le matériau est résistant et s'écrouit fortement. Cet effet, aussi constaté dans la plupart des matériaux polycristallins sujets à la déformation viscoplastique par CSP (plasticité cristalline par glissement de dislocations), est connu sous le nom d'effet Hall-Petch ([Petch, 1953]). La faible taille de grains implique une forte densité de joints de grains et donc des

libres parcours moyens réduits pour le glissement des dislocations, car les joints sont des barrières à la propagation du glissement cristallin (voir section 1.2).

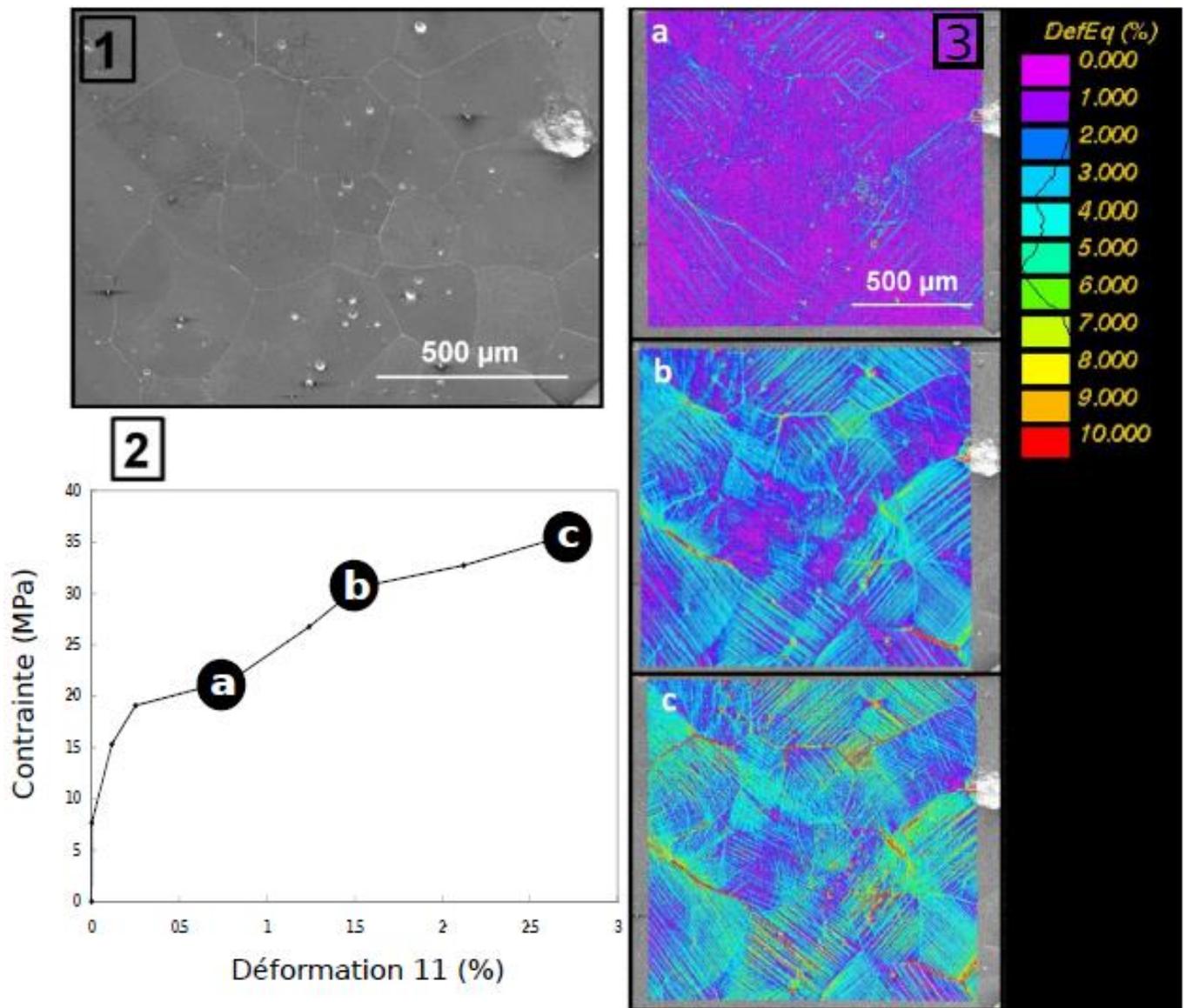


Figure 13. Microstructure MEB du matériau de sel synthétique à gros grains (1). Courbe de chargement macroscopique de compression (la déformation est obtenue par CIN) (2). Cartes de déformation au sens de Von Mises obtenues par CIN pour différentes valeurs de déformation macroscopique (3). La base de mesure est de 8 μm. L'axe de compression est horizontal ([Bourcier, 2012]).

Au contraire, une taille de grain faible est favorable à un écoulement viscoplastique régi par des mécanismes intergranulaires, comme le glissement aux joints de grains (GBS). Ce type de comportement est fréquent pour les céramiques et oxydes, avec une accommodation du GBS par transport de matière diffusif à l'état solide, ou en solution en présence de phase liquide intergranulaire ([Dimanov et al., 1998], [Dimanov et Dresen, 2005], [Dimanov et al.,

2007]). Pour le sel gemme, très sensible à la dissolution en phase aqueuse, le mécanisme de dissolution-transport-précipitation en présence de saumure aux interfaces serait très efficace pour les faibles tailles de grains et les faibles vitesses de déformation ([Urai et Spiers, 2007], voir section suivante). Les études menées par [Bourcier, 2012], [Bourcier et al., 2013] ont aussi montré que dans le sel gemme synthétique les mécanismes de glissement aux joints semblaient être plus actifs si on réduit la taille des grains.

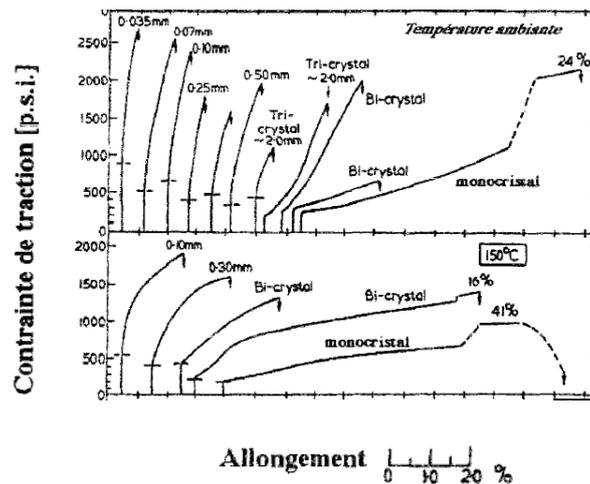


Figure 14. Courbe de chargement Contrainte-Déformation. 1000 psi = 6,8 MPa. La valeur affichée sur les courbes représente le diamètre moyen des grains ([Stokes, 1966]).

1.6. Fluage du sel gemme et mécanismes microphysiques

Le comportement mécanique du sel gemme a été largement étudié à travers des essais de fluage en laboratoire du fait des intérêts socio-économiques qu'il représente. En effet, le stockage souterrain massif d'hydrocarbures est pratiqué depuis le choc pétrolier des années 1970 (notamment aux USA) dans des cavernes de sel artificielles profondes (500 – 1500 m). Le stockage géologique durable des déchets nucléaires issus de la filière civile est aussi envisagé dans des mines excavées au sein de formations salines (solution retenues par les USA et l'Allemagne). Or, les formations salines peu profondes et accessibles sont issues de la lente remontée de panaches de sel à travers les couches sédimentaires supérieures pour des raisons isostatiques (la densité du sel est plus faible que celle des roches sédimentaires). Cette remontée est uniquement possible grâce aux propriétés de fluage du sel sous faible déviateur sur des durées géologiques. De fait, tout ouvrage réalisé dans une formation saline est amené à se refermer lentement sur lui-même (convergence), également par fluage. Aussi, La prédiction du comportement à long terme d'une cavité saline sous l'effet de pression lithostatique du massif et de la température nécessite une compréhension et une modélisation

de son comportement en fluage. L'étude du fluage d'un matériau consiste, pour une température d'essai donnée, à appliquer une contrainte déviatorique constante et à mesurer l'évolution de la déformation dans le temps (déformation différée). Sur la figure 15 est représentée la courbe typique de fluage du sel gemme ([Hansen, 2014]). On peut remarquer l'existence de trois stades qui sont : le fluage primaire ou transitoire, le fluage secondaire et le fluage tertiaire.

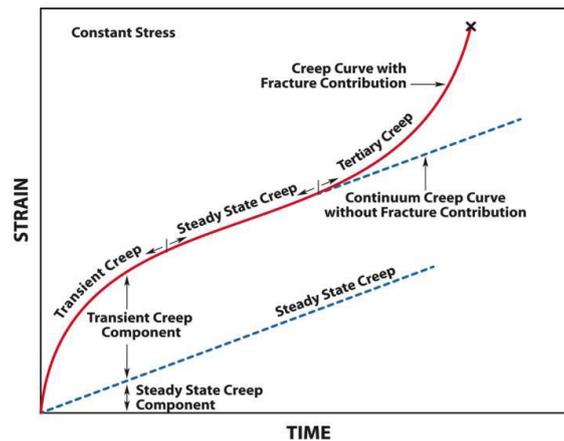


Figure 15. Courbe déformation-temps typique de fluage ([Hansen, 2014]).

Durant le fluage transitoire s'établit i) la mise en place (planéité aux contacts de chargement) et ii) l'activation du mécanisme physique sous-jacent à l'écoulement macroscopique. Par exemple, se développe une densité de dislocations constante, en relation avec le niveau de charge. Le fluage tertiaire est le stade ultime qui survient après une déformation macroscopique en stade deux substantielle, ayant entraîné un micro-endommagement (fissuration) conséquent. Ce stade correspond à une transition dite ductile-fragile et voit une accélération du fluage qui conduit à la rupture du matériau, car il combine mécanismes viscoplastiques et semi-fragiles (coalescence de fissuration). La plupart des modèles de fluage se limitent au fluage transitoire et secondaire. L'origine du fluage macroscopique est liée à l'activation de mécanismes microphysiques à la faveur d'une contrainte différentielle suffisante (seuil). Suivant les conditions de température et la valeur de cette contrainte (et donc de la vitesse de fluage qui en résulte), ces mécanismes peuvent être liés au glissement de dislocations (CSP), au glissement de dislocations combiné avec un mécanisme de restauration (montée, ou climb en anglais). En suivant le concept établi en métallurgie, [Ashby, 1972] et [Munson et Dawson, 1984] ont établi une carte des mécanismes de déformation en fluage du sel gemme (Figure 16) en se basant sur des travaux ayant identifié expérimentalement les mécanismes microphysiques actifs. Le diagramme établit dans

l'espace température homologue ($T(K)/T_M(K)$, T_M étant la température de fusion en degré Kelvin) - contrainte normalisée (par le module de cisaillement) pour une vitesse donnée, les conditions où domine chaque mécanisme.

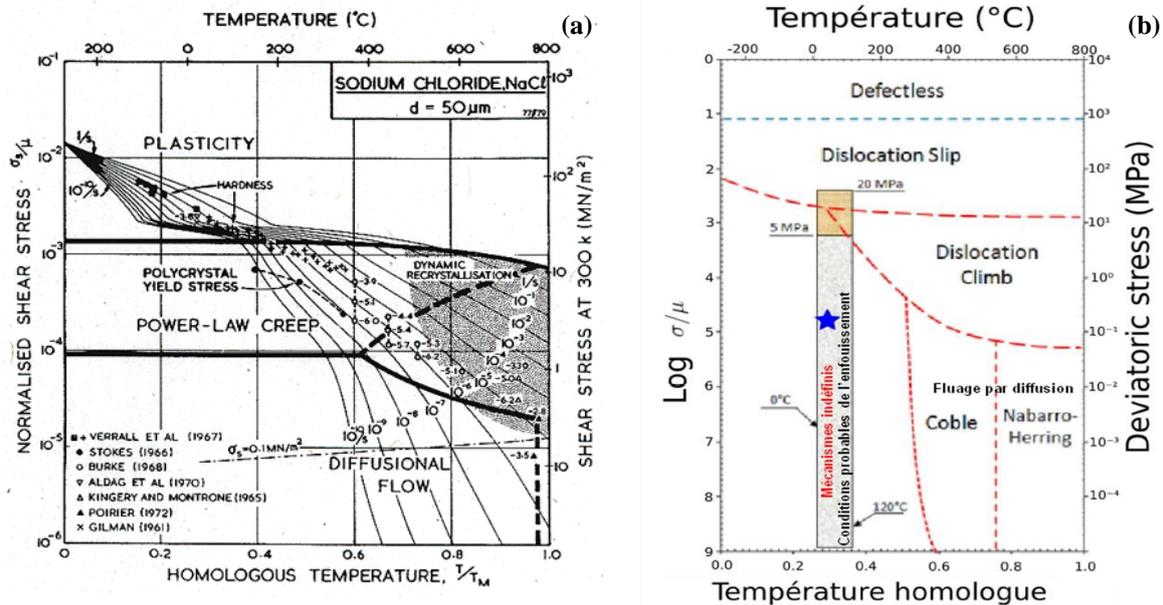


Figure 16. Carte des mécanismes de déformation opérationnels dans le sel gemme en fonction de la contrainte et de la température, μ étant le module de cisaillement et σ la contrainte déviatorique. (a) : publiée par Ashby (1972), (b) : réactualisée par [Munson et Dawson, 1984] d'après ([Bérest et al, 2012]). Dislocation slip : CSP. Dislocation climb : glissement plus montée de dislocations, Fluage-diffusion : GBS et transport diffusif de matière aux interfaces (Coble) ou en volume (Nabarro-Herring).

La région indiquée par Dislocation Slip correspond à la plasticité cristalline par glissement de dislocations (CSP), qui est opérationnelle à fortes contraintes. Dislocation climb (ou power law creep pour Ashby) indique le glissement cristallin accompagné de montée de dislocations. De fait, son activité est favorisée par la température. Ces régimes sont ceux habituellement rencontrés dans les essais en laboratoire et sont très documentés. La rhéologie qui leur est associée est fortement non linéaire : la vitesse de fluage est une puissance élevée (3 à 5) de la contrainte différentielle. Pour le sel, la montée peut être mise en évidence à des températures supérieures à 100 °C. [Hansen, 2014] a observé les sous-grains résultant de la polygonisation (Figure 17), suite à la montée des dislocations sur un échantillon de sel naturel. L'essai a été conduit à 100 °C avec une contrainte différentielle de 15 MPa et jusqu'à une déformation axiale de 12 %. La polygonisation, la formation de sous-joints et la recristallisation dynamique, est très rapide et spectaculaire à hautes températures (250-790°C, [Guillopé et Poirrier, 1978]).

Fluage-diffusion indique les mécanismes inter-granulaires comme le glissement et la migration de joints de grains. Ces mécanismes sont actifs aux faibles contraintes et aux hautes températures. Dans ces conditions le glissement aux joints est accompagné par diffusion atomique, qui permet de maintenir la cohésion de l'interface et de transporter de la matière depuis les interfaces ou régions de grains en compression vers les régions en extension (Ashby et Veral, 1978). Quand la diffusion opère aux interfaces, on parle de fluage diffusif de type Coble. Quand la diffusion opère en volume on parle de fluage de type Nabarro-Herring. Ces régimes sont en général beaucoup moins documentés que ceux qui impliquent la plasticité cristalline. La rhéologie qui leur est associée est de type newtonienne : la vitesse de fluage est une fonction linéaire de la contrainte différentielle.

La région aux très faibles contraintes et aux températures faibles à basses est indiquée comme indéterminée. Il n'y a pas de consensus quant aux mécanismes dominants. C'est pourtant dans ces conditions que s'effectuerait le stockage géologique à long terme. Sur la base d'expériences, d'observations de microstructures naturelles et de modélisation certains auteurs ([Urai et Spiers, 2007]) proposent pour ce régime, en présence de saumure piégée aux interfaces (conditions naturelles), un mécanisme inter-granulaire de type GBS avec migration d'interfaces accompagné par dissolution-transport-précipitation. Ce régime serait aussi de type newtonien. Une mesure de vitesse de fluage stationnaire extrêmement lente (environ 10^{-12} s^{-1}) a été effectuée dans la mine de sel de Varangéville ([Bérest et al., 2004], étoile bleu sur la Figure 16) pour une contrainte différentielle de 0,1 MPa imposée par charge morte. La mesure de cette vitesse n'est possible que grâce à la stabilité thermique de la mine meilleure que le centième de degré. D'autres mesures sont actuellement en cours à des niveaux de contrainte différentielle entre 0,1 et 0,3 MPa pour tenter de confirmer expérimentalement le type de rhéologie ([Bérest et al, 2012]).

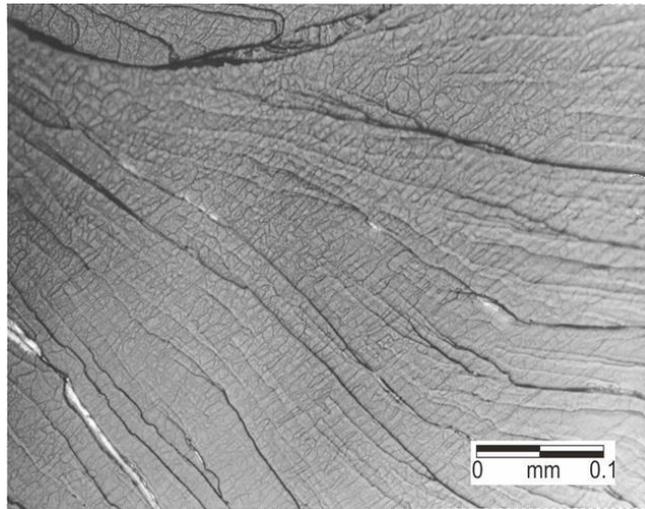


Figure 17. Sous-joints résultant de la polygonisation ([Hansen, 2014]). Les petites rides donnent un aspect de peau correspondent aux sous joints.

1.7. Techniques d’expérimentation micromécanique

Cette partie est consacrée aux techniques de caractérisations utilisées dans ce manuscrit et qui ont déjà été mis en œuvre dans l’étude antérieure dont les principaux résultats ont été cités plus haut. Il s'agit des techniques de caractérisation surfacique et volumique de polycristaux. Le principe de chacune de ces techniques sera détaillé dans la suite. On donnera aussi les paramètres d'acquisition utilisés lors de l'utilisation de ces différentes techniques sur notre matériau. Des exemples de caractérisation de la microstructure du sel étudié dans ce projet seront présentés.

1.7.1. Microscope électronique à balayage (MEB)

Le MEB est devenu un outil incontournable pour la caractérisation de la microstructure des polycristaux. Son fonctionnement est basé sur l'interaction électron-matière. Il fournit des images de haute résolution de la surface d'un échantillon conducteur ou rendu conducteur (par dépôt d'une fine couche métallique). Pour ce faire, le principe est de balayer la surface d'un échantillon avec un faisceau d'électrons (canon à émission par effet de champ dans notre cas aussi appelé canon FEG pour Field Emission Gun) qui a été préalablement traité et guidé grâce à des bobines électro-magnétiques (la tension accélératrice des électrons incidents peut varier de 0,2 à 30 kV). Suite à l'interaction entre les électrons incidents et la matière, l'échantillon réémet certaines particules sous forme d'électrons et de rayonnement X. L'analyse de ces particules émises, provenant de différentes profondeurs, par des détecteurs appropriés donne des informations sur la topologie, la composition chimique ainsi que

l'orientation cristallographique des grains à la surface de l'échantillon. Les particules réémises proviennent (voir figure 18) d'une profondeur variant de moins de 1 nm (électrons Auger) à 5 μm (rayons X). Cette profondeur varie en fonction du matériau et de la tension d'accélération choisie. Parmi les signaux caractéristiques émis importants dans notre étude, on distingue :

a. Les électrons secondaires (SE pour Secondary Electrons en anglais)

Ils proviennent de chocs inélastiques entre les électrons incidents et les électrons des atomes proches de la surface de l'échantillon (moins de 0,1 μm). Leur énergie est relativement faible (de l'ordre de 50 eV). Ils peuvent donc être déviés avec une faible différence de potentiel et être collectés en grand nombre sur un détecteur (ETD pour Everhardt Thornley dans notre cas). On obtient des images de bonne qualité avec un bon rapport signal sur bruit. Les SE provenant des couches superficielles sont sensibles au relief de la surface étudiée et nous renseignent donc sur la topographie de la surface de l'échantillon.

b. les électrons rétrodiffusés (BSE pour BackScattered Electrons en anglais)

Les électrons rétrodiffusés résultent d'un choc quasi-élastique entre les électrons du faisceau incident et les atomes sous la surface de l'échantillon (jusqu'à une profondeur d'environ 1 μm). Ils ont une énergie assez élevées pouvant aller jusqu'à 30 keV qui est voisine de celle des électrons incidents. La résolution des images obtenue est moins bonne que celle des images en SE (de l'ordre du micromètre ou du dixième de micromètre). L'abondance des BSE dépend du numéro atomique de l'élément qui les a émis. Ils nous renseignent donc sur la composition chimique de l'échantillon étudié en produisant un contraste de phase dépendant du numéro atomique de l'élément mis en jeu.

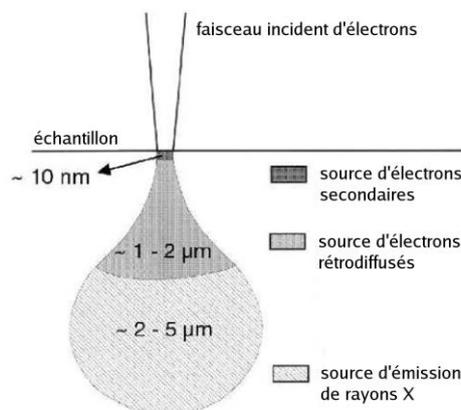


Figure 18. Interaction entre un faisceau d'électrons et la matière (poire d'émission), d'après [Héripré, 2006].

L'acquisition des images dans notre étude a été effectuée grâce à un MEB Quanta 600 FEG (Field Emission Gun, canon à émission par effet de champ) possédant un détecteur SE et BSE. Il peut être utilisé en mode normal (sous vide secondaire) ou en mode « pression partielle » (vide de l'ordre de quelques centaines de Pascals). Dans le cadre de nos expériences, nous avons utilisé le MEB en mode normal, ce qui a nécessité la métallisation de la surface des échantillons par dépôt d'une fine couche d'or par pulvérisation cathodique. Les paramètres d'acquisition des images MEB utilisées dans le cadre des travaux de thèse de [Bourcier, 2012] qui s'avèrent être optimaux pour la CIN ont été reconduits. Il s'agit :

- d'une haute définition des images de 4096 x 3775 pixels qui sont codées en 16 bits.
- d'une taille de spot de 3.5 (correspondant à une certaine quantité d'électrons) et une ouverture de diaphragme 5 (30 μm de diamètre)
- d'une vitesse de balayage de 30 $\mu\text{s}/\text{pixel}$.
- d'une tension accélératrice de 15 kV.
- d'une distance de travail WD (Working Distance) de 10 mm.

La Figure 11 montre une image MEB en mode SE d'un échantillon de sel synthétique à gros grains (100 à 500 μm de diamètre) prise dans les conditions ci-dessus. Pour ce qui est des images MEB pour la corrélation d'images, nous avons choisi de les acquérir en mode BSE. En effet, ce mode est sensible au contraste chimique et s'avère être plus approprié pour la conservation du niveau de gris des images.

1.7.2. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

La technique EBSD (Electron BackScattered Diffraction en anglais) est une technique expérimentale de caractérisation de l'orientation cristalline locale des matériaux. Elle s'est beaucoup développée ces dernières années ([Randle et al, 1988], [Randle et Engler, 2000], [Baudin, 2010]) et est devenue une technique puissante de caractérisation de la microstructure des matériaux polycristallins. Elle donne accès à la morphologie des grains, à leur orientation dans l'espace mais aussi aux phases présentes dans la zone analysée. La technique se base sur les phénomènes de diffraction régis par la loi de Bragg et l'indexation des bandes de diffraction résultantes (bandes de Kikuchi). En effet, le principe de l'EBSD consiste à exciter une zone de la surface d'un échantillon par un faisceau d'électrons incidents et de récupérer sur un détecteur le faisceau diffracté après l'interaction (Figure 19). En fait, suite à cette excitation, certains électrons rétrodiffusés interagissent avec les plans atomiques de la maille

crystalline qui diffractent ces derniers sous les conditions de Bragg. Chaque plan atomique cristallin émet suite à la diffraction une paire de cônes de diffraction (cônes de Kossel, voir Figure 20).

L'intersection de cette paire de cône avec un écran phosphorescent forme des bandes connues sous le nom de bandes de Kikuchi (voir Figure 20). L'ensemble des paires de cône résultant de la diffraction sur les plans atomiques forme sur l'écran phosphorescent un diagramme dit de Kikuchi (Figure 21a). Un détecteur EBSD enregistre en temps réel le diagramme obtenu sous forme d'image numérique (cliché). L'indexation de ce diagramme, c'est-à-dire l'association à chaque bande d'un plan cristallographique se fait par analyse du cliché. L'analyse des orientations des bandes permet de remonter à l'orientation cristalline du grain analysé.

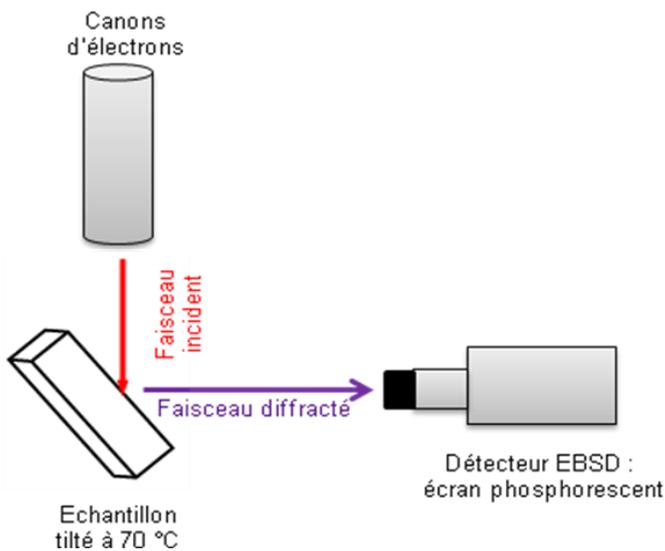


Figure 19. Schéma illustratif du système EBSD.

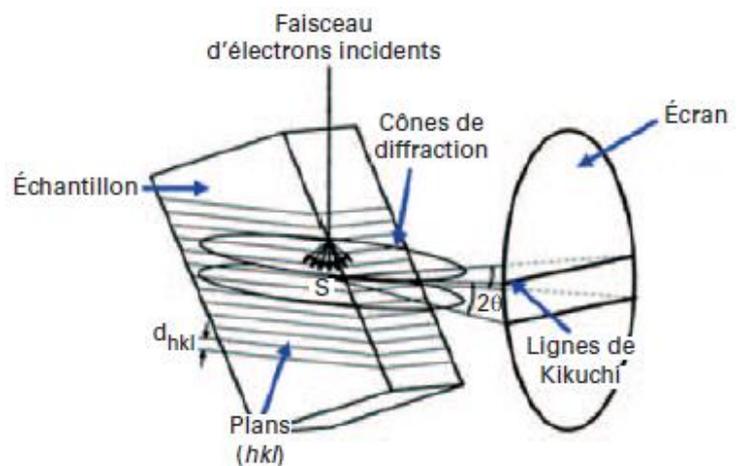


Figure 20. Schéma illustrant le principe de diffraction et de la formation des lignes de Kikuchi ([Baudin, 2010]).

Cette orientation est donnée en général en angles d'Euler permettant de repérer l'orientation des directions cristallographiques par rapport à un repère de référence lié à l'échantillon ou au microscope. Le balayage sur une surface d'intérêt permet de construire une cartographie d'orientations (Figure 21b).

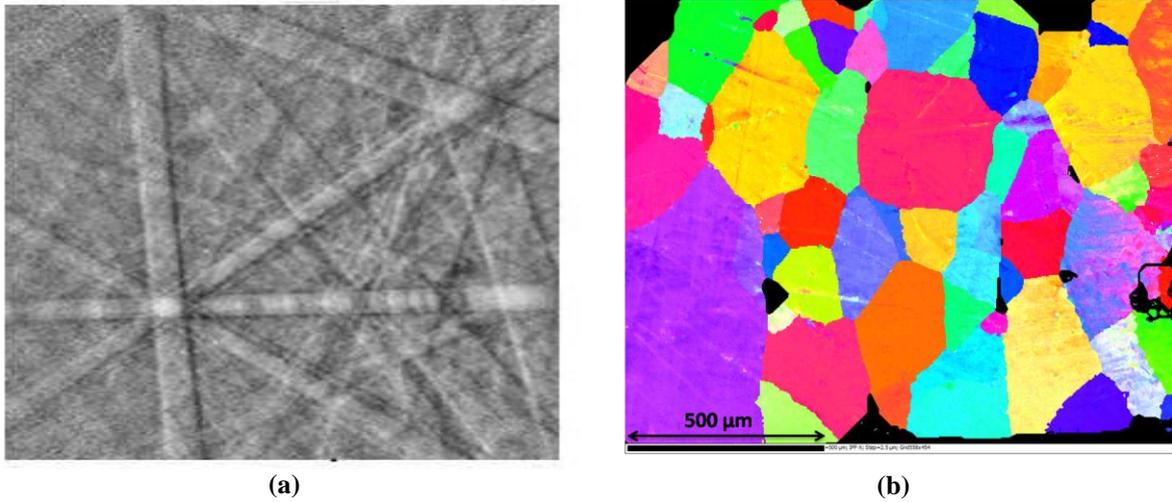


Figure 21. Diagramme de Kikuchi pour un cristal de sel (a) et la cartographie d'orientations (b) d'un polycristal de sel synthétique contenant des particules de cuivre⁹ (de quelques dizaines de micromètres de diamètre).

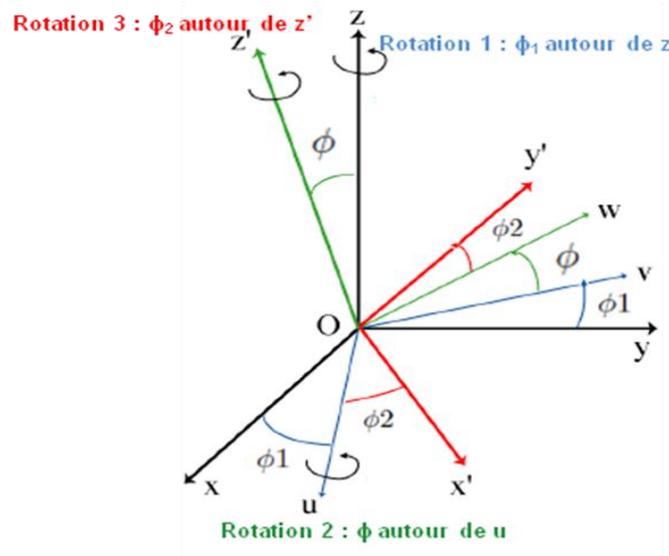


Figure 22. Représentation des trois rotations et angles d'Euler avec la convention de Bunge.

$$\underline{\underline{R}} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \cos \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad (1.4)$$

Les trois angles d'Euler (φ_1 , φ , φ_2) (voir Figure 22) décrivent l'orientation locale de chaque grain (i.e. les directions cristallographiques du cristal) par rapport à un repère de référence fixe. Ces trois angles définissent la matrice de rotation reliant le repère cristallin ($Ox'y'z'$) au repère global de l'échantillon ($Oxyz$) (équation 1.4). La résolution spatiale de cette technique dépend du MEB utilisé (i.e des paramètres de faisceau choisis, de sa brillance et de la taille du

⁹ Pour l'intérêt des particules de cuivre, le lecteur peut se référer au chapitre 3.

spot d'électron impactant le matériau) ainsi que du matériau (dont dépend la taille de la zone sondée par les BSE). Elle est associée au pas de balayage, ainsi qu'à la taille du volume diffractant, qui peut-être de l'ordre de 20 nm dans de bonnes conditions. Il est aussi important de préciser que l'état de surface des échantillons doit être bien préparé avant l'analyse EBSD. La caractérisation de l'orientation cristalline de nos échantillons a été effectuée par le même MEB FEG Quanta 600 équipé d'un détecteur EBSD en mode « pression partielle » pour ne pas avoir à métalliser l'échantillon. Le traitement des clichés EBSD a été effectué par le logiciel Flamenco (HKL Technology). Lors de nos expériences, l'échantillon a été tilté de 70° par rapport à l'horizontale afin d'augmenter le rendement d'électrons diffractés collectés. Les paramètres utilisés lors des analyses EBSD sont les suivants :

- une tension d'accélération de 20 kV.
- une WD de 20 mm.
- un vide partiel avec une pression de 80 Pa
- une taille de spot 4.
- une ouverture du diaphragme 3 pour augmenter le nombre d'électrons impactant la surface de l'échantillon et donc le rendement d'électrons diffractés.

1.7.3. Microtomographie d'absorption aux rayons X synchrotron

La microtomographie d'absorption aux rayons X synchrotron ([Baruchel et al., 2000]) est une technique d'imagerie tridimensionnelle qui permet d'accéder à la microstructure à cœur d'un matériau (phase présentes, porosités, fissures...) avec une très haute résolution (de l'ordre du micromètre) après reconstruction d'un certain nombre de projections (ou radiographies). A titre d'exemple, sur la Figure 23 est représentée une coupe horizontale à travers le volume reconstruit d'un échantillon parallélépipédique (7,33 mm de côté) de sel synthétique contenant des particules de cuivre en utilisant la microtomographie aux rayons X synchrotron. Cette technique a été utilisée dans le cadre de nos travaux afin de caractériser les hétérogénéités de déformation à cœur de nos échantillons polycristallins de sel par corrélation d'images volumique (CIV, [Bornert et al., 2004]). Le principe de cette technique, sa mise en place, les développements apportés et les applications dans le cadre de cette étude seront détaillés dans le chapitre 3.

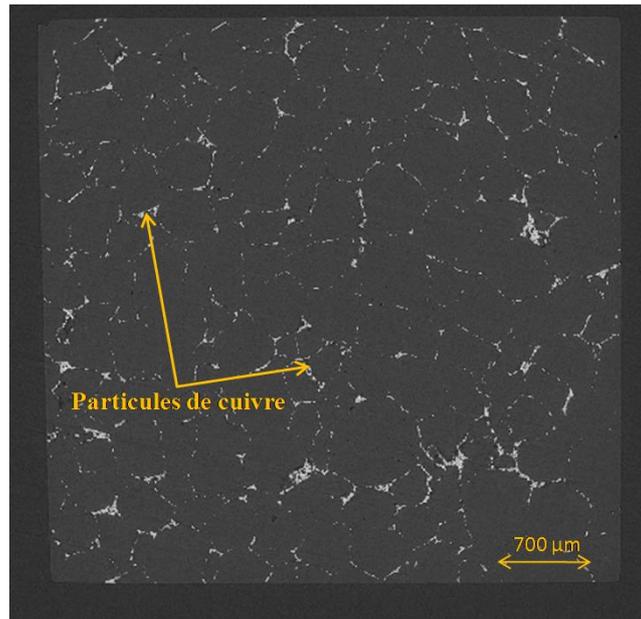


Figure 23. Coupe à cœur d'un échantillon de sel synthétique (niveau de gris sombre) contenant des particules de cuivre (zone claire) obtenue par microtomographie aux rayons X synchrotron (ligne Id19 de l'ESRF). La résolution spatiale est de 3,5 $\mu\text{m}/\text{voxel}$.

1.7.4. Tomographie par contraste de diffraction (DCT)

La technique DCT (pour Diffraction Contrast Tomographie en anglais) ([Ludwig et al, 2009], [Boller et al., 2010], [Reischig et al., 2013], [Buffière et al., 2014]) est une technique expérimentale de caractérisation tridimensionnelle de l'orientation cristalline locale des matériaux cristallins. Cette technique donne ainsi accès à la morphologie des grains (taille et forme) ainsi qu'à leur orientation en volume. Cette technique d'imagerie synchrotron combine les principes de la microtomographie aux rayons X synchrotron (visualisation 3D des phases de la microstructure à cœur) et de l'imagerie par diffraction (voir Figure 24). Le dispositif expérimental utilisé pour la technique DCT est identique à celui de la tomographie à la différence que lors de l'expérience DCT :

- un faisceau monochromatique de faible bande passante est utilisé.
- un nombre important d'images (3600 images) est acquis sur une rotation continue jusqu'à 360° de l'échantillon.
- le détecteur couvre une zone beaucoup plus grande (3 à 5 fois) que celle illuminée par le faisceau (voir Figure 24), de sorte à enregistrer non seulement la radiographie en absorption mais aussi un nombre suffisant d'images de grains diffractés.

A partir des taches de diffraction identifiées sur les images un algorithme de reconstruction algébrique permet de reconstruire la forme tridimensionnelle et l'orientation cristalline de chaque grain dans le volume analysé.

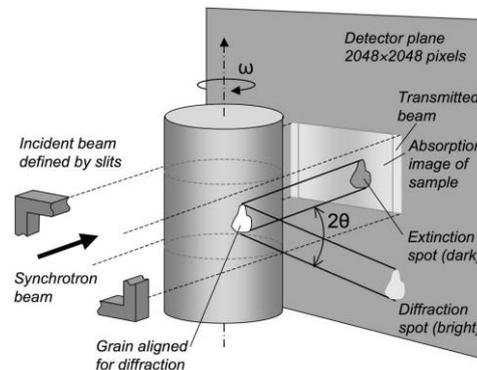


Figure 24. Schéma illustrant le dispositif expérimental de la technique DCT d'après [Buffière et al., 2014]. On enregistre simultanément sur le même détecteur l'image transmise et les taches de diffraction. Le détecteur est beaucoup plus grand que la projection de l'échantillon et que le faisceau (limité à l'échantillon), pour enregistrer les images diffractées des grains.

Toutefois, pour que les taches de diffraction soient identifiables, les grains de la microstructure polycristalline ne doivent pas être trop déformés plastiquement¹⁰. Les paramètres expérimentaux typiques utilisés dans une expérience DCT sont indiqués dans le Tableau 7.

Tableau 7. Paramètres expérimentaux utilisés pour la DCT d'après [Buffière et al., 2014].

Paramètres	Limites pratiques	Valeurs typiques
Taille de pixel	0,3-50 μm	1-10 μm
Taille de grain	10-5000 μm	20-200 μm
Diamètre de l'échantillon	0,05-10 mm	0,3-1,5 mm
Distance axe de rot.-échantillon	0,5-100 mm	3-10 mm
Taille de l'image	1024 ² -4048 ²	2048 ²
Incrément de rotation	0,01°-1°	0,05°-0,5°
$2\theta_{\text{Bragg}}$ couvert par le détecteur	2°-45°	10°-30°
Gamme d'énergies	6-100 keV	15-50 keV

Parmi les paramètres les plus importants dans ce tableau, il y a la taille de grain et le diamètre de l'échantillon. Sur la Figure 25 sont représentés les résultats d'orientations cristallines tridimensionnelles obtenues par DCT (résultat transmis par W. Ludwig) sur un échantillon parallélépipédique (environ 2 mm de côté) de sel à gros grains (200 à 500 μm) contenant des particules de cuivre. On peut remarquer que les particules de cuivre ségréguent au niveau des

¹⁰ La déformation plastique macroscopique de l'échantillon ne doit pas dépasser environ 3 %.

jointes d'amas de grains. Autrement dit, dans une cellule entourée par des particules de cuivre, il y a plusieurs grains (voir Figure 25C).

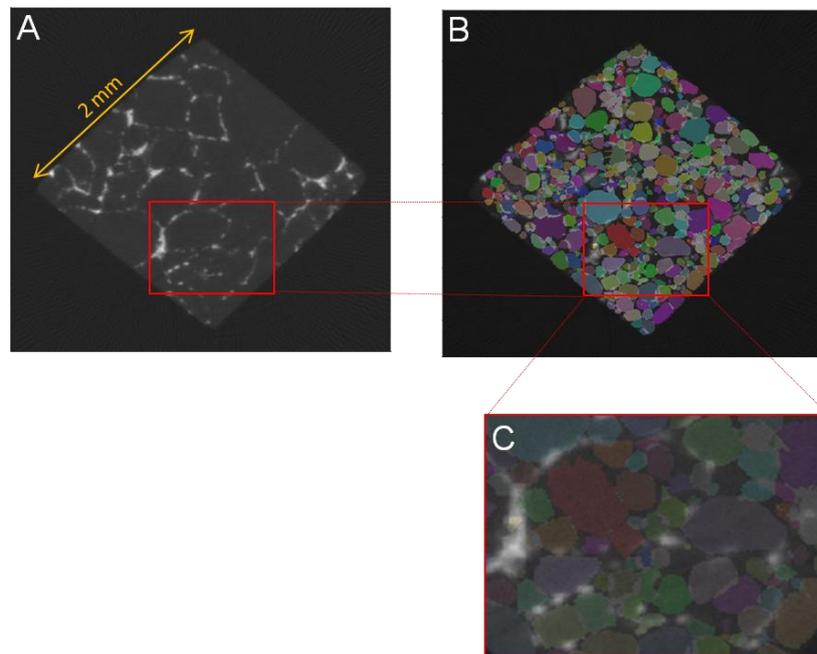


Figure 25. Reconstruction de l'orientation cristalline 3D par la technique DCT d'un échantillon de sel contenant des particules de cuivre. (A) : Coupe horizontale à travers le volume d'absorption reconstruit à partir du signal transmis (microtomographie). (B) : Superposition de A avec la microstructure polycristalline reconstruite à partir des taches de diffractions (topographie). (C) : zoom dans B montrant la forme et l'orientation des grains. La résolution spatiale est de 13 $\mu\text{m}/\text{voxel}$ (document transmis par W. Ludwig).

1.7.5. Technique d'imagerie à l'échelle microstructurale : essais in-situ combinés aux techniques de corrélation d'images

La technique de CIN ([Peters et Ranson, 1982], [Sutton et al., 1983], [Chu et al., 1985]) permet à partir d'images numériques (images optiques et MEB) de mesurer le champ de déplacement sur la surface d'un échantillon sollicité mécaniquement. Nous avons utilisé cette technique afin d'accéder à la déformation locale microstructurale d'un échantillon de sel sollicité en compression (voir chapitre 4). Son principe repose sur la comparaison de deux images de la surface de l'échantillon prises à des états de sollicitations mécaniques différents. Il s'agit d'une image de référence et d'une image déformée. Cette comparaison nécessite la présence de contraste local au sein des images. Ce contraste peut être présent naturellement sur la surface des échantillons ou créé artificiellement sur ce dernier comme dans notre cas (voir chapitre 2, section 2.9 et chapitre 4). En utilisant des images MEB de très haute résolution, la CIN permet d'accéder à la déformation à différentes échelles avec une résolution spatiale très fine (pouvant aller de la dizaine de micromètres à quelques micromètres, voir chapitre 4). Combinée aux essais mécaniques in-situ, elle donne les évolutions fines des

champs locaux au cours d'un essai mécanique. Elle offre aussi la possibilité d'une quantification des mécanismes locaux microstructuraux de déformation tels que le glissement aux joints de grains évoqué dans la section 1.5.1. La méthode et les résultats de cette quantification de discontinuité cinématique microstructurale sont présentés au chapitre 2. L'identification et la quantification de discontinuités cinématiques à travers la corrélation d'images numériques étendues (X-DIC pour Extended digital image correlation en anglais) a aussi été effectuée ([Réthoré et al., 2007], [Réthoré et al., 2008], [Nguyen et al., 2011]) mais à une échelle beaucoup plus macroscopique moyennant des images optiques. L'extension en volume des mesures surfaciques de déplacement a donné la CIV ([Bay et al., 1999], [Bornert et al., 2004]). Son principe est donc identique à celui de la CIN. Dans notre cas les images proviennent de la microtomographie aux rayons X synchrotron. Elle requiert aussi la présence de contraste local dans les images volumiques acquises. Cette technique a été appliquée dans notre étude afin d'accéder à la répartition volumique de la déformation au sein de notre matériau. Elle sera détaillée au chapitre 3.

Quantification expérimentale par mesures surfaciques de la contribution du glissement aux joints à la déformation macroscopique

Dans le chapitre 1, il a été montré qualitativement que la déformation plastique du sel gemme fait intervenir deux mécanismes élémentaires de déformation à l'échelle de sa microstructure polycristalline. Le premier, plus classique, est l'activation intracristalline des divers systèmes de glissement du monocristal de sel gemme, alors que le second est lié à un glissement au niveau des joints de grains. Ce présent chapitre propose une quantification précise de leur part respective dans la déformation macroscopique du matériau lors d'un essai de compression à température ambiante et à 350 °C.

Sommaire du chapitre

2.1. Introduction.....	45
2.2. Méthode de partition de la déformation	45
2.3. Nouvelles procédures de corrélation d'images	49
2.4. Estimation des erreurs liées à la méthode.....	57
2.5. Acquisition des images et essai de compression in-situ	64
2.6. Application lors d'un essai de compression à température ambiante	65
2.6.1. Courbe macroscopique	65
2.6.2. Analyse des erreurs de mesures de glissement	67
2.6.3. Analyse de la contribution du glissement aux joints.....	73
2.7. Application lors d'un essai de compression à 350 °C	74
2.8. Comparaison de notre quantification du glissement avec les résultats de la littérature	81
2.9. Amélioration du marquage local aux interfaces par microlithographie	83

2.1. Introduction

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, le glissement aux joints de grains¹ semble être un mécanisme indispensable à la déformation plastique du sel gemme. Il permet d'accommoder les incompatibilités géométriques entre les grains et participe ainsi à la ductilité du sel gemme. Toujours en se basant sur les observations qualitatives du chapitre 1, il semble que la part du glissement aux joints dans la déformation plastique du sel gemme soit plus faible que celle du glissement cristallin intragranulaire. De ces remarques découlent un certain nombre de questions récapitulées ci-dessous :

- A quel moment, dans la déformation plastique du matériau, le glissement aux joints est-il activé ? Et une fois activé, quelle est son évolution avec la déformation plastique du matériau ?
- Quelle est la contribution du glissement aux joints à la déformation macroscopique ?
- Quelles sont les conséquences du glissement aux joints dans le comportement mécanique du matériau ?

2.2. Méthode de partition de la déformation

La méthode de répartition de la déformation utilisée ci-après découle de celle introduite par [Rupin et al., 2007] pour quantifier la contribution du glissement dans un acier biphasé (phase ferritique et austénitique) sollicité en compression à 850 °C. Nous avons généralisé cette méthode à un polycristal de sel gemme ([Gaye et al., 2013]). L'idée de base consiste à séparer, dans la formulation du calcul de la déformation moyenne d'une région d'intérêt donnée, les termes continus de ceux discontinus. Pour expliciter cette idée, considérons une région d'intérêt Ω dans laquelle nous avons un nombre G de grains disjoints. Soit Ω_g la surface occupée par le grain g dans Ω . En absence de porosités, nous avons la relation de réunion suivante :

$$\Omega = \bigcup_{g=1}^G \Omega_g \quad (2.1)$$

Soit ω_g la fraction volumique du grain g dans Ω , nous avons :

¹ Le terme "discontinuité" est plus approprié et donne un caractère plus général à ce mécanisme intergranulaire, qui peut être aussi bien du glissement, de l'ouverture ou de la fermeture des joints de grains. Par abus de langage, nous allons utiliser dans la suite le terme "glissement".

$$\omega_g = \frac{|\Omega_g|}{|\Omega|} \quad (2.2)$$

où $|A|$ désigne la mesure d'un domaine A . On a donc, $\sum_{g=1}^G \omega_g = 1$. On précise que les grains coupés par le bord $\partial\Omega$ de la région d'intérêt ne sont comptabilisés que pour leur partie à l'intérieur de cette dernière.

Si \underline{u}_g est le champ de déplacement dans le grain Ω_g , le gradient moyen de la transformation dans Ω_g , est par définition et par l'application d'une relation de Green classique, donné par l'intégrale de contour suivante ([Allais et al., 1994]) :

$$\underline{F}_{\Omega_g} = \underline{1} + \frac{1}{|\Omega_g|} \int_{\partial\Omega_g} \underline{u}_g \otimes \underline{n}_g dl \quad (2.3)$$

où $\underline{1}$ est le tenseur identité d'ordre 2 et $\partial\Omega_g$ est l'interface du grain Ω_g de normale sortante \underline{n}_g .

Il est à noter que cette relation est vraie même pour un contour anguleux du grain.

En absence de discontinuités cinématiques au niveau des joints de grains, le gradient moyen de la transformation dans Ω est la somme pondérée de tous les gradients moyens de la transformation de chaque grain Ω_g se trouvant dans Ω , ce qui donne :

$$\underline{F}_{\Omega} = \sum_{g=1}^G \omega_g \underline{F}_{\Omega_g} \quad (2.4)$$

Ceci résulte de l'annulation des contributions des intégrales de contour calculées de part et d'autre d'une interface entre deux grains interne au domaine Ω , le déplacement \underline{u}_g étant le même des deux côtés de l'interface et la normale opposée. Ne subsiste alors que la contribution de l'intégrale sur le contour $\partial\Omega$ extérieur de la région d'intérêt, c'est-à-dire le gradient moyen \underline{F}_{Ω} sur cette région. En revanche, en présence des discontinuités cinématiques intergranulaires, l'équation 2.4 devient :

$$\underline{F}_{\Omega} = \underline{1} + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\partial\Omega} \underline{u} \otimes \underline{n} dl = \sum_{g=1}^G \omega_g \underline{F}_{\Omega_g} + \underline{\Delta F} \quad (2.5)$$

où $\underline{\underline{\Delta F}}$ est la contribution globale du glissement aux joints dans le gradient moyen de la transformation du domaine Ω , \underline{u} le champ de déplacement dans Ω et \underline{n} la normale sortante associée au contour $\mathcal{A}\Omega$ délimitant le domaine Ω .

Remarquons qu'en présence de discontinuités intergranulaires, $\sum_{g=1}^G \omega_g \underline{\underline{F}}_{\Omega_g}$ représente la contribution globale du gradient moyen intragranulaire au gradient moyen sur Ω , c'est-à-dire la contribution des seuls mécanismes de déformation intracristallins. Il est à noter que ces mécanismes peuvent eux-mêmes induire des champs de déplacement localement discontinus (par exemple sur des plans de glissement intense, comme ceux observés expérimentalement au sein des grains). Mais cela ne remet pas en cause l'analyse précédente : le gradient moyen par grain induit par ces mécanismes reste défini par l'intégrale de contour (2.3).

Une autre manière naturelle de calculer la contribution globale du glissement à la déformation moyenne consiste à sommer la contribution individuelle au glissement de chaque joint de grain se trouvant dans Ω . Si W est l'union de l'ensemble des interfaces entre grains se trouvant à l'intérieur de Ω , $\underline{\underline{\Delta F}}$ peut aussi être calculé comme suit :

$$\underline{\underline{\Delta F}} = \frac{1}{|\Omega|} \int_W (\underline{u}^{\text{extra}} - \underline{u}^{\text{intra}}) \otimes \underline{n} dl \quad (2.6)$$

où $\underline{u}^{\text{extra}} - \underline{u}^{\text{intra}}$ est le saut du déplacement le long de l'interface des grains et \underline{n} est la normale de d'orientation arbitraire² associée à cette interface.

Vu que $W \cup \mathcal{A}\Omega = \cup \mathcal{A}\Omega_g$, l'équation 2.6 peut être reformulée comme une sommation sur tous les grains, impliquant ce que l'on peut appeler la contribution individuelle au glissement $\underline{\underline{\Delta F}}_g$ de chaque grain g , selon :

$$\underline{\underline{\Delta F}} = \frac{1}{2} \sum_{g=1}^G \omega_g \underline{\underline{\Delta F}}_g = \frac{1}{2} \sum_{g=1}^G \frac{1}{|\Omega|} \left(\int_{W \cap \mathcal{A}\Omega_g} (\underline{u}_g^{\text{extra}} - \underline{u}_g) \otimes \underline{n}_g dl \right) \quad (2.7)$$

avec :

$$\underline{\underline{\Delta F}}_g = \frac{1}{|\Omega_g|} \left(\int_{\mathcal{A}\Omega_g} (\underline{u}_g^{\text{extra}} - \underline{u}_g) \otimes \underline{n}_g dl \right) = \underline{\underline{F}}_g^{\text{extra}} - \underline{\underline{F}}_{\Omega_g} \quad (2.8)$$

² Par convention, la normale est orientée de l'intérieur vers l'extérieur d'un grain ce qui définit localement les déplacements $\underline{u}^{\text{extra}}$ et $\underline{u}^{\text{intra}}$. Un changement d'orientation de l'interface consisterait à remplacer la normale par son opposée et à échanger les deux déplacements pour un résultat final identique.

et

$$\underline{\underline{F}}_g^{\text{extra}} = \underline{\underline{1}} + \frac{1}{|\Omega_g|} \left(\int_{\partial\Omega_g} \underline{u}_g^{\text{extra}} \otimes \underline{n}_g dl \right)$$

où $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ est le champ de déplacement des points du contour du grain g , du côté opposé à ce dernier : il intègre les discontinuités cinématiques au niveau du joint de grain, contrairement à \underline{u}_g qui n'intègre que la cinématique à l'intérieur du grain g . $\underline{\underline{F}}_g^{\text{extra}}$ est le gradient moyen de la transformation associée à $\underline{u}_g^{\text{extra}}$. On notera le facteur $\frac{1}{2}$ dans l'équation 2.7, résultant du fait que lorsque l'on somme les contributions du glissement aux joints grain après grain, les interfaces sont comptabilisées deux fois. Par ailleurs, les contributions à ces expressions des surfaces $\partial\Omega$ sont nulles (d'où l'identité des intégrations sur $\partial\Omega_g$ et $w \cap \partial\Omega_g$).

Ainsi, le calcul de $\underline{\underline{\Delta F}}$ peut se faire en utilisant deux approches décrites par les équations 2.5 et 2.7. Dans la suite, on parlera de méthode 1 et de méthode 2 lorsque la contribution du glissement à la déformation du matériau à été calculée en utilisant l'équation 2.5 et l'équation 2.7 respectivement.

Méthode 1 Versus Méthode 2

Comme on peut le remarquer avec l'équation 2.5, le calcul de $\underline{\underline{\Delta F}}$ avec la méthode 1 nécessite la connaissance des champs de déplacement \underline{u} et \underline{u}_g sur le contour délimitant le domaine Ω et sur l'interface de chaque grain g respectivement. Ces deux champs permettent de calculer respectivement le gradient moyen de la transformation dans le domaine Ω ($\underline{\underline{F}}_{\Omega}$) et celui de chaque grain g dans Ω ($\underline{\underline{F}}_{\Omega_g}$). A l'opposé, l'équation 2.7 liée à la méthode 2 fait intervenir, outre \underline{u}_g (donc $\underline{\underline{F}}_{\Omega_g}$), le champ de déplacement $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ qui permet de calculer $\underline{\underline{F}}_g^{\text{extra}}$.

Suite à ces définitions et expressions, se pose maintenant la question centrale du calcul de $\underline{\underline{F}}_{\Omega_g}$ et $\underline{\underline{F}}_g^{\text{extra}}$. Le calcul d'un gradient moyen de la transformation à partir d'un champ de déplacement discret peut s'effectuer selon les principes décrits dans [Allais et al., 1994]. En effet dans le cadre de notre approche par corrélation d'images, nous connaissons le champ de déplacement en quelques positions discrètes de Ω . De ce fait les intégrales de contours intervenant dans les gradients de la transformation sont approximées en se basant sur des hypothèses d'interpolation du déplacement entre les points du contour. Dans notre cas, nous

avons utilisé la même interpolation linéaire entre les différents points du contour que dans [Allais et al., 1994]. Le champ de déplacement \underline{u} requis sur le contour extérieur de Ω , où il peut être supposé continu, est obtenu aisément en utilisant les algorithmes classiques de corrélation d'images. En revanche, accéder par corrélation d'images numériques aux déplacements \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ définis aux mêmes points sur les interfaces des grains, comme limites des champs de déplacement internes et externes, nécessite le développement de nouveaux algorithmes de corrélation d'images. Le déplacement \underline{u}_g n'intègre que la cinématique à l'intérieur du grain g contrairement à $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ qui prend en compte la cinématique du côté opposé au grain g prenant ainsi en compte les discontinuités au niveau des joints de grains. Dans la section 2.3, nous allons détailler les nouvelles procédures de corrélation d'images permettant d'accéder aux champs de déplacement \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$.

2.3. Nouvelles procédures de corrélation d'images

Pour accéder à \underline{F}_{Ω_g} et $\underline{F}_g^{\text{extra}}$, il faut être capable, d'une part, de définir les points des contours des grains g se trouvant dans le domaine Ω , et d'autre part de mesurer les déplacements \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ en chacun de ces points par corrélation d'images. La procédure développée pour y parvenir est une extension simple des méthodes classiques de corrélation, ne nécessitant que des modifications mineures de ces dernières. La démarche se fait en quatre étapes :

- a- Création de l'image labélisée de la microstructure.
- b- Déplacement de certains points d'un maillage régulier initial classique de points de corrélation vers les interfaces des grains afin de définir les points intervenant dans les intégrales de contour. Dans la suite on parlera de « procédure de repositionnement » des points sur les interfaces des grains.
- c- Utilisation de nouvelles procédures de corrélation d'images avec des masques sur l'image de référence pour accéder aux déplacements \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ en chacun de ces points repositionnés.
- d- Calcul des gradients moyens selon les intégrales de contour usuelles, mais reposant sur ces nouveaux points et ces deux valeurs du déplacement local en ces points.

On détaille ci-après les trois premières étapes.

a- Création de l'image labélisée de la microstructure

L'image labélisée de la microstructure (Figure 1c) est construite, une seule fois pour toutes durant l'analyse, à partir de l'image MEB de la microstructure (Figure 1a), qui s'avère être suffisamment précise pour détecter ces contours. Pour ce faire, compte-tenu du fait que les grains ont des formes polygonales (Figure 1a), on définit manuellement³ les contours de chaque grain de la microstructure en zoomant sur ce dernier afin de voir avec une bonne résolution son interface, et on discrétise cette interface en sélectionnant, par un certain nombre de clique à la souris, les points de cette dernière. On peut alors définir le polygone constituant le grain et lui attribuer une phase donnée (Figure 1c et Figure 2). Ainsi, plus cette discrétisation de l'interface des grains est fine, plus la définition de cette dernière est précise et le calcul des intégrales de contour sera précis. Cette discrétisation est d'autant plus précise que la résolution de l'image MEB de la microstructure est bonne. On traite ainsi tous les grains successivement, en veillant, pour les nouveaux grains, à suivre les interfaces déjà préalablement définies lors de la construction des grains voisins (moyennant éventuellement quelques opérations de traitement d'image simples). A la fin de l'opération, on enregistre l'image labellisée de la microstructure, qui est une image 8 bits en niveau de gris⁴, de même définition que l'image de la microstructure qui servira aussi d'image de référence pour l'analyse par corrélation (dans notre cas 4096 x 3775 pixels).

b- Procédure de repositionnement des points sur les interfaces des grains

Cette opération de repositionnement de certains points du maillage régulier proches des interfaces sur ces dernières est une procédure automatisée⁵. On part d'un maillage régulier, i.e. d'un ensemble de points de corrélation sur l'image de référence (Figure 1b et Figure 3a), défini avec les outils classiques de corrélation d'images, permettant de définir une région d'intérêt (domaine Ω). Ensuite en se basant sur l'image labellisée de la microstructure, on repositionne les points du maillage les plus proches de l'interface d'un grain sur cette même interface (Figure 1d et Figure 3b). Cette procédure se fait en deux temps :

³ Cette procédure manuelle pourrait être difficilement automatisée dans la mesure où le contraste local des billes d'or est identique à celui des interfaces des grains.

⁴ Le nombre maximum de grains sur la surface analysée ne peut alors dépasser 256 grains dans notre cas. Une généralisation serait toutefois aisée dans son principe, mais fastidieuse en pratique. Les cas traités par la suite impliquaient quelques dizaines de grains au plus.

⁵ On parle de procédure automatique ou automatisée quand l'utilisateur n'a pas à intervenir manuellement durant l'opération.

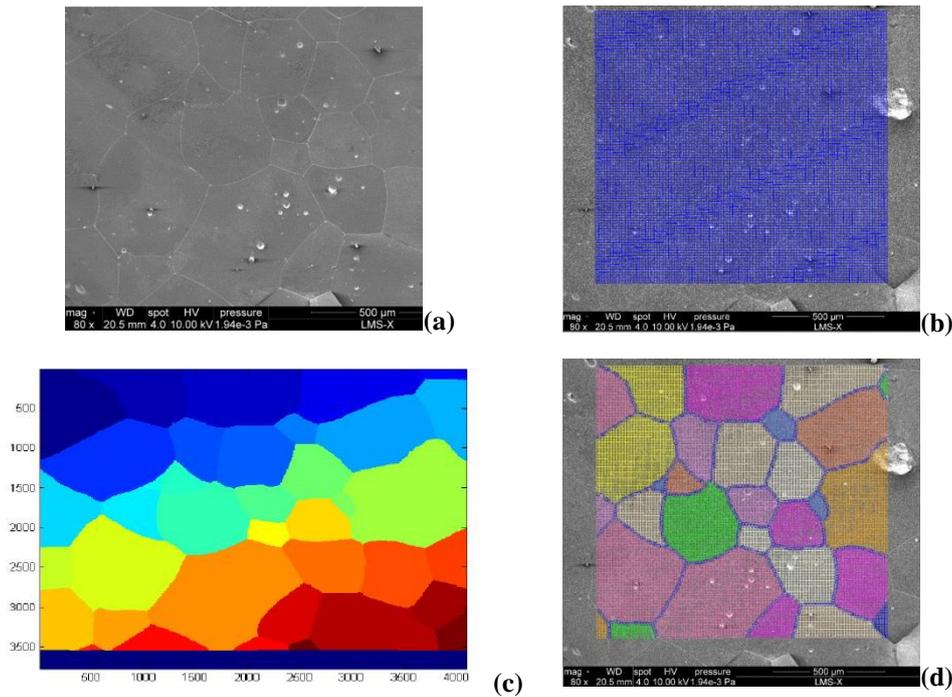


Figure 1. Image MEB de la microstructure de sel pur synthétique à gros grains (a). Maillage régulier initial sur la microstructure définissant une zone d'intérêt (b). Image labélisée de la microstructure (c) utilisée pour construire un maillage avec certains points (bleus) repositionnés sur l'interface des grains (d).

- Soit h , l'image numérique associée à l'image labélisée de la microstructure. Les points du maillage régulier sont numérotés selon une organisation en lignes et colonnes, les lignes étant parcourues les unes après les autres. Pour simplifier, les coordonnées des points sont supposées entières. Dans le cas contraire, on pourrait recourir à une procédure d'arrondi au plus proche. Soit i un point du maillage régulier (Figure 4a) et $h(i)$ son niveau de gris. On commence d'abord par parcourir les points du maillage régulier ligne après ligne, et pour chaque point i donné, on cherche le point $i+1$ à côté de celui-ci se trouvant sur la même ligne (les points i en fin de ligne ne sont pas considérés). Si ce dernier a une phase différente de i , autrement dit $h(i)$ différent de $h(i+1)$, cela indique qu'une interface passe entre les points i et $i+1$. On détermine alors la phase du pixel k , $h(k)$, milieu du segment $[i, i+1]$. (« k » est ici une notation générique pour désigner le pixel milieu, et ne réfère pas à un indice de point du maillage). Si l'abscisse du point milieu est demi-entière, elle est arrondie par défaut pour définir le pixel (entier) k . Si $h(k)$ est égal à $h(i)$, on en déduit que le point $i+1$ était plus proche de l'interface que le point i . Dans le cas contraire, c'est le point i qui est le plus proche de l'interface (ceci même pour le cas « pathologique » où $h(k)$ serait aussi différent de $h(i+1)$). Il faut alors repositionner le point le plus proche de

l'interface sur cette dernière. Pour ceci, il faut trouver la position⁶ définissant cette interface sur le segment $[i, i+1]$. En pratique, la détection de l'interface se fait en ayant recours à un algorithme de dichotomie. Cet algorithme consiste à rechercher la phase du point j , milieu du segment $[k, i+1]$ (si par exemple lors de l'analyse précédente, on en a déduit que $i+1$ est le point le plus proche de l'interface), que l'on compare ensuite comme précédemment avec $h(k)$. Si $h(j)$ est égale à $h(k)$, l'analyse de dichotomie est effectuée de nouveau sur le segment $[j, i+1]$; dans le cas contraire, sur le segment $[k, j]$. Cette analyse est répétée jusqu'à ce que le « nouveau » milieu du segment considéré se réduise au pixel de gauche, ce qui signifie que le segment est de longueur 1 pixel. Ce dernier point est alors le pixel de l'interface sur lequel le point i ou $i+1$ sera repositionné (figure 4b) selon le cas. A noter que cette procédure conduit, du fait des choix d'arrondis retenus, à retenir comme pixel d'interface le dernier pixel d'une ligne qui ait la même phase que le point précédent. Un autre choix aurait pu être de prendre la position demi-entière entre les pixels de phase différente ou encore le pixel entier suivant. Ces choix arbitraires sont sans grande conséquence sur la suite dans la mesure où la définition des images est très fine et que la position de l'interface n'est pas connue à mieux qu'un pixel près.

- Comme on peut le remarquer sur la figure 4b, la première étape de cette procédure ne permet de repositionner les points sur une interface que lorsque l'angle entre cette dernière et la droite définie par les points i et $i+1$ se trouvant sur une même ligne du maillage, est suffisamment grand⁷. Pour pallier ceci, on applique une seconde fois la procédure de repositionnement des points sur les interfaces décrites dans la première partie du paragraphe b⁸, mais cette fois en parcourant les points du maillage colonne après colonne (Figure 4c).

⁶ L'interface qui sépare deux grains est un ensemble de "marches d'escalier" constituées par les arêtes des pixels se trouvant à la frontière de ces grains.

⁷ Le pire des cas serait que l'interface soit confondue à la droite $(i, i+1)$.

⁸ Détection de l'interface en passant d'un point i à un autre point $i+1$ de phase différente se trouvant sur la même colonne et l'utilisation d'un algorithme de dichotomie pour repositionnement du point le plus proche sur cette interface.

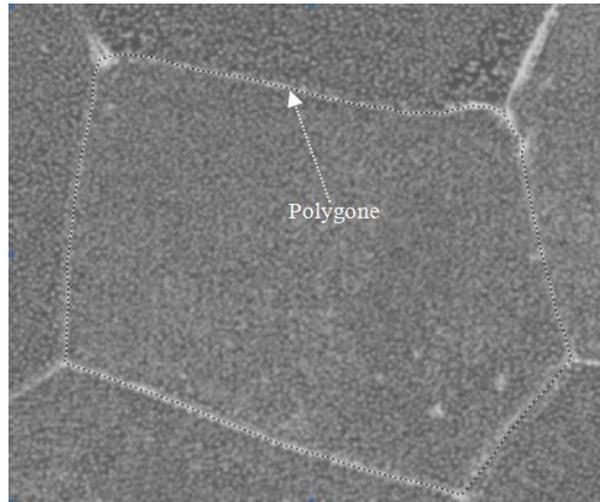
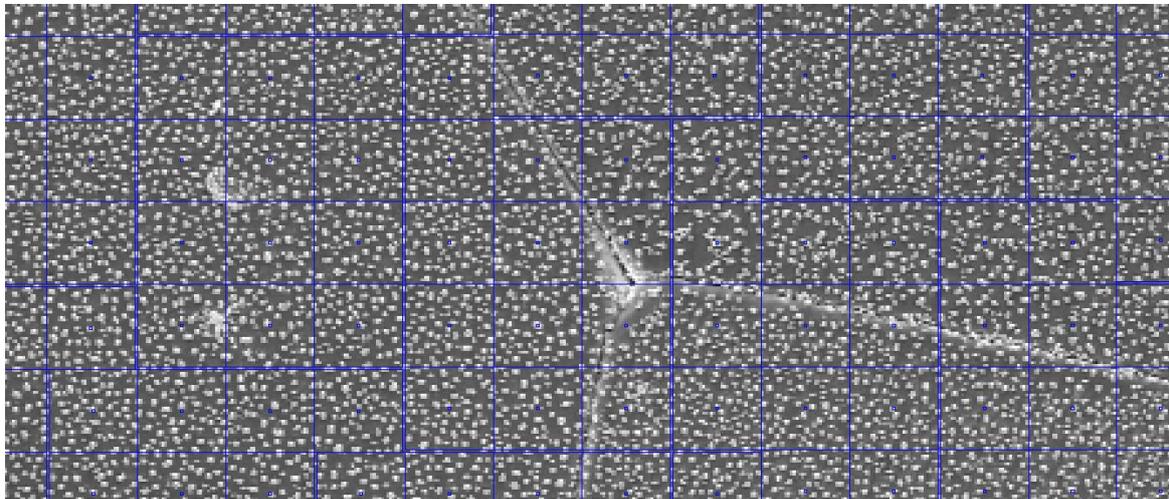
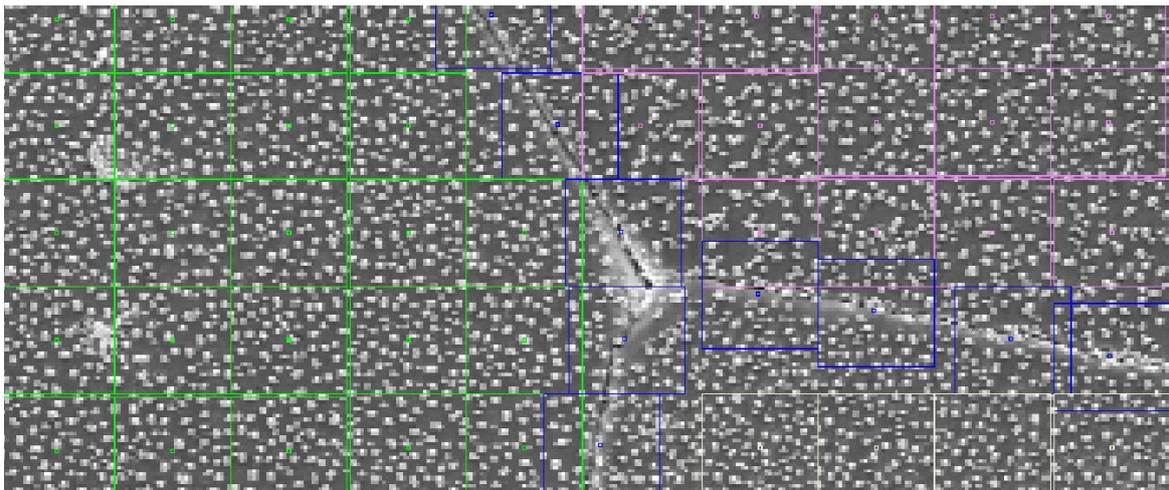


Figure 2. Polygone (indiqué par la flèche sur l'image) créé à la main permettant de définir le contour d'un grain.



(a)



(b)

Figure 3. Zoom sur un point triple (intersection de trois grains), du maillage de la figure 1b (a) et du maillage de la figure 1d (b). Les points bleus sur (b) sont les points repositionnés sur les interfaces des grains.

c- Procédure de corrélation d'images utilisant des masques

Comme nous l'avons vu, le calcul de la contribution du glissement à la déformation macroscopique du matériau nécessite la connaissance des champs de déplacement \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ permettant de calculer les intégrales de contours intervenant dans \underline{F}_{Ω_g} et $\underline{F}_g^{\text{extra}}$. Après la procédure de repositionnement des points sur les interfaces des grains décrite précédemment, il faut maintenant calculer par corrélation d'images en chacun de ces points se trouvant sur les interfaces de grains les deux déplacements associés. En effet, en chaque point de corrélation se trouvant sur un joint d'un grain g , on peut en présence de discontinuités cinématiques associer deux valeurs de déplacement \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$.

Pour ce faire, nous modifions les algorithmes de corrélation d'images en prenant en compte un masque, défini sur l'image de référence, et qui spécifie la zone dans laquelle la cinématique est recherchée. Ceci consiste à prendre en compte dans le calcul du coefficient de corrélation d'un point i se trouvant sur l'interface d'un grain g , deux masques qui permettent de limiter l'extension du domaine de corrélation de i dans le grain g et à l'extérieur du grain g respectivement. Le coefficient de corrélation en présence de masque est défini avec les notations du chapitre 3 comme suit :

$$C(\Phi_0) = \int_{D \cap \overline{Mask}} [f(\underline{X}) - g(\Phi_0(\underline{X}))]^2 dx \geq 0 \quad (2.9)$$

où \overline{Mask} représente le complémentaire du masque, c'est-à-dire une région de l'image sur laquelle la corrélation d'images sera faite. A noter que pour une raison de simplification d'écriture, on utilise ici le coefficient de corrélation « aux moindres carrés ». En pratique on a plutôt utilisé le coefficient de corrélation centré normé qui s'apparente à un coefficient de régression linéaire, insensible aux variations globales de contraste et de brillance (voir chapitre 3, équation 3.21 pour la définition de ce coefficient de corrélation).

Ainsi, pour un point i de l'interface, \underline{u}_g est estimé en utilisant un masque externe (figure 5a) au grain g , ce qui permet de ne prendre en compte dans le calcul du coefficient de corrélation que la distribution des niveaux de gris à l'intérieur du grain et ainsi ne pas prendre en compte dans la cinématique recherchée les discontinuités aux joints (figure 5c). A contrario, un masque interne au grain g (figure 5b) permettra de limiter la cinématique recherchée à la transformation à l'extérieur du grain, ce qui nous permettra ainsi d'avoir une estimation de

$\underline{u}_g^{\text{extra}}$ (figure 5d). Le masque aussi bien interne qu'externe à un grain est créé à partir de l'image de la microstructure, en se basant sur l'image labélisée de cette dernière qui permet de définir les frontières entre les différents grains de la microstructure. Par exemple, pour définir le masque externe au grain g de la figure 5a, on attribue à l'ensemble des pixels à l'extérieur de g sur l'image (de référence) MEB de la microstructure, un niveau de gris g_{mask} . Dans notre cas g_{mask} a été pris égale à 0. Le code de corrélation a été modifié de sorte à ne pas intégrer dans le calcul du coefficient de corrélation et de ses dérivées éventuellement requises les pixels présentant ce niveau de gris. La fonction de forme Φ_0 est par ailleurs choisie selon les modalités usuelles ([Doumalin, 2000]): le code utilisé permet d'opter pour une transformation locale d'ordre 0 (translation) ou 1 (transformation homogène). Dans le second cas, les paramètres d'ordre 1 de la transformation homogène ne sont pas optimisés vis-à-vis du coefficient de corrélation mais calculés a priori à partir de la transformation connue des points d'un certain voisinage, ou associé au gradient moyen du grain, ou encore au gradient moyen sur toute la région d'intérêt. L'influence de ce choix sera discutée ci-après.

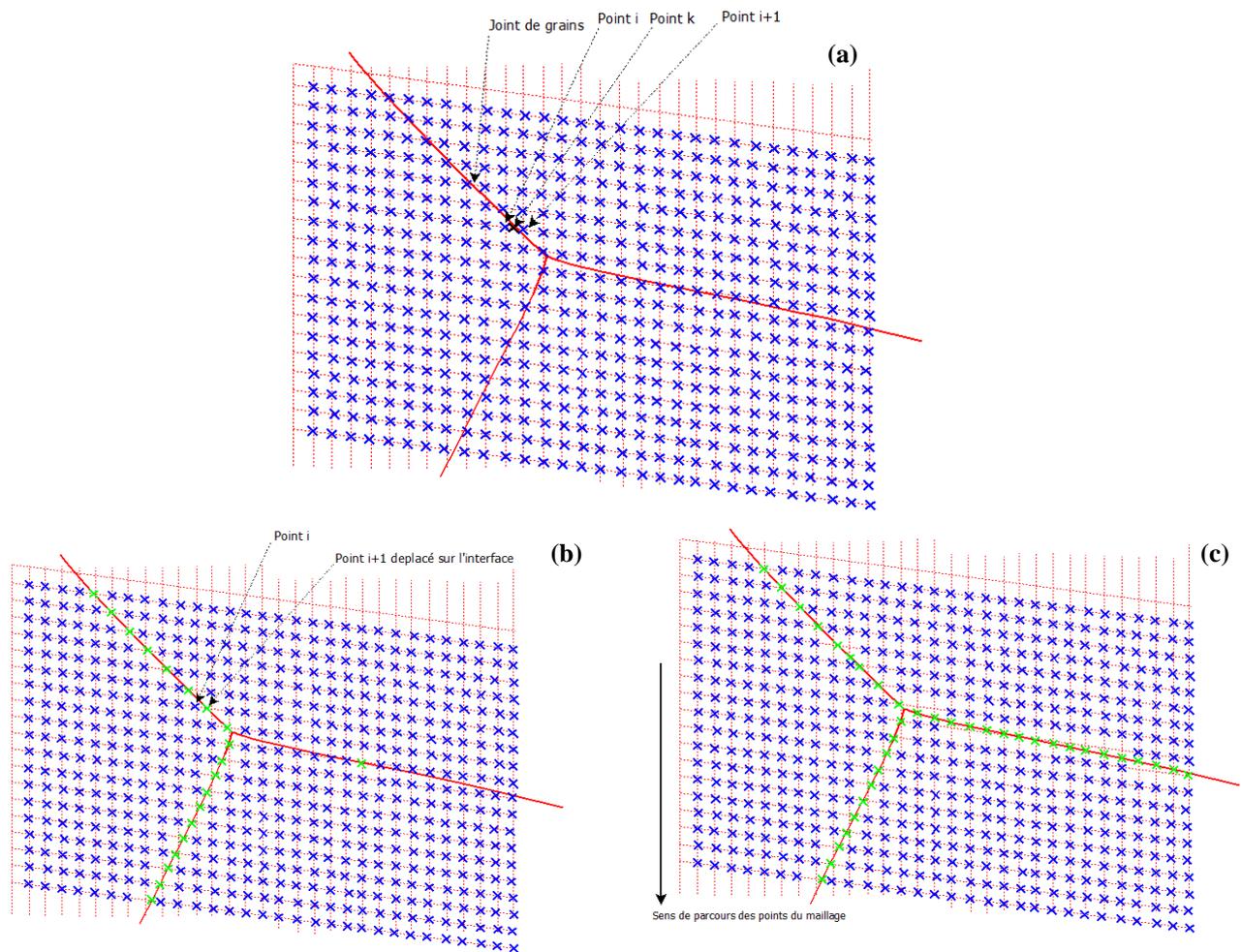
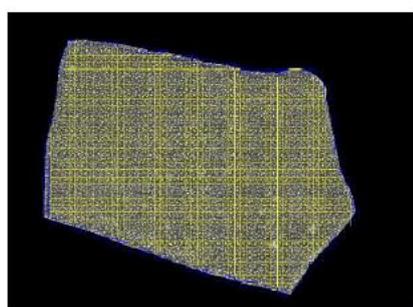
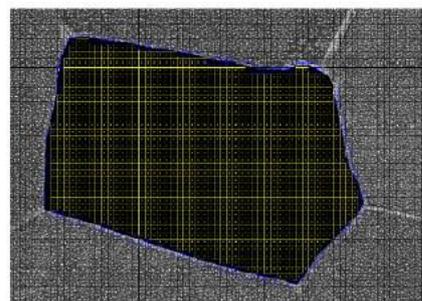


Figure 4. Représentation schématique de la procédure de repositionnement des points sur les joints de grains en partant d'un maillage régulier (a) parcouru d'abord ligne après ligne (b) puis colonne après colonne (c). Les points verts dans (b) et (c) ont été repositionnés automatiquement sur les interfaces.



(a)



(b)

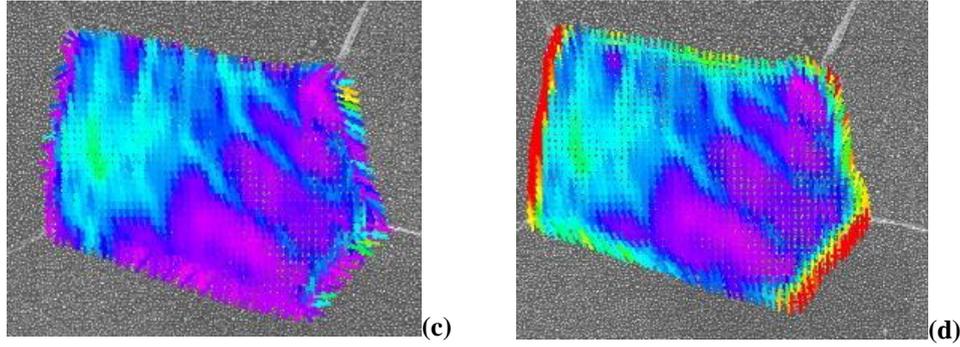


Figure 5. Masque externe (a) et interne (b) associés à un grain utilisé dans l'algorithme de corrélation avec masque ainsi que les maillages utilisés correspondants. Les champs de déformation (c) et (d) sont obtenus en associant les points internes au grain (dont la cinématique est obtenue avec les algorithmes classiques) et les points aux contours associés aux masques (a) et (b) respectivement ; la carte de couleur, ici arbitraire met en évidence l'effet des discontinuités.

2.4. Estimation des erreurs liées à la méthode

Comme décrit précédemment, la méthode de quantification des discontinuités cinématiques utilise des mesures de champs de déplacement obtenues avec des algorithmes de corrélation d'images. Or, ces mesures même sont entachées d'erreurs ([Bornert et al., 2009], [Sutton et al., 2009] ou [Bornert et al., 2011]), qui peuvent avoir plusieurs sources : le bruit initial des images, l'interpolation des niveaux de gris lors de la phase d'optimisation subpixel du champ de déplacement ou l'inadéquation de la fonction de forme Φ_0 à la transformation que l'on cherche (voir chapitre 4).

a- Erreur liée au bruit et au contraste des images

L'incertitude relative à la quantification de la contribution des discontinuités cinématiques à la déformation macroscopique est directement liée à l'erreur sur la détermination par corrélation d'images des positions des points se trouvant sur les interfaces des grains (équations 2.5 et 2.7). Cette dernière dépend du bruit et du contraste local des images. En supposant que cette source d'erreur est aléatoire, indépendante entre deux points de mesure et de même amplitude (en cohérence avec le fait que le marquage local et le bruit d'image sont statistiquement uniformes), on peut estimer l'incertitude associée au calcul de la contribution du glissement en fonction de celle associée au calcul des gradients moyens \underline{F}_{Ω_g} et \underline{F}_g^{extra} comme suit :

$$\sigma\left(\left(\underline{\Delta F}\right)_{ij}\right) = \frac{1}{2} \sqrt{\sum_{g=1}^G \omega_g^2 \sigma^2\left(\left(\underline{\Delta F}_g\right)_{ij}\right)} = \frac{1}{2|\Omega|} \sqrt{\sum_{g=1}^G |\Omega_g|^2 \left(\sigma^2\left(\left(\underline{F}_g^{extra}\right)_{ij}\right) + \sigma^2\left(\left(\underline{F}_{\Omega_g}\right)_{ij}\right) \right)} \quad (2.10)$$

où $\sigma\left(\left(\underline{F}_{=g}^{extra}\right)_{ij}\right)$ et $\sigma\left(\left(\underline{F}_{=\Omega_g}\right)_{ij}\right)$ représentent respectivement les écarts types des composantes ij des tenseurs $\underline{F}_{=g}^{extra}$ et $\underline{F}_{=\Omega_g}$.

$\left(\sigma\left(\underline{F}_{=g}^{extra}\right)\right)_{ij}$ et $\left(\sigma\left(\underline{F}_{=\Omega_g}\right)\right)_{ij}$ dépendent tous les deux de l'erreur sur la détermination des positions des points de l'interface lors de la corrélation d'images avec masque. Or cette dernière est statistiquement la même en corrélation d'images avec masque à l'intérieur ou à l'extérieur du grain g , sous l'hypothèse, raisonnable, que le marquage et le bruit d'image ont les mêmes caractéristiques de part et d'autre d'un joint de grain. Ceci permet de considérer que $\sigma\left(\underline{F}_{=g}^{extra}\right)$ est égal à $\sigma\left(\underline{F}_{=\Omega_g}\right)$. De ce fait l'équation 2.10 devient :

$$\sigma\left(\left(\underline{\Delta F}\right)_{ij}\right) = \frac{1}{\sqrt{2}|\Omega|} \sqrt{\sum_{g=1}^G |\Omega_g|^2 \sigma^2\left(\left(\underline{F}_{=\Omega_g}\right)_{ij}\right)} \quad (2.11)$$

En supposant que l'erreur sur la détermination par corrélation d'images des positions des points de l'interface des grains est égale à 1 pixel en écart-type, on peut calculer les variances des composantes du tenseur $\underline{F}_{=\Omega_g}$ puis celles de $\underline{\Delta F}$, à partir de l'écart-type de l'erreur sur la mesure de déplacement, en utilisant les relations données par [Allais et al., 1994] et intégrées au logiciel de corrélation utilisé. Le tableau 1 fournit un exemple typique de résultat, correspondant au cas du polycristal de sel testé à température ambiante discuté plus tard.

Tableau 1. Incertitudes associées aux composantes de la contribution du glissement à la déformation macroscopique (résultat typique, pour une incertitude de déplacement de 1 pixel)

$\sigma(\Delta F_{11-1})$	$\sigma(\Delta F_{12})$	$\sigma(\Delta F_{21})$	$\sigma(\Delta F_{22-1})$
$7,171.10^{-5}$	$7,527.10^{-5}$	$7,171.10^{-5}$	$7,527.10^{-5}$

L'incertitude sur la mesure de la contribution du glissement liée au positionnement des points par corrélation d'images est inférieure à 10^{-4} . Cette estimation est pessimiste dans la mesure où l'erreur de positionnement des points de l'interface par corrélation est inférieure à 1 pixel. En fait, dans la pratique cette erreur est 10 fois plus petite (voir chapitre 4, calcul des erreurs systématiques et aléatoires), ce qui conduit à des incertitudes sur $\underline{\Delta F}$ de l'ordre de quelques 10^{-6} . Ainsi la précision sur la quantification des discontinuités cinématiques peut être

excellente, à condition que la corrélation d'image des points de l'interface soit bonne. Cette valeur réduite d'incertitude, bien inférieure à celle de la mesure locale de déformation intragranulaire associée à une base de mesure de quelques micromètres, résulte du fait que l'on considère en fait des « moyennes de moyennes » de déformation par grain. La base de mesure individuelle pour chaque grain est relativement grande (grains de plusieurs centaines de micromètres), ce qui réduit l'incertitude sur le gradient moyen. De plus, l'effet de moyenne statistique sur un grand nombre de grains réduit encore cette erreur. L'erreur statistique induite par le bruit d'image ne sera ainsi pas le facteur limitant de la mesure, sauf lorsqu'on prend des fenêtres de corrélation très petites, comme montré ci-après.

b- Erreur de fonction de forme

L'erreur de fonction de forme est due à l'inadéquation entre la fonction de forme et la transformation réelle cherchée. Dans le cas de notre procédure de corrélation d'images utilisant des masques, il est important d'approximer au mieux la transformation d'un point se trouvant sur l'interface d'un grain. En effet, rappelons qu'en présence de discontinuités cinématiques aux joints, en un point O de l'interface d'un grain g (figure 6) seront associées deux valeurs de déplacements : intragranulaire (\underline{u}_g) et extragranulaire ($\underline{u}_g^{\text{extra}}$), correspondant aux points D et A de la figure 7. Soit D la fenêtre de corrélation autour de O, seule la partie de D se trouvant dans le grain g intervient dans l'estimation de \underline{u}_g alors que seule la partie complémentaire contribue à l'estimation de $\underline{u}_g^{\text{extra}}$. Si la transformation locale au sein de ces sous-fenêtres de corrélation est mal décrite par la transformation approchée durant l'optimisation des paramètres de translation de cette dernière, l'estimation de \underline{u}_g et $\underline{u}_g^{\text{extra}}$ est biaisée. Ce biais est d'autant plus élevé que la transformation approximée est basée sur un gradient de transformation local éloigné du véritable gradient au sein des sous-fenêtres. Le pire des cas consisterait donc à supposer que la transformation permettant de passer de O à D (ou A) est une translation pure. Dans ce cas, les positions finales estimées sont B et C au lieu de A et D (voir figure 7). Les points B et C sont obtenus en appliquant au point O la « translation moyenne » des sous-fenêtres de corrélation, qui est celle d'un « barycentre » de la sous-fenêtre pondéré par l'intensité du contraste local (symbolisé par l'ensemble des taches vertes sur la figure). Plus généralement, cette erreur sera proportionnelle à l'écart entre le gradient moyen supposé à l'échelle de la sous-fenêtre de corrélation, utilisé dans Φ_0 , et le gradient moyen

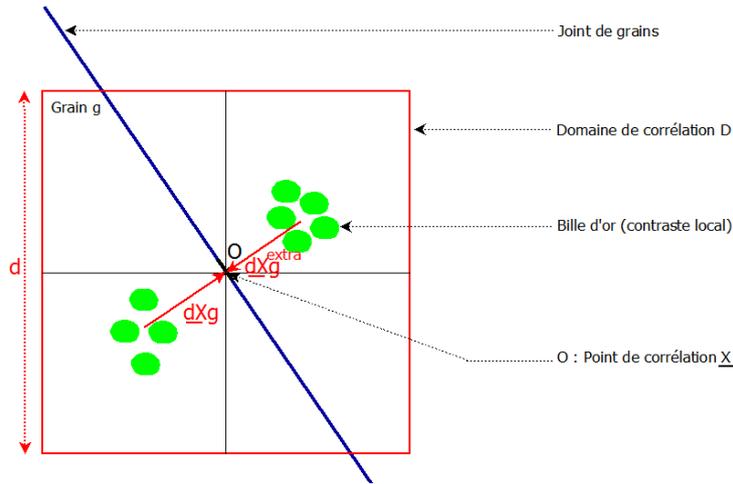


Figure 6. Schéma représentant un point (O) à corrélérer sur l'interface d'un grain, dans la configuration de référence.

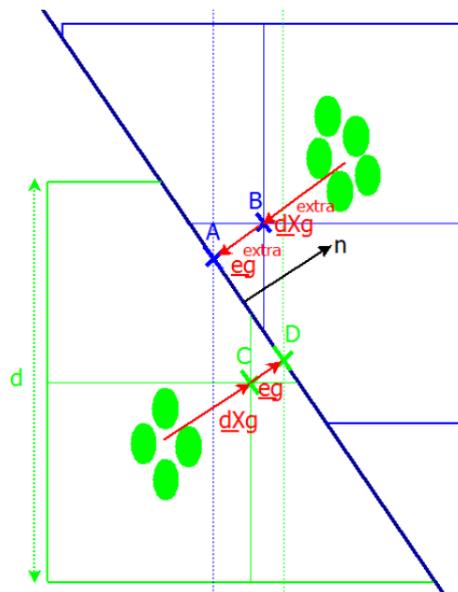


Figure 7. Illustration de l'erreur de fonction de forme durant la corrélation d'images utilisant des masques. C et B sont les positions obtenues après corrélation d'images du point O (figure 6) sans transformation locale. A et D correspondent aux bonnes positions avec une fonction de forme adéquate.

Ainsi, si $\underline{\underline{F}}^{local}$ est le gradient de la transformation locale permettant de faire passer un vecteur matériel $d\underline{\underline{X}}_g$ qui relie le point O de l'interface et le « barycentre » du contraste local à son voisinage (voir figure 6), de la configuration de référence vers la configuration déformée, alors l'erreur de fonction de forme sur le déplacement local si la transformation supposée durant la corrélation d'images pour l'estimation de $\underline{\underline{u}}_g$ est $\underline{\underline{F}}^{cor}$, est donnée par :

$$\underline{\underline{e}}_g = (\underline{\underline{F}}^{local} - \underline{\underline{F}}^{cor})d\underline{\underline{X}}_g \quad (2.12)$$

Or d'après l'équation 2.5, on peut écrire que l'erreur de fonction de forme dans la quantification des discontinuités cinématiques est donnée par :

$$e(\underline{\underline{\Delta F}}) = e(\underline{\underline{F}}_{\Omega}) - \sum_{g=1}^G |\omega_g| e(\underline{\underline{F}}_{\Omega_g}) \quad (2.13)$$

où $e(\underline{\underline{F}}_{\Omega})$ est l'erreur de fonction de forme dans le calcul du gradient macroscopique de la région d'intérêt et $e(\underline{\underline{F}}_{\Omega_g})$ celle du calcul du gradient moyen d'un grain g . Ces deux dernières quantités sont données respectivement par les formules suivantes :

$$e(\underline{\underline{F}}_{\Omega}) = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\partial\Omega} \underline{e} \otimes \underline{n} \, dl \quad (2.14)$$

$$e(\underline{\underline{F}}_{\Omega_g}) = \frac{1}{|\Omega_g|} \int_{\partial\Omega_g} \underline{e}_g \otimes \underline{n}_g \, dl \quad (2.15)$$

où \underline{e} est l'erreur de fonction de forme associée à l'estimation des positions des points du contour $\partial\Omega$ du domaine Ω par corrélation d'images⁹. L'erreur \underline{e} d'estimation du déplacement des points du contour de la région d'intérêt peut être raisonnablement supposée beaucoup plus faible que celle des points sur les interfaces. En effet, ces déplacements sont obtenus avec des fenêtres de corrélation entières centrées sur les points de mesure, avec une distribution de contraste uniforme dans ces fenêtres. Le « barycentre » de ce contraste peut ainsi être raisonnablement supposé proche du centre de la fenêtre et le vecteur $d\underline{X}_g$ de l'équation (2.12) sera petit, si bien que l'erreur de fonction de forme sera petite, même si $\underline{\underline{F}}^{cor}$ estime mal $\underline{\underline{F}}^{local}$. De plus, dans l'équation (2.14) la division par $|\Omega|$, beaucoup plus grand que $|\Omega_g|$, réduit encore l'effet de cette erreur. L'équation 2.13 se réduit donc essentiellement à :

$$e(\underline{\underline{\Delta F}}) \cong \frac{1}{|\Omega|} \sum_{g=1}^G \int_{\partial\Omega_g \cap W} \underline{e}_g \otimes \underline{n}_g \, dl \quad (2.16)$$

Compte tenu de l'équation 2.12, l'équation 2.16 devient :

$$e(\underline{\underline{\Delta F}}) \cong \frac{1}{|\Omega|} \sum_{g=1}^G \left[\int_{\partial\Omega_g \cap W} (\underline{\underline{F}}^{local} - \underline{\underline{F}}^{cor}) \cdot (d\underline{X}_g \otimes \underline{n}_g) \, dl \right] \quad (2.17)$$

⁹ La corrélation d'images utilisée ici se fait sans recours à des masques.

Pour évaluer cette expression, nous allons supposer que $\underline{\underline{F}}^{local}$ et $\underline{\underline{F}}^{cor}$ ne s'éloignent pas trop de leurs valeurs moyennes (ce qui est exact pour $\underline{\underline{F}}^{cor}$ si on adopte pour ce dernier la valeur moyenne par grain ou la valeur macroscopique) et les remplacer par leur valeurs moyennes. Par ailleurs, on peut estimer que $d\underline{X}_g \approx \frac{d}{4}\underline{n}_g$, c'est-à-dire que le « barycentre » du contraste local (billes d'or, voir figure 7) des sous-fenêtres est proche de leur centre, ce qui permet d'écrire :

$$e(\underline{\underline{\Delta F}}) \cong \frac{d}{4|\Omega|} \sum_{g=1}^G \left[(\underline{\underline{F}}^{local} - \underline{\underline{F}}^{cor}) \cdot \int_{\partial\Omega_g \cap W} \underline{n}_g \otimes \underline{n}_g dl \right] \quad (2.18)$$

En supposant que notre polycristal de sel gemme est constitué de grains équiaxes (i.e. texture morphologique isotrope¹⁰), on peut écrire que :

$$\int_{\partial\Omega_g} \underline{n}_g \otimes \underline{n}_g dl \approx \delta_g \underline{\underline{1}} \quad (2.19)$$

où δ_g est une constante à déterminer et $\underline{\underline{1}}$ le tenseur identité.

En appliquant la trace sur chaque membre de l'équation 2.19, on peut écrire :

$$\delta_g = \frac{1}{3} |\partial\Omega_g| \quad (2.20)$$

Le chiffre 3 sur l'équation 2.20 représente la trace de la matrice identité en trois dimensions. Dans un cas purement 2D, la trace serait égale à 2. A noter que cette expression peut être utilisée dans (2.18) pour les grains internes. Nous l'appliquons également pour les grains en périphérie de la région d'intérêt, avec une petite approximation (a priori plutôt conservative puisqu'on ajoute des contributions d'erreur qui n'existent pas). En combinant les équations 2.18, 2.19 et 2.20, nous obtenons in fine une estimation de l'ordre de grandeur de la norme de l'erreur de fonction de forme :

$$\|e(\underline{\underline{\Delta F}})\| \cong d \sum_{g=1}^G \left\| \underline{\underline{F}}^{local} - \underline{\underline{F}}^{cor} \right\| \frac{|\partial\Omega_g|}{12|\Omega|} \quad (2.21)$$

¹⁰ Cette hypothèse est plausible dans la mesure où le matériau a été compacté à chaud jusqu'à stabilité thermodynamique et refroidi lentement (voir chapitre 3). De plus, le niveau de déformation plastique atteint ne permet pas de modifier la forme des grains.

De l'équation 2.21, on peut en déduire que l'erreur de fonction de forme dans le calcul de la contribution du glissement à la déformation macroscopique dépend linéairement de trois paramètres que sont :

- a- L'écart $\underline{\underline{F}}^{local} - \underline{\underline{F}}^{cor}$ entre les transformations réelle et supposée au voisinage de la frontière des grains. Il doit être le plus petit possible afin de s'assurer que la fonction de forme est adéquate avec la déformation locale hétérogène du matériau et ainsi réduire l'erreur sur la mesure de la contribution du glissement aux joints.
- b- La taille de la fenêtre de corrélation d utilisée lors de la procédure de corrélation avec masque. En effet, plus d est grand plus l'erreur $e(\underline{\underline{\Delta F}})$ est élevée. Cette tendance est usuelle pour ce qui concerne une erreur de fonction de forme (voir Bornert et al 2009). Pour la réduire, il faut réduire la taille des fenêtres ou augmenter l'ordre de l'approximation locale de la transformation. Cette dernière étant fixée à l'ordre 1 dans notre cas, cette analyse d'erreur montre que l'erreur de fonction de forme sera essentiellement proportionnelle à la taille de la fenêtre de corrélation. Mais par contre, si d est petit, comme vu au paragraphe précédent, la précision du calcul de $\underline{\underline{\Delta F}}$ sera gouvernée par le niveau de bruit élevé des images (voir équation 2.11). Un compromis est alors à trouver pour la bonne valeur de d à considérer. Il sera évalué expérimentalement plus loin.

- c- Le dernier terme $\frac{d|\partial\Omega_g|}{12|\Omega|}$ exprime que l'erreur est d'autant plus grande que l'interface spécifique est grande. Il sera plus facile de mesurer un glissement intense sur une petite longueur de joints de grains qu'un petit glissement sur une grande longueur d'interface. En d'autres termes, l'application de la méthode sera plus efficace sur un polycristal à gros grains, à marquage et grandissement d'image fixé. On pourra aussi noter que le produit $\frac{d|\partial\Omega_g|}{12|\Omega|}$ est la fraction volumique d'un « domaine d'interface », obtenu par épaissement des joints d'une épaisseur $d/12$. La formule d'erreur s'apparente alors au produit de la fraction volumique par l'erreur sur l'évaluation de sa déformation moyenne.

Cas particulier : quantification de discontinuités cinématiques lors d'une corrélation sans transformation locale sur un échantillon qui n'est pas déformé plastiquement

Dans le cas d'une approche par corrélation d'images sans transformation locale (transformation supposée est une translation de corps rigide), nous avons $\underline{\underline{F}}^{cor} = \underline{\underline{1}}$. Si de plus le matériau n'est pas déformé plastiquement, mais subit une transformation globale essentiellement de corps rigide (déformation élastique très petite), la transformation locale réelle est une rotation uniforme $\underline{\underline{F}}^{local} = \underline{\underline{R}}$. Dans ce cas, l'analyse précédente (dont certaines approximations sont alors exactes), conduit alors à la valeur suivante de l'erreur de fonction de forme sur la contribution du glissement :

$$\underline{\underline{\Delta F}} \approx \frac{d}{12} \frac{|W|}{|\Omega|} (\underline{\underline{R}} - \underline{\underline{1}}) \quad (2.22)$$

Ce résultat montre l'intérêt de prendre en compte une cinématique locale au moins d'ordre 1 dans la formulation de l'algorithme de corrélation d'image pour évaluer efficacement le glissement.

2.5. Acquisition des images et essai de compression in-situ

Dans ce chapitre nous analysons les résultats d'essais de compression à froid (à température ambiante) mais aussi à chaud¹¹ (à 350 °C) dans la chambre d'un MEB FEG Quanta 600, sur des échantillons parallélépipédiques (de dimension environ 6x6x12 mm³) de sel pur synthétique de laboratoire à gros grains (taille des grains variant de 200 à 500 μm). Les échantillons ont été déformés jusqu'à plusieurs pourcents de déformation plastique macroscopique (environ 3 % à froid et 6 % à chaud). Ces expériences ont été menées par M. Bourcier lors de son travail de thèse ([Bourcier 2012]). Nous en avons repris l'analyse. Les grandes étapes de l'expérience sont rappelées ici.

Pour chaque étape de déformation, une image de haute définition 4096 x 3775 pixels est acquise avec différentes valeurs de grandissement afin d'avoir une vue multiéchelle de la répartition surfacique de la déformation. Le grandissement considéré ici correspond à un

¹¹ On rappelle que la température de fusion (T_f) du sel est de 1074°K (801°C). La température considérée ici (350°C) est supérieure à T_f (en °K)/2 = 264°C.

champ de vue¹² qui fait $1,8 \times 1,5 \text{ mm}^2$ de la surface de l'échantillon (à froid) et de $0,4 \times 0,4 \text{ mm}^2$ (à chaud). Le choix de ce grandissement est justifié par le fait qu'on aimerait avoir plusieurs grains dans notre champ de vue (afin que notre mesure soit représentative de la microstructure) mais aussi avoir un marquage suffisamment résolu pour faire de la mesure locale à cette échelle. Dans ce champ de vue, nous avons approximativement une vingtaine de grains dans la microstructure considérée à froid et sept grains dans celle considérée à chaud. Le grandissement considéré correspond à une taille de pixel sur les images d'environ $0,4 \text{ }\mu\text{m}$ à froid et de $0,1 \text{ }\mu\text{m}$ à chaud. A froid, sur les images MEB acquises, à l'échelle locale du marquage, nous avons environ deux pixels sur le diamètre d'un marqueur de type bille d'or, déposé par pulvérisation et évaporation puis traitement thermique de démouillage. Cette valeur est relativement faible et fait que le marquage est un peu sous échantillonné à ce grandissement. Il est ainsi important d'avoir une idée sur les erreurs et incertitudes associées à la mesure de la contribution du glissement à la déformation macroscopique du matériau, ces différents aspects seront étudiés dans la section suivante.

2.6. Application lors d'un essai de compression à température ambiante

2.6.1. Courbe macroscopique

Sur la figure 8 est présentée la courbe de chargement macroscopique contrainte-déformation de l'échantillon déformé à froid. La contrainte correspond à la force appliquée sur l'échantillon divisée par la section initiale (sans chargement mécanique) de ce dernier. Et la déformation correspond à la composante axiale du tenseur moyen de déformation de Green-Lagrange (voir chapitre 3, section 3.5.3 pour la définition du tenseur de Green-Lagrange) sur la région d'intérêt. Il s'agit d'un chargement macroscopique uniaxial de compression. Rappelons qu'une déformation négative est considérée comme étant de la compression. Neuf étapes de chargements macroscopiques ont été considérées. Comme on peut le remarquer sur la figure 8, les deux premières étapes de chargement correspondent à des déformations apparentes d'extension. Cette constatation surprenante peut être expliquée par des phénomènes de variations de grandissement : durant le début du chargement, la contrainte augmente brutalement et conduit à des mouvements hors-plan de la machine d'essai et donc

¹² A chaud, le champ de vue est limité par le four enrobant l'échantillon dans lequel est percé un trou, à travers lequel le faisceau d'électron passe, et qui limite ainsi la surface qu'on peut observer.

de l'échantillon qui changent la distance de travail et par conséquent induisent une légère variation de grandissement ([Doumalin, 2000]), de l'ordre de quelques 10^{-3} dans notre cas. Ceci est confirmé par l'analyse des premières étapes de déformation : en tout début d'essai (les trois premières étapes de chargement), l'échantillon n'est pas encore déformé mécaniquement mais nous avons des rotations de corps rigides de l'ordre de 0,1 degré (voir les composantes du gradient de la transformation sur la figure 9). Cette erreur extrinsèque à la technique de corrélation d'images est qualifiée d'erreur géométrique. Des procédures de correction auraient pu être utilisées ([Wang et al., 2014]) et auraient pu permettre de réduire cette erreur à quelques 10^{-4} . Elles n'ont pas été mises en œuvre dans la mesure où les déformations attendues lors de la phase de déformation plastique du sel gemme sont notablement plus importantes que ces défauts. On pourra noter que ces variations de grandissement sont sans conséquence sur l'évaluation de la contribution du glissement à condition d'utiliser une cinématique d'ordre 1 intégrant au moins la transformation moyenne de la région d'intérêt.

La déformation plastique commence entre l'étape 2 et l'étape 3 avec une contrainte entre 15 et 20 MPa. On observe en effet à partir de ce moment des bandes de localisation à l'intérieur des grains ainsi qu'une forte localisation de la déformation au niveau des joints de grains. L'intensité de ces localisations intragranulaires et intergranulaires augmente avec la déformation et est la signature de la plasticité à l'échelle de la microstructure polycristalline.

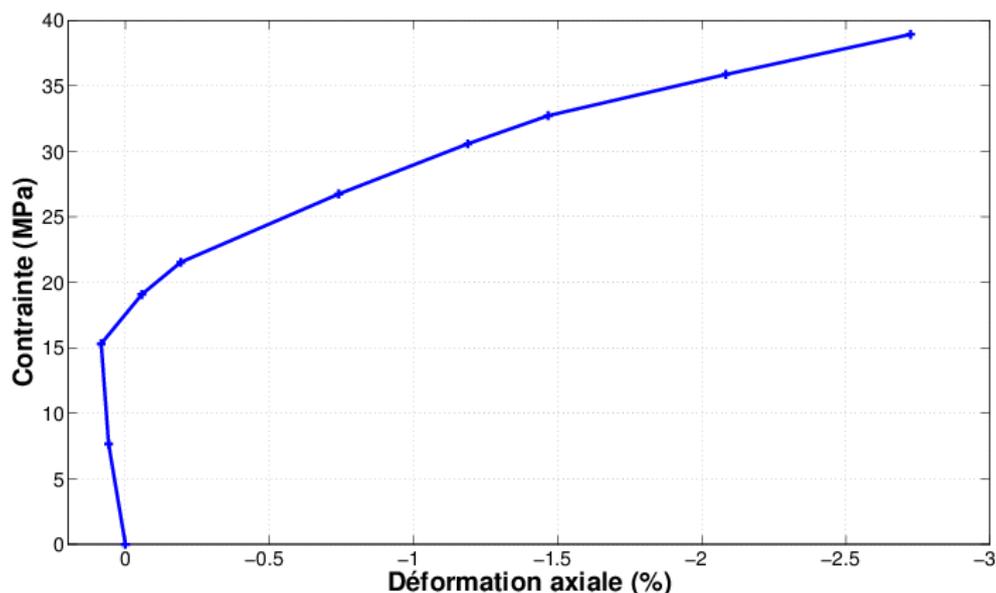


Figure 8. Courbe de chargement macroscopique contrainte-déformation axiale de région d'intérêt Ω .

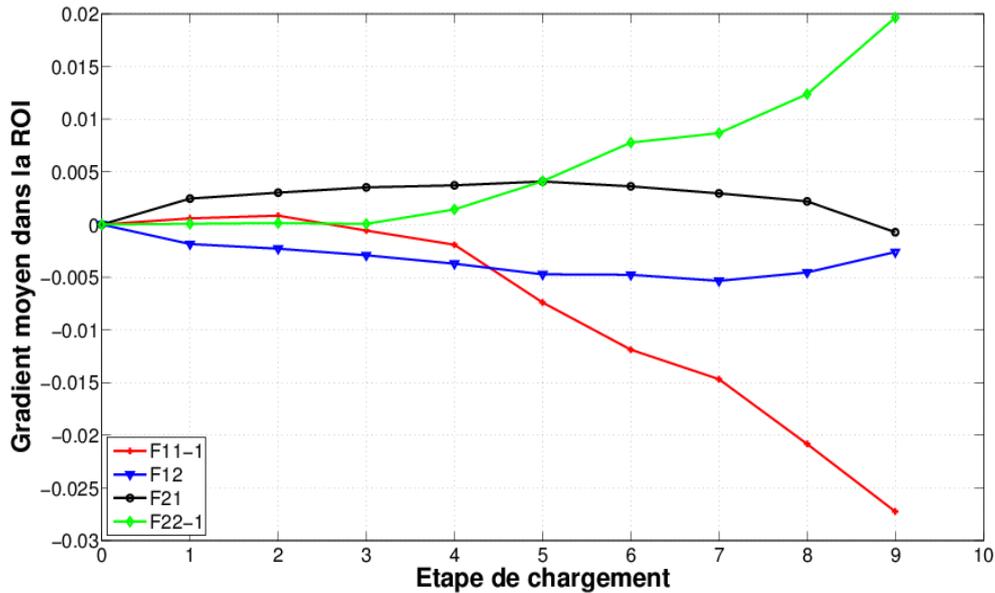


Figure 9. Composantes du gradient de la transformation macroscopique dans la région d'intérêt Ω .

2.6.2. Analyse des erreurs de mesures de glissement

Sur la figure 10, nous reportons les composantes de la contribution du glissement aux joints $\underline{\underline{\Delta F}}$ au gradient macroscopique calculées avec ou sans transformation locale d'ordre 1 pour les différentes étapes de chargement mécanique. $\underline{\underline{\Delta F}}$ est calculé avec la méthode 2 décrite dans la section 2.2. La transformation locale pour un point i de l'interface d'un grain g est prise comme étant le gradient moyen (sans interface)¹³ du même grain lors de l'estimation de \underline{u}_g par corrélation d'images avec masques (figure 5a). Elle est prise égale au gradient moyen du grain se trouvant du côté opposé à g lors de l'estimation de $\underline{u}_g^{\text{extra}}$. La corrélation d'images a été effectuée sur une région d'intérêt qui fait environ $1,4 \times 1,4 \text{ mm}^2$ dans l'image MEB de 4096×3775 pixels. Un maillage régulier de 100×100 points a été considéré pour initier la procédure décrite en section 2.3¹⁴ (figure 1b) dans la même région d'intérêt conduisant à un pas de maillage de 33×31 pixels. La taille de la fenêtre de corrélation est de 35×35 pixels. De la figure 10, on peut remarquer que les composantes de $\underline{\underline{\Delta F}}$ sont surestimées si l'on ne prend pas en compte le gradient de transformation local dans l'analyse par corrélation : on trouve alors des valeurs de $\underline{\underline{\Delta F}}$ qui sont 2 à 5 fois plus élevées que si on prend en compte cette transformation locale à l'ordre 1. La valeur de $\underline{\underline{\Delta F}}$ augmente avec le chargement mécanique.

¹³ Un gradient moyen "sans interface" d'un grain se calcule par intégrale de contour en utilisant les points de corrélation strictement à l'intérieur du grain qui sont les plus proches de l'interface de ce dernier (figure 12).

¹⁴ Il s'agit du maillage initial avant la procédure de repositionnement des points sur l'interface des grains.

Pour les 3 premières étapes de chargement, en absence de transformation locale, on trouve des valeurs hors diagonales de $\underline{\underline{\Delta F}}$ non nulles (voir figure 10 b et c) bien que l'échantillon ne soit pas encore déformé plastiquement (voir figure 9). Ces valeurs correspondent à des erreurs de fonction de formes comme décrit en fin de section 2.4. En utilisant l'équation 2.22, on peut estimer ce biais en supposant que $d \frac{|W|}{|\Omega|}$ est de l'ordre de 7 %. Cette valeur est estimée en faisant le rapport entre le nombre de points (bleus) se trouvant sur l'interface des grains par le nombre de points total sur Ω , soit $724/10000 \sim 0,0724$. L'erreur est représentée sur la Figure 10. On voit clairement qu'en absence de déformation et de prise en compte de la transformation locale, $\underline{\underline{\Delta F}}$ est de l'ordre de l'erreur de fonction de forme estimée. Pour corriger cette erreur en absence de prise en compte de la transformation locale, il faudrait enlever ce biais à la valeur de $\underline{\underline{\Delta F}}$ calculée. Dans ce cas, nous trouvons des valeurs très proches de l'estimation obtenue avec une transformation locale (voir Figure 10) ce qui confirme l'analyse d'erreur de la fin de la section 2.4. Dans la suite de ce chapitre, toutes les estimations de $\underline{\underline{\Delta F}}$ se feront avec une transformation locale d'ordre 1 afin de minimiser l'effet des erreurs de fonctions de forme.

Sur la figure 11 est représentée $\underline{\underline{\Delta F}}$ obtenu avec les méthodes 1 et 2. Les résultats obtenus avec la méthode 1 sont légèrement plus grands que ceux donnés par la méthode 2 (écart maximal de l'ordre de $7 \cdot 10^{-5}$). Ceci peut être expliqué par le fait que le calcul de $\underline{\underline{\Delta F}}$ par la méthode 1 intègre en plus des discontinuités cinématiques aux joints, la déformation des points triples se trouvant dans la région d'intérêt (voir Figure 12). La présence de ces points triples auxquels on associe une surface non nulle est la conséquence de la discrétisation de l'interface.

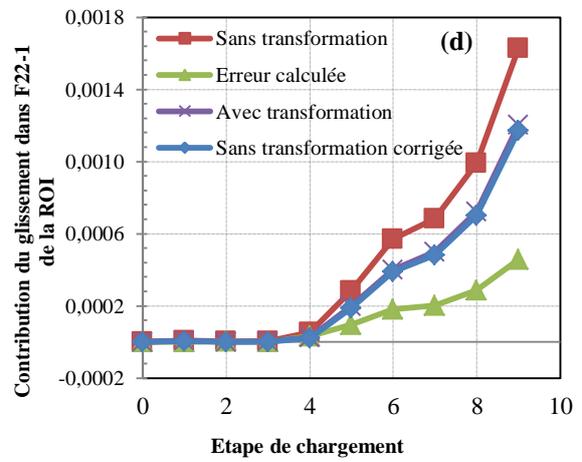
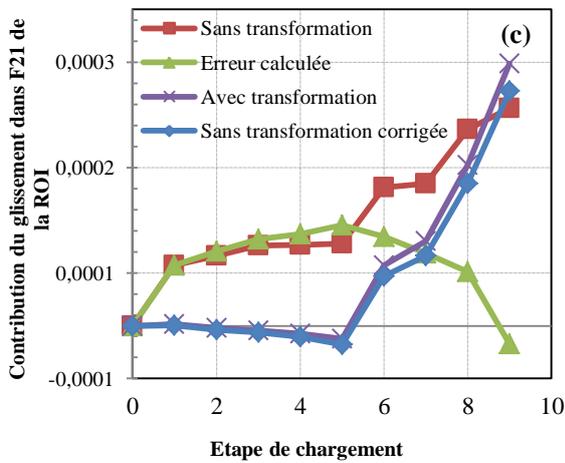
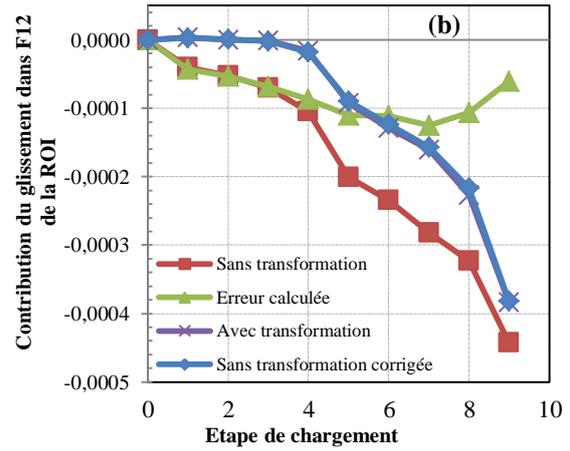
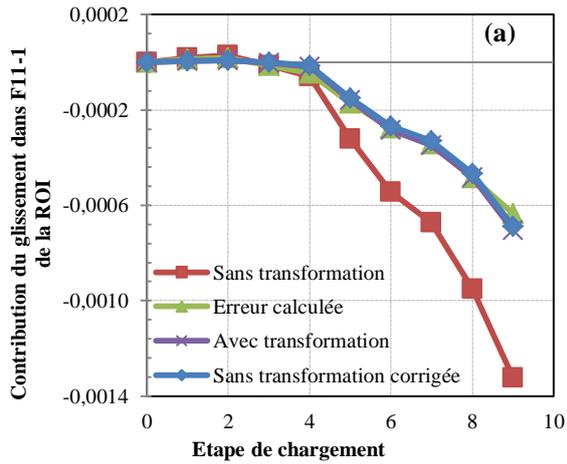
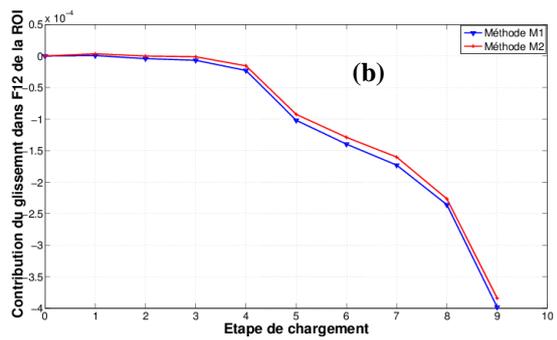
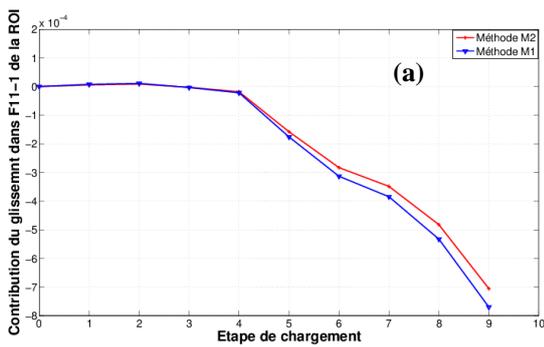


Figure 10. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique en fonction des différentes étapes de chargement : calcul avec et sans transformation locale ainsi que l'erreur associée. a) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .



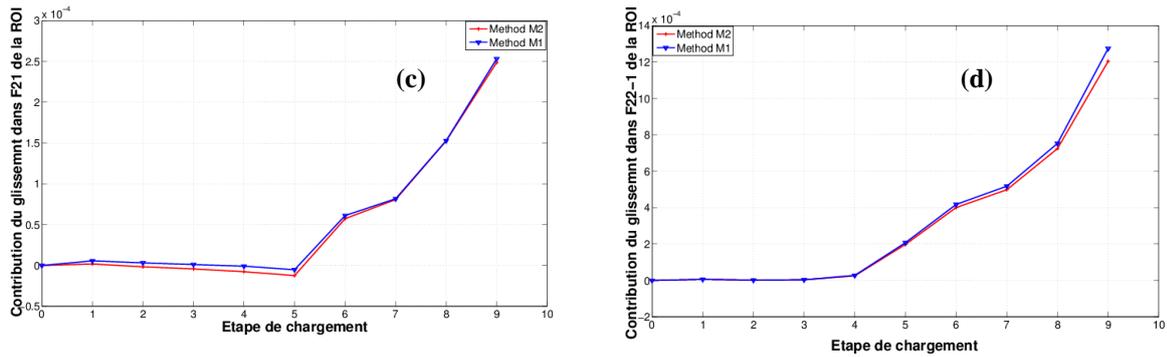


Figure 11. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique obtenues avec les méthodes 1 et 2. a) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .

La méthode 2 est donc plus précise que la méthode 1. Ceci est d'autant plus vrai que la discrétisation est moins dense. En effet, comme on peut voir sur la Figure 13, en passant d'un maillage initial de la microstructure de 100 x 100 points vers un maillage de 250 x 250 points sur la même zone d'intérêt, on trouve les mêmes valeurs de $\underline{\underline{\Delta F}}$ pour la méthode 2 contrairement à la méthode 1. Ceci peut être expliqué par le fait que la zone définissant la déformation du point triple dépend du pas de maillage initial et donc du nombre de points sur les contours des trois grains définissant ce point triple (figure 12).

Sur la figure 14 sont représentées les composantes de $\underline{\underline{\Delta F}}$ en fonction du chargement pour plusieurs valeurs de taille de fenêtre de corrélation. On observe une dépendance de la valeur de $\underline{\underline{\Delta F}}$ avec la taille de fenêtre de corrélation. Pour des petites fenêtres de corrélation (10 à 15 pixels de côté), les valeurs de $\underline{\underline{\Delta F}}$ trouvées sont affectées par le bruit initial des images (voir section 2.4 a et b). De plus, avec le grandissement considéré dans notre étude (figure 1a), les billes d'or permettant de définir le contraste local pour la corrélation d'images sont sous-échantillonnées (nous avons environ deux pixels sur le diamètre d'une bille d'or). De ce fait, pour de petites fenêtres de corrélation le contraste local ne permet pas de faire de la corrélation d'images avec une bonne précision (fenêtres de corrélation de 20 à 30 pixels de côté).



Figure 12. Point triple défini par trois grains. La zone représentée par le triangle rouge au point triple du grain est incluse dans l'estimation de $\underline{\underline{\Delta F}}$ donnée par la méthode 1. Les contours des grains utilisés pour calculer les gradients moyens "sans interface" sont représentés en couleur dans chaque grain.

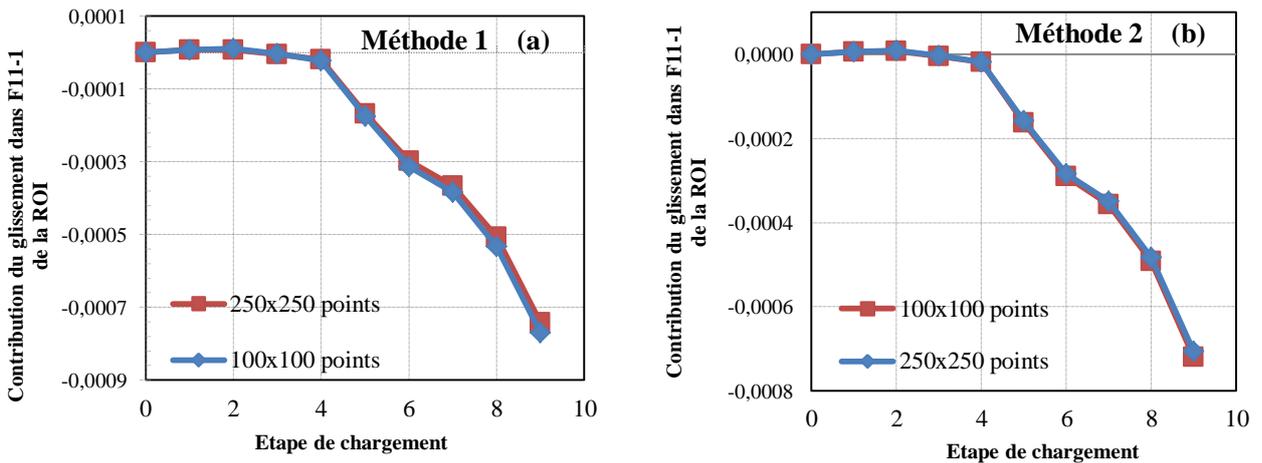


Figure 13. Effet du maillage sur les méthodes 1 (a) et 2 (b)

A partir d'une fenêtre de corrélation de 35 x 35 pixels, nous avons une dépendance affine de $\underline{\underline{\Delta F}}$ avec la taille de la fenêtre de corrélation. En effet, sur les figures 15 et 16, nous avons respectivement les composantes de $\underline{\underline{\Delta F}}$ pour les étapes de chargement 8 et 9 et on remarque que $\underline{\underline{\Delta F}}$ varie très légèrement (écart maximal de l'ordre de 10^{-4}) avec le domaine de corrélation. Ceci est dû aux erreurs de fonctions de forme (voir section 2.4 b) qui augmentent proportionnellement avec le domaine de corrélation (voir équation 2.21). En toute rigueur, la meilleure estimation de $\underline{\underline{\Delta F}}$ correspondrait à celle extrapolée à un domaine de corrélation nul. Vu que les écarts entre les différentes valeurs en fonction de la taille de la fenêtre de

corrélations sont très petits (de l'ordre de quelques 10^{-5}), nous adopterons dans la suite comme estimation de $\underline{\Delta F}$ celle correspondant à un domaine de 35×35 pixels, l'erreur induite par cette approximation (de type « fonction de forme ») étant notablement inférieure à 10^{-4} .

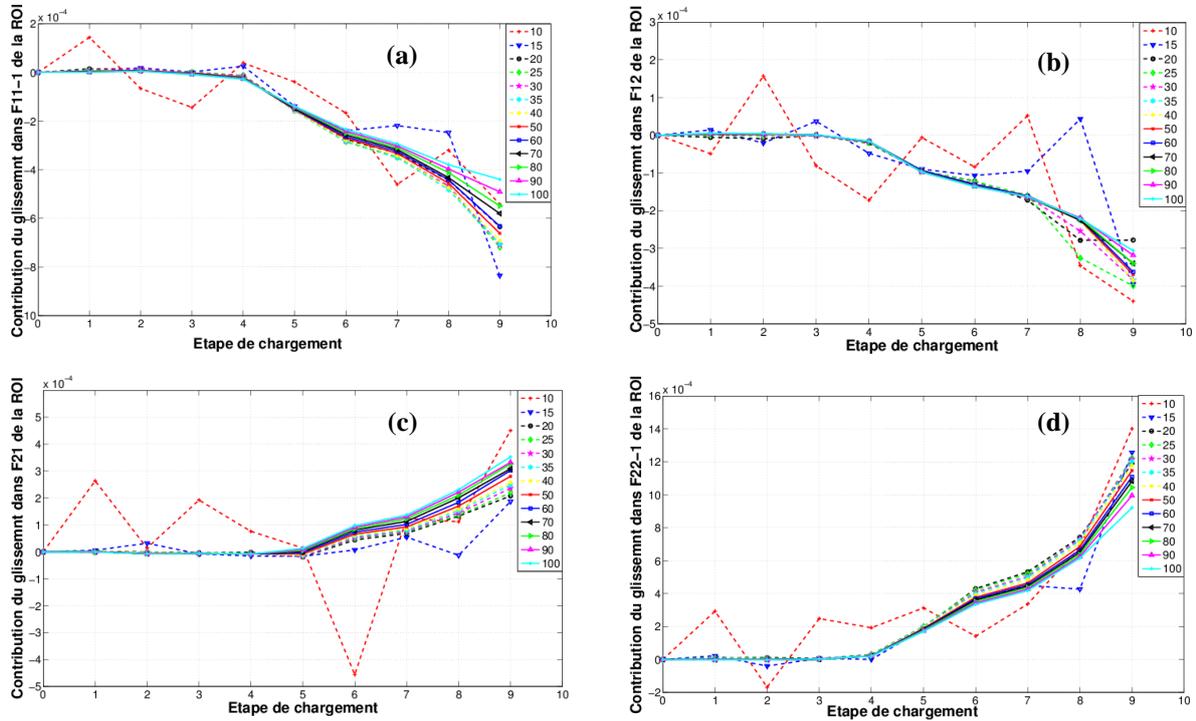


Figure 14. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique pour plusieurs valeurs de domaine de corrélation. a) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .

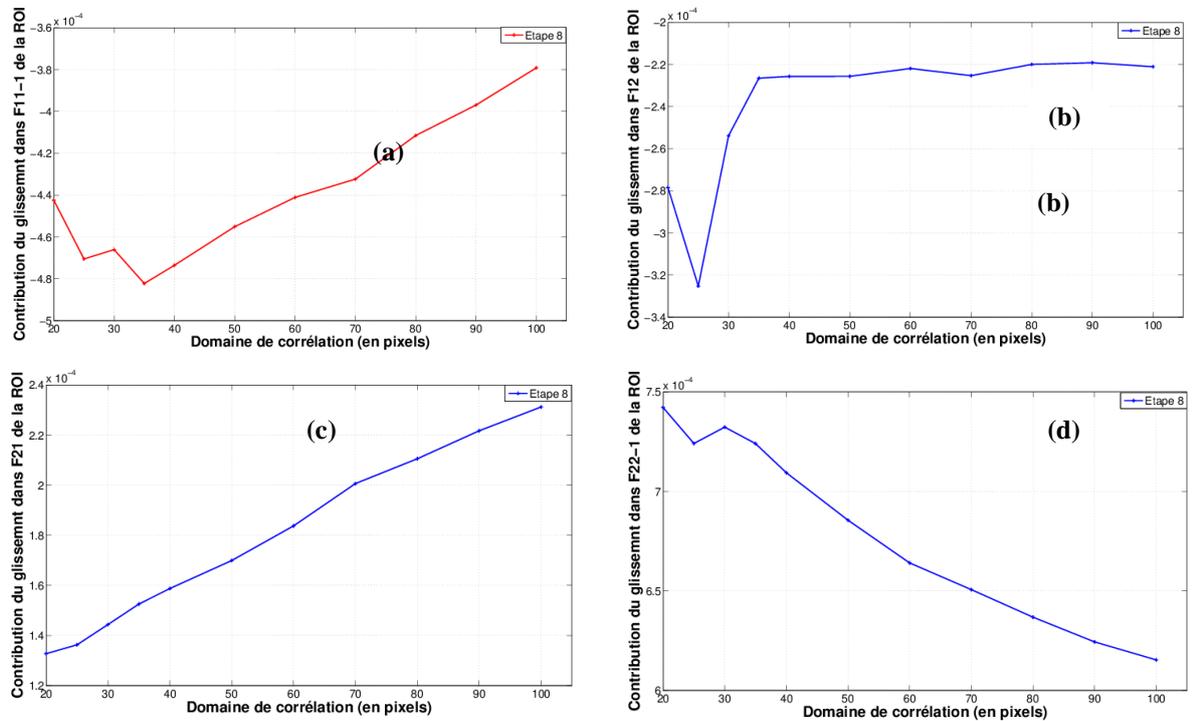


Figure 15. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique pour la 8^{ème} étape de chargement en fonction de la taille de fenêtre de corrélation. a) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .

2.6.3. Analyse de la contribution du glissement aux joints

La relation entre la composante axiale et transversale de la contribution des discontinuités cinématiques intergranulaires en fonction du gradient macroscopique axial et transversal respectivement est presque linéaire (figure 17a et 17b). On peut remarquer que $\frac{\Delta F}{F}$ est nul pour les trois premières étapes du chargement mécanique où la déformation plastique est nulle (voir figure 8 et 9). Mais à partir du début de la déformation plastique, correspondant à une contrainte entre 15 et 20 MPa environ, les composantes de la contribution des discontinuités cinématiques intergranulaires axiales et longitudinales représentent 2,5 % et 6 % du gradient macroscopique axial et longitudinale respectivement.

Ce résultat confirme quantitativement que le glissement aux joints de grains commence avec la déformation plastique du matériau et valide les observations qualitatives chapitre 1. Il est ainsi établi qu'on ne peut pas associer de seuil à l'activation du glissement aux joints, en deçà duquel il n'y aurait que de la plasticité intracristalline classique. Le mécanisme de glissement aux joints est donc *nécessaire* à la plasticité du polycristal de sel gemme, tout au moins dans les conditions de notre essai. Sa contribution à la déformation totale est faible, mais sa proportionnalité avec le mécanisme dominant prouve sa nécessité. Plus précisément, c'est le mécanisme additionnel qui permet de rendre compatibles les déformations intracristallines entre grains voisins d'orientations différentes. Le seul système de glissement facilement activé à température ambiante génère en effet un sous-espace de déformation trop restreint pour permettre à lui seul la déformation compatible d'un ensemble de grains. La proportionnalité presque parfaite entre glissement et déformation globale (figure 17) établit cette liaison de nature cinématique entre ces deux mécanismes de déformation. Notons que cette proportionnalité est bien une réalité expérimentale et non un quelconque artefact de mesure. En effet, les divers points de la courbe ont été obtenus par des analyses de données expérimentales totalement indépendantes.

De plus, avec la courbe de chargement macroscopique (figure 8), on peut remarquer qu'à partir de 20 MPa, l'écroutissage linéaire du matériau qui est la signature de l'activation de systèmes de glissement cristallins est cohérent avec l'évolution linéaire de la contribution du glissement avec la déformation macroscopique à partir du même niveau de contrainte. De ce fait, le glissement aux joints de grains permet d'accommoder les incompatibilités cinématiques entre les différents grains et joue ainsi un rôle important dans la ductilité du sel gemme ([Bourcier et al., 2012] et [Bourcier et al., 2013]).

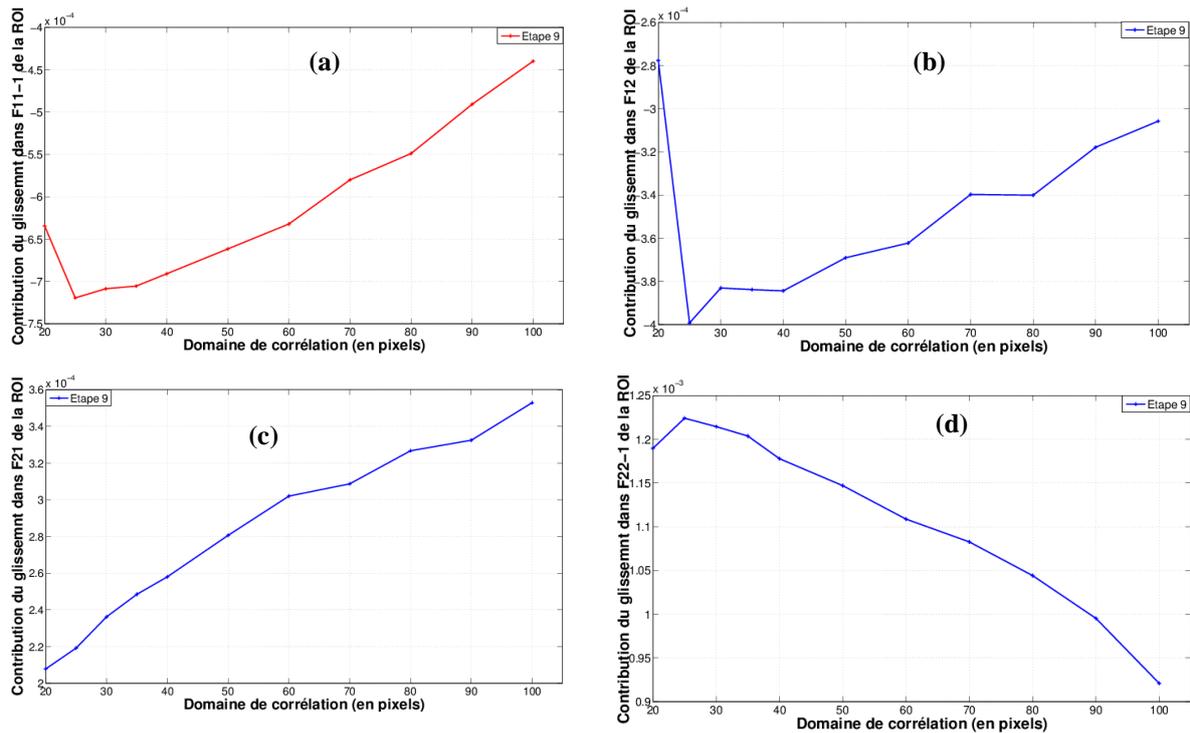


Figure 16. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique pour la 9^{ème} étape de chargement en fonction de la taille de fenêtre de corrélation. a) $\Delta F11$, b) $\Delta F12$, c) $\Delta F21$ et d) $\Delta F22$.

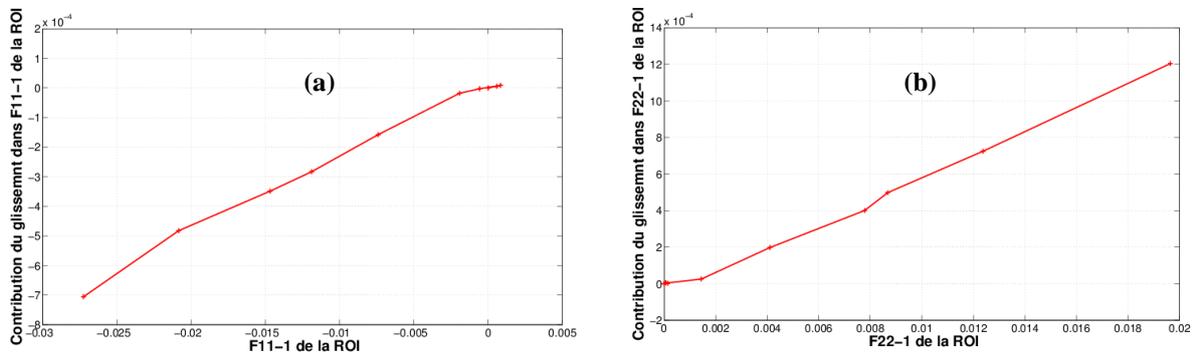


Figure 17. Contribution des discontinuités cinématiques en fonction du gradient moyen dans la région d'intérêt : (a)-composante axiale $\Delta F11$ en fonction du gradient macroscopique axial et (b)-composante transversale $\Delta F22$ en fonction du gradient macroscopique transversale.

2.7. Application lors d'un essai de compression à 350 °C

La courbe de chargement mécanique de l'échantillon déformé à chaud est représentée sur la figure 19. Nous avons 8 étapes de chargement mécanique de compression à 350 °C et une dernière étape de refroidissement jusqu'à la température ambiante à contrainte constante. Les composantes du gradient de la transformation macroscopique dans la région d'intérêt sont représentées sur la figure 20. La déformation plastique est ici présente dès la première étape

de chargement, soit pour une contrainte inférieure à 10 MPa, en cohérence avec la ductilité plus grande du sel gemme à haute température. Le tenseur $\underline{\underline{\Delta F}}$ est estimé en utilisant la méthode 2 avec une modélisation de la cinématique incluant une transformation locale décrite dans la section 2.5. Le traitement par corrélation d'images a été mené sur une région d'environ $0,3 \times 0,3 \text{ mm}^2$ de l'image MEB de 4096×3775 pixels (voir figure 18). Un maillage régulier de 81×85 points a été considéré avec un pas de maillage de 35×35 pixels. Le calcul des composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique dépend de la taille de la fenêtre de corrélation considérée (voir figure 21). Les commentaires sur cette dépendance sont les mêmes que ceux de la section 2.5. C'est-à-dire pour des petites tailles de fenêtre de corrélation (10 à 30 pixels de coté), l'erreur sur le calcul de $\underline{\underline{\Delta F}}$ est dominée par le bruit des images (voir équation 2.11). A partir d'un domaine de corrélation de 35×35 pixels, la valeur de $\underline{\underline{\Delta F}}$ a tendance à se stabiliser et évolue très légèrement (de l'ordre de 10^{-4}) avec la fenêtre de corrélation (voir figure 21, 22 et 23). De ce fait, dans la suite de cette section, nous allons considérer une valeur du domaine de corrélation de 35 pixels pour les estimations de $\underline{\underline{\Delta F}}$.

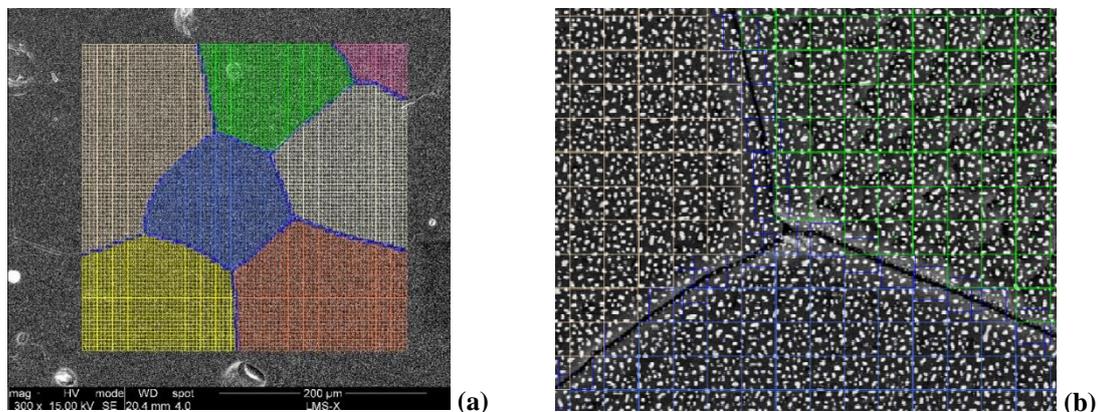


Figure 18. (a) Maillage labellisé de la microstructure de l'essai à 350 °C, (b) zoom sur un point triple de (a).

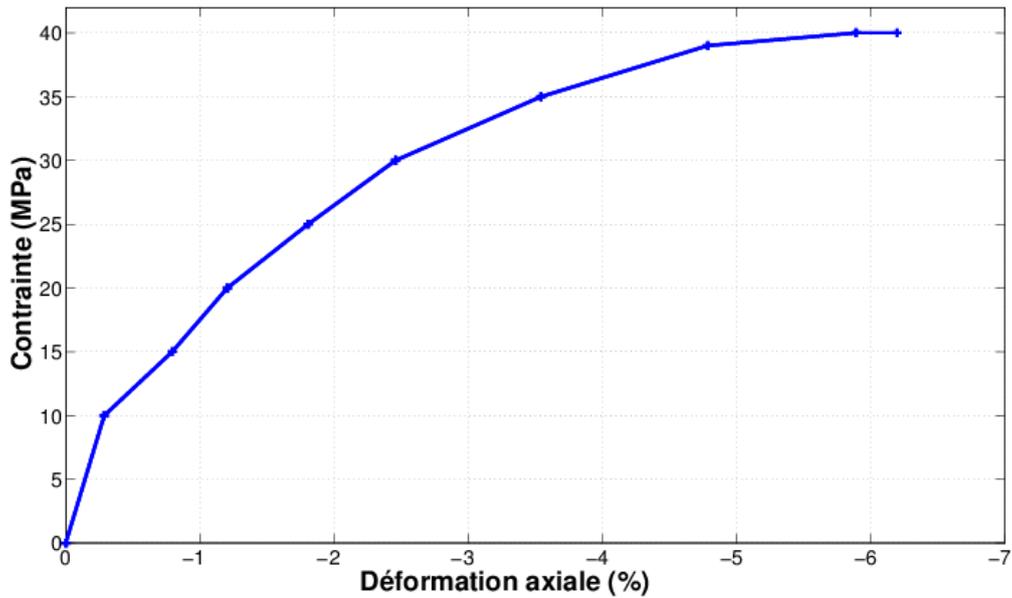


Figure 19. Courbe de chargement macroscopique contrainte-déformation axiale de la région d'intérêt Ω .

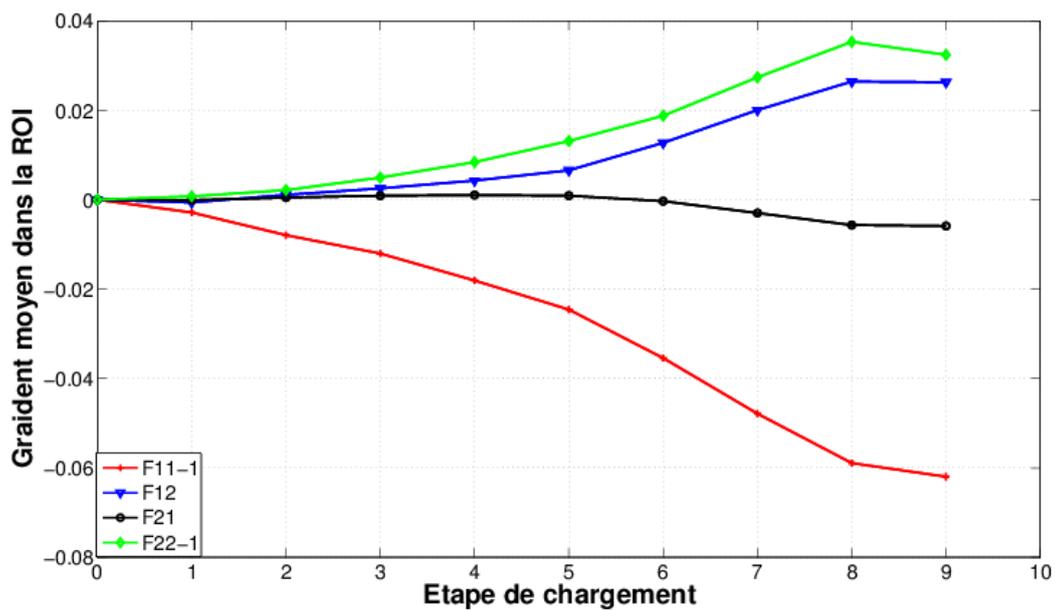


Figure 20. Composantes du gradient de la transformation macroscopique dans la région d'intérêt Ω .

Pour les 5 premières étapes de chargement mécanique (figure 19), la contrainte varie de 10 à 30 MPa avec un écrouissage global presque linéaire. Dans ce même intervalle de contrainte, la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique augmente linéairement avec la déformation plastique du matériau (figure 24), comme lors de la déformation à froid. A chaud, la composante axiale de $\underline{\underline{\Delta F}}$ représente 4,5 % du gradient de déplacement macroscopique (figure 24a) alors que la composante transversale ne représente que 2,4 % de

ce dernier (figure 24b). La valeur de la composante axiale de la contribution du glissement au gradient macroscopique à chaud est supérieure à la valeur trouvée lors de la déformation à froid du matériau. Contrairement à la valeur de la composante transversale qui est moins importante à chaud qu'à froid. Ainsi, à chaud, nous avons toujours besoin du glissement aux joints pour accommoder les incompatibilités cinématiques induites par la déformation intragranulaire, du moins en début de sollicitation. La faible valeur de la composante transversale de $\underline{\underline{\Delta F}}$ à chaud peut être probablement expliquée par le fait qu'avec l'augmentation de la température, le matériau s'endommage moins au niveau des joints de grains par l'ouverture de microfissures transverses (voir chapitre 3).

A partir de 30 MPa, nous observons une évolution non-linéaire de la courbe de chargement macroscopique avec une diminution du niveau d'érouissage global du matériau. La même tendance est observée sur les composantes de $\underline{\underline{\Delta F}}$, avec une réduction de la contribution transverse et axiale (la composante axiale ne contribue plus que pour 1,7 % au gradient macroscopique). Cette diminution de $\underline{\underline{\Delta F}}$ peut être expliquée par le fait qu'à chaud, à partir de 30 MPa, le matériau a probablement activé d'autres mécanismes de déformation plastique intracristallins¹⁵ qui participent davantage à la ductilité du matériau et à l'accommodation des incompatibilités cinématiques induites par la déformation plastique intragranulaire. De ce fait, le matériau a moins besoin de glissement aux joints pour assurer cette accommodation de la déformation plastique. Il semble que cette évolution des contributions relatives des mécanismes de déformation s'opère à une contrainte supérieure à la contrainte initiale d'un facteur au moins 3 (30 MPa / 10 MPa).

Ces résultats sont cohérents avec les mesures de cission résolue critique (CRC) réalisées par [Picard et al., 2014] sur un monocristal de sel gemme sollicité en compression à faible vitesse de déformation ($2,1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) pour plusieurs valeurs de température, et selon plusieurs directions pour modifier les facteurs de Schmid sur les divers systèmes et activer préférentiellement l'un ou l'autre. En effet, à 350°C (et la même vitesse de chargement), ces auteurs observent que l'écart entre les CRC du système cubique ($\{100\}\langle 110\rangle$) et dodécaédrique ($\{110\}\langle 110\rangle$) est moins important qu'à température ambiante. De ce fait, à chaud, la probabilité d'activer simultanément les deux systèmes de glissement est plus élevée qu'à température ambiante. Plus précisément, les résultats de [Picard et al., 2014], représentés

¹⁵ A haute température, plus de systèmes de glissement intracristallins peuvent être activés. De plus, l'activation d'autres mécanismes de déformation plus complexes, comme la montée des dislocations, est possible.

en figure 25 montrent un ratio de CRC sur les deux premiers systèmes de l'ordre de 3 à 350 degrés (~ 12 MPa pour le système cubique et ~ 4 MPa pour le système dodécaédrique), en cohérence avec nos observations. Le même ratio est observé à l'ambiante, mais pour des niveaux de contrainte plus élevés (7,5 MPa et 22,5 MPa respectivement). Comme le début de plasticité est observé pour environ 17 MPa à l'ambiante, l'activation du second système ne serait possible qu'au-delà d'une contrainte macroscopique de 50 MPa dans l'essai à froid, niveau de contrainte qui n'a pas été atteint (contrainte maximale d'environ 40 MPa).

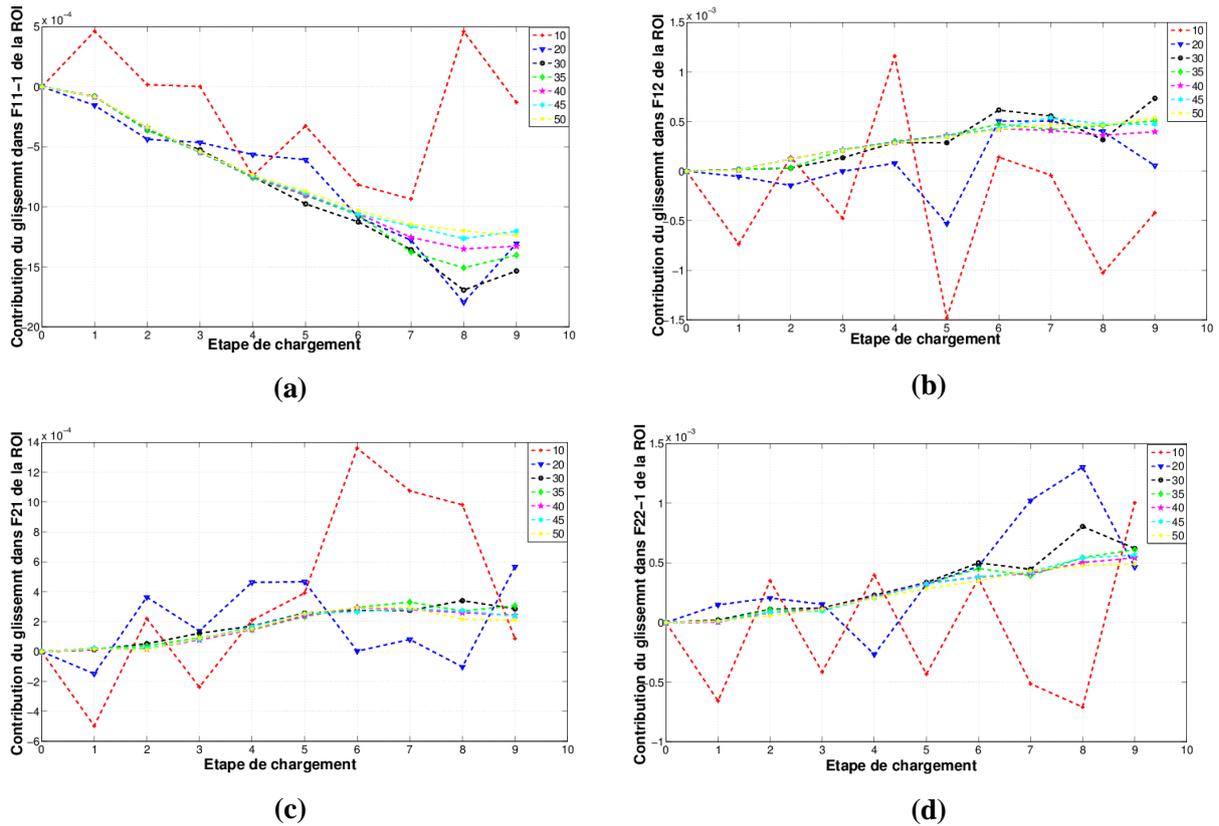


Figure 21. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique pour plusieurs valeurs de domaine de corrélation. a) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .

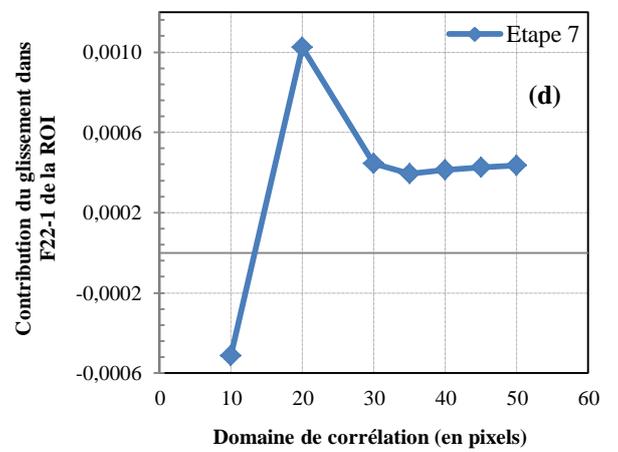
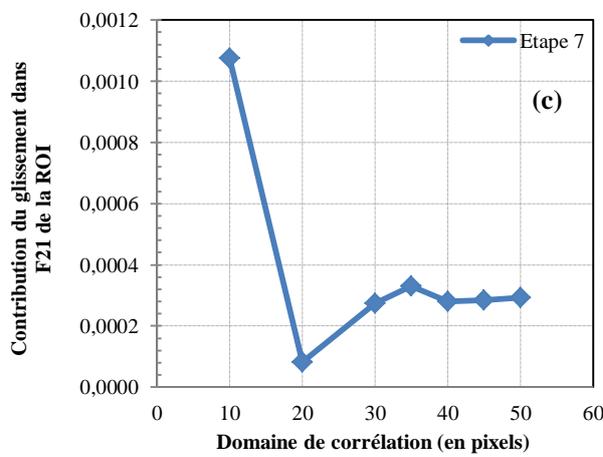
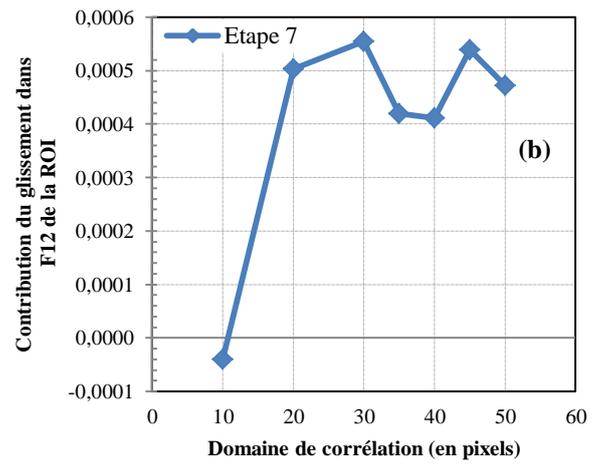
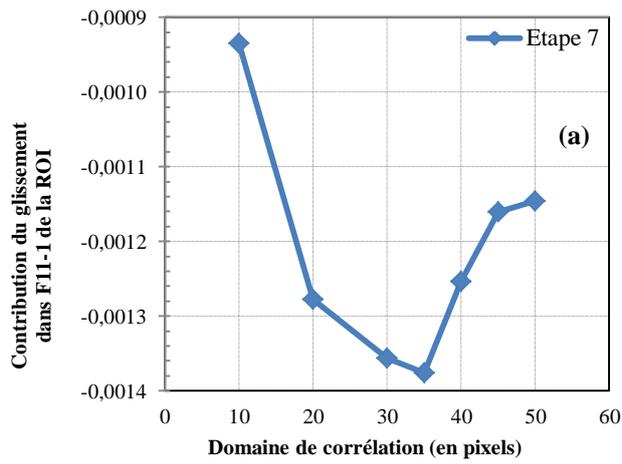
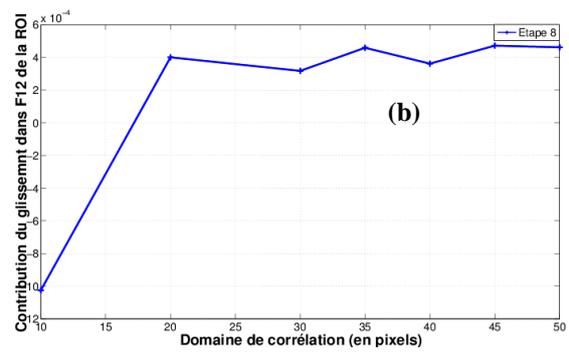
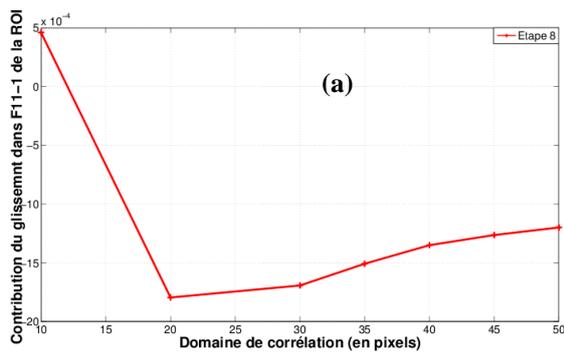


Figure 22. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique pour la 7^{ème} étape de chargement à chaud en fonction de la taille de fenêtre de corrélation. a) $\Delta F11$, b) $\Delta F12$, c) $\Delta F21$ et d) $\Delta F22$.



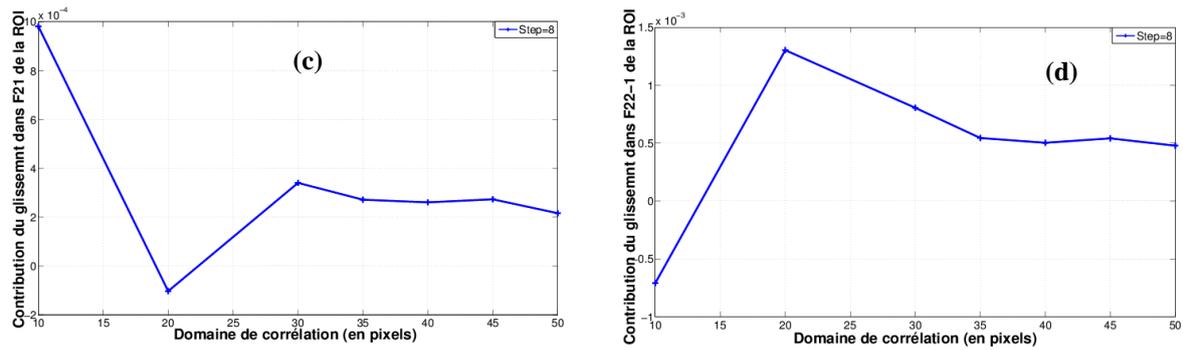


Figure 23. Les composantes de la contribution du glissement aux joints au gradient macroscopique pour la 8^{ème} étape de chargement à chaud en fonction de la taille de fenêtre de corrélation. a) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .

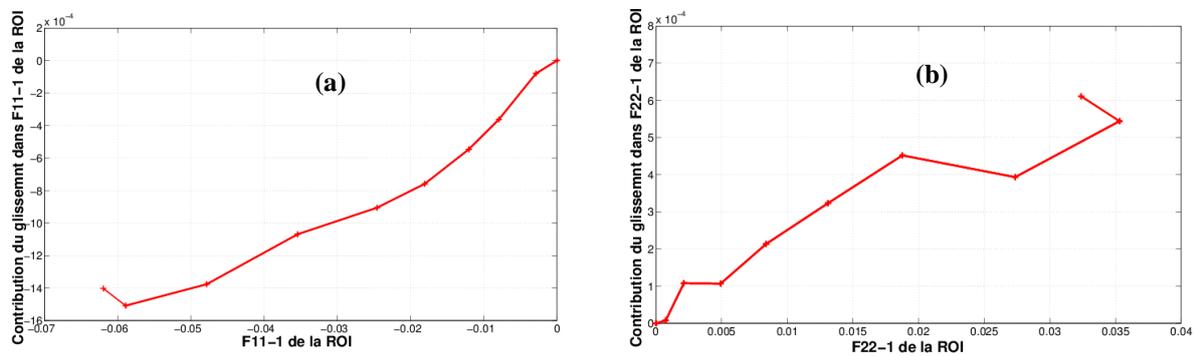


Figure 24. Contribution des discontinuités cinématiques en fonction du gradient moyen dans la région d'intérêt : (a)-composante axiale ΔF_{11} en fonction du gradient macroscopique axial du déplacement et (b)-composante transversale ΔF_{22} en fonction du gradient macroscopique transversal

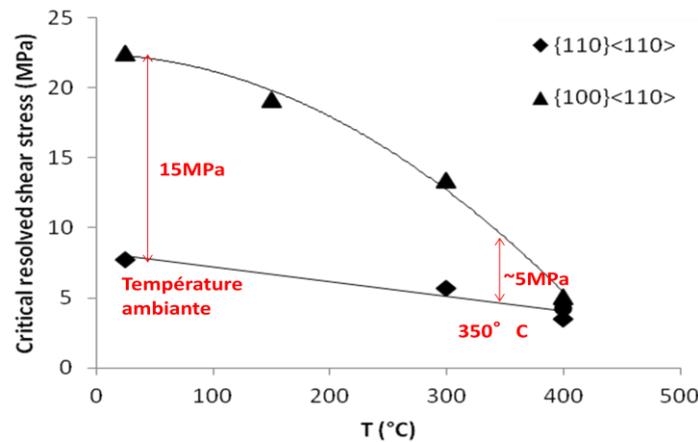


Figure 25. Cission résolue critique du système cubique ($\{100\}\langle 110\rangle$) et dodécaédrique ($\{110\}\langle 110\rangle$) d'un monocristal de sel gemme orienté (001) en fonction de la température (d'après [Picard et al., 2014])

2.8. Comparaison de notre quantification du glissement avec les résultats de la littérature

Dans le cadre de l'étude précédente du même polycristal de sel gemme au cours de laquelle les essais mécaniques précédents ont été réalisés, des tentatives préliminaires de quantifications de la contribution des discontinuités cinématiques à la déformation macroscopique ont été effectuées ([Bourcier et al., 2013]). Dans cette section, nous allons comparer ces résultats de quantification avec ceux présentés dans ce chapitre pour l'essai de compression à froid. Dans la suite, la méthode utilisée par [Bourcier et al., 2012] (ou [Bourcier et al., 2013]) pour quantifier le glissement aux joints sera qualifiée de méthode standard. Elle consiste à labelliser un maillage régulier¹⁶ initial de la microstructure (figure 1b) à partir de l'image labellisée de cette dernière (figure 1c). Le maillage final ainsi obtenu est représenté dans la figure 26a. Dans la méthode standard, les déplacements des points régulièrement espacés sont obtenus avec les algorithmes classiques de corrélation d'images¹⁷ avec une transformation locale supposée être le gradient macroscopique de la région d'intérêt. Il n'y a pas de procédure de repositionnement des points sur les contours des grains. L'équation 2.5 est utilisée pour calculer $\underline{\Delta F}$. Les contours utilisés pour le calcul des gradients moyens des grains sont représentés sur la figure 26b. Il s'agit de ceux utilisés pour calculer la déformation moyenne d'une zone « sans interface ». Cette procédure est une fonctionnalité standard du logiciel de corrélation CMV utilisé.

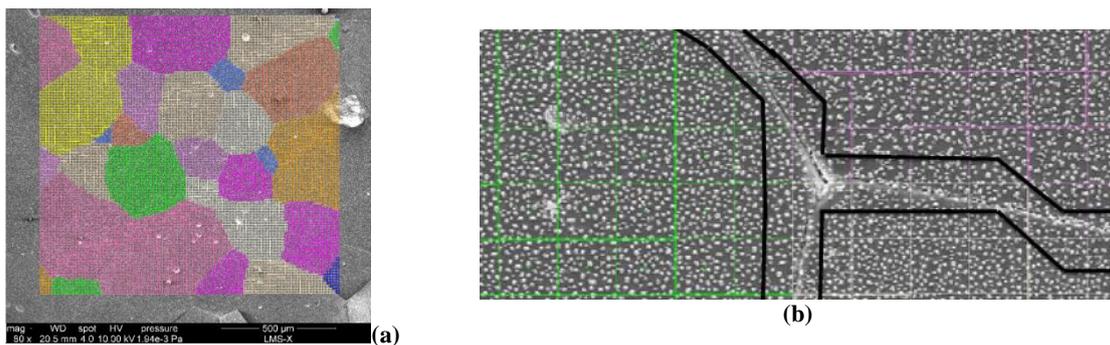


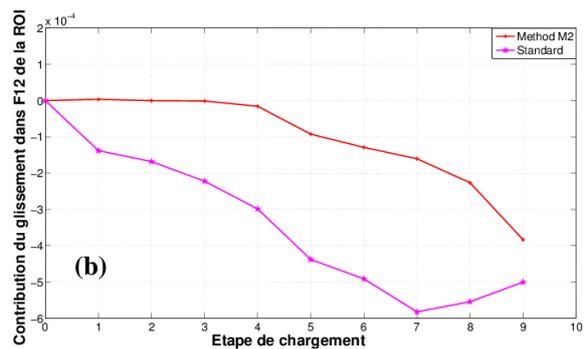
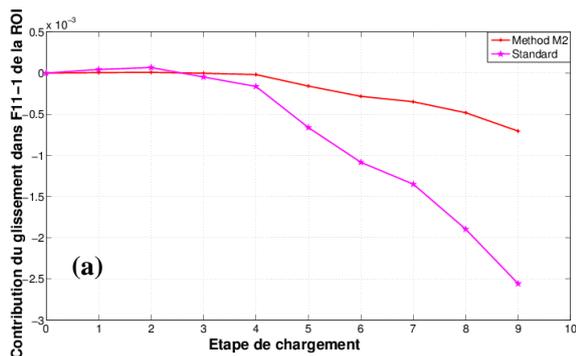
Figure 26. Maillage labellisé de la microstructure à partir d'un maillage régulier (a). Zoom sur un point triple (b) ; les contours noirs sont utilisés pour calculer les gradients moyens des grains avec la méthode standard.

¹⁶ Pour cette comparaison, nous avons considéré le même maillage que dans nos calculs, c'est-à-dire 100 x 100 points avec un pas de maillage de 33 x 31 pixels.

¹⁷ La corrélation se fait sans recours à des masques.

La comparaison des résultats de l'estimation de $\underline{\underline{\Delta F}}$ par la méthode standard et nos calculs est représentée sur la figure 27. On peut remarquer que la méthode standard surestime la contribution du glissement à la déformation macroscopique du matériau. Ceci est lié au fait que la méthode standard a principalement deux limitations qui sont les suivantes :

- a- Les contours utilisés pour le calcul de $\underline{\underline{\Delta F}}$ (figure 26b) ne coïncident pas exactement avec les interfaces des grains. De ce fait, une partie de la déformation intragranulaire est considérée à tort comme faisant partie du glissement aux joints. Cette contribution peut être estimée comme le produit de la déformation moyenne des grains à proximité des interfaces par, le volume de l'interface ainsi dilatée. Elle est donc de l'ordre de $\frac{1}{2|\Omega|} \sum_g \|\underline{\underline{F}}_g\| d|\Omega_g|$ et suit une loi sensiblement égale à celle de l'erreur de fonction de forme détaillée en section 2.4. Elle est toutefois plus importante, car c'est la déformation du grain près de l'interface qui intervient directement, et non l'écart de cette déformation à celle utilisée dans l'algorithme de corrélation. De plus le volume d'interface dilatée est plus grand (c'est le pas de grille qui intervient, et non une fraction de la fenêtre de corrélation).
- b- La fenêtre de corrélation (35 x 35 pixels) de certains points du contour d'un grain (figure 26b) intervenant dans le calcul du gradient moyen de ce grain peut chevaucher le grain voisin, ce qui fausse l'estimation de $\underline{\underline{F}}_{\Omega_g}$.



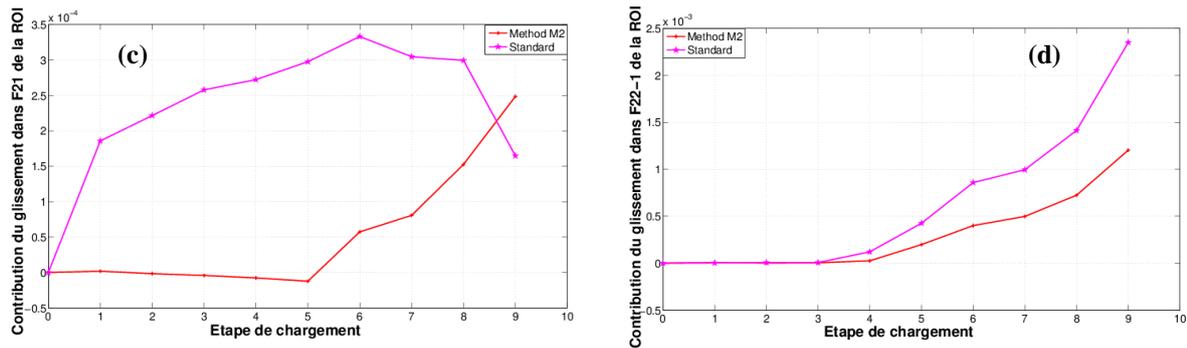


Figure 27. Les composantes de la contribution des discontinuités cinématiques au gradient macroscopique obtenues avec les méthodes 2 et standard. A) ΔF_{11} , b) ΔF_{12} , c) ΔF_{21} et d) ΔF_{22} .

Une première tentative de correction de la première source d'erreur a été tentée dans [Bourcier, 2012] en corrigeant la contribution du glissement de la partie de la déformation intragranulaire proche de l'interface, en approchant cette dernière par la déformation moyenne, et en tenant compte de l'écart entre volume total et somme des volumes des grains. La correction va dans le bon sens, mais reste encore approximative, et n'était pas suffisante pour faire apparaître les phénomènes physiques discutés plus haut que notre méthode améliorée révèle.

2.9. Amélioration du marquage local aux interfaces par microlithographie

Dans le but d'améliorer la quantification expérimentale (par CIN) du glissement aux joints à la déformation macroscopique, nous proposons de graver des motifs spéciaux (traits et cercles) aux joints de grains. En effet, ceci augmenterait le contraste local nécessaire pour la corrélation (utilisant des masques) des points repositionnés sur les interfaces des grains. Pour ce faire, nous avons utilisé la technique de microlithographie électronique qui permet de marquer la surface d'un échantillon en utilisant un faisceau d'électrons sous MEB ([Allais et al., 1994], [Doumalin, 2000], [Boucier et al., 2012]). Les différentes étapes pour la réalisation de cette technique sont les suivantes (voir figure 28) :

- Dépôt d'une goutte de résine liquide (solution de PMMA¹⁸ (polyméthylméthacrylate) concentrée à 5 %) à la surface de l'échantillon. Ensuite, la goutte est étalée sur la surface de

¹⁸ Le PMMA est une résine électro-sensible. Autrement dit, la masse molaire de ses chaînes est réduite localement suite à une interaction avec un faisceau d'électrons.

l'échantillon par rotation de ce dernier durant 1 min 30 secondes grâce à une platine tournante.

- Polymérisation de la résine à 140 ° C pendant 20 min.
- Irradiation de la résine avec un faisceau d'électrons piloté par un logiciel (RAITH Elphy Quantum dans notre cas) afin de dessiner le motif voulu¹⁹.

Dans notre cas le motif de base voulu est un trait et 2 cercles dessiné exactement aux joints de grains (figure 29). Les joints de grains se trouvant dans la région d'analyse ont été identifiés grâce à une analyse EBSD préalable (avec un pas de 3 μm) de la zone à analyser qui fait 400 x 400 μm^2 .

- Dissolution sélective des chaînes de polymères irradiées (faible masse molaire) grâce à un révélateur.
- Dépôt d'une fine couche d'or (environ 12 nm) homogène grâce à un évaporateur et un pulvérisateur cathodique.
- Enfin, on effectue une dissolution de la résine restante en mettant l'échantillon dans un solvant (acétate d'éthyle) qui est placé dans un bac à ultrasons.

¹⁹ L'épaisseur d'un barreau est liée à la dose d'irradiation (en pC/cm) multipliée par la durée d'irradiation (pas de temps). La dose d'irradiation correspond au courant émis par le faisceau par unité de surface (ou de longueur lorsque seules des lignes sont considérées). Dans notre cas la valeur du courant est fixée à 0,2 nA.

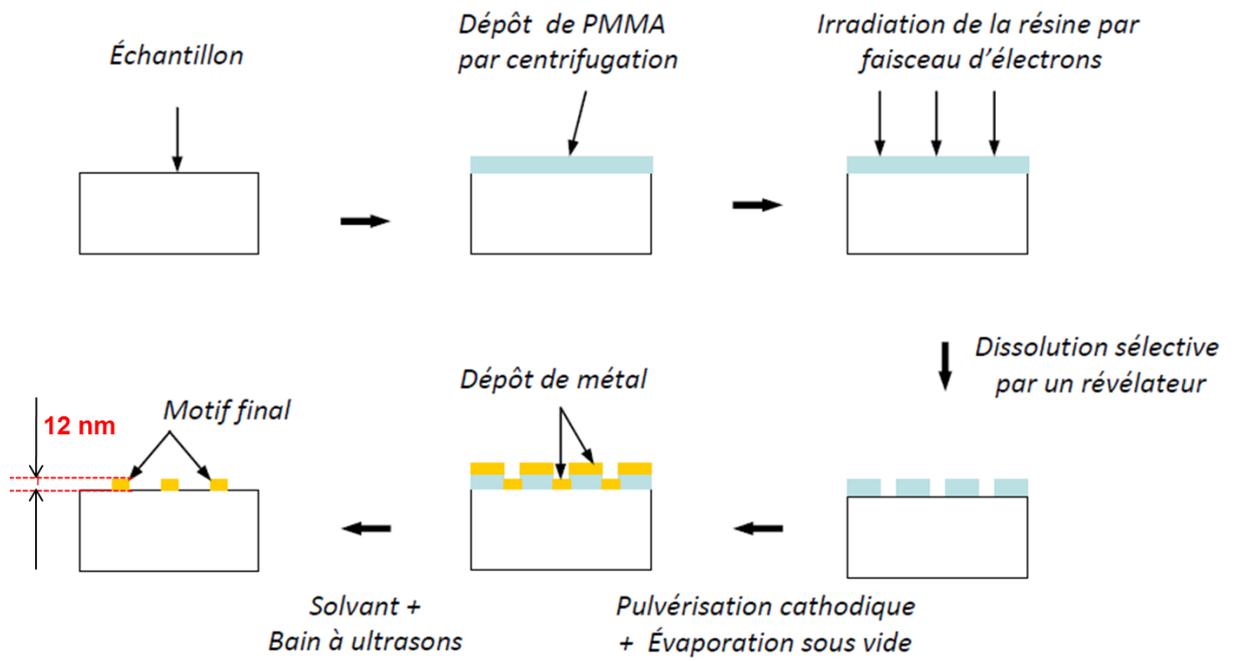


Figure 28 : Schéma illustrant le protocole expérimental de la microlithographie électronique.

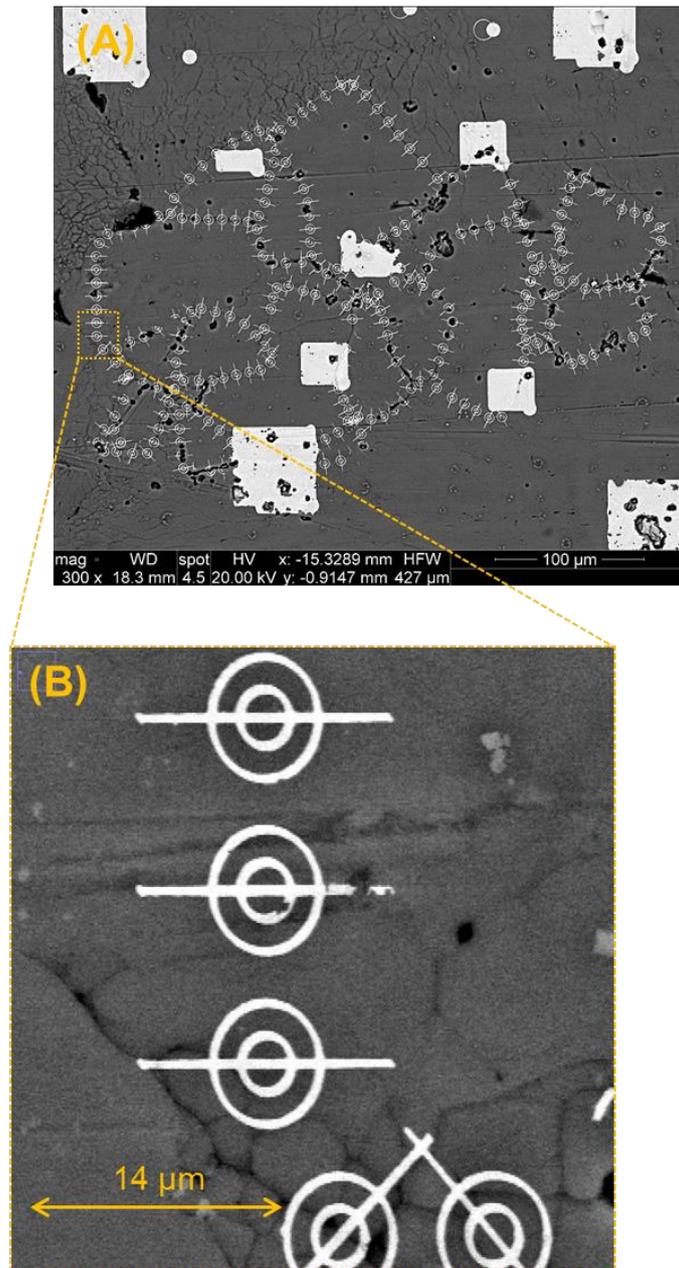


Figure 29 : (A) Image MEB de la microstructure d'un échantillon de sel pur synthétique obtenue après le marquage par microlithographie de motifs spéciaux aux joints de grains de la zone analysée. (B) Zoom dans (A) montrant le motif spécial de base (trait et cercles).

Si on combine le marquage local obtenu par démouillage de microbilles d'or (marquage intragranulaire) et le marquage local de motifs (trait + 2 cercles) aux interfaces des grains par microlithographie, on pourra à la fois avoir du contraste local sur les interfaces des grains mais aussi sur les zones intragranulaires. Ceci permettrait d'apporter plus de contraste local à l'intérieur d'une fenêtre de corrélation repositionnée sur l'interface d'un grain et donc améliorerait le calcul de la contribution du glissement aux joints à la déformation macroscopique.

Répartition tridimensionnelle multiéchelle de la déformation plastique dans le sel gemme

La localisation de la déformation plastique du sel gemme à l'échelle de sa microstructure polycristalline a été étudiée au moyen de mesures surfaciques de la déformation par corrélation d'images MEB de haute résolution (voir chapitre 1). Les mécanismes de déformation intervenant dans la déformation plastique du sel gemme à l'échelle de sa microstructure polycristalline ont été mis en évidence. La représentativité (le caractère réaliste) de ces mesures surfaciques dans le cœur du matériau peut potentiellement être biaisée par les limitations d'une observation surfacique. Dans ce chapitre, nous allons étendre ces mesures de déformation dans le volume du matériau en analysant par corrélation d'images volumiques des images d'échantillons de sel gemme, de différentes microstructures, obtenues par microtomographie aux rayons X utilisant le rayonnement synchrotron.

Sommaire du chapitre

3.1. Cahier des charges	91
3.2. Elaboration du matériau	92
3.3. Préparation de la surface des échantillons.....	98
3.4. La microtomographie aux rayons X avec le rayonnement synchrotron	99
3.4.1. Physique de la tomographie d'absorption des rayons X.....	99
3.4.2. Eléments mis en jeu lors d'une expérience de tomographie à rayons X synchrotron.....	101
3.4.2.1. Source synchrotron.....	102
3.4.2.2. Platine tournante	103
3.4.2.3. Détecteur.....	104
3.4.3. Reconstruction des images	105
3.4.3.1. Les méthodes analytiques	106

3.4.3.2.	Combien faut-il de projections pour reconstruire un volume ?	110
3.5.	Corrélation d'images volumiques.....	111
3.5.1.	Principe général de la CIV.....	112
3.5.2.	Minimisation du coefficient de corrélation et précision subvoxel	116
3.5.3.	Gradient de la transformation et tenseurs de déformation.....	117
3.5.4.	Du déplacement à la déformation locale	119
3.5.5.	Du déplacement à la déformation globale	121
3.5.6.	Incertitudes sur le calcul du gradient local et macroscopique	121
3.6.	Acquisition des volumes des différents échantillons et essais de compression ex-situ	122
3.7.	Localisation tridimensionnelle de la déformation : incertitudes expérimentales ...	135
3.7.1.	Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement	135
3.7.1.1.	Calcul des positions théoriques.....	136
3.7.1.2.	Analyse statistique des erreurs liées à la mesure expérimentale du champ déplacement par CIV	138
3.7.1.3.	Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires sur la microstructure de l'échantillon C	140
3.7.1.3.1.	Estimation des erreurs	140
3.7.1.3.2.	Incertitudes sur le gradient local et global de l'échantillon C.....	144
3.7.1.4.	Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires sur la microstructure de l'échantillon D.....	145
3.7.1.4.1.	Estimation des erreurs	145
3.7.1.4.2.	Incertitudes sur le gradient local et global de l'échantillon D.....	148
3.7.2.	Effet de la taille de fenêtre de corrélation sur les erreurs	148
3.8.	Localisation tridimensionnelle multiéchelle dans les échantillons A, B et C de marquage local volumique homogène	149
3.8.1.	Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon A.....	150
3.8.2.	Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon B	154

3.8.3.	Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon C	156
3.9.	Localisation tridimensionnelle multiéchelle dans un échantillon avec un marquage local volumique non-homogène : Nouvelle procédure de CIV appliquée à l'échantillon D	162
3.9.1.	Procédure d'interpolation du champ de déplacement	162
3.9.2.	Localisation tridimensionnelle de la déformation dans l'échantillon D.....	167
3.10.	Validité de la nouvelle procédure et amélioration de la base de mesure	171
3.11.	Conclusion	174

3.1. Cahier des charges

On se propose d'accéder à la répartition tridimensionnelle de la déformation plastique du sel gemme sur une gamme d'échelle allant de celle de l'échantillon (quelques millimètres) à celle de sa microstructure polycristalline (quelques centaines de micromètres).

Pour ceci, quatre conditions doivent être remplies :

- a- Il faut être capable de déformer plastiquement (jusqu'à plusieurs pourcents de déformation plastique résiduelle) notre échantillon centimétrique de sel.
- b- Avoir la possibilité d'acquérir des images volumiques de haute résolution (quelques micromètres) et de bonne qualité (avec un bon rapport signal sur bruit) de l'échantillon.
- c- Ces images doivent présenter un contraste adéquat associé à la matière.
- d- Enfin, il faut disposer d'algorithmes de traitement d'images permettant d'accéder au champ de déplacement local avec une bonne précision en se basant sur les images volumiques obtenues en b.

La première condition est remplie sans problème. En effet au sein du laboratoire LMS, nous disposons d'une machine de compression pouvant atteindre des chargements de 5000 N avec une faible vitesse de chargement (0.1 $\mu\text{m/s}$) et qui est donc adaptée à nos petits échantillons (voir section 3.6) et peut être facilement déplacée. Pour la deuxième condition, nous avons opté pour l'utilisation de la microtomographie¹ aux rayons X utilisant le rayonnement synchrotron (SXRCT en anglais, pour Synchrotron X-Rays Computed Tomography). En effet, la SXRCT contrairement aux scanners médicaux (résolution de l'ordre de 250 μm) et de laboratoire (résolution de l'ordre de quelques micromètres², temps de scan long et images bruitées) permet d'avoir pour des courts temps de scan une très bonne résolution spatiale (voir section 3.6). Néanmoins, notre matériau étant un polycristal monophasé de sel pur élaboré au laboratoire, nous n'aurions pas de contraste local dans les images volumiques obtenues par SXRCT. Or, afin d'appliquer les algorithmes de mesure du déplacement (de la condition d) à partir de ces images, il faut nécessairement avoir un contraste local permettant de suivre la cinématique locale de la matière (condition c). Cette difficulté a été surmontée en insérant des particules de cuivre

¹ La tomographie d'absorption (voir section 3.4).

² Cette résolution peut être inférieure au micromètre, si on fait usage de tubes à rayons X à nanofoyer permettant de faire de la nanotomographie.

(de quelques dizaines de micromètres de diamètre) dans notre matériau. Les détails sur l'élaboration du matériau sont présentés dans la section suivante.

3.2. Elaboration du matériau

Pour mener à bien notre étude, il faut être capable d'élaborer des échantillons de sel à microstructure contrôlée du point de vue de la morphologie et de la taille moyenne des grains, avec un faible pourcentage de porosité, et contenant un marquage local en volume permettant d'obtenir par l'imagerie de volume utilisée un contraste local, nécessaire pour la CIV. Les techniques d'élaboration du matériau et de préparation des échantillons reposent sur celles proposées dans les travaux de [Bourcier et al., 2013], qui ont toutefois été notablement améliorées. Initialement, elle consistait à effectuer un long mélange mécanique (3 à 4 heures) dans un broyeur à balles en acier de sel pur synthétique (Normapur reagent grade 99,9 % pure, Prolabo) et de particules de cuivre (3 % en volume) de taille inférieure à 10 μm . Le mélange résultant était ensuite inséré³ dans une cellule œdométrique⁴ en acier suffisamment épaisse (4 cm d'épaisseur) de 8,00 cm de diamètre et de 20,50 cm de haut (voir Figure 1.B). La cellule était enfin montée avec un four Instron dans une presse hydraulique MTS (1000 kN de capacité) (Figure 1.A).

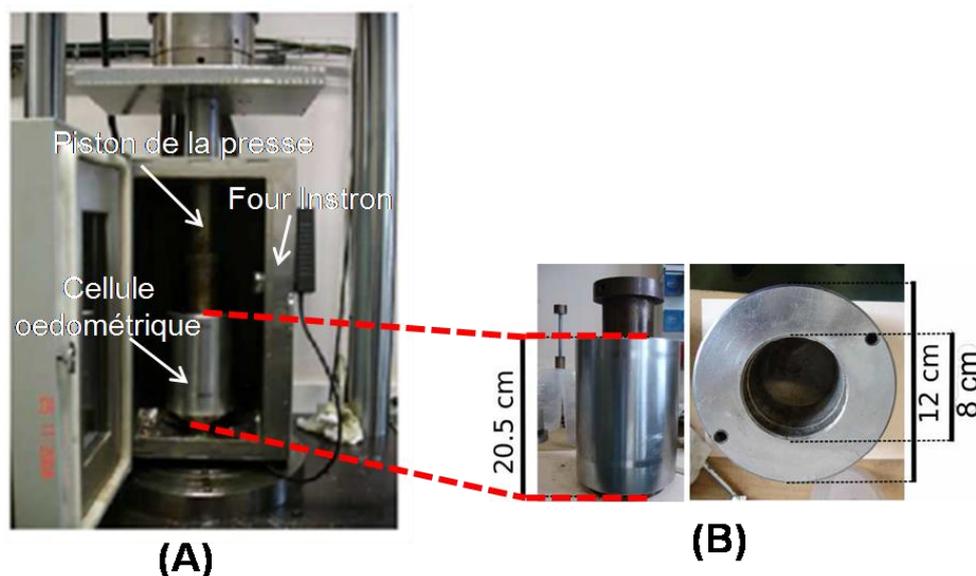


Figure 1. Four Instron et cellule œdométrique montée sur la presse MTS (A). Zoom sur la cellule œdométrique montrant ses dimensions (B).

³ L'insertion s'effectue en trois temps séparés d'une pré-compression manuelle avec une masse.

⁴ Pour faciliter la sortie du bloc à la fin de la compaction à chaud, on applique de la graisse sur les bords intérieurs de la cellule œdométrique.

On effectue ensuite une compaction du mélange (sel et cuivre) sous 100 MPa pendant 1 semaine à 200 °C. A la fin de la compaction, on obtient un grand bloc cylindrique (8 cm de diamètre et 10 cm de hauteur) de sel contenant des particules de cuivre (voir figure 2), qualifié de matériau brut. Les particules de Cu sont réparties aléatoirement dans le volume (voir figure 3) produisant ainsi un marquage en volume homogène. Nous appelons cette microstructure à « particules de cuivre distribuées ».

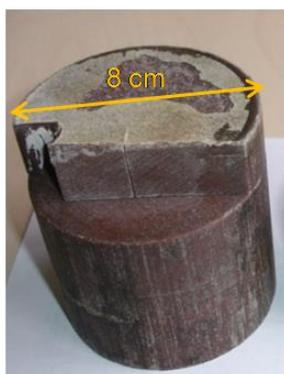


Figure 2. Bloc cylindrique brut de sel contenant des particules de cuivre à cœur, obtenu à la fin de la compaction. La couleur rouge est due à la présence des particules de cuivre. Les zones manquantes correspondent à des échantillons découpés sur le bloc brut.

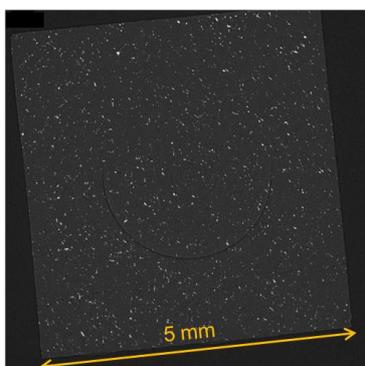


Figure 3. Coupe tomographique (de laboratoire) d'un échantillon brut de sel contenant des particules de cuivre « distribuées ».

Le matériau obtenu est compact et consolidé ; il semble peu poreux (pas d'estimation par mesures) et contient uniquement des petits grains de sel (50 à 200 μm). Cette taille de grain est trop fine pour une analyse en volume de la cinématique locale à l'échelle intragranulaire, avec les outils actuels d'imagerie 3D et de CIV. Afin d'obtenir un matériau à gros grains avec un marquage distribué, un recuit à 750 °C à pression atmosphérique d'échantillons provenant

de la première compaction (figure 2) a été proposé par [Bourcier, 2012]. Malheureusement, cette opération de recuit sans confinement conduit au développement excessif de porosité (plusieurs pourcents), principalement concentrée aux interfaces des grains recristallisés, comme le montre la figure 4. L'image MEB de la figure 4 est obtenue après avoir effectué une érosion atomique de la surface de l'échantillon avec un faisceau ionique BIB⁵ (pour Broad Ion Beam en anglais, [Desbois et al., 2011]). Cette porosité est due à la ségrégation et la coalescence de la micro-porosité initiale, probablement présente à toutes les interfaces des petits grains initiaux, lors de la migration des interfaces. Les échantillons sont très fragilisés par cette porosité pouvant atteindre plus de 5% et souvent concentrée en macropores de plusieurs dizaines à la centaine de micromètres (figure 4). Ils ne peuvent en aucun cas convenir pour une étude micromécanique nécessitant de solliciter des échantillons de taille millimétrique jusqu'à plusieurs pourcents de déformation. Les essais menés par [Bourcier, 2012] sur ce matériau ont en effet tous conduit à une rupture prématurée des échantillons, sans plastification notable. Afin de pallier la coalescence de porosité, nous avons développé un dispositif de recuits thermiques sous confinement.

Le matériau est échantillonné grâce à un carottier de 10 mm. Les carottes sont disposées dans de petites cellules œdométriques dont le diamètre est ajusté au dixième de mm à celui de l'échantillon, qui peut varier de 9,6 mm à 9,9 mm. Des recuits sont effectués dans ces cellules montées dans une presse uniaxiale (voir figure 5) à 700°C pendant 48 h. Le piston de compression a un jeu de deux dixièmes de millimètres par rapport à la cellule œdométrique, afin d'éviter son blocage. Le recuit est réalisé sous flux d'argon pour limiter l'oxydation de l'acier de la cellule et du piston, ainsi que celle du cuivre. La charge initiale est entre 1 et 2 kN, à la fin de la compaction la charge relaxe jusqu'à 200 - 400 N environ, du fait du fluage dans la cellule et de la compaction. Cette nouvelle procédure a considérablement rallongé le protocole de préparation, mais a au final permis d'améliorer la technique d'élaboration du matériau en permettant d'avoir des échantillons à gros grains (50 à 300 µm), avec un faible taux de porosité (environ 1 %). Toutefois, la procédure est longue et ne produit que 1 ou 2 échantillons corrects par pressage-recuit. A plusieurs reprises il a été impossible d'extraire l'échantillon de sa cellule, qui s'oxyde lors du recuit.

⁵ Cette technique, comparée à un polissage classique au papier abrasif, a notamment l'avantage de fournir un état de surface non contaminé par les débris de polissage. Ainsi, on ne risque pas de boucher la microporosité en surface. Elle a été utilisée ici pour mettre en évidence la microporosité aux interfaces des grains.

Cette dernière difficulté a été surmontée en ajoutant du graphite sur les bords de la cellule et sur l'échantillon.

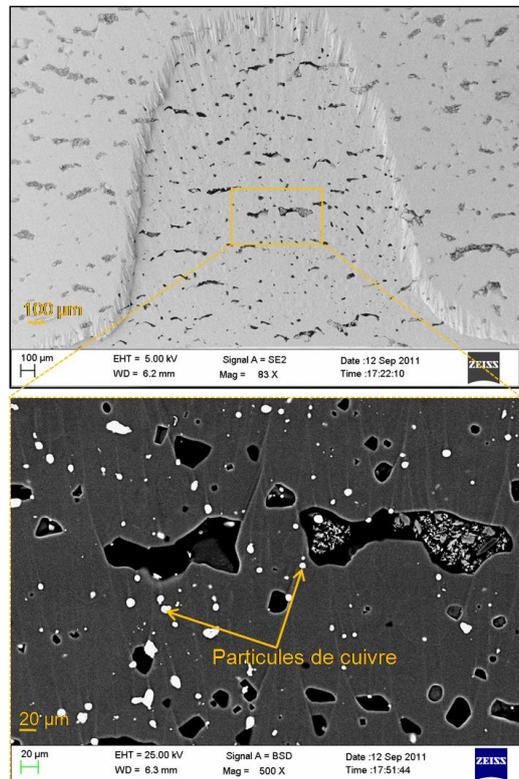


Figure 4. Images MEB à deux grossissements d'un échantillon de sel contenant des particules de cuivre obtenues après avoir préparé la surface de ce dernier par la technique BIB.

Ceci permet l'extraction aisée des échantillons pressés, mais l'échantillon est pollué par la diffusion du graphite le long des interfaces du matériau sur une couche périphérique d'épaisseur 1 à 2 millimètres. Ceci n'est toutefois pas un problème dans la mesure où cette zone subit presque toujours une fissuration circonférentielle (voir figure 6) du fait des contraintes thermomécaniques au refroidissement. Les échantillons utilisés pour les essais sont coupés dans la zone non fissurée, repérée avant usinage par tomographie aux rayons X de laboratoire.

Les échantillons obtenus avec la procédure d'élaboration décrite précédemment permettent d'avoir des échantillons, peu poreux et contenant un marquage local bien distribué en volume. Par contre, la taille de grains est encore assez restreinte par rapport à celle obtenue dans du sel pur [Bourcier et al., 2013], car la croissance cristalline est lente du fait des particules de cuivre qui retardent la migration des interfaces. Or, l'objectif des développements présentés ici est de

pouvoir mesurer des champs de déformation en volume à une échelle intracristalline, tout en accédant à la microstructure cristalline 3D qui les engendre.

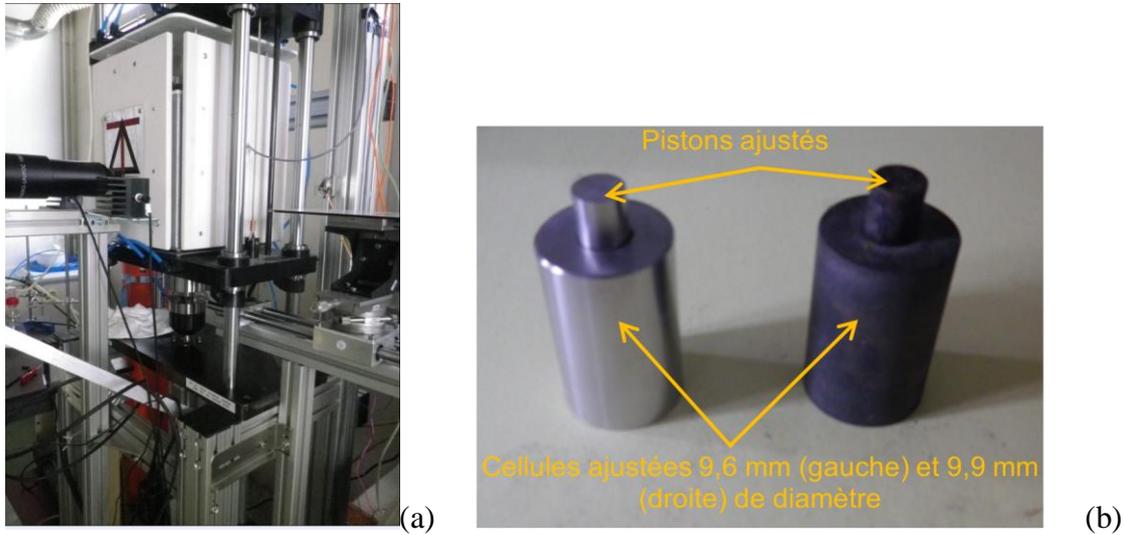


Figure 5. Presse utilisée pour le recuit sous confinement (a) et les petites cellules œdométriques utilisées pour la compaction (b).

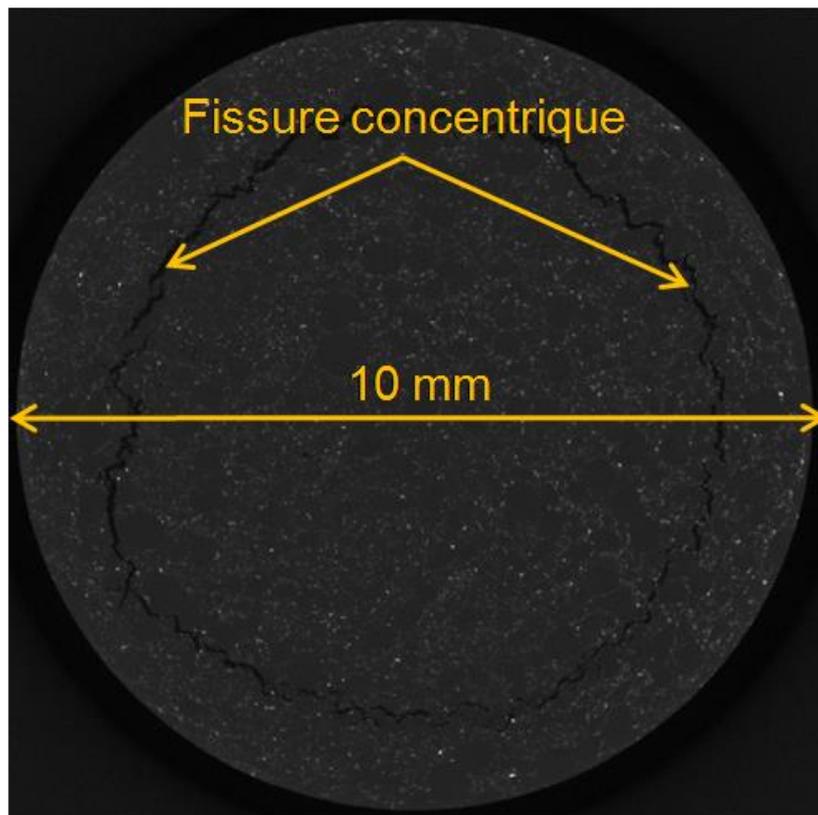


Figure 6. Coupe tomographique (de laboratoire) d'un échantillon de sel contenant des particules de cuivre bien réparties en volume obtenu après la nouvelle procédure de recuit sous confinement d'un mélange sel-cuivre longuement broyé. On peut voir la fissure concentrique à 1,5 mm du bord environ. La résolution est de 5,9 $\mu\text{m}/\text{voxel}$. Les points brillants (blancs) correspondent aux particules de cuivre.

Cependant, la méthode DCT permettant la « tomographie cristallographique » est difficile à mettre en œuvre pour des matériaux à grains fins, car le temps de post-traitement lors de la reconstruction volumique est considérable. Typiquement, il nous fallait des échantillons contenant au plus une dizaine de grains dans leur diamètre, d'où l'intérêt de chercher à augmenter le plus possible la taille de grain de nos matériaux. Dans cette optique, nous avons appliqué la procédure d'élaboration améliorée (recuit sous confinement) décrite ci-dessus à un mélange mécanique de poudres de sel pur synthétique (Normapur reagent grade 99,9 % pure, Prolabo) et de particules de cuivre (3 % en volume), sans broyage prolongé, afin de préserver la taille initiale des grains de sel. On obtient un matériau très compact avec une taille de grains bien plus importante (50 à 500 μm). Cependant, lors de cette procédure les particules de cuivre se ségrégent sur les interfaces des grains conduisant à une répartition non-homogène du marquage en volume (voir figure 7).

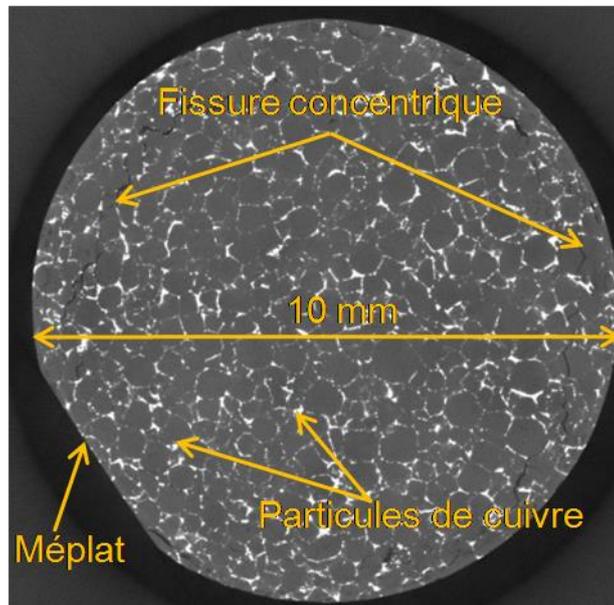


Figure 7. Coupe tomographique (de laboratoire) d'un échantillon de sel contenant des particules de cuivre aux interfaces des grains obtenus par la nouvelle procédure de recuit sous confinement d'un mélange non-broyé sel-cuivre. On peut voir la fissure circonférentielle à 1,5 mm environ du bord. La résolution est de 6 $\mu\text{m}/\text{voxel}$. Le méplat permet de faire le lien entre l'image et l'échantillon réel, en vue notamment de repérer les zones d'intérêt.

En résumé, nous disposons de trois types de matériaux marqués en volume par des microparticules de cuivre. Le matériau brut est à grains fins ($< 200 \mu\text{m}$) et à bonne répartition homogène de Cu. Le matériau issu du matériau brut après recuit sous confinement présente une taille de grains intermédiaire (50 à 300 μm) et une assez bonne répartition de Cu. Nous appellerons ces matériaux « distribués ». Enfin, le matériau sans broyage initial présente après

recuit sous confinement une importante taille de grains (50 à 500 μm), mais une répartition des marqueurs de cuivre inhomogène, avec ségrégation le long d'interfaces de grains de sel.

3.3. Préparation de la surface des échantillons

A la sortie de la cellule, on obtient une carotte cylindrique de matériau d'environ 10 mm de diamètre dans laquelle on découpe des échantillons parallélépipédiques en prenant soin d'éviter la fissure circonférentielle (voir figures 6 et 7). C'est la raison pour laquelle avant la découpe, les échantillons sont scannés par microtomographie RX de laboratoire, afin de connaître la position de cette fissure (et d'éventuelles autres défauts) et de présélectionner la zone non-fissurée dans laquelle sont découpés les échantillons. Ensuite, les faces d'appui et latérales de l'échantillon sont rectifiées et polies manuellement, grâce à du papier abrasif SiC grade 2400⁶ et grade 4000 et des dispositifs de polissage et de rectification que nous avons développés à cet effet (voir figure 8) de façon adaptée aux petites tailles de nos échantillons (2 à 5 mm de côté).

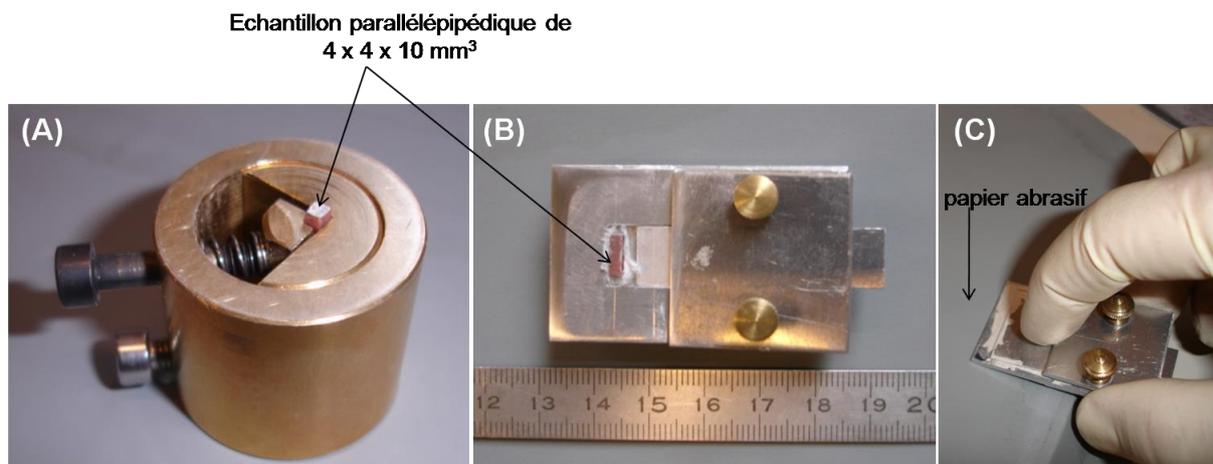


Figure 8. Dispositifs de polissage développés pour rectifier et polir les faces d'appuis (A) et latérales (B) des échantillons parallélépipédiques. (C) Illustration de l'utilisation du dispositif (B) pour le polissage d'une face latérale de l'échantillon sur du papier abrasif.

⁶ 2400 : Grains de SiC de diamètre 10 μm environ. 4000 : Grains de SiC de diamètre 5 μm environ

3.4. La microtomographie aux rayons X avec le rayonnement synchrotron

Le flux photonique des rayons X provenant du rayonnement synchrotron est très intense et permet d'étudier par tomographie aux rayons X la microstructure des matériaux absorbants avec une très haute résolution (de l'ordre du micromètre) pour des temps de scans courts. On rappelle ici les principes de cette technique qui a connu un essor considérable au cours des 15 dernières années.

3.4.1. Physique de la tomographie d'absorption des rayons X

La microtomographie aux rayons X a été initialement développée dans le domaine de l'imagerie médicale. En effet, Hounsfield a conçu le premier scanner médical en 1972 et obtient en 1979 le prix Nobel de physiologie avec Cormack. La technique a ensuite été largement utilisée en science des matériaux pour la caractérisation tridimensionnelle de la microstructure des matériaux ([Bay et al., 1999], [Baruchel et al., 2000], [Bornert et al., 2004], [Lenoir et al., 2007], [Germaneau, 2007], [Tariel, 2009], [Zinsmeister, 2013], [Bruchon, 2014]). Le principe de la tomographie est d'acquérir avec un détecteur un nombre important de radiographies ou projections d'un échantillon traversé par des rayons X provenant d'une source. Pour ceci, on fait usuellement (et contrairement au principe du scanner médical pour lequel le patient est fixe) tourner le spécimen autour de lui-même, avec un pas angulaire suffisamment petit, tout en gardant la source et le détecteur fixes (figure 9). Chaque projection (figure 11) fournit une intégration spatiale du coefficient d'atténuation linéique des rayons X traversant la matière, selon la direction de projection. Dans le cas d'un faisceau parallèle monochromatique traversant un matériau hétérogène, en chaque point d'une projection (donc du détecteur), l'intensité des rayons arrivant sur le détecteur est donnée par la loi de Beer-Lambert :

$$\ln\left(\frac{N_0}{N_t}\right) = \int_{y=y_1} \mu(x, y_1) dx \quad (3.1)$$

où N_0 est le nombre de photons incidents et N_t le nombre de photon transmis suite à la traversée du trajet $y = y_1$, de la matière par des rayons X (voir figure 10) et $\mu(x, y)$ est le

coefficient d'atténuation linéique⁷. Ce dernier dépend de la densité et de la composition chimique locale du matériau considéré, ainsi que de l'énergie E des photons X incidents utilisés. La valeur de μ (ou plus précisément μ/ρ , ρ étant la masse volumique) est tabulée pour un grand nombre de matériaux homogènes. Si le matériau considéré est formé d'un mélange de plusieurs constituants à l'échelle du point d'analyse (voxel), l'atténuation à prendre en compte est la somme pondérée des atténuations élémentaires de chaque constituant :

$$\mu = \sum_i \rho_i \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i \quad (3.2)$$

Pour des énergies E inférieures à 200 keV ([Baruchel et al., 2000]) et pour la plupart des matériaux, l'absorption est principalement dominée par l'effet photoélectrique. La relation entre le coefficient d'atténuation linéique μ , le numéro atomique Z et la densité du matériau ρ est donnée par l'équation (3.3)

$$\frac{\mu}{\rho} = K \frac{Z^4}{E^3} \quad (3.3)$$

où K est une constante. En cas d'utilisation d'un faisceau polychromatique (cas de la tomographie de laboratoire, ou faisceau synchrotron blanc ou rose), on peut définir en première approche une atténuation équivalente combinant les atténuations sur l'ensemble du spectre considéré (mais ceci peut induire des artefacts dans les images obtenues, voir ci-après).

En se basant sur toutes les projections, on peut reconstruire via un algorithme mathématique convenable, dit de « reconstruction » ([Baruchel et al., 2000]), l'image tridimensionnelle de l'échantillon est visualisée sous forme de coupes successives normales à la direction de rotation à travers le volume. L'algorithme le plus utilisé est la rétroprojection filtrée. En chaque point ou voxel⁸ de ces coupes, nous avons ainsi accès au coefficient d'atténuation local, qui dépend de la densité et du numéro atomique du matériau mis en jeu (ou des proportions des divers constituants), et qui est responsable du contraste local des images volumiques. En pratique, les images sont codées sur une échelle de « niveaux de gris » qui sont des valeurs entières, dont le niveau est une fonction du coefficient d'atténuation (linéaire ou affine).

⁷ L'unité du coefficient d'atténuation linéique $\mu(x, y)$ est le m^{-1} .

⁸ Le voxel (pour volume element) est une généralisation à 3D de la notion de pixel.

3.4.2. Eléments mis en jeu lors d'une expérience de tomographie à rayons X synchrotron

Dans une expérience de tomographie à rayons X, trois éléments essentiels doivent être réunis : une source de rayons X qui est le rayonnement synchrotron (voir section 3.4.2.1) dans notre étude, une platine tournante qui supporte l'échantillon à étudier et enfin un détecteur de rayon X permettant de collecter les photons transmis suite à la traversée de l'échantillon (voir figure 9).

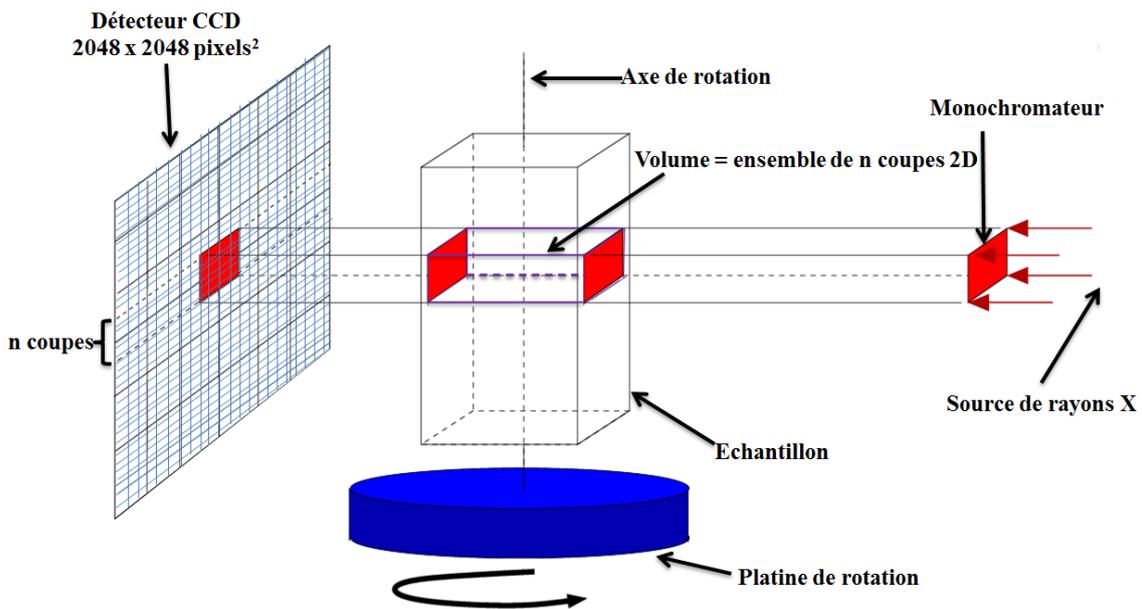


Figure 9. Les différents éléments intervenant dans l'acquisition des projections en tomographie aux rayons X.

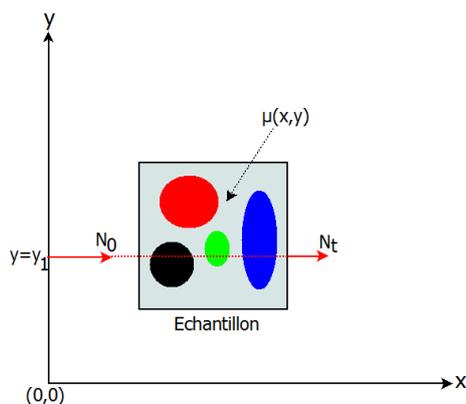


Figure 10. Illustration de l'atténuation des rayons X traversant une coupe d'un matériau.

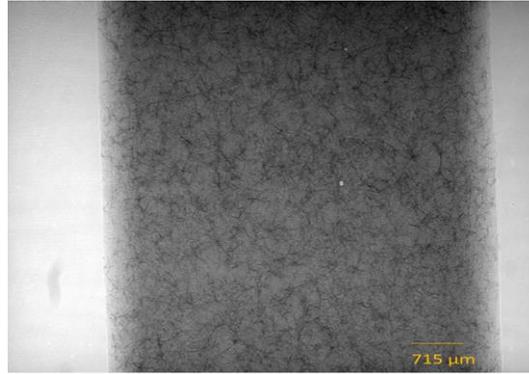


Figure 11. Exemple de projection d'un échantillon de sel gemme acquise sur la ligne BM05.

Dans les sections qui suivent, nous allons détailler ces trois éléments essentiels pour une expérience de tomographie à rayons X.

3.4.2.1. Source synchrotron

La production de rayons X se fait par accélération d'électrons à des vitesses proches de celle de la lumière autour d'un anneau de stockage grâce à un champ magnétique généré par des électro-aimants. En effet, les électrons sont des particules chargées qui subissent la force de Lorentz lorsqu'elles se déplacent dans un champ magnétique. Cette force est normale à leur vitesse et ne modifie pas leur énergie mais induit une courbure de leur trajectoire. Cette accélération génère une onde électromagnétique qui est le rayonnement synchrotron⁹. Les photons X sont très énergétiques et sont émis dans un plan horizontal, tangent à la trajectoire des électrons avec une ouverture angulaire verticale très faible. Les photons engendrent donc un faisceau de divergence très faible. Ils sont collectés dans les lignes de lumière¹⁰ disposées autour de l'anneau central de stockage pour être utilisés par les expérimentateurs. Les rayons X issus du rayonnement synchrotron sont particulièrement adaptés pour la tomographie et procurent une fourchette large d'énergie allant de 6 à 150 keV. Ceci donne la possibilité d'imager à la fois des matériaux absorbants (comme les métaux) et peu absorbants (le bois, les polymères, le sel gemme...). Leur flux photonique intense permet d'obtenir des images de très bonne résolution pour des temps de scan rapides. Même après le filtrage par un monochromateur permettant de sélectionner une énergie adéquate, l'intensité reste très élevée

⁹ Le rayonnement synchrotron est intense et correspond à des ondes allant de l'infrarouge aux rayons X. Dans notre cas, nous utilisons les rayons X.

¹⁰ Une ligne de lumière est un "petit" laboratoire équipé de dispositifs permettant d'exploiter le rayonnement synchrotron recueilli via des techniques adaptées à l'expérience en cours.

par rapport à un dispositif de laboratoire. L'utilisation d'un rayon monochromatique permet d'éliminer certains artefacts de reconstructions, comme le "cupping effect" dans les volumes reconstruits lié au durcissement d'un faisceau polychromatique (source conventionnelle de laboratoire) traversant un échantillon. Malgré l'avantage de la monochromaticité de la source pour la tomographie, de récents développements réalisés à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, situé à Grenoble en France) permettent l'utilisation d'un faisceau rose polychromatique ([Boller et al., 2010]) très intense et de très bonne qualité pour faire de la microtomographie aussi bien en absorption qu'en contraste phase. L'utilisation de la tomographie en faisceau rose peut être adaptée pour des petits échantillons, comme dans notre cas (voir section 3.6). Vu les fortes énergies considérées en faisceau rose synchrotron, pouvant atteindre 230 keV ([Boller et al., 2010]), en prenant quelques précautions (comme filtrer les très basses énergies), on peut avoir des images tomographiques de très bonne qualité sans défauts de durcissement du faisceau avec des temps de scans très courts. De plus, l'utilisation d'un faisceau rose assure une bonne stabilité du faisceau. En effet, le faisceau délivré n'est pas monochromatisé et on se débarrasse donc des fluctuations du faisceau induites par la transformation d'un faisceau polychromatique à un faisceau monochromatique. Les lignes de lumière de l'ESRF utilisées dans le cadre de nos expériences de microtomographie en absorption et de diffraction par la technique DCT (voir chapitre 4), sont ID19 et BM05. Ces deux lignes permettent de faire de la microtomographie synchrotron à rayons X. Mais ID19 est plus appropriée que BM05 pour la microtomographie. En effet, ID19 est une ligne très longue (la distance entre la source et l'échantillon est d'environ 145 m et pour seulement 35 m pour BM05) procurant un faisceau intense, cohérent et parallèle de rayons X (de 14 mm de hauteur et de 40 mm de largeur) avec des gammes d'énergie de 7 à 60 keV en faisceau monochromatique (pour 7 à 40 keV dans BM05) voire plus (230 keV) en faisceau rose, et une résolution maximale en tomographie de 0,28 μm ([Maire et al, 2004]). Les hautes performances d'ID 19 pour la microtomographie ont fait que la technique de DCT est plutôt utilisée sur la ligne BM05. Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des expériences de microtomographie aux rayons X (voir section 3.7).

3.4.2.2. Platine tournante

La platine de rotation permet de faire tourner l'échantillon de manière continue ou pas à pas pour l'acquisition des projections. Elle doit être très précise et stable durant le scan pour ne pas induire des défauts sur les images reconstruites. La précision et la stabilité de la platine

doit être notablement inférieure à la résolution des images acquise, soit notablement inférieure au micromètre.

3.4.2.3. Détecteur

En tomographie synchrotron à rayons X, le faisceau considéré est parallèle et la résolution spatiale des images est principalement gouvernée par la résolution du détecteur qui va agrandir l'image de l'échantillon. Le détecteur est donc un élément essentiel dans la tomographie synchrotron. Les détecteurs utilisés sont généralement composés de deux parties : un scintillateur et un système d'optique. (i) Le scintillateur est un matériau luminescent (en CsI, iodure de césium, par exemple), capable de convertir des photons X en rayonnement visible. (ii) Une fois les photons X convertis en visible, un système optique permet d'agrandir le faisceau et de le projeter sur le capteur d'une caméra CCD (figure 12).

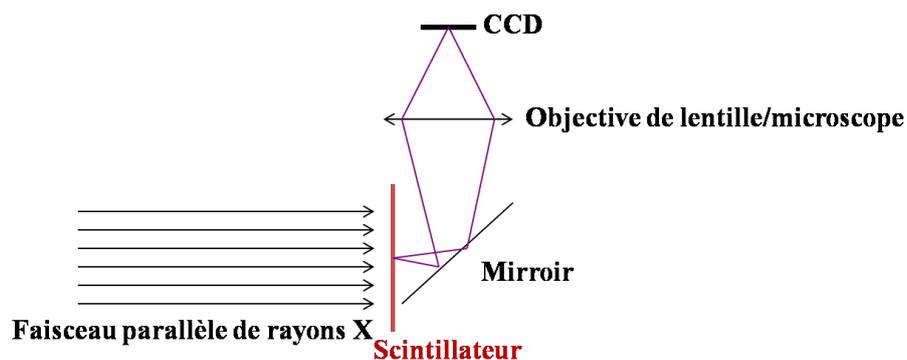


Figure 12. Schéma de fonctionnement d'un détecteur à rayon X.

La résolution finale de l'image (la taille du pixel sur les projections) obtenue est donc liée au scintillateur (à son épaisseur), à la résolution du système optique (qui définit le grandissement). La qualité des images dépend aussi des performances de la caméra CCD (grande dynamique, petit temps de lecture, petite taille physique du pixel sur le CCD et faible bruit électronique). L'ESRF possède une camera CCD répondant à ces critères, il s'agit de la caméra Frelon (Fast Readout Low Noise). Frelon est une caméra 2048 x 2048 pixels², avec une dynamique de 14 bits et une taille de pixel physique de 14 μm . Sur ID19, un ensemble d'optiques peut être utilisé en fonction de la résolution spatiale souhaitée en microtomographie. Ces optiques permettent de définir des tailles de pixels théoriques (tailles effectives de pixel) sur les images variant de 0,17 à 2,8 μm (microtomographie à haute résolution) et de 5,06 à 30 μm (microtomographie à résolution moyenne). Ainsi pour un

échantillon donné, le choix d'une résolution spatiale en microtomographie est conditionné par l'étude menée. Plus la résolution spatiale est petite, plus le champ de vue¹¹ de la caméra est petit. Par exemple, une résolution de 0.28 μm correspondrait à un champ de vue 0,57 x 0,57 mm^2 sur le CCD alors que pour une taille de pixel de 3,5 μm , on aurait 7,17 x 7,17 mm^2 comme champ de vue. Ce champ de vue est limité par la taille du faisceau qui fait 14 mm de hauteur et 40 mm de largeur sur ID19. La technique de tomographie locale permet d'observer une région d'intérêt plus petite que l'échantillon, à l'intérieur de ce dernier. Mais elle produit des images plus bruitées et nous ne l'avons pas utilisée. En pratique le diamètre d'échantillon est donc limité par le champ de vue et il faut travailler avec des échantillons petits pour bénéficier des meilleures résolutions disponibles.

3.4.3. Reconstruction des images

A partir de toutes les projections acquises pour les différents pas de rotation de l'échantillon (rotation finale de 180 ° ou 360 °), on peut reconstruire le volume complet de l'échantillon en se basant sur un algorithme de reconstruction. Il s'agit d'inverser « la transformée de Radon » que réalise l'opération de scan tomographique. Il existe deux familles de méthodes de reconstruction : les méthodes analytiques et algébriques. Les méthodes analytiques sont les plus couramment utilisées. L'algorithme de reconstruction analytique le plus répandu est la rétroprojection filtrée (FBP pour Filtered BackProjection en anglais). Nous allons le détailler dans les lignes qui suivent. Contrairement aux méthodes analytiques, les méthodes algébriques (ART pour Algebraic Reconstruction Technique en anglais) discrétisent directement la transformée de Radon en un système linéaire discret. L'inversion de ce système se fait par des méthodes itératives et permet d'accéder à la valeur du coefficient d'atténuation en chaque voxel. Ces méthodes sont toutefois très coûteuses en coût et temps de calcul et nécessitent des moyens de calcul important. A titre indicatif, pour reconstruire un volume 2048 x 2048 x 1024 voxels³ avec un algorithme ART, il y aurait environ 4 milliards d'inconnues à déterminer. C'est la raison pour laquelle on opte pour les méthodes analytiques. Dans un souci de synthèse et compte tenu du fait que nous avons utilisé l'algorithme FBP en projection parallèle pour reconstruire nos volumes, nous n'allons détailler que les méthodes analytiques.

¹¹ Le champ de vue (pour un CCD de 2048 x 2048 pixels²) est égal à 2048 pixels multipliés par la taille effective des pixels du détecteur (qui résulte du grandissement de l'optique utilisée et de la taille physique des pixels du capteur CCD).

3.4.3.1. Les méthodes analytiques

Elles permettent d'accéder au coefficient d'atténuation linéique $\mu(x, y)$ en tout point du volume par inversion de la transformée de Radon. Lors de notre expérience de tomographie à rayons X, nous disposons d'un ensemble de radiographies prises pour différents pas angulaires $\Delta\theta$. En chaque point d'une radiographie, on mesure l'intégration du coefficient d'atténuation linéique, le long d'un trajet D traversant l'échantillon, défini par la direction du faisceau q . Cette valeur est donc la projection p de $\mu(x, y)$ sur une droite $L(r, \theta)$ perpendiculaire à q et qui fait un angle θ avec l'axe horizontal (voir figure 13). La transformée de Radon R est l'ensemble des projections $p(r, \theta)$, pour toutes les positions angulaires (jusqu'à 180° ou 360°), de $\mu(x, y)$ sur une droite L perpendiculaire à la direction du faisceau. On a donc :

$$R\mu(r, \theta) = p(r, \theta) \quad (3.4)$$

Elle s'écrit compte tenu de la loi de Beer-Lambert (équation 3.1) et des formules de changement de base¹² qui permettent de passer des coordonnées cartésiennes (x, y) aux polaires (r, θ) .

$$p(r, \theta) = \ln\left(\frac{N_0}{N_t}\right) = \int_D \mu(x, y) dL = \int_{-\infty}^{+\infty} \mu(r \cos \theta - q \sin \theta, r \sin \theta + q \cos \theta) dq \quad (3.5)$$

La transformée de Radon a un certain nombre de propriétés intéressantes. En effet, $p(r, \theta)$ est linéaire. Et, dans le cas d'un faisceau parallèle, on a besoin d'acquérir les projections seulement sur 180° grâce à la relation suivante :

$$p(r, \theta) = p(-r, \theta + \pi) \quad (3.6)$$

Pour résumer et afin de bien définir le vocabulaire de ce qui va suivre, on peut dire qu'une radiographie ou projection (qui est une image 2D en niveau de gris obtenue avec un détecteur, figure 11), prise pour une position angulaire θ , lors d'une expérience de tomographie à rayons X est constituée d'un ensemble de lignes de projection. Et chaque point pris sur une ligne de projection est une projection du coefficient d'atténuation linéique calculé le long d'un trajet défini par la direction du faisceau. L'ensemble de ces projections représente comme nous l'avons vu la transformée de Radon $p(r, \theta)$. En juxtaposant les projections pour toutes les valeurs de positions angulaires, on obtient une image 2D dans l'espace (r, θ) appelée

¹² Les formules de changement de base de (x, y) vers (r, θ) sont : $x = r \cos \theta - q \sin \theta$ et $y = r \sin \theta + q \cos \theta$.

sinogramme¹³ Le nom sinogramme vient du fait que le lieu géométrique décrit par un point (x,y) de l'échantillon dans cette représentation est une courbe sinusoidale définie par l'équation suivante (qui découle des formules de changement de base énoncées plus haut) :

$$r = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (3.7)$$

A présent, nous avons défini la transformée de Radon du coefficient d'atténuation. Comment peut-on à présent inverser cette transformée et accéder à la répartition spatiale $\mu(x,y)$ sur l'échantillon à partir de la mesure de $p(r,\theta)$?

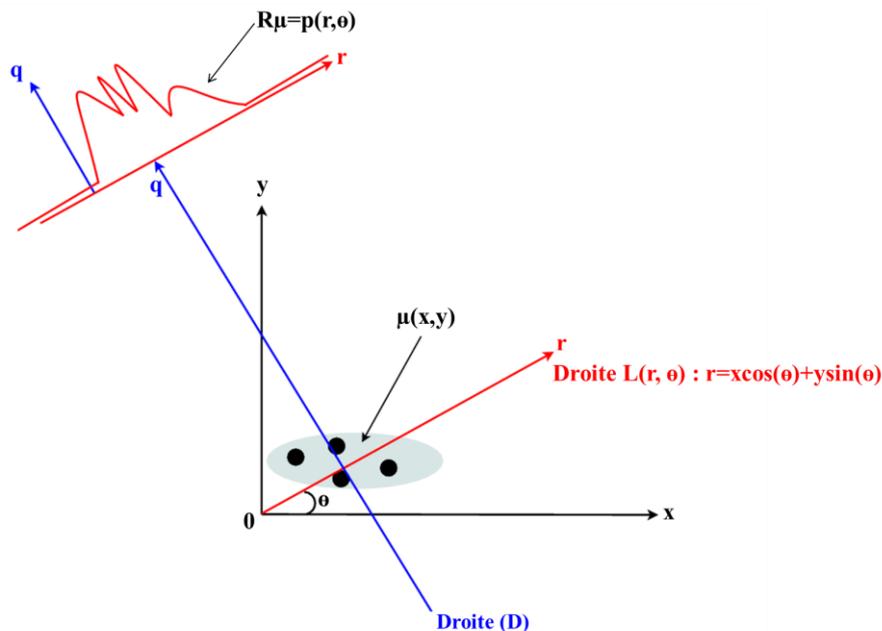


Figure 13. Illustration d'une ligne de projection avec la transformée de Radon pour un éclairage d'angle θ .

Pour ceci, nous allons appliquer le théorème de la coupe-projection ou de la coupe centrale (ou Projection-slice en anglais) qui stipule que ([Dubois, 1998], [Baruchel et al., 2000]) « La transformée de Fourier 1D $\hat{p}(r,\theta)$ par rapport à r d'une projection $p(r,\theta)$ de $\mu(x,y)$ obtenue pour une position angulaire θ correspond à une coupe transversale dans l'espace de Fourier

¹³ Un sinogramme est donc une autre représentation d'un ensemble de projection (ou scan).

(w_x, w_y) selon la même direction θ de la transformée de Fourier 2D $\hat{\mu}(w_x, w_y)$ de $\mu(x, y)$ ». Ce théorème permet d'écrire l'équation suivante (voir figure 14 pour les notations):

$$\hat{\mu}(F_r \cos \theta, F_r \sin \theta) = \hat{p}(F_r, \theta) \quad (3.8)$$

La transformée de Fourier 1D (TF1D) d'une image f (TF1Df) est obtenue en calculant la TF de chaque ligne de f . En calculant ensuite la TF de chaque colonne de TF1Df, on obtient la transformée de Fourier 2D de l'image f .

Pour reconstruire $\mu(x, y)$, d'après le théorème de la coupe projection (équation 3.8), il faut calculer la TF1D de la transformée de Radon pour chaque θ , construire la TF2D de $\mu(x, y)$ à partir de l'équation 3.8 (au moyen d'interpolations) et ensuite calculer la transformée de Fourier inverse (TFI) de ce dernier. Cette méthode est qualifiée de la méthode de Fourier ([Baruchel et al., 2000]). En pratique, elle n'est pas directement utilisée pour reconstruire $\mu(x, y)$. En effet, un certain nombre de fréquences (surtout les hautes fréquences) n'est pas représenté dans l'espace des fréquences suite à la combinaison des TF1D de la transformée de Radon. Ceci est dû au nombre limité de projections. Les fréquences manquantes dans le plan de Fourier sont obtenues par interpolation à partir des pixels voisins. Ces opérations longues et pénibles font que cette méthode n'est pas utilisée pour reconstruire $\mu(x, y)$. Une autre méthode est en pratique utilisée pour reconstruire les volumes : il s'agit de la rétroprojection filtrée (FBP). Par soucis de concision, nous n'allons pas démontrer cette méthode dans ce chapitre. Le lecteur pourra se référer à la référence [Baruchel et al. 2000]. Les différentes étapes de cette méthode sont les suivantes :

- a- Transformée de Fourier 1D de la transformée de Radon ($\hat{p}(F_r, \theta)$)
- b- Filtrage de $\hat{p}(r, \theta)$ dans l'espace des fréquences pour amplifier les hautes fréquences avec un filtre rampe : $|F_r| \hat{p}(F_r, \theta)$
- c- Calcul de la transformée de Fourier inverse de $|F_r| \hat{p}(F_r, \theta)$ noté $HD[p(r, \theta)]$ qu'on appelle projection filtrée. Cette quantité est connue sous le nom de la première dérivée de la transformée d'Hilbert (Hilbert Derivative en anglais).

Elle est donnée par l'expression suivante :

$$HD[p(r, \theta)] = \int_{-\infty}^{+\infty} |F_r| \hat{p}(F_r, \theta) e^{i2\pi F_r r} dF_r = \int_{-\infty}^{+\infty} |F_r| \hat{p}(F_r, \theta) e^{i2\pi(x \cos \theta + y \sin \theta) F_r} dF_r \quad (3.9)$$

d- Rétroprojection de la projection filtrée $HD[p(r, \theta)]$, pour accéder à $\mu(x, y)$ et reconstruire ainsi tout le volume. D'où le nom d'algorithme de rétroprojection filtrée. L'expression de $\mu(x, y)$ à travers cette méthode est la suivante :

$$\mu(x, y) = \int_0^\pi HD[p(r, \theta)] d\theta = \int_0^\pi \int_{-\infty}^{+\infty} |F_r| \hat{p}(F_r, \theta) e^{i2\pi(x\cos\theta + y\sin\theta)F_r} dF_r d\theta \quad (3.10)$$

En injectant l'équation 3.8 dans 3.10 on obtient finalement :

$$\mu(x, y) = \int_0^\pi \int_{-\infty}^{+\infty} |F_r| \hat{\mu}(F_r \cos \theta, F_r \sin \theta) e^{i2\pi(x\cos\theta + y\sin\theta)F_r} dF_r d\theta \quad (3.11)$$

La figure 14 résume les différentes étapes intervenant dans la reconstruction des volumes par l'algorithme FBP et la relation qui lie ces différentes étapes. On voit donc que la reconstruction par la méthode de rétroprojection filtrée nécessite de filtrer les projections. Le filtre rampe a l'inconvénient de trop amplifier les hautes fréquences et donc le bruit. C'est la raison pour laquelle on n'utilise pas directement ce filtre. Dans la pratique, on le multiplie par des fonctions d'apodisation $F(F_r)$ qui obligent les hautes fréquences qui caractérisent le bruit à décroître progressivement vers 0. Ces fonctions sont donc des filtres lissants.

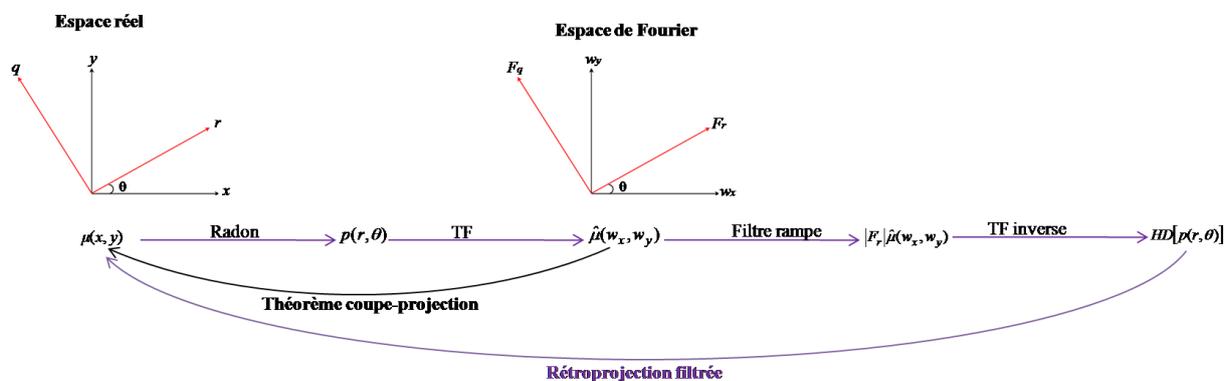


Figure 14. Théorème de la coupe projection et algorithme de rétroprojection filtrée permettant de reconstruire les volumes. Ce schéma illustre bien la relation entre la transformée de Radon et la transformée de Fourier.

La fonction d'apodisation la plus utilisée et celle de Hann ([Baruchel et al., 2000], [Dubois, 1998]) (fenêtre de Hann). Elle est donnée dans l'espace de Fourier par :

$$F(F_r) = \frac{1}{2} \left[1 + \cos\left(\pi \frac{F_r}{F_c}\right) \right]^n \quad \text{si } F_r < F_c \quad (3.12)$$

$$\text{et } F(F_r) = 0 \text{ si } F_r \geq F_c$$

n est un nombre entier. Si n augmente, le caractère lissant de la fonction augmente. F_c est la fréquence de coupure. Elle définit le degré de lissage de la fonction de Hann. En effet, le caractère lissant de $F(F_r)$ diminue avec l'augmentation de la valeur de F_c .

Les projections sont donc multipliées par $(|F_r|F(F_r))$ afin de les filtrer. Les filtres lissants réduisent certes le bruit des images mais rendent flous ces dernières (surtout les interfaces entre les différentes phases du matériau) à cause de leur effet de lissage. D'où la nécessité de trouver un compromis entre un niveau de bruit acceptable et une netteté des images.

3.4.3.2. Combien faut-il de projections pour reconstruire un volume ?

Nous venons de détailler les différentes étapes permettant de reconstruire les volumes. Cette reconstruction se base sur la transformée de Radon (R) et la transformée de Fourier de R , qui sont des fonctions continues, alors que dans notre cas nous avons un certain nombre de projections (M) pris pour différents pas angulaires $\Delta\theta$ et échantillonnées spatialement avec un pas Δr . La transformée de Fourier de R est donc discrétisée. Pour que cette discrétisation soit représentative de la transformée de Fourier continue, il faudrait avoir un très bon échantillonnage (nombre de projection pour une résolution spatiale des projections donnée) du problème. La fréquence d'échantillonnage doit respecter la condition de Shannon ([Baruchel et al., 2000]) qui stipule ceci : "la fréquence d'échantillonnage ν_e doit être supérieure ou égale à deux fois la fréquence maximale ν_m du spectre du signal à échantillonner". Cette condition est donnée par l'équation suivante :

$$\nu_e \geq 2\nu_m \quad (3.13)$$

La fréquence maximale (connue sous le nom de fréquence de *Nyquist*) du spectre de nos projections qui sont échantillonnées avec un pas Δr est donc égale d'après l'équation 3.13 à :

$$Nyquist = \frac{1}{2\Delta r} \quad (3.14)$$

La relation entre le nombre de projections M et le pas angulaire $\Delta\theta$ est :

$$\Delta\theta = \frac{\pi}{M} \quad (3.15)$$

Si N est le nombre de pixels sur une ligne de projection, on peut montrer que dans la configuration la plus défavorable, c'est-à-dire si on se met à la limite du disque de rayon *Nyquist* du domaine de Fourier, nous avons la relation suivante :

$$N = \frac{2}{\Delta\theta} \quad (3.16)$$

Et donc :

$$M = \frac{\pi}{2} N \quad (3.17)$$

De l'équation 3.17, on voit qu'en principe, le nombre de projections (acquises sur 180°) requises pour reconstruire un volume est égal à $\pi/2$ multiplié par le nombre de pixels par projection. En pratique, le nombre de projection doit être compris entre $\frac{\pi}{4}N$ et $\frac{\pi}{2}N$ projections. Lors de nos acquisitions sur les lignes synchrotron, nous avons $N=2048$ et nous avons adopté $M = 1500$ à 2000 projections.

3.5. Corrélation d'images volumiques

La corrélation d'images volumiques est une généralisation à 3D des techniques de corrélation d'images surfaciques. Elle permet de mesurer le champ de déplacement tridimensionnel d'un échantillon sollicité mécaniquement moyennant des images volumiques. Dans notre cas, les images ont été obtenues par tomographie aux rayons X utilisant le rayonnement synchrotron. Cette technique a été initialement utilisée par [Bay et al., 1999] pour accéder à la cinématique dans le volume d'un échantillon d'os spongieux soumis à un essai de compression, en utilisant des images volumiques issues d'un tomographe à rayons X de laboratoire qui présentent un contraste naturel permettant de faire de la corrélation. Depuis, la technique de CIV n'a cessé de progresser en termes de performances ([Smith 2002]), et a été utilisée pour l'étude de plusieurs classes de matériaux : les matériaux du vivant ([Follet 2002], [Follet et al., 2005]), les roches argileuses ([Lenoir et al., 2007]) ou carbonatées ([Zinsmeister, 2013]), les matériaux granulaires (sable) ([Bruchon, 2014]). Ces matériaux présentent des contrastes naturels du fait de leur microstructure hétérogènes (qui peut se manifester à des échelles plus ou moins petites). La technique a également été appliquée à des matériaux dans lesquels le contraste est apporté ou renforcé par l'ajout de marqueurs au moment de l'élaboration : matériaux à base de matrice d'aluminium contenant des particules de cuivres ([Bornert et al.,

2004]), matériaux transparents chargés avec des diffuseurs optiques, observés par une technique de sectionnement optique ([Germaneau, 2007]).

3.5.1. Principe général de la CIV

Le principe de la CIV est de mesurer le champ de déplacement $\underline{u}(\underline{x})$ entre deux configurations, une dite de référence et une autre déformée en faisant correspondre les deux images volumiques f et g correspondant respectivement à ces deux configurations. Pour ceci, on part usuellement d'un maillage tridimensionnel (de pas d) défini par une grille régulière de points discrets de coordonnées \underline{X}_i dans la configuration de référence (figure 15) et on cherche la position finale des points de cette grille \underline{x}_i dans la configuration déformée en utilisant un critère de ressemblance entre les points X_i et x_i . Pour ce faire, on définit autour de chaque point X_i , un domaine de corrélation D (voir figure 16) de taille $n_x \times n_y \times n_z$ voxels³ (habituellement on a $n_x = n_y = n_z = n$)¹⁴ constitué d'un ensemble de voxels. On cherche la transformation $\Phi(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X})$ telle que la distribution des niveaux de gris des voxels homologues dans la configuration déformée, i.e. images des voxels du domaine de corrélation D dans l'image de référence par cette transformation, soit la plus proche de celle dans la configuration de départ, selon un certain critère de ressemblance, appelé coefficient de corrélation $C(\phi)$. L'hypothèse la plus forte consiste à supposer qu'il y a conservation parfaite des niveaux de gris, c'est à dire $g(\Phi(\underline{X}))=f(\underline{X})$. Le critère à retenir est alors la somme des écarts quadratiques de niveaux de gris entre les deux images. En pratique, compte tenu de l'évolution possible du contraste local due à des modifications des conditions d'acquisition et la manipulation numérique des différents volumes d'images (par exemple conversion des volumes reconstruits de flottants 32 bits en entiers 8 bits), cette hypothèse n'est généralement pas vérifiée strictement. On préfère alors un critère de corrélation non sensible à l'évolution moyenne de la brillance ou du contraste, tels que le critère de corrélation centré normé défini ci-après et utilisé dans nos calculs.

La minimisation (ou maximisation selon la définition retenue) de $C(\phi)$ pour déterminer la transformation ϕ est un problème mal posé. En effet, en chaque voxel, on ne connaît que le niveau de gris f_i et g_i (qui sont des scalaires) alors qu'on cherche à déterminer une translation qui est un vecteur entre les deux configurations. Il n'est donc pas possible de trouver une

¹⁴ La taille de la fenêtre de corrélation doit être adaptée à la distribution du contraste local dans les volumes. Elle est prise de sorte à ce qu'il y ait suffisamment de contraste au sein des fenêtres pour permettre l'appariement des fenêtres avec une précision adéquate.

transformation qui prendrait des valeurs de déplacement différentes en chaque voxel du domaine de corrélation. Pour régulariser ce problème afin de le rendre bien posé, il faudra ajouter des hypothèses supplémentaires quant à la forme de ϕ . Ainsi ϕ est approximé par ϕ_0 qui est défini par un certain nombre de paramètres (voir équation 3.19). La minimisation (ou maximisation) de $C(\phi_0)$, par rapport à ce jeu de paramètres permet de retrouver la position du domaine homologue à D dans la configuration déformée : elle donne donc les paramètres optimaux de la transformation approximée ϕ_0 de ϕ permettant de passer du domaine D (configuration de référence) vers son domaine homologue (configuration déformée), dans le cadre des hypothèses de transformation locale que l'on s'est donné. Cette transformation approchée sera d'autant plus proche de la transformation réelle, qui reste inconnue, que l'ensemble des transformations ϕ_0 est riche. Cet ensemble ne doit toutefois pas être trop riche pour ne pas mobiliser le caractère mal posé du problème qui induirait une évaluation bruitée des paramètres de la transformation.

Pour n'importe quel point \underline{X} du domaine de corrélation D de centre \underline{X}_0 (figure 3.16), sa position homologue dans la configuration déformée est donnée par l'équation suivante :

$$\underline{x} = \phi(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}) \quad (3.18)$$

où $\underline{u}(\underline{X})$ est le champ de déplacement réel des points \underline{X} , champs qui reste inaccessible.

Sous l'hypothèse de la régularité locale ce de champs, un développement limité de $\underline{u}(\underline{X})$ (donc de ϕ) au voisinage de \underline{X}_0 permet de définir la transformation approchée ϕ_0 que l'on cherche à déterminer. Ce développement s'écrit ([Doumalin, 2000], [Bornert et al., 2004]) :

$$\phi_0(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}_0) + \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}}(\underline{X}_0) \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) + \frac{1}{2} \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) \cdot \frac{\partial^2 \underline{u}}{\partial \underline{X}^2}(\underline{X}_0) \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) + \dots \quad (3.19)$$

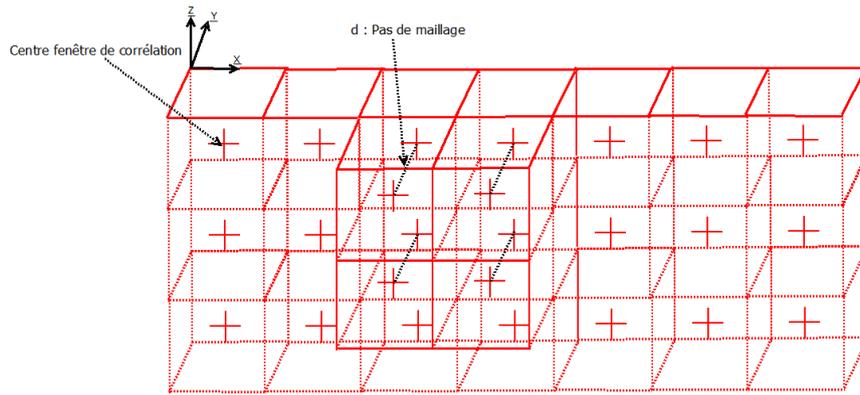


Figure 15. Sélection d'un ensemble de points d'une grille régulière de points définissant le maillage dans le domaine d'intérêt volumique.

De l'équation 3.19, on peut remarquer que la transformée approximée ϕ_0 peut être choisi de manière plus ou moins riche en fonction de l'ordre du développement limité de ϕ .

Dans notre cas, nous nous sommes limités à l'ordre 0, c'est-à-dire :

$$\phi_0(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}_0) \quad (3.20)$$

Autrement dit la transformation matérielle cherchée est supposée être une simple translation de solide rigide définie par les 3 paramètres (u, v, w) de translation à optimiser (à minimiser). Le choix de la richesse de ϕ_0 doit être adapté au problème étudié. Plus ϕ_0 est riche, plus il y a de paramètres à déterminer. Par exemple, à l'ordre 2, on aurait en plus des 3 paramètres de la translation, les 9 paramètres du gradient local de la transformation $\frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}}(\underline{X}_0)$ à déterminer. Ce qui ferait 12 coefficients à déterminer au lieu de 3 comme dans notre cas.

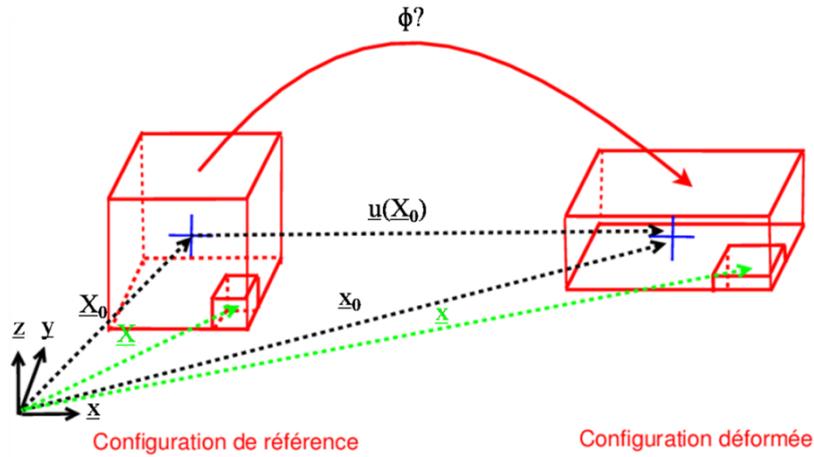


Figure 16. Transformation d'un élément de matière dans le volume. Le grand cube est le domaine de corrélation alors que le petit cube est un voxel se trouvant dans ce dernier.

Dans notre cas, le choix d'une simple translation est justifié par le fait que l'on a des gradients locaux de transformation faibles (inférieures à quelques pourcent) et des fenêtres de corrélation petites (typiquement 20 voxels). L'erreur de fonction de forme ([Bornert et al 2009]) peut alors être majorée par le produit de la taille de fenêtre par le gradient, et est ainsi de l'ordre du $1/10^{\text{ième}}$ de voxel au plus. Cette erreur s'avère inférieure à l'erreur due aux bruits d'image qui sera évaluée plus tard. Pour des déformations plus élevées, le logiciel utilisé autorise la présence d'un gradient de 1^{er} ordre dans la transformation, mais dont les paramètres sont figés et évalués dans une approche itérative à partir des positions des points voisins. Ils ne sont pas optimisés sur la base des seuls niveaux de gris dans la fenêtre de corrélation de sorte à ne pas exacerber le caractère mal posé du problème de minimisation.

Comme évoqué plus haut, plusieurs expressions du coefficient de corrélation $C(\phi_0)$ peuvent être considérées, comme dans le cas de la corrélation d'images numériques 2D. Celle retenue dans notre cas est la suivante (ZNCC pour Zero centred Normalized Cross-Correlation function en anglais) :

$$C(\phi_0) = 1 - \frac{\sum_{\underline{X} \in D} [(f(\underline{X}) - \langle f \rangle_D)(g(\phi_0(\underline{X})) - \langle g \rangle_D)]}{\sqrt{\sum_{\underline{X} \in D} (f(\underline{X}) - \langle f \rangle)^2 \cdot \sum_{\underline{X} \in D} (g(\phi_0(\underline{X})) - \langle g \rangle)^2}} \quad (3.21)$$

où $\langle \beta \rangle_D$ est la moyenne volumique du scalaire β dans le domaine de corrélation D , elle est donnée par la formule :

$$\langle \beta \rangle_D = \frac{1}{|D|} \sum_{\text{voxels}(i,j,k) \in D} \beta_{ijk} \quad (3.22)$$

Ce coefficient de corrélation est à minimiser. Il est insensible aux variations globales de contraste et de brillance dans le domaine de corrélation D . Sa valeur est comprise entre 0 et 2. Une valeur minimale de 0 correspondrait à une ressemblance parfaite de D et de son homologue dans la configuration déformée. Une valeur de 1 correspondrait à une situation où il n'y a pas de ressemblance entre D et son homologue, donc il n'y a pas de corrélation. Enfin une valeur maximale de 2 correspondrait à une situation où les fluctuations des niveaux de gris de f et g sont opposées : on parle d'anti-corrélation.

De l'équation 3.21, on peut remarquer que lors de la phase de minimisation de C , le calcul de $g(\phi_0(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}_0))$ pour des valeurs réelles de déplacement (on parle de déplacement subvoxel) nécessite d'avoir recours à des techniques d'interpolations de niveaux de gris de l'image g . Dans notre cas, nous avons utilisé une interpolation trilineaire des niveaux de gris qui consiste à calculer le niveau de gris d'un point (x, y, z) réel sur l'image g pour une position réelle $\underline{X} + \underline{u}(\underline{X}_0)$ à partir des 8 voxels entiers (i, j, k) les plus proches de ce dernier. Cette interpolation est définie par 7 paramètres à déterminer, elle est donnée par l'équation suivante ([Bornert et al., 2004],[Germaneau, 2007]):

$$\begin{aligned} g(x, y, z) = & g(i, j, k) + a.(x - j) + b.(y - i) + c.(z - k) \\ & + d.(x - j)(y - i) + e.(x - j)(z - k) \\ & + f.(y - i)(z - k) + h.(x - j)(y - i)(z - k) \end{aligned} \quad (3.23)$$

quel que soit : $(x, y, z) \in [j, j+1] \times [i, i+1] \times [k, k+1]$.

3.5.2. Minimisation du coefficient de corrélation et précision subvoxel

La minimisation de C par rapport aux trois composantes de translation se fait par une méthode de descente de gradient ([Doumalin, 2000] et [Bornert, 2004]) qui s'avère être plus robuste qu'un algorithme de Newton-Raphson sur des images bruitées. Soit $\underline{T}=(u,v,w)$ le vecteur réunissant les paramètres de la transformation ϕ_0 . La minimisation de C nécessite le calcul du gradient de C (donc des niveaux de gris) selon les composantes de T . Le vecteur T optimal (permettant de déterminer la position subvoxel d'un point de corrélation, voir équation 3.20) est une solution d'une suite décroissante donnée par l'équation suivante :

$$\underline{T}_{n+1} = \underline{T}_n - a \frac{\frac{\partial C}{\partial \underline{T}}(\underline{T}_n)}{\left\| \frac{\partial C}{\partial \underline{T}}(\underline{T}_n) \right\|} \quad (3.24)$$

$\|\cdot\|$ est la norme euclidienne. a est un paramètre appartenant à l'intervalle]0,1]. Il est égal à la distance euclidienne de la différence entre deux valeurs successives \underline{T}_n et \underline{T}_{n+1} : $\|\underline{T}_{n+1} - \underline{T}_n\|$. Il est initialisé à 0,5 et décroît au cours du processus d'optimisation pour assurer la décroissance du critère de corrélation. Le succès de la convergence de cet algorithme est lié à la valeur qu'on attribue à la valeur initiale $\underline{T}_0=(u_0, v_0, w_0)$ que l'on prend égal à la valeur de \underline{T} au voxel près. Pour ce faire, le vecteur \underline{T}_0 est déterminé comme suit : pour chaque point X_i de la grille (figure 3.15), on effectue un calcul systématique direct du coefficient pour tous les voxels se trouvant dans une zone de recherche (de taille s_x, s_x, s_z , habituellement $s_x = s_x = s_z = s$)¹⁵ autour d'une position homologue a priori x_{i0} de X_i . Ce calcul permet d'explorer toutes les translations entières possibles des voxels sur cette zone de recherche afin de trouver la translation au voxel près (voxel pour laquelle C est minimal). La position a priori définissant le centre de la zone de recherche est calculée à partir de la translation des points de corrélation voisins que l'on a déjà traité. La manière la plus simple de déterminer cette position a priori est de la calculer à partir de la translation connue du point X_{i-1} .

Une fois les paramètres optimaux de la translation (transformation que l'on cherche) trouvés avec une précision subvoxel pour chaque point de corrélation, on peut calculer le champ de déplacement en utilisant l'équation 3.20. On peut également en déduire par dérivation le champ de déformation local ou la déformation moyenne. C'est l'objet des paragraphes suivants.

3.5.3. Gradient de la transformation et tenseurs de déformation

Le gradient de la transformation noté $\underline{\underline{F}}$ (déjà énoncé dans le chapitre 2) est un tenseur défini en chaque point \underline{X} , il est obtenu par dérivation de $\phi(\underline{X})$ (équation 3.18) par rapport à \underline{X} :

$$\underline{\underline{F}} = \frac{\partial \phi(\underline{X})}{\partial \underline{X}} = \underline{\underline{1}} + \underline{\underline{\nabla u}}(\underline{X}) \quad (3.25)$$

¹⁵ La complexité numérique du calcul est en $(s.n)^3$, n étant la taille du domaine de corrélation. Ce calcul est très coûteux en temps de calcul d'où l'intérêt de bien choisir la valeur de s . Le sous-volume s^3 doit être beaucoup plus petit que le sous volume n^3 mais doit impérativement englober la position a priori que l'on cherche.

où $\underline{\underline{1}}$ est la matrice identité. $\underline{\underline{\nabla u}}(\underline{\underline{X}}) = \frac{\partial u(\underline{\underline{X}})}{\partial \underline{\underline{X}}}$ le tenseur gradient du déplacement.

La déformation de Green-Lagrange est déduite du gradient de la transformation ; elle est donnée par l'équation suivante :

$$\underline{\underline{E}} = \frac{1}{2} \left[\underline{\underline{F}}^T \cdot \underline{\underline{F}} - \underline{\underline{1}} \right] \quad (3.26)$$

où $\underline{\underline{F}}^T$ est la transposée de $\underline{\underline{F}}$. $\underline{\underline{F}} \cdot \underline{\underline{F}}^T$ est le tenseur droit de Cauchy-Green. Le gradient de la transformation $\underline{\underline{F}}$ est classiquement décomposé (décomposition polaire) comme le produit d'une rotation de corps rigide $\underline{\underline{R}}$ et d'une distorsion $\underline{\underline{U}}$:

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{R}} \underline{\underline{U}} \quad (3.27)$$

$\underline{\underline{R}}$ est orthogonale : $\underline{\underline{R}}^T \cdot \underline{\underline{R}} = \underline{\underline{1}}$. $\underline{\underline{U}}$ est symétrique réel et donc diagonalisable (de valeurs propres λ_i) dans une base orthonormée.

Le tenseur de Green-Lagrange peut être écrit en fonction de $\underline{\underline{U}}$ en combinant l'équation 3.26 et 3.27 :

$$\underline{\underline{E}} = \frac{1}{2} \left[\underline{\underline{U}}^T \cdot \underline{\underline{U}} - \underline{\underline{1}} \right] \quad (3.28)$$

De l'équation 3.7, on peut remarquer que les valeurs propres (déformations principales) E_i de $\underline{\underline{E}}$ sont liées aux valeurs propres λ_i de $\underline{\underline{U}}$ par : $E_i = \frac{1}{2} [\lambda_i^2 - 1]$.

Dans le cas où les déformations ainsi que les rotations sont petites (quelques pourcents de déformation et quelques degrés de rotation), on utilise le tenseur de déformation linéarisé qui est la partie symétrique du gradient du déplacement. Il dépend linéairement du gradient de la transformation. Il est donné par l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2} \left[\underline{\underline{\nabla u}}(\underline{\underline{X}}) + \underline{\underline{\nabla u}}^T(\underline{\underline{X}}) \right] = \frac{1}{2} \left[\underline{\underline{F}}^T + \underline{\underline{F}} \right] - \underline{\underline{1}} \quad (3.29)$$

Les valeurs propres (déformations principales) ε_i de $\underline{\underline{\varepsilon}}$ sont liées aux valeurs propres λ_i de $\underline{\underline{U}}$ par la relation suivante :

$$\varepsilon_i = \lambda_i - 1. \quad (3.30)$$

La trace de $\underline{\underline{\varepsilon}}$, $\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$, donne la variation relative de volume, qui est aussi obtenue dans le cas général à partir du déterminant de $\underline{\underline{F}}$.

Il est commode de représenter la déformation en chaque point par un scalaire (au lieu des 9 composantes d'un tenseur) comme, par exemple, la déformation équivalente de von Mises. Elle est donnée par :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} (\underline{\underline{\varepsilon}}^D : \underline{\underline{\varepsilon}}^D)} \quad (3.31)$$

avec $\underline{\underline{\varepsilon}}^D$ la partie déviatorique (mesure du cisaillement) de $\underline{\underline{\varepsilon}}$ donnée par :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^D = \underline{\underline{\varepsilon}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{1}} = \underline{\underline{\varepsilon}} - \frac{1}{3} (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3) \underline{\underline{1}} \quad (3.32)$$

Maintenant que nous avons défini les tenseurs gradients et de déformations, nous allons présenter dans le paragraphe suivant leurs calculs numériques à partir d'un champ de déplacement discret obtenu par CIV.

3.5.4. Du déplacement à la déformation locale

Le calcul de la déformation nécessite le calcul du gradient de la transformation (donc du gradient du déplacement). Expérimentalement, il est impossible de mesurer une déformation locale au sens du gradient théorique donné par l'équation 3.25. En effet, on ne connaît le champ de déplacement que de manière discrète. Toute mesure de gradient est en fait une moyenne de ce dernier sur une dimension caractéristique que l'on nomme «base de mesure» et que l'on peut choisir en fonction de la précision de l'évaluation de la déformation.

A partir du champ de déplacement discret obtenu par CIV au centre de chaque domaine de corrélation D d'une grille régulière de points définie dans la configuration de référence, il faut calculer le champ de déformation locale. Pour ce faire, différentes approches peuvent être utilisées, parmi lesquelles les différences finies ([Germaneau, 2007]) et les éléments finis ([Bornert et al., 2004]). Dans notre cas, nous avons calculé le gradient par la méthode des éléments finis conformément aux procédures développées dans [Bornert et al., 2004]. Pour ce faire, on définit un maillage d'éléments finis dont les nœuds coïncident avec les centres des

domaines de corrélation dans lequel on connaît le champ de déplacement. Chaque élément du maillage d'éléments finis est un cube composé de 8 nœuds du maillage (éléments CUB8). Dans chaque élément, le champ de déplacement est obtenu en utilisant une interpolation trilinéaire (à partir des 8 nœuds de l'élément) moyennant une fonction de forme. On peut ainsi accéder aux valeurs du gradient de la transformation en chaque point de Gauss par dérivation des fonctions de formes. Dans un souci de synthèse, nous n'allons pas détailler cette dérivation ici, le lecteur peut se référer à la référence [Bonnet et Frangi, 2006].

Ce post traitement est effectué dans notre cas en utilisant le code de calcul aux éléments finis Cast3M [<http://www-cast3m.cea.fr/>, 2014]. Pour la représentation graphique du champ de déformation sous forme d'un champ continu par morceaux, ce logiciel suit la procédure suivante : le gradient en chaque nœud est calculé en moyennant les valeurs des gradients aux points de Gauss voisins de ce dernier. Pour avoir la valeur du gradient au sein de chaque élément, on effectue une nouvelle interpolation trilinéaire à partir des gradients de chaque nœud. Nous avons ainsi un champ de déformation locale (le gradient de la déformation dans chaque élément n'est pas homogène) au sein de l'échantillon que l'on peut représenter sous forme de carte de déformation que l'on affiche avec les fonctionnalités du code Cast3M. Nous avons utilisé cette procédure dans notre cas pour calculer la déformation équivalente de von Mises (équation 3.31) ainsi que la trace de la déformation linéarisé (variation de volume) (voir section 3.7). Il est important de noter que cette procédure de calcul de déformation au sein de chaque élément nécessite d'avoir recours à des interpolations polynomiales. Ainsi, le gradient de la déformation dans chaque élément n'est pas homogène. En effet, ce gradient local dépend de l'interpolation utilisée. De ce fait, la définition de la base de mesure associée n'est pas triviale. Une autre procédure de post-traitement du champ de déplacement obtenu par corrélation consiste à moyennner le gradient et la déformation sur chaque élément (déformation moyenne par élément), selon des procédures exactes associées aux fonctions de forme de l'élément utilisé. Dans ce cas la base de mesure associée est égale à la taille (côté) de l'élément. Dans ce qui suit, on donnera comme base de mesure le côté des éléments cubiques. Cette valeur est en réalité une borne supérieure de la vraie base de mesure vu que la déformation est hétérogène par éléments pour les raisons évoquées plus haut dans ce paragraphe.

3.5.5. Du déplacement à la déformation globale

Le gradient de la transformation et la déformation globale dans tout l'échantillon sont obtenue en moyennant le gradient ou la déformation de tous les éléments constituant le maillage aux éléments finis. Les procédures d'intégration usuelles de Cast3M peuvent être utilisées pour cela. Si la zone d'intérêt analysée est suffisamment grande, le résultat est la déformation macroscopique de l'échantillon.

3.5.6. Incertitudes sur le calcul du gradient local et macroscopique

L'incertitude sur le calcul du gradient de la déformation est directement liée à l'incertitude sur la mesure du champ déplacement par corrélation. Or, ces mesures même sont entachées d'erreurs de différentes sources, parmi lesquelles, on peut citer : le bruit initial des images (voir Annexe A), les artefacts de reconstruction qui affectent le contraste local initial et final des images, l'interpolation des niveaux de gris lors de la phase d'optimisation subpixel du champ de déplacement ou l'inadéquation de la fonction de forme à la transformation que l'on cherche. Sous l'hypothèse d'indépendance des erreurs de mesure de points de corrélation voisins, et d'uniformité statistique de cette erreur, l'incertitude (écart-type) $\sigma(F_{ij})$ sur chaque composante du gradient de la déformation dépend de l'incertitude sur l'estimation du déplacement local par CIV et peut être estimée par l'équation suivante ([Bornert et al., 2004], [Allais et al., 1994]) :

$$\sigma(F_{ij}) = \frac{2\sigma(u_i)}{\sqrt{N_j^{mes}} \cdot L_j} \quad (3.33)$$

quels que soit $i=1,2,3$ et $j=1,2,3$. Il y a 9 composantes du gradient.

$\sigma(u_i)$ est l'écart-type sur la mesure du déplacement par corrélation dans la direction i . Il est principalement associé à l'erreur induite par la présence de bruit dans les images. Elle peut être évaluée expérimentalement (voir section 3.7.1). N_j^{mes} est le nombre de mesures indépendantes de déplacement local utilisées pour l'estimation de la composante $\sigma(F_{ij}) \cdot L_j$ correspond à la base de mesure le long de la direction j . Typiquement, pour l'estimation des incertitudes sur le gradient local, L_j est égal au pas du maillage c'est-à-dire au côté de l'élément cubique à 8 nœuds considéré lors du calcul de la déformation locale par éléments finis., alors que pour l'estimation des incertitudes du gradient macroscopique, L_1 est égal à la

longueur de la grille tridimensionnelle des points de corrélation, L_2 à sa largeur et enfin L_3 à sa hauteur. De la formule 3.33, on peut remarquer que l'incertitude sur le calcul du gradient macroscopique est beaucoup plus faible que celle sur le gradient local. En effet, la base de mesure en calcul macroscopique est plus grande qu'en calcul local. De plus, le nombre de mesures indépendantes est beaucoup plus important en calcul macroscopique qu'en local (en local $N_j^{mes}=8$), voir section 3.7.

3.6. Acquisition des volumes des différents échantillons et essais de compression ex-situ

Nous avons déformé mécaniquement en compression plusieurs échantillons de sel marqués avec des particules de cuivre, présentant différentes microstructures (en termes de taille de grains) en deux campagnes d'essais réalisées sur les lignes de lumière BM05 et ID19 à l'ESRF. Ces échantillons ont été scannés par SXRCT. Ils ont été élaborés au sein du laboratoire LMS en compactant à chaud un mélange de poudre de sel pur synthétique (Normapur reagent grade 99.9% pure, Prolabo) et des particules de cuivre (3% en pourcentage volumique) de taille comprise entre 5 à 20 μm . Vu que le sel est un polycristal monophasé, les particules de cuivre apportent un bon contraste local dans les volumes acquis par SXRCT nécessaire pour la corrélation d'images volumiques. Le fait d'ajouter une seconde phase dans le matériau, constituée par des particules de cuivre, peut bien sûr modifier le comportement mécanique de ce dernier par rapport à un polycristal de sel pur, mais il permet également de se rapprocher d'un matériau naturel qui comporte toujours des impuretés. De plus, des essais macroscopiques de compression ont confirmé que le sel marqué au cuivre a un comportement mécanique très similaire au sel pur. En fonction des conditions thermomécaniques lors de la compaction à chaud durant l'élaboration, différentes microstructures peuvent être obtenues. Dans la suite, nous allons considérer trois classes de microstructures qui diffèrent de par leur taille de grain. La première est qualifiée de microstructure à petits grains (50 à 200 μm). La seconde microstructure est constituée de grains de taille intermédiaires (50 à 300 μm). Enfin, la troisième catégorie de microstructure est constituée par des gros grains (50 à 500 μm), voir tableau 1. Ces tailles de grains ont été évaluées grâce à des mesures en surface, par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD pour Electron BackScattered Diffraction en anglais) qui permet de mesurer les orientations cristallines locales de la surface d'un matériau au sein d'un microscope électronique à balayage (voir chapitre 1). Les particules de cuivre dans les microstructures à petits grains et à grains intermédiaires sont dispersées de

manière aléatoire dans le volume : on parle de microstructure à particules de cuivre distribuées (voir tableau 1 et figure 17). Pour les microstructures à gros grains, les particules de cuivres ont migré au niveau des joints d'amas de grains¹⁶ lors de la phase de traitement thermique durant l'élaboration : on parlera dans la suite de microstructure à particules de cuivre "décorant" les interfaces de grains (voir figure 18). Ces différentes microstructures sont représentées par 4 échantillons : A, B, C et D (voir tableau 1). Les 2 faces d'appui de chacun de ces échantillons ont été polies avec le dispositif de polissage (voir section 3.3) que nous avons développé afin d'avoir une bonne planéité des faces d'appui et limiter ainsi les effets de frottement entre les faces d'appui et les pistons lors de la compression.

Les échantillons A et B sont scannés en absorption sur la ligne synchrotron BM05 de l'ESRF lors d'une première campagne d'essai. Le scan a été effectué en faisceau rose d'énergie moyenne autour de 60 keV. La caméra Frelon (section 3.4.2.3) de définition 2048 x 2048 pixels² a été utilisée avec un objectif 4x nous permettant d'atteindre une résolution spatiale de 3,5 µm. A cette résolution et compte tenu de la taille du faisceau (3,6 mm de hauteur), l'échantillon A (4,32 mm de côté et 9,06 mm de longueur) a été scanné en trois parties égales de 3,58 mm de hauteur avec deux recouvrements de 0,58 mm. Pour chaque partie, environ 1500 projections sont acquises sur différents angles de rotation jusqu'à une rotation complète de 360°. L'échantillon B (3,7 mm de côté et 6,9 mm de longueur) étant plus petit que A, a été scanné en deux parties égales de 3,58 mm de hauteur avec un recouvrement de 3,76 mm. Chaque volume reconstruit d'une partie d'un échantillon a une taille 2048 x 2048 x 1024 voxels avec une résolution spatiale de 3,5 µm par voxel.

Les échantillons C et D ont été scannés en absorption lors d'une deuxième campagne d'essai sur la ligne ID19 de l'ESRF en faisceau monochromatique. Ils ont été scannés chacun en trois parties égales de 3,58 mm de hauteur avec deux recouvrements de 1,08 mm. La résolution spatiale est aussi égale à 3,5 µm par voxel. Chaque volume reconstruit (de taille 2048 x 2048 x 1024 voxels) a un bon rapport signal sur bruit. De plus, le marquage local (particules de cuivre), est bien apparu sur les volumes reconstruits (vu la grande différence entre la densité du sel (2,16 g/cm³) et le cuivre (8,93 g/cm³)) et permettra donc de mener l'analyse par CIV dans les différents échantillons. Néanmoins, il existe des artefacts sous forme d'anneaux (ring artefacts en anglais) dans les images volumiques reconstruites qui sont causés par des pixels défectueux de l'imageur (figures 17 et 18).

¹⁶ Un amas de grain est constitué d'un ensemble de grains, typiquement de l'ordre de 3 à 5 grains, voire plus en fonction de la distribution des tailles de grains dans la microstructure de sel + Cu aux interfaces.

Tableau 1. Les différents échantillons scannés au synchrotron, leur type de microstructure ainsi que le type de marquage local introduit dans leur volume.

	A	B	C	D
Dimensions (mm ³)	4,32x4,32x9,06	3,70x3,77x6,92	4,47x4,43x7,20	4,55x4,49x7,33
Ligne synchrotron	BM05	BM05	ID19	ID19
Taille des grains (µm)	50 à 200	50 à 200	50 à 300	50 à 500
Type de marquage	Sel+Cu distribué	Sel+Cu distribué	Sel+Cu distribué	Sel+Cu décoré

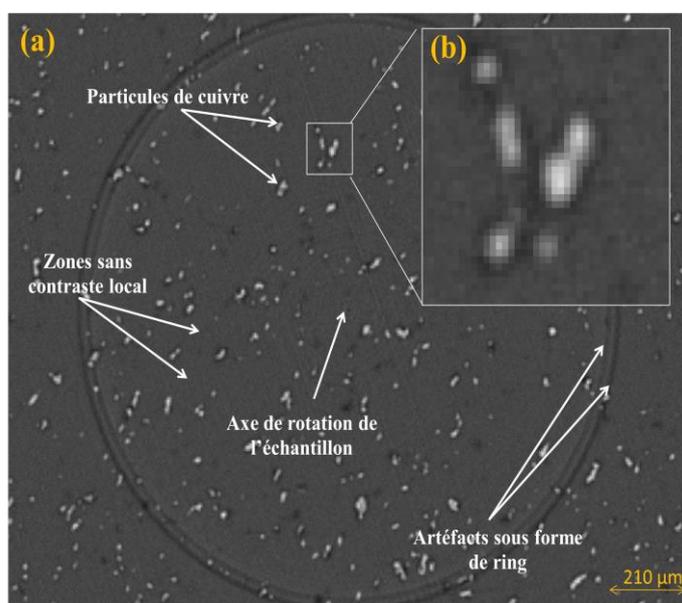


Figure 17. (a) Coupe horizontale à travers le volume reconstruit de l'échantillon A de microstructure à petits grains contenant des particules de cuivre distribuées (b) dans la matrice de sel. La résolution est de 3,5 µm/voxel. L'échantillon a été scanné sur BM05. On peut remarquer la présence d'artéfacts sous forme d'anneaux (ring) qui sont causés par les pixels défectueux de l'imageur.

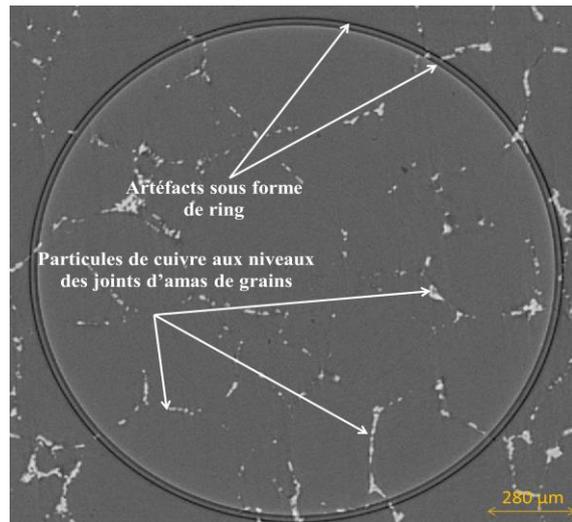


Figure 18. Coupe horizontale à travers le volume reconstruit de l'échantillon D de microstructure à gros grains contenant des particules de cuivre se trouvant ("décorant") aux interfaces des amas de grains. La résolution est de 3,5 μm /voxel. L'échantillon a été scanné sur la ligne ID19.

Il est important de noter qu'avant chaque scan, on procède à une calibration du détecteur. Ceci consiste à acquérir des images en "blanc" et "en noir" qui correspondent respectivement à des images du détecteur sans échantillon et sans rayons X. Les "blancs" permettent d'enlever une grande partie des défauts du détecteur. Ils permettent aussi de corriger la non linéarité entre l'intensité lue par le détecteur et celle réellement envoyée par la source (bonne proportionnalité entre le nombre de photons arrivant et le niveau de gris final). Les "noirs" représentent les fluctuations de l'électronique du détecteur et sont gouvernés par la température de la pièce mais aussi par l'électrostaticité de cette dernière. Après avoir scanné chacun des échantillons par SXRCT, il faudra les déformer mécaniquement en compression jusqu'à plusieurs pourcents de déformation plastique résiduelle et (généralement) en plusieurs étapes de déformation. Pour ce faire, après chaque étape de déformation, l'échantillon est scanné à nouveau. L'application des algorithmes de CIV sur les différents volumes acquis en fonction du chargement mécanique permet d'accéder à la localisation tridimensionnelle de la déformation (voir section 3.7).

Plusieurs campagnes préliminaires d'essais, dont trois réalisées dans le cadre d'une thèse antérieure ([Bourcier, 2012]) et une dernière réalisée par nous même sur ID19, visant à déformer plastiquement in situ sous faisceau synchrotron des petits échantillons (maximum 1 cm de côté) de sel marqués au cuivre, n'ont pas été malheureusement couronnées de succès. En effet, les échantillons, testés in situ au moyen de micromachines d'essai compatibles avec l'observation tomographique en rayonnement synchrotron (machines fournies par W. Ludwig

et E. Maire), se rompaient prématurément avant qu'on atteigne des niveaux de déformation plastique importants. Pourtant des échantillons de même type (même microstructure, même géométrie et mêmes conditions de sollicitation mécanique) déformés au MEB atteignaient des niveaux importants de déformation plastique résiduelle (jusqu'à plusieurs pourcent), voir chapitre 1.

Ce comportement surprenant est attribué au fait qu'un échantillon de sel irradié est plus rigide (moins ductile) qu'un échantillon de sel non-irradié. Ceci est dû à la création de défauts d'irradiations¹⁷ dans la structure cristalline du sel, induits par le flux intense des rayons X au synchrotron¹⁸. Une illustration de ce phénomène est le changement considérable de la couleur des échantillons de sel marqué au cuivre (ou pure) qui deviennent de plus en plus sombre avec le temps de scan (i.e. avec la dose de rayons X reçue) (voir figure 23). La rupture brutale des échantillons sollicités sous faisceau synchrotron pour des niveaux de déformation macroscopique très faibles (typiquement inférieur à 0,4 % en déformation équivalent de von Mises), constaté lors des études antérieures, est probablement due au fait que ce durcissement du comportement induit des niveaux de contrainte plus élevés (typiquement 34 MPa avant plastification notable, soit beaucoup plus que lors des essais sous MEB) dans les échantillons, qui mobilisent des mécanismes de rupture (probablement aux interfaces de grains, cf chapitre 2), avant que la plasticité intracristalline ne se manifeste. Cette rupture est d'autant plus rapide que la taille de l'échantillon est petite. Probablement, dans ces petits échantillons, un mécanisme local de rupture induit quasi-instantanément une rupture globale par instabilité.

Nous avons observé qu'un recuit thermique (sans déformation) à 300 °C pendant 1h de l'échantillon après chaque scan SXRCT permettait d'enlever ces défauts d'irradiation par restauration thermique. Cet effet d'irradiation sera étudié et confirmé dans la suite en comparant la réponse sous compression de deux échantillons de sel de même microstructure marqué au cuivre avec et sans recuit thermique.

Nous disposons certes d'une machine in-situ pouvant déformer nos échantillons et capable d'être montée sur la platine de rotation d'ID19 et BM05 (figure 19), mais elle n'offrait pas la possibilité d'effectuer des recuits thermiques in situ entre les différents scans. La nécessité de cette étape de recuit thermique des échantillons fait que nous avons opté pour un mode de sollicitation ex situ de nos échantillons, en dehors du dispositif tomographique (voir figures

¹⁷ Ces défauts d'irradiations modifient la mobilité des dislocations.

¹⁸ Ce comportement n'a pas été observé au microtomographe de laboratoire (dans les mêmes conditions) probablement à cause des flux photoniques faibles (1 million de fois plus faible).

20 et 21). Cette déformation ex situ peut se faire aussi bien à température ambiante (figure 20) qu'à chaud¹⁹ (à 350 °C, voir figure 21) au moyen d'une machine d'essai équipée d'un four spécifique pour chauffer l'échantillon durant la déformation mécanique. Il s'agit en fait de la machine utilisée pour les essais sous MEB (cf chapitre 2 et chapitre 4). Tous les essais mécaniques présentés dans ce chapitre ont été réalisés à froid, c'est-à-dire que les diverses étapes de compression ont été menées à 20°C, entre recuits thermiques menés à charge nulle. En résumé, compte tenu de tout ce qui précède, la procédure retenue pour la déformation de chacun de nos échantillons et l'acquisition de leurs volumes au synchrotron est la suivante :

- a- Scan de référence de l'échantillon par SXRCT (images volumiques de référence). Cette étape dure environ une trentaine de minute. Sur la figure 22 est représenté le dispositif de microtomographie aux rayons X utilisé sur la ligne ID19.
- b- Après chaque scan, on chauffe l'échantillon à une vitesse de 0,1 °/s jusqu'à 300 °C, au moyen du four miniaturisé développé pour les essais sous MEB, pour un recuit thermique à cette température pendant 1h afin de restaurer les défauts d'irradiation. Ensuite, on refroidit l'échantillon à la même vitesse jusqu'à la température ambiante. Cette étape dure environ 2 h et demi, refroidissement de l'échantillon inclus.
- c- On déforme (compression) ex-situ l'échantillon jusqu'à plusieurs pourcents de déformation totale à une faible vitesse de chargement de 0.1 µm/s (voir figures 20 et 21). Cette étape dure typiquement 2h et dépend du niveau de déformation atteint.
- d- Nouveau scan tomographique de l'échantillon donnant les images volumiques déformées.
- e- On refait un nouveau recuit thermique comme en b.

Les étapes c, d, et e sont répétées autant de fois que le nombre d'étapes de déformation souhaité. Durant la déformation mécanique de compression (étape c), le niveau de déformation plastique résiduelle macroscopique atteint par l'échantillon est mesuré soit au

¹⁹ Ne pas confondre déformation à chaud (à 350 °C) et recuit thermique à 300 °C. Un recuit thermique se fait à 300 °C sans contrainte, ni déformation mécanique imposée. On rappelle que la température de fusion (Tf) du sel est de 801°C. La température considérée à chaud est de (350 °C), elle est supérieure à $T_f \text{ (en } ^\circ\text{K})/2 = 264 \text{ } ^\circ\text{C}$.

ped à coulisse, soit par corrélation d'images 2D en prenant régulièrement des photos d'une surface latérale de l'échantillon en cours de sollicitation (voir figure 25) avec un appareil photographique de type SLR (Olympus E3 + 50mm macro lens utilisé au grandissement 0.5, images 8 bits 3648 x 2736 pixels² avec une résolution de 9 µm/pixel). Le contrôle du niveau de déformation macroscopique résiduelle atteint durant l'essai par pieds à coulisse est lourd et très rustique. En effet, il nécessite d'interrompre l'essai de temps en temps²⁰ afin de sortir l'échantillon pour mesurer sa longueur finale après déformation. Contrairement à l'utilisation d'un pied à coulisse, la technique de corrélation d'images nous permet de suivre le niveau de déformation de manière continue (sans interruption) au cours de l'essai. On insiste sur le fait que déformer ex situ un échantillon en plusieurs étapes est fastidieux vu que les différentes étapes a, b, c, d et e se font séparément.

Nous avons considéré dans notre étude 4 échantillons de sel marqués au cuivre avec différentes microstructures : A, B, C et D comme décrit au début de la section 3.6 (voir tableau 1). Le tableau 2 fournit la liste des différents échantillons sollicités mécaniquement, les conditions d'essais ainsi que le niveau de déformation final atteint à la fin des essais. Les échantillons A, B, C et D ont été déformés ex situ à froid. Les échantillons A et B ont la même microstructure. L'échantillon B n'a pas été recuit après son scan de référence (pas d'étape b) contrairement à l'échantillon A. Ceci a été fait dans le but d'étudier et de mieux comprendre l'effet d'irradiation sur le comportement macroscopique du matériau. L'échantillon A a subi deux étapes de déformation (voir figure 24) conduisant au total à une déformation macroscopique résiduelle de 9 % mesurée au pied à coulisse. L'échantillon B a subi une seule étape de déformation (voir figure 24) correspondant à une déformation macroscopique résiduelle de 3,2 % mesurée au pied à coulisse. Il est important de noter que pour pouvoir atteindre ce niveau de déformation macroscopique résiduelle, sans recuit thermique de restauration des défauts, l'échantillon a été déformé avec une vitesse de chargement très petite (10 fois plus petit que le A, soit 0,01 µm/s). De plus, les dimensions de l'échantillon (3,70 x 3,77 x 6,92 mm³) ont été choisies plus grandes que dans les autres campagnes où l'échantillon se rompait sous l'effet de l'irradiation. Enfin, les faces d'appui de l'échantillon ont été soigneusement polies afin d'éviter des problèmes de rupture brutale dus aux frottements entre les pistons de la machine et les surfaces d'appui du spécimen.

²⁰ On interrompt l'essai mécanique pour la mesure de la déformation plastique atteint, qu'à partir d'un certain niveau de contrainte typiquement de l'ordre de 10 à 20 MPa correspondant à la limite élastique du sel.

Tableau 2. Les différents échantillons sollicités mécaniquement, les conditions d'essais ainsi que le niveau de déformation finale atteint. La déformation négative en CIN2D correspond à une déformation de compression

	A	B	C	D
Type essai	Compression	Compression	Compression	Compression
Recuit après scan tomographique	Oui	Non	Oui	Oui
Température de l'essai	Ambiante	Ambiante	Ambiante	Ambiante
Nombre d'étapes de déformation	2	1	3	4
Niveau de déformation axiale (de compression) finale obtenu par pied à coulisse (en %)	9,00	3,20	6,25	4,20
Niveau de déformation finale obtenu par CIN2D d'une surface observée (en %)	-	-	-5,02	-3,88



Figure 19. Machine in-situ du laboratoire Navier montée sur la platine de rotation de la ligne BM05.

La figure 24 présente les courbes de chargement macroscopique contrainte déformation des échantillons A et B. La déformation est calculée grâce au mouvement de la transverse mobile de la machine d'essai. Celle-ci inclut donc la souplesse de la machine et ne représente pas les vraies valeurs de déformation des échantillons. Les valeurs de déformation sur ces courbes sont juste utilisées de manière qualitative. Sur chacune de ces courbes, on peut identifier les trois parties suivantes :

- Une phase de mise en place de l'échantillon en début d'essai jusqu'à quelques MPa (environ 3 MPa).
- Ensuite, une déformation élastique de l'échantillon.
- Et finalement une déformation plastique.

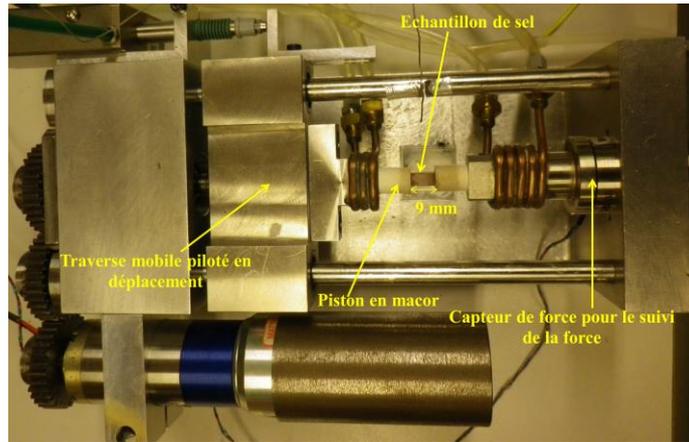


Figure 20. Machine ex-situ pour la compression uniaxiale à froid des échantillons.

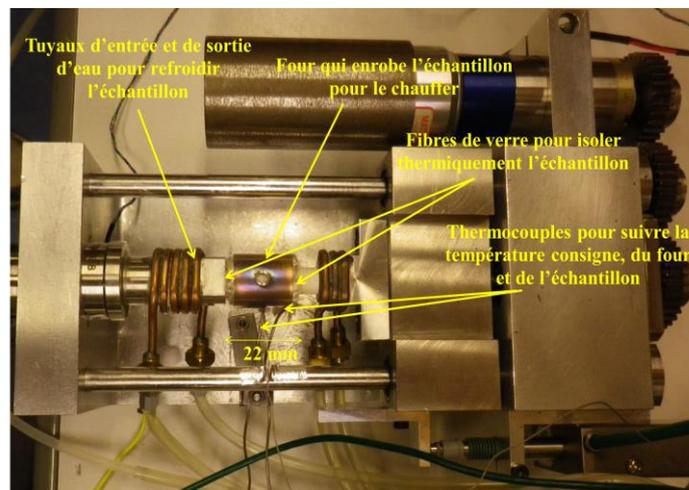


Figure 21. Machine ex-situ équipée d'un four spécifique pour la compression uniaxiale à chaud des échantillons.

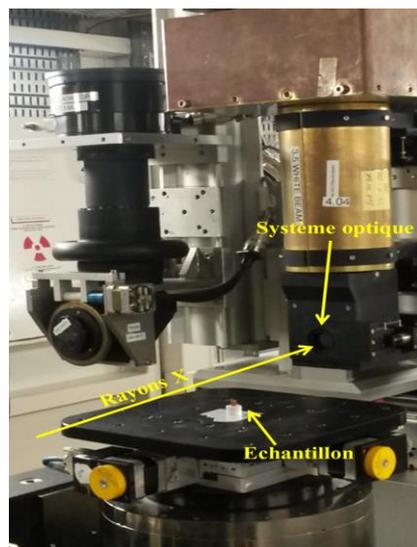


Figure 22. Dispositif de microtomographie sur la ligne ID19.

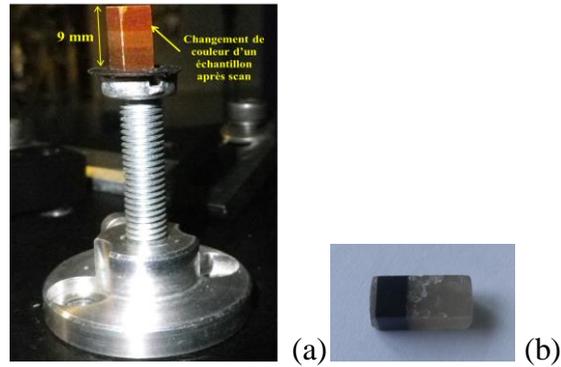


Figure 23. (a) Vue globale de l'échantillon A sur la platine de rotation, soumis à trois doses d'irradiations aux rayons X (basse, moyenne et élevée, en partant du haut vers le bas), montrant le changement de couleur du sel marqué au cuivre avec l'irradiation. (b) changement de couleur sur une zone irradiée de l'échantillon de sel pur.

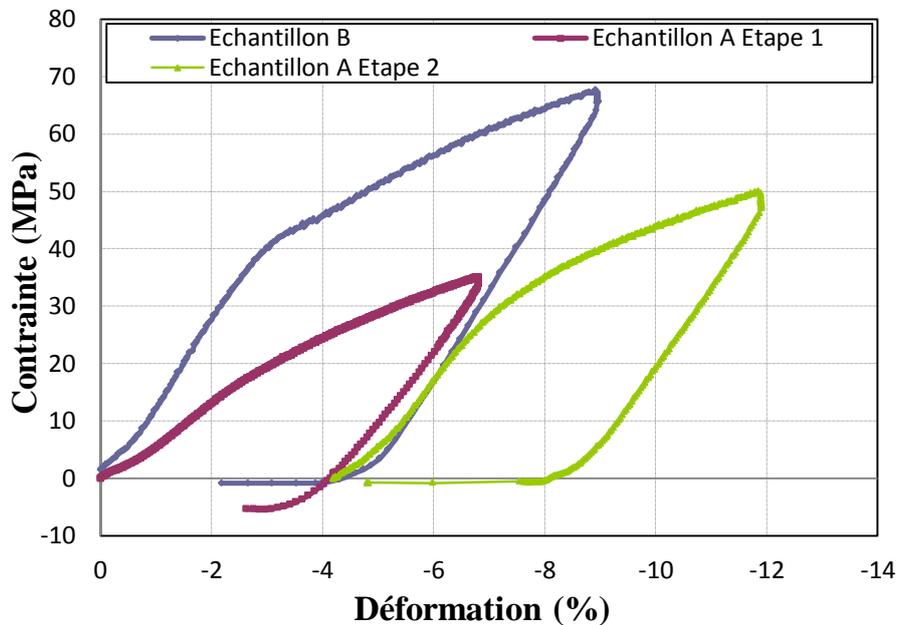


Figure 24. Courbe de chargement macroscopique contrainte (Force/Section initiale)-déformation ($(l-l_0)/l_0$, l_0 étant la longueur initiale) des échantillons A et B. La déformation inclut celle liée la souplesse de la machine et ne représente pas les vraies déformations des échantillons.

La déformation plastique de l'échantillon A, lors de la première étape de compression, commence à partir d'une contrainte d'environ 15 MPa. Ceci est en accord avec le comportement macroscopique à froid d'échantillons de sel pur sollicités dans la chambre d'un MEB (voir chapitre 1). Ensuite, l'échantillon est déformé jusqu'à 3,5 % de déformation macroscopique résiduelle mesuré au pied à coulisse correspondant à une contrainte d'environ 35 MPa. La deuxième étape de déformation de l'échantillon A, effectuée après avoir recuit ce dernier, montre une augmentation de la limite d'élasticité (environ 23 MPa) due à

l'écroûissage du matériau lors de la première étape de compression. Cette valeur étant relativement faible comparée à la dernière valeur de contrainte atteinte durant la première étape de déformation (35 MPa) et à la valeur de contrainte atteinte pour le même type de matériau déformé dans le MEB pour les mêmes niveaux d'écroûissage. Toutefois, la contrainte augmente très rapidement avec la déformation plastique du matériau pour atteindre des grandes valeurs de contrainte (50 MPa pour une déformation macroscopique pieds à coulisse de 9 %). Ainsi le fait de recuire thermiquement le matériau a tendance à réduire légèrement le niveau d'écroûissage de ce dernier. Mais compte tenu des niveaux importants de déformation plastique atteints, la contrainte augmente très rapidement pour atteindre des valeurs similaires au même matériau déformé à froid dans le MEB (chapitre 1), sans recuit.

La courbe de contrainte déformation de l'échantillon B, contrairement à toutes les autres courbes de chargement montrées dans ce chapitre, a été obtenue en déformant directement après avoir irradié aux rayons X le spécimen sans avoir eu recours à un recuit thermique. La déformation plastique de ce matériau irradié débute pour une contrainte plastique d'environ 41 MPa. Cette valeur est environ 2,7 fois plus élevée que la limite élastique de l'échantillon A. Ensuite, la contrainte augmente de manière rapide avec la déformation plastique (68 MPa pour une déformation macroscopique résiduelle au pied à coulisse de 3,2 %). Ces niveaux élevés de contrainte conduisent habituellement à la rupture brutale des échantillons lors des autres campagnes. On voit à travers cette étude que le matériau non-recuit B, est beaucoup moins ductile que celui qui est recuit thermiquement A. C'est la raison pour laquelle nous avons opté pour le recuit des échantillons après chaque scan SXRCT.

L'échantillon C, de microstructure à grains plus grands que A et B (voir tableau 1), a été déformé à froid en 3 étapes de déformation. La déformation est suivie en continu par CIN sur une surface latérale de ce dernier (figure 25). Cette déformation est calculée sur une région d'intérêt qui fait $6 \times 3,7 \text{ mm}^2$ sur laquelle un maillage régulier de 25 lignes et de 40 colonnes est considéré avec un pas de maillage de 17×17 pixels. La taille de la fenêtre de corrélation est de 40×40 pixels.

La courbe de chargement macroscopique contrainte-déformation de l'échantillon C est représentée sur la figure 26. Lors du début de la première étape de déformation, on observe une déformation apparente de traction due aux mouvements globaux de l'échantillon en début d'essai (phase de mis en place) et les variations de grandissement associées.

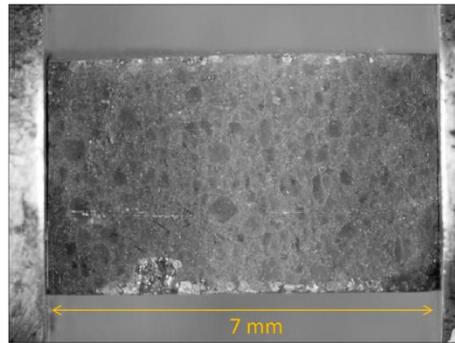


Figure 25. Image 2D de la surface de l'échantillon C prise avec la caméra SLR pour le suivi de la déformation macroscopique de l'échantillon par CIN.

Ce phénomène est aussi observé sur les essais de compression dans le MEB des échantillons de sel (figure 8, chapitre 2, page 64). La contrainte à partir de laquelle la déformation plastique commence est d'environ 17 MPa et est cohérente avec celle de l'échantillon A (15 MPa) et celle des essais sous MEB. Durant la première étape de compression, la contrainte maximale atteinte est de 29 MPa et correspond à une déformation macroscopique mesurée par CIN de 1%. Pour la deuxième, la même valeur de contrainte (29 MPa) est atteinte pour le même niveau de déformation (1%). Une contrainte d'environ 35 MPa est atteinte durant la deuxième étape pour une déformation de 2,7 %. Le même niveau de contrainte est atteint pour le même niveau de déformation lors de la déformation à froid d'échantillon de sel pur dans le MEB comme détaillé dans le chapitre 1. Le recuit a certes tendance à réduire le niveau d'écrouissage atteint durant la première étape de chargement (comme dans A) mais les grandes valeurs d'écrouissage mises en jeu durant la deuxième étape permettent de rattraper l'effet d'adoucissement induit par le recuit thermique. Une troisième et dernière étape de compression est considérée et permet d'atteindre une déformation macroscopique résiduelle totale de 5,02 % obtenue par CIN après décharge complète de l'échantillon (voir figure 26). La déformation au pied à coulisse obtenue à la fin de l'essai (de l'étape 3) est de 6,25 %. Ainsi la valeur de déformation macroscopique résiduelle obtenue par CIN (mesure 2D) est plus petite que celle donnée par une mesure au pied à coulisse (mesure 1D). Plus tard, nous allons estimer cette valeur par CIV afin de juger de la pertinence de ces deux dernières valeurs.

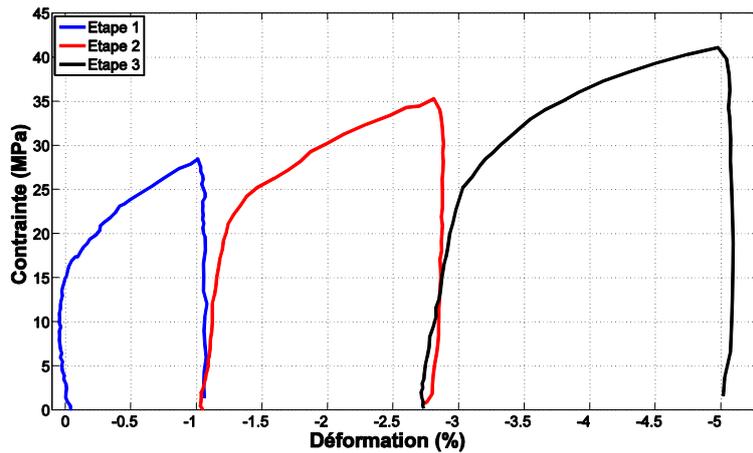


Figure 26. Courbe de chargement macroscopique contrainte (Force/Section initiale)-déformation CIN2D de l'échantillon C.

L'échantillon D de microstructure à gros grains (voir tableau 1), a subi 4 étapes de déformation de compression à froid conduisant à une déformation macroscopique résiduelle totale mesurée par CIN de 3,88 % (voir figure 27 et tableau 2). Nous avons une légère déformation apparente de traction en début d'essai comme lors de la déformation C pour les raisons évoquées plus haut. La plasticité commence à partir de 17 MPa comme pour les échantillons A et C. La contrainte pour une déformation de 2,5 % est de 32 MPa, elle est la même que pour l'échantillon C pour le même niveau de déformation. Les mêmes remarques que précédemment (échantillons A et C) concernant l'effet du recuit sur le comportement macroscopique du matériau sont valables. La déformation macroscopique mesurée en fin d'essai par pied à coulisse est de 4,20 %. Elle est environ égale à celle obtenue par CIN (3,88 %).

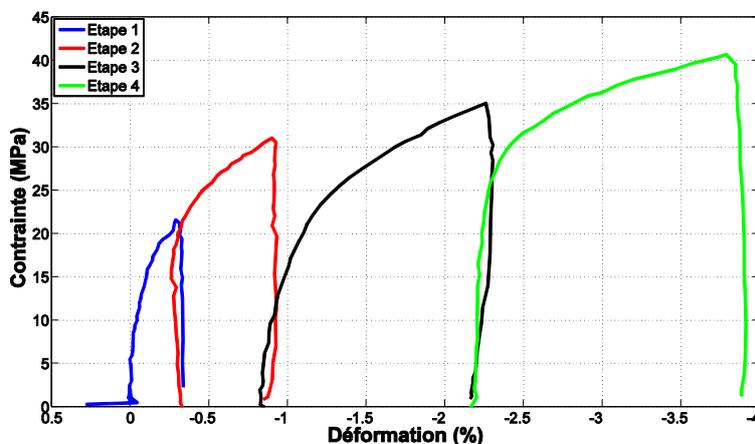


Figure 27. Courbe de chargement macroscopique contrainte (Force/Section initiale)-déformation CIN2D de l'échantillon D.

3.7. Localisation tridimensionnelle de la déformation : incertitudes expérimentales

Dans cette partie, nous allons montrer les champs locaux tridimensionnels de déformation plastique à l'échelle de la microstructure polycristalline des échantillons de sel marqués au cuivre de différentes microstructures (différentes taille moyenne de grain) dont les différents essais de compression mécanique ont été décrits dans la section 3.6. Ces champs de déformation (de gradient) mécanique ont été calculés (par éléments finis) à partir des champs de déplacement locaux estimés par corrélation d'images volumiques issues du synchrotron. Ainsi, l'incertitude associée au calcul du gradient local (et global) est donc directement liée à l'erreur sur la détermination par CIV des positions des points de corrélation (équation 3.33). Typiquement les paramètres suivants affectent l'erreur sur l'appariement des points par CIV, comme décrit précédemment :

- a- Le bruit initial des images volumiques.
- b- Les artéfacts de reconstruction qui affectent le contraste local des images.
- c- L'interpolation des niveaux de gris lors de la phase d'optimisation subpixel du champ de déplacement.
- d- L'inadéquation de la fonction de forme à la transformation que l'on cherche.
- e- La taille de la fenêtre de corrélation.

...

Ainsi dans cette section, nous allons premièrement décrire la méthode expérimentale permettant d'estimer les erreurs sur la détermination du champ de déplacement local par CIV. Ensuite, nous allons calculer à partir des erreurs sur l'appariement des points par CIV, l'incertitude sur le calcul des gradients locaux et globaux.

3.7.1. Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement

L'approche utilisée pour estimer les erreurs sur la mesure du champ de déplacement, se base sur la méthode d'estimation des erreurs initialement développées sur des images optiques et MEB ([Doumalin, 2000], [Dautriat, 2009]). Il consiste à procéder à une analyse par CIN entre une image de référence et une deuxième image obtenue après avoir imposé une transformation mécanique apparente connue (translation pure ou déformation homogène par exemple). En faisant des statistiques (moyenne et écart type) sur la différence entre le champ

de déplacement mesuré par CIN et théorique, on peut estimer les erreurs liées à l'appariement des points par corrélations d'images. Nous avons reconduit cette méthode en 3D. Notre analyse consiste à acquérir une image volumique de référence de l'échantillon, ensuite à imposer une déformation apparente de rotation en inclinant l'échantillon grâce à un film mince de téflon d'épaisseur 0,01 mm de telle sorte qu'un voxel de l'image de référence se déplace de quelques voxels sur l'image obtenue après transformation homogène. Dans notre cas, la transformation homogène imposée n'est pas calculée théoriquement, elle est elle-même obtenue par CIV. A partir de cette transformation, on peut estimer les positions finales théoriques²¹ associées à chaque point de corrélation. Ces positions théoriques sont ensuite comparées avec les positions obtenues par CIV pour l'analyse des erreurs liées à la CIV.

3.7.1.1. Calcul des positions théoriques

Soit \underline{X}_i la position d'un point de corrélation dans la configuration de référence (dans l'image volumique avant inclinaison de l'échantillon) et \underline{x}_i son point homologue (dans l'image volumique après transformation) obtenu par CIV. Le gradient macroscopique \underline{F} de la transformation apparente est calculé par éléments finis à partir des positions \underline{X}_i et \underline{x}_i comme décrit dans la section 3.5.4. Cette transformation supposée homogène permet de lier les points \underline{X}_i et \underline{x}_i dans les deux configurations. Elle est donnée par l'équation 3.34 :

$$\underline{x}_i - \underline{X}_0 = \underline{F}(\underline{X}_i - \underline{X}_0) \quad (3.34)$$

où \underline{X}_0 est un point invariant par la transformation \underline{F} donné par l'équation suivante :

$$\underline{X}_0 = \langle \underline{x}_i \rangle - \underline{F} \langle \underline{X}_i \rangle + \underline{F} \underline{X}_0 \quad (3.35)$$

où $\langle \underline{\lambda}_i \rangle$ représente la moyenne des N vecteurs positions λ_i (N étant le nombre de points de corrélation), elle est donnée par :

$$\langle \underline{\lambda}_i \rangle = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \lambda_i \quad (3.36)$$

En regroupant les équations 3.34 et 3.35, on peut éliminer \underline{X}_0 et écrire que :

$$\underline{x}_i = \underline{F} \cdot \underline{X}_i - \left(\underline{F} \cdot \langle \underline{X}_i \rangle - \langle \underline{x}_i \rangle \right) \quad (3.37)$$

²¹ Le calcul des positions finales "théoriques" fait intervenir toutefois des quantités que l'on estime par CIV.

La formule 3.37 est utilisée dans notre analyse d'erreur pour estimer les positions théoriques \underline{x}_i de \underline{X}_i après application de la transformation apparente. Il est important de remarquer que le calcul de la position théorique des points dépend du gradient de la transformation mais aussi

de $\langle \underline{x}_i \rangle = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \underline{x}_i$ qui sont tous les deux calculés à partir des positions x_i obtenues par CIV.

L'erreur associée à ce calcul de la position théorique de \underline{x}_i , $e(x_i^{théo})$ fait intervenir l'incertitude sur le calcul du gradient \underline{F} (équation 3.33) mais aussi celle de $\langle \underline{x}_i \rangle$ obtenue par CIV. En supposant que ces deux incertitudes sont indépendantes, et qu'il y a indépendance entre les différents points de mesure de l'analyse d'erreurs²², $e(x_i^{théo})$ peut être estimé à partir de l'équation 3.37 (par propagation de la variance) comme suit :

$$e(x_i^{théo}) \approx \sqrt{\sigma^2 \left[\left(\underline{F} \cdot \left(\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle \right) \right)_i \right] + \frac{\sigma^2(x_i)}{N}} \quad (3.38)$$

Dans notre cas le nombre de points de mesures considéré dans l'analyse d'erreur est suffisamment grand ($N=43200$), en supposant que l'incertitude commise lors de l'appariement des points par CIV est de 1 voxel²³, $\frac{\sigma^2(x_i)}{N}$ est de l'ordre de 10^{-5} . Pour la même erreur d'appariement des points par CIV, à partir de l'équation 33, en considérant un maillage régulier dans le volume de $30 \times 30 \times 48$ points de corrélation (comme par exemple dans un cas du calcul d'erreur que l'on va montrer dans la suite), avec un pas de maillage de $40 \times 40 \times 40$ voxels dans les trois directions, $\sigma(\underline{F})$ est de l'ordre de 10^{-5} . Par ailleurs, $\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle$ est au plus de l'ordre de 500 pixels, ce qui conduit à un écart-type sur $\underline{F} \cdot \left(\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle \right)$ d'au plus 10^{-3} . Ceci permet d'estimer une borne supérieure de l'erreur sur le calcul de la position théorique de x_i à 0,003 (équation 3.38). On voit à travers ce simple calcul que l'erreur du calcul de la position théorique des points par CIV est principalement gouvernée par les erreurs d'appariements lors de la CIV des points considérés dans l'analyse d'erreurs. D'où l'intérêt de bien corréler les points mis en jeu dans l'analyse d'erreur (bonne valeur du coefficient de corrélation) ou de ne considérer dans cette analyse que les points dont la CIV a bien marché

²² La taille de la fenêtre de corrélation est prise de telle sorte que les domaines de corrélation des différents points ne se recouvrent pas.

²³ Cette incertitude est en réalité 10 fois plus petite et sera estimée dans la suite. Ici, on aimerait juste avoir une borne supérieure de l'erreur sur le calcul des positions théoriques.

au risque de biaiser cette dernière. En pratique, comme on va le montrer dans la suite, les erreurs d'appariement des points par CIV sont de l'ordre de $1/10^{\circ}$ de voxel. L'erreur sur la position moyenne et sur le terme associé au gradient sont ainsi du même ordre de grandeur et de l'ordre du $1/1000^{\circ}$ de voxel. Ce qui permet d'estimer l'erreur sur le calcul de la position théorique de \underline{x}_i à $1/1000^{\circ}$ de voxel, ce qui est acceptable dans notre cas. Maintenant que nous avons expliqué le calcul des positions théoriques en utilisant la CIV, on peut passer à l'estimation expérimentale des incertitudes sur la mesure du champ de déplacement par analyse statistique d'erreur, en faisant des statistiques (moyenne et écart type) sur la différence entre le champ de déplacement mesuré par CIV et calculé théoriquement avec la méthode décrite dans cette même section.

3.7.1.2. Analyse statistique des erreurs liées à la mesure expérimentale du champ déplacement par CIV

L'analyse d'erreur consiste à calculer l'écart (ou biais) \underline{u}_e entre le déplacement des points de corrélations mesurés \underline{u}_{mes} par CIV et celui calculé théoriquement \underline{u}_{theo} pour un nombre N de points d'analyse d'un maillage régulier de corrélation. Ce biais n'est pas nul à cause des erreurs de corrélation qui peuvent provenir du bruit initial des images ainsi que leur contraste local mais aussi des erreurs intrinsèques associées à la technique même de corrélation (interpolation des niveaux de gris, taille de la fenêtre de corrélation...). Ensuite, on calcule :

- L'écart type des écarts : il s'agit de l'erreur aléatoire. Cette erreur est principalement gouvernée par le bruit des images mais dépend aussi de la qualité du contraste local des images. Elle dépend aussi de la taille de la fenêtre de corrélation ([Bornert et al, 2009]). Plus la taille de fenêtre de corrélation est grande (plus on a de l'information dans cette dernière), plus cette erreur est petite (bonne précision de la mesure). Prendre des grandes tailles de fenêtre de corrélation en CIV augmente l'erreur de fonction de forme calcul. Prendre une très petite fenêtre de corrélation n'incluant aucun marquage local ne permet pas de faire de la corrélation à cause de l'absence de contraste local. Il y a donc un compromis à trouver. La taille de la fenêtre de corrélation doit être choisit en fonction du contraste local présent dans les volumes. On évalue cet écart-type d'erreur globalement sur l'ensemble des points d'analyse, mais aussi séparément, en considérant des classes de points ayant la même partie fractionnaire (les mêmes chiffres après la virgule) du déplacement, comme pour l'analyse de l'erreur systématique ci-dessous. En effet, l'erreur aléatoire peut dépendre de cette partie fractionnaire, en étant plus élevée pour des valeurs de déplacement proche de valeurs entières

en pixels ([Doumalin, 2000]). Ce phénomène est dû à une réplification du minimum de corrélation en plusieurs minima locaux, lorsque le déplacement est proche d'un déplacement entier et lorsque les images sont bruitées ([Amiot et al, 2013]). Il est utile de quantifier cette erreur.

- La moyenne des écarts pour tous les points x_i^{theo} qui ont la même partie fractionnaire : il s'agit de l'erreur systématique ou périodique. Cette erreur qui est corrélée avec la partie fractionnaire du déplacement dépend principalement de l'interpolation des niveaux de gris des images ([Schreier et al, 2000]) lors de l'optimisation subvoxel mais aussi du contraste local, du bruit initial des images et de la taille de la fenêtre de corrélation.

[Wang et al, 2009] ont établi une expression analytique en CIN (pour une translation subpixel) permettant de relier les erreurs systématiques et aléatoires avec le bruit des images, le contraste local, la taille de la fenêtre de corrélation et la méthode d'interpolation utilisée. Leur analyse étend celle de [Roux et Hild, 2006], focalisée sur l'erreur aléatoire. Il a été montré que plus le contraste local est de bonne qualité plus ces erreurs sont petites. Il a aussi été montré qu'il y avait une dépendance quadratique entre ces erreurs et le niveau de bruit des images initiales. D'où l'importance d'acquérir des images avec un bon rapport signal sur bruit.

Pour l'estimation des erreurs liées à la mesure expérimentale du champ de déplacement par CIV, nous avons considéré deux types de microstructures (grains intermédiaires et gros grains), présentant deux types de marquage local différent dans les volumes comme décrit dans la section 3.6 que nous allons rappeler ici. Il s'agit :

- a- D'un marquage local de la microstructure de sel (petits grains ou grains intermédiaires) avec des particules de cuivre distribuées uniformément dans le volume (voir figure 17). Les échantillons A, B et C présentent ce type de contraste local. Les analyses d'erreurs ont été effectuées sur les paires d'images volumiques (référence et après transformation de rotation) de l'échantillon C (grains intermédiaires). Ce genre de marquage présente l'avantage d'être présent de manière homogène dans le volume, ce qui facilite énormément la corrélation. En effet, par exemple une taille de corrélation de 40 x 40 x 40 voxels permet de corréler presque l'ensemble des points d'une grille régulière de la microstructure sans trop de difficulté. Vu que dans chaque domaine de corrélation, le marquage présent est suffisant pour mener à bien le calcul.
- b- D'un marquage local de la microstructure (aves des gros grains) avec des particules de cuivre "décorant" les joints d'amas de grains (voir figure 18). L'échantillon D présente

ce type de contraste local. En effet lors de l'élaboration du matériau, il y a eu ségrégation des particules de cuivre au niveau des joints de grains. Nous avons considéré des paires d'images de l'échantillon D pour l'analyse d'erreur associée. Pour ce genre de microstructure, si on part d'une grille régulière de points de corrélation de la microstructure, seuls quelques points de corrélation de cette grille (points sur les joints d'amas de grains) présentant un contraste local adéquat sont compatibles avec un appariement par corrélation si on considère des fenêtres de corrélation (de taille 10 x 10 x 10 voxels par exemple). L'analyse d'erreur a été effectuée seulement sur de tels points présentant un contraste local suffisant.

3.7.1.3. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires sur la microstructure de l'échantillon C

3.7.1.3.1. Estimation des erreurs

Comme décrit dans la section 3.6, compte tenu de la taille du faisceau, l'échantillon C a été scanné en trois parties (haut, milieu et bas) égales de 2048 x 2048 x 1024 voxels avec deux recouvrements de 1,08 mm. La résolution spatiale est de 3,5 μm par voxel. L'analyse d'erreur a été effectuée sur ces trois parties indépendamment, afin de ne pas être affecté par les erreurs de jonctions²⁴ des différentes parties pour l'obtention du volume complet de l'échantillon sans les recouvrements (2048 x 2048 x 2454 voxels). Ainsi sur chaque partie, l'analyse d'erreur a été effectuée en considérant un maillage régulier de 30 x 30 x 48 points de corrélation avec un pas de maillage de 40 x 40 x 40 voxels. La taille du domaine de corrélation est de 40 x 40 x 40 voxels ; elle a été prise égale au pas du maillage de telle sorte que les domaines de corrélation des différents points ne se recouvrent pas afin de respecter l'hypothèse d'indépendance statistique des différentes mesures. Nous avons discrétisé les courbes d'erreur en 21 points, c'est-à-dire que les erreurs moyenne et aléatoire ont été considérées pour 21 intervalles différents de partie fractionnaire du déplacement. Le gradient macroscopique \underline{F} de la transformation apparente (rotation pure) calculé par exemple pour la partie centrale est égal à :

²⁴ Ces erreurs de jonctions sont de l'ordre du pixel et induisent des sauts de déplacement au niveau des jonctions des différentes parties.

$$\underline{\underline{F}}^{-1} = \begin{pmatrix} 8.10^{-6} & 1,665.10^{-3} & 1,007.10^{-2} \\ -1,604.10^{-3} & 5,200.10^{-5} & -5,918.10^{-3} \\ -1,004.10^{-2} & 5,872.10^{-3} & -1,100.10^{-5} \end{pmatrix} \quad (3.39)$$

Le champ de déformation locale équivalente de von Mises correspondant à cette transformation est représenté pour les différentes parties de l'échantillon sur la figure 28. On peut observer des bandes de moiré qui sont induites par l'erreur systématique corrélée avec la partie fractionnaire du déplacement. Sur ces cartes, on peut remarquer que les bandes de moiré sont moins présentes sur la partie centrale que sur les parties supérieures et inférieures. Ceci est lié à la qualité de la reconstruction des volumes des différentes parties et plus précisément à la détermination de l'axe de rotation de ces dernières lors de leur recouvrement. La partie centrale a été mieux reconstruite (contraste bien marqué) que la partie inférieure qui est elle-même mieux reconstruite que la partie supérieure. La qualité de la reconstruction (la qualité du contraste local) a un impact considérable sur la précision de la CIV. Sur les figures 29, 30 et 31 sont représentées les courbes d'erreurs systématiques et aléatoires des parties supérieures (haut), centrales (milieu) et inférieures (bas). L'estimation des erreurs de certains points de ces courbes est fautive. En effet, pour ces points, la transformation apparente imposée ne permet pas d'avoir suffisamment de points de corrélation de même partie fractionnaire. On peut voir que pour la partie centrale, l'erreur²⁵ systématique n'excède pas 0,05 voxels pour le déplacement suivant x ou y et 0,01 voxels selon z. Pour la même partie, l'erreur aléatoire n'excède pas 0,10 selon x et 0,15 selon y ; elle atteint une valeur maximale de 0,08 selon z. Dans la partie haute, l'erreur systématique ne dépasse pas 0,13 voxels suivant x ou y et 0,01 voxels selon z. Pour cette même partie, l'erreur aléatoire n'excède pas 0,3 voxels suivant x ou y et 0,13 suivant z. Enfin, toujours sur ces mêmes courbes, on peut noter que la partie basse présente une erreur systématique ne dépassant pas 0,09 selon x, 0,07 selon y et 0,01 selon z alors que l'erreur aléatoire est de 0,25 selon x ou y et de 0,16 suivant z.

De ces remarques, on peut en déduire en guise de synthèse que l'erreur systématique suivant x et y de la partie centrale (0,05 voxels) est deux fois plus petite que l'erreur systématique suivant x et y des parties hautes et basses (de l'ordre de 0,1 voxels). En revanche, quelle que soit la partie considérée l'erreur systématique suivant z est la même (0,01 voxels). En ce qui concerne l'erreur aléatoire, elle est 2,5 à 3 fois plus petite suivant x et y pour la partie centrale (environ 0,10 à 0,15 voxels) que les parties basses et hautes (0,25 et 0,3 voxels respectivement). Ainsi, dans notre cas selon la qualité de la reconstruction, donc de la qualité

²⁵ On donne ici la valeur maximale de l'erreur atteinte sur la courbe afin de donner une borne supérieure de cette dernière.

du contraste local considérée, on gagne un facteur de 2 à 3 sur la précision de la mesure du déplacement par CIV. Afin d'estimer une borne supérieure de l'erreur, on se mettra dans le pire des cas, c'est-à-dire la partie haute. On peut aussi remarquer que les erreurs (systématique et aléatoire) pour le déplacement suivant x et y sont égales mais différentes de celle obtenue suivant z. Ceci est probablement dû au fait que la reconstruction des volumes à partir des projections (voir section 3.4.3) est un processus anisotrope. En effet, un volume est constitué de l'empilement de plusieurs plans (x,y) selon l'axe z (axe de rotation). Ceci fait que les erreurs suivants x et y sont identiques et ces dernières sont différentes de la direction axiale z ([Germaneau, 2007], [Buffière et Maire, 2014]). On peut aussi remarquer que l'erreur aléatoire est plus importante que l'erreur systématique. Ainsi, le bruit initial des images et la faiblesse du contraste affecte considérablement la précision de la mesure.

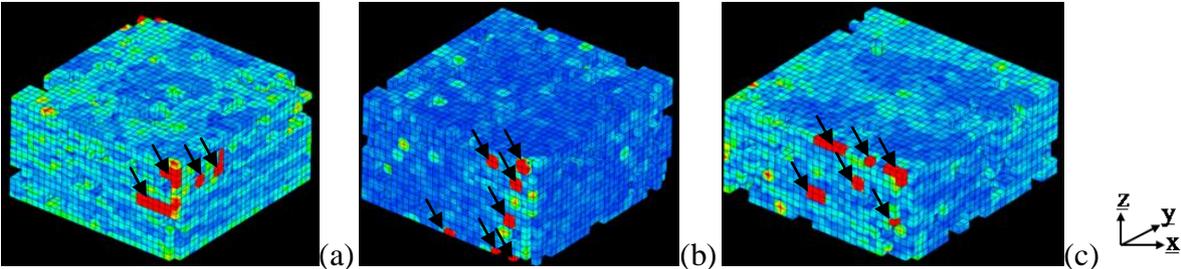


Figure 28. Cartes de déformation équivalente de von Mises associée à la transformation apparente de l'échantillon C, la carte de couleur étant arbitraire (pas d'échelle associée) ; les bandes de localisation (bandes de moiré) sont induites par l'erreur systématique ; (a) est sa partie supérieure, (b) sa partie centrale et (c) sa partie inférieure. Les flèches (en noir) sur ces cartes de déformation indiquent des points de corrélations pour lesquels la corrélation n'est pas bonne du fait d'artéfacts trop importants (points exclus dans l'analyse d'erreur).

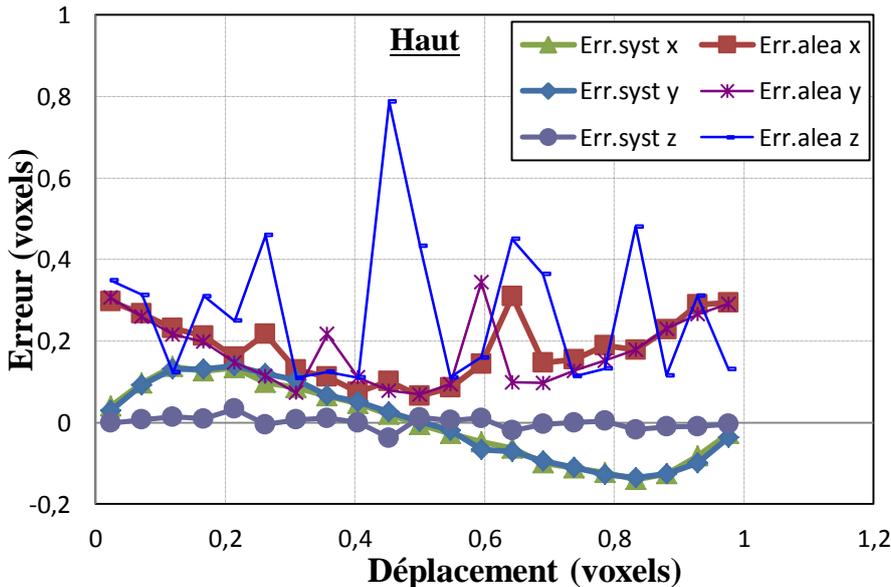


Figure 29. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon C. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie haute de l'échantillon C.

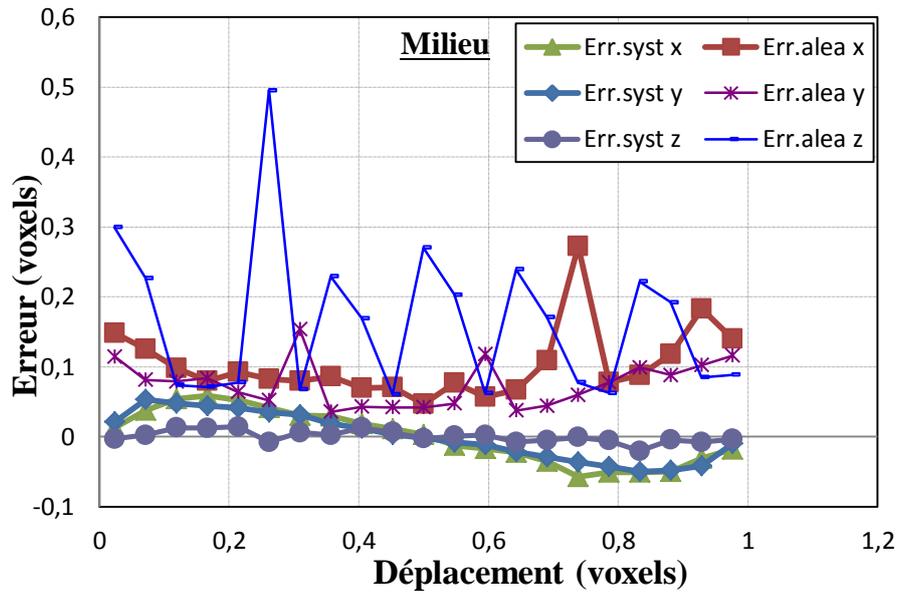


Figure 30. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon C. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie centrale de l'échantillon C.

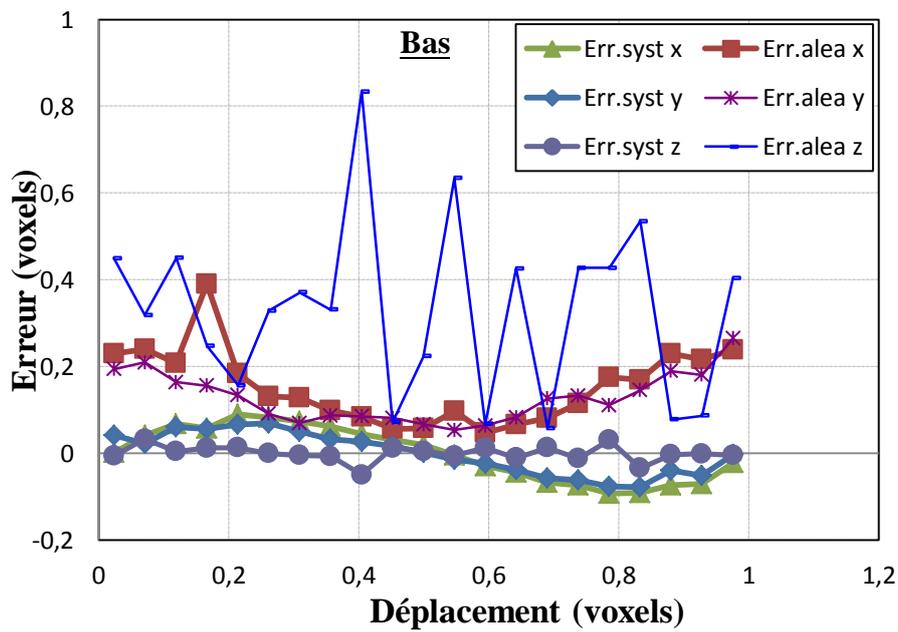


Figure 31. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon C. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie basse de l'échantillon C.

3.7.1.3.2. Incertitudes sur le gradient local et global de l'échantillon C

De l'équation 3.33, on peut estimer l'incertitude sur le calcul des composantes $\sigma(F_{ij})$ du gradient local de la transformation à partir de l'incertitude (erreur aléatoire²⁶) sur l'estimation du déplacement local par CIV (voir tableau 3). Dans ce calcul, on a $N_j^{mes} = 8$ voxels et $L_j = 40$ voxels pour $j=1,2,3$.

Tableau 3. Incertitudes associées aux composantes du gradient local.

$\sigma(F_{1j})$	$\sigma(F_{2j})$	$\sigma(F_{3j})$
$5,303.10^{-3}$	$5,303.10^{-3}$	$2,298.10^{-3}$

L'incertitude sur le calcul des composantes $\sigma(F_{ij})$ du gradient local est de l'ordre de 10^{-3} . De ce calcul d'incertitude, on peut conclure que pour les composantes $F_{11}, F_{12}, F_{13}, F_{21}, F_{22}$ et F_{23} , la plus petite valeur du gradient local que l'on peut mesurer est d'environ 0,5 % alors qu'elle est de l'ordre de 0,2 % pour les composantes F_{31}, F_{32} et F_{33} .

Toujours avec l'équation 3.33, on peut estimer l'incertitude sur le gradient macroscopique (tableau 4).

Tableau 4. Incertitudes associées aux composantes du gradient global de la déformation.

$\sigma(F_{11}) = \sigma(F_{12})$	$\sigma(F_{13})$	$\sigma(F_{21}) = \sigma(F_{22})$	$\sigma(F_{23})$	$\sigma(F_{31}) = \sigma(F_{32})$	$\sigma(F_{33})$
$6,096.10^{-5}$	$2,974.10^{-5}$	$6,096.10^{-5}$	$2,974.10^{-5}$	$2,088.10^{-5}$	$1,019.10^{-5}$

L'incertitude sur le gradient global est 100 fois plus petite que celle sur le gradient local. Elle est de l'ordre de 10^{-5} . Ceci résulte du nombre plus important de points de mesure mis en jeu mais aussi de la base de mesure beaucoup plus grande en global qu'en local. On peut ainsi mesurer avec une très bonne précision les gradients globaux considérés dans nos expériences dont les plus petites valeurs sont de l'ordre de 0,3 %.

²⁶ L'équation 3.33 met en jeu l'écart type du champ de déplacement (donc l'erreur aléatoire) pour l'estimation de l'incertitude sur le gradient.

3.7.1.4. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires sur la microstructure de l'échantillon D

3.7.1.4.1. Estimation des erreurs

Pour les mêmes raisons que celles évoquées dans la sous-section 3.7.1.3, l'analyse d'erreur a été menée indépendamment sur les trois parties (haut, milieu et bas) de 2048 x 2048 x 1024 voxels de l'échantillon D dont la microstructure est représentée figure 18. La résolution spatiale est de 3,5 µm par voxel. Sur chaque partie, l'analyse d'erreur a été effectuée en considérant une grille régulière de 24 x 26 x 49 points de corrélation avec un pas de maillage de 40 x 40 x 40 voxels. La taille du domaine de corrélation est de 40 x 40 x 40 voxels. Pour cette grande valeur de taille de fenêtre, la corrélation s'effectue sans trop de problème bien que le contraste local permettant de faire l'analyse par corrélation soit localisé au niveau des joints de grains. Pour la construction de la courbe d'erreur systématique en fonction de la partie fractionnaire du déplacement, nous avons à nouveau 21 points. Le gradient macroscopique $\underline{\underline{F}}$ de la transformation calculé pour la partie haute par exemple est égale à :

$$\underline{\underline{F}}^{-1} = \begin{pmatrix} -1,900.10^{-5} & 1,114.10^{-3} & 3,813.10^{-3} \\ -1,118.10^{-3} & 1,000.10^{-6} & -6,550.10^{-4} \\ -3,858.10^{-3} & 6,610.10^{-4} & 3,800.10^{-5} \end{pmatrix} \quad (3.40)$$

De l'équation 3.40, on vérifie que la transformation apparente est bien une rotation de corps rigide.

Sur les tableaux 5, 6 et 7 sont représentées les valeurs maximales des erreurs systématiques et aléatoires déduites respectivement des courbes d'erreurs systématiques et aléatoires des parties supérieures, centrales et inférieures des figures 32, 33 et 34.

Tableau 5. Les composantes de l'erreur systématique et aléatoire de la partie haute.

Composantes des erreurs selon	Erreur systématique (en voxel)	Erreur aléatoire (en voxel)
x	0,05	0,11
y	0,03	0,08
z	0,03	0,06

Tableau 6. Les composantes de l'erreur systématique et aléatoire de la partie centrale.

Composantes des erreurs selon	Erreur systématique	Erreur aléatoire
x	0,08	0,18
y	0,08	0,16
z	0,03	0,07

Tableau 7. Les composantes de l'erreur systématique et aléatoire de la partie basse.

Composantes des erreurs selon	Erreur systématique	Erreur aléatoire
x	0,07	0,18
y	0,07	0,18
z	0,03	0,07

Les erreurs (systématiques et aléatoires) de la partie haute sont légèrement plus petites que les autres parties. Ceci est dû à la qualité de reconstruction de la partie haute qui est meilleure que les autres parties. Quelle que soit la partie considérée, les erreurs suivant z sont les mêmes, et elles sont plus petites que celles suivant x ou y (qui sont aussi les mêmes pour une partie donnée) pour les raisons d'anisotropie du processus de reconstruction des volumes comme évoqué précédemment. Il est important de noter que l'erreur aléatoire (de l'ordre de 0,18 voxels dans le pire des cas) est environ deux fois plus importante que l'erreur systématique (de l'ordre de 0,08 voxels) probablement à cause du niveau de bruit des volumes reconstruits.

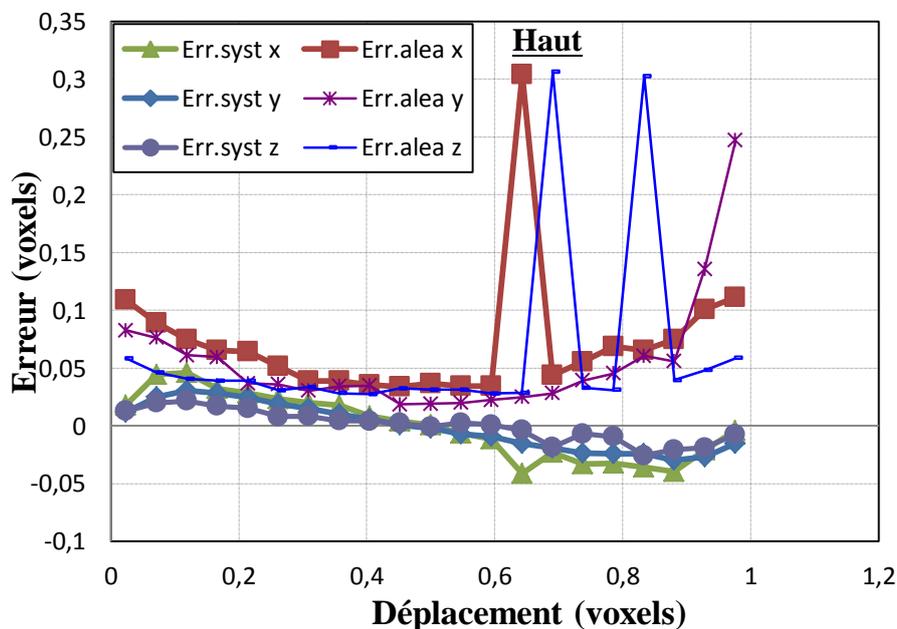


Figure 32. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie haute de l'échantillon D.

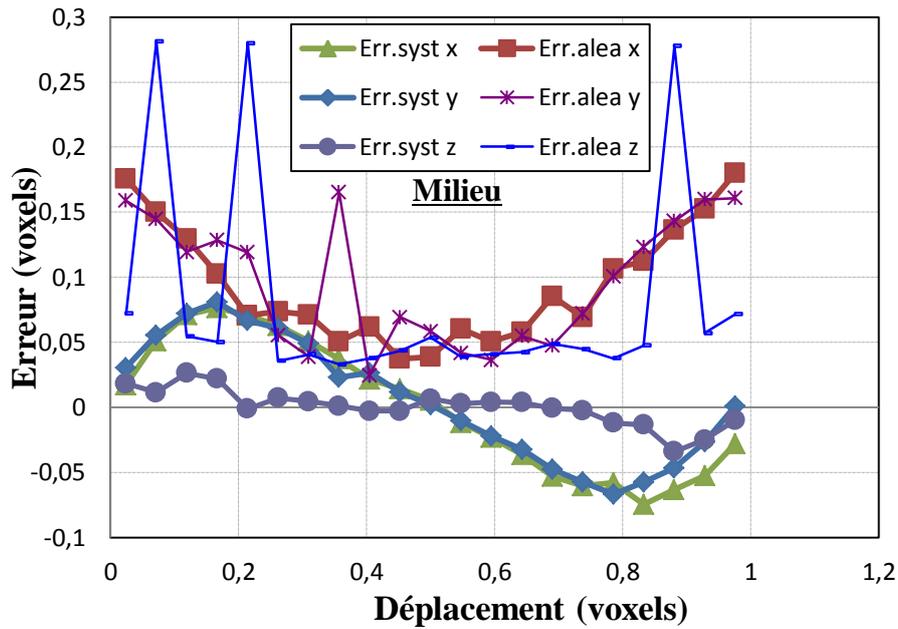


Figure 33. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie centrale de l'échantillon D.

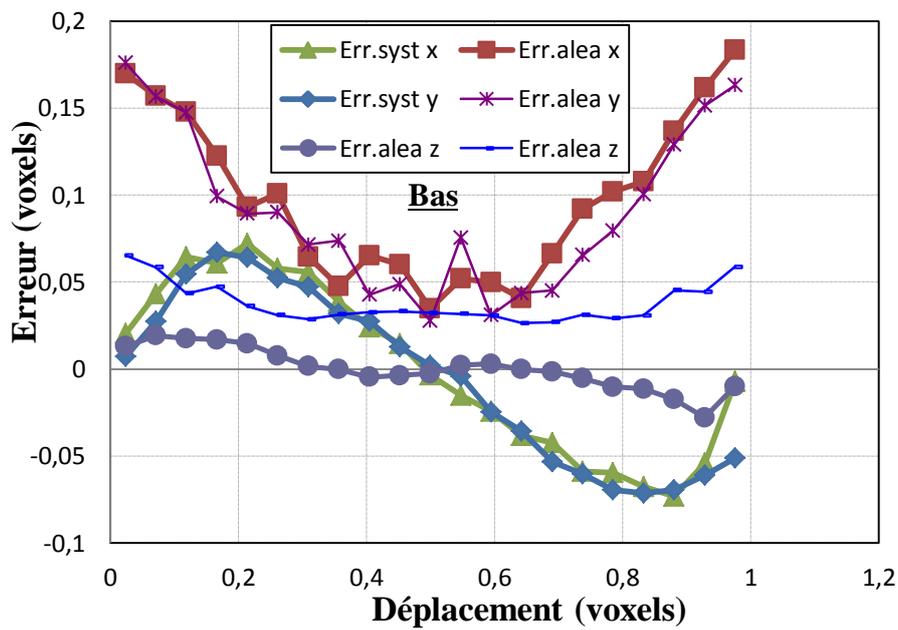


Figure 34. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie basse de l'échantillon D.

3.7.1.4.2. Incertitudes sur le gradient local et global de l'échantillon D

Les incertitudes associées aux composantes du gradient local et global sont représentées respectivement sur les tableaux 8 et 9. L'incertitude sur le gradient local est de l'ordre de 0,1 %. L'incertitude sur le gradient global est de l'ordre de 10^{-3} %.

Tableau 8. Incertitudes associées aux composantes du gradient local.

$\sigma (F_{1j})$	$\sigma (F_{2j})$	$\sigma (F_{3j})$
$3,182.10^{-3}$	$3,182.10^{-3}$	$1,237.10^{-3}$

Tableau 9. Incertitudes sur les composantes du tenseur gradient global.

$5,765.10^{-5}$	$5,095.10^{-5}$	$1,933.10^{-5}$
$5,538.10^{-5}$	$4,895.10^{-5}$	$1,857.10^{-5}$
$1,569.10^{-5}$	$1,387.10^{-5}$	$5,261.10^{-6}$

Les ordres de grandeur obtenue avec la microstructure de l'échantillon D sont du même ordre de grandeur que celle de l'échantillon C. En conclusion, pour la microstructure de l'échantillon D, le cahier de charge est bien rempli. On pourra ainsi mesurer la déformation locale (base de mesure de 40 voxels soit 140 μm , inférieure à la taille de grain) et globale avec une précision suffisante par rapport aux quantités que l'on cherche à mesurer, c'est-à-dire les déformations résiduelles après les premiers stades de plasticité (de 1 à quelques pourcent de déformation résiduelle totale).

3.7.2. Effet de la taille de fenêtre de corrélation sur les erreurs

Nous avons étudié l'effet de la taille de fenêtre de corrélation sur les estimations des erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Dans un souci de synthèse, nous n'avons pas présenté les résultats dans ce chapitre. Le lecteur pourra se référer à l'annexe B. Les résultats obtenus montrent que, comme attendu pour une déformation homogène, l'erreur aléatoire augmente si on diminue la taille de la fenêtre de corrélation. La dépendance de l'erreur systématique avec la taille de la fenêtre est moins claire. Toutefois, jusqu'à une valeur de fenêtre de corrélation de 10 x 10 x 10 voxels, on peut estimer les gradients locaux et globaux avec des incertitudes acceptables par rapport aux quantités d'intérêt.

3.8. Localisation tridimensionnelle multiéchelle dans les échantillons A, B et C de marquage local volumique homogène

Dans cette section, nous allons montrer les cartes de déformation à l'échelle de la microstructure polycristalline obtenues par CIV, grâce au logiciel CMV3D développé au laboratoire Navier ([Bornert et al., 2004]), de tous les échantillons de différentes microstructures déformés sous différentes conditions (voir tableaux 1 et 2). Pour mener l'analyse, on commence par charger les volumes de référence et déformé de l'échantillon sous forme d'une succession de coupes horizontales (voir figure 35). On définit ensuite une grille régulière de points à corrélérer dans la configuration de référence. Ensuite, on définit les paramètres de corrélation à savoir la taille du domaine de corrélation, de recherche et la valeur limite du coefficient de corrélation acceptable (dépendant du rapport signal sur bruit). La procédure de corrélation est semi-automatique, après sélection manuelle d'un point voisin du premier point à traiter. En effet s'il y a un point pour lequel le coefficient de corrélation est supérieur au seuil initialement défini²⁷ (0,75 dans notre cas), on augmente automatiquement et progressivement la taille de la fenêtre de corrélation jusqu'à une valeur donnée (80 x 80 x 80 voxels dans notre cas). Une fois cette valeur atteinte, si le coefficient de corrélation optimal n'est toujours pas acceptable, l'opérateur intervient manuellement pour replacer ce point en se basant sur le contraste local aux alentours de ce dernier dans les deux configurations. Si lors de l'intervention manuelle il n'arrive pas positionner correctement le point, on l'exclut de l'analyse de corrélation. Le fait d'intervenir manuellement peut être fastidieux. D'où la nécessité de bien définir les bonnes valeurs de paramètres de corrélation pour ne pas à intervenir trop souvent durant de le traitement des quelques (typiquement) 50000 points d'analyse. A la fin de cette procédure (qui dure environ quelques heures pour le nombre de points ci-dessus, une fenêtre de corrélation de 40^3 voxels et une zone de recherche de 10^3 voxels), on obtient les positions aux voxels près des points homologues dans la configuration déformée. Ensuite, on lance la procédure d'optimisation subvoxel pour avoir une précision subvoxel de la mesure du champ de déplacement (voir section 3.5.2). Cette procédure parallélisée dure moins d'une heure sur une machine à 2x6 cœurs (processeur Xeon X5680, 3,33 GHz). A partir du champ de déplacement local, on calcule le champ de déformation

²⁷ Cette situation arrive habituellement pour les points dans lesquels il n'y a pas suffisamment de contraste local.

locale par éléments finis (voir section 3.5.4). Dans la suite, cette procédure semi-automatique sera qualifiée de procédure classique de corrélation.

3.8.1. Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon A

Nous avons considéré une grille régulière de 37 x 37 x 64 points de corrélation (voir figure 35) avec un pas de maillage de 30 x 30 x 30 voxels. La taille de la fenêtre de corrélation est de 40 x 40 x 40 voxels, et celle du domaine de recherche de 7 x 7 x 7 voxels (cette valeur sera la même dans toutes les autres analyses). Les composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par CIV sont représentées sur le tableau 10. Rappelons qu'une déformation négative est considérée comme étant de la contraction. La compression uniaxiale a été effectuée selon la direction 3 (axe vertical). La première étape conduit à une déformation macroscopique résiduelle axiale de -3,96 % alors que la deuxième étape à une valeur de -9,08 %. Ces valeurs sont cohérentes avec les mesures de déformation macroscopique résiduelle au pied à coulisse (voir section 3.6). Toujours sur le tableau 10, nous avons la variation relative de volume de l'échantillon A pour les deux étapes de chargement. On observe une variation de volume de 1,42 % lors de la première étape. Cette augmentation de volume est probablement liée à la microfissuration du matériau à l'échelle de sa microstructure. La variation de volume augmente avec le chargement, elle est de 4,01 % pour la deuxième étape et indique une augmentation de la microfissuration avec la déformation. Ces résultats sont confirmés par les champs de déformation et de variation de volume locale tridimensionnelle à l'échelle de la microstructure obtenue par CIV qui seront commentés dans la suite.

Tableau 10. Composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par CIV.

A	Etape 1	Etape 2
ε_1	0,0287	0,0717
ε_2	0,0251	0,0592
ε_3	-0,0396	-0,0908
$\varepsilon_{1+ \varepsilon_2+ \varepsilon_3}$	0,0142	0,0401

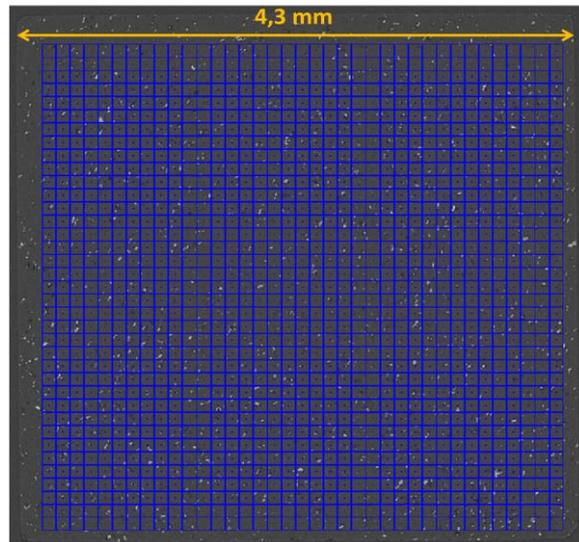
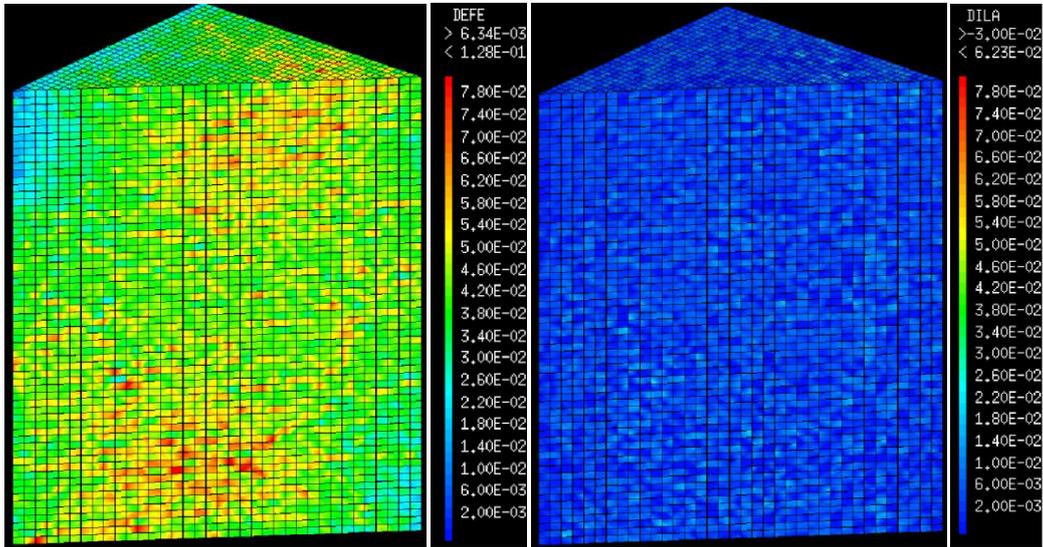


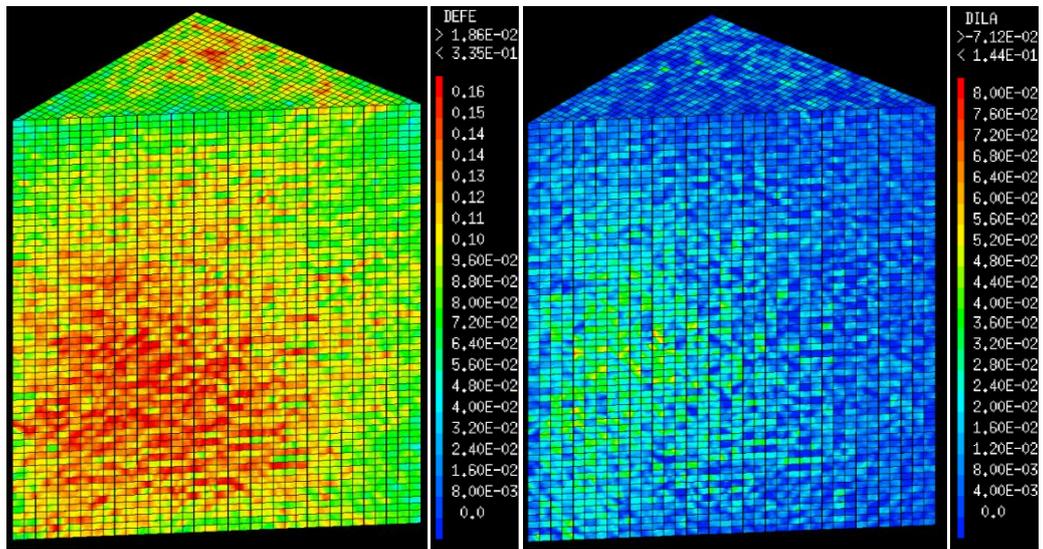
Figure 35. Coupe horizontale à travers le volume de l'échantillon A dans la configuration de référence montrant les points (en bleus) du maillage régulier considéré et leur fenêtre de corrélation.

Sur la figure 36 sont représentées la déformation tridimensionnelle de von Mises et volumique de tout l'échantillon A pour la première étape et la deuxième étape de compression. La base de mesure est de $105 \mu\text{m}$. Elle est inférieure à la taille moyenne des grains de la microstructure de l'échantillon (de l'ordre de $125 \mu\text{m}$). Pour la première étape de déformation, nous avons une déformation relativement homogène de l'échantillon (figure 36.a) qui s'intensifie avec le niveau de déformation (figure 36.c). Toujours sur les figures 36.a et 36.c, on observe que la déformation locale s'organise en deux échelles : (i) A l'échelle globale de l'échantillon, on observe que le haut et le bas de l'échantillon proche des faces d'appui, sont moins déformés que la partie centrale de l'échantillon. Ceci peut être expliqué par les frottements entre les faces d'appui et les pistons de la machine lors de la compression (effet de mise en tonneau).



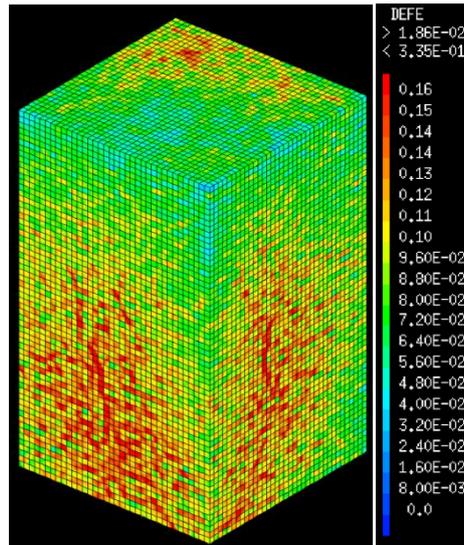
(a)

(b)



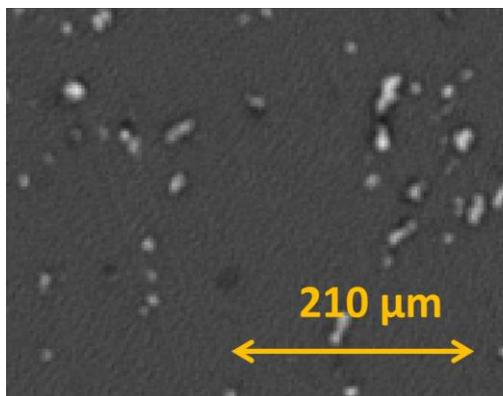
(c)

(d)

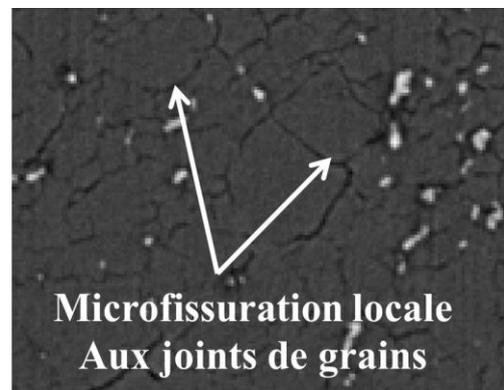


(e)

Figure 36. Coupes diagonales à travers l'échantillon A donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et la déformation volumique (b) pour la première étape et la deuxième étape (c et d) au cœur de l'échantillon. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon pour la deuxième étape (e). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de 105 μm ; le côté de l'échantillon est égal à 4,3 mm.



(a)



(b)

Figure 37. Zoom sur une coupe horizontale à travers le volume d'une zone de l'échantillon A. (a) configuration de référence²⁸ et (b) configuration déformée correspondant à la deuxième étape de chargement. On observe l'apparition de microfissures intergranulaires dans le volume.

Ces forces de friction sont présentes malgré le fait que les faces d'appui de l'échantillon soient bien polies et lubrifiées²⁸ avant l'essai de compression. (ii) Sur la partie centrale de l'échantillon, où la déformation est plus intense, nous avons une deuxième échelle de

²⁸ Nous avons appliqué généralement lors de nos essais un film mince de téflon entre les pistons et les faces d'appui des échantillons. Dans certains essais, nous avons utilisé un lubrifiant commercial WD40.

localisation de la déformation, qui semble reliée à la microstructure. En effet, à cette échelle, la déformation s'organise en bandes de localisations (tâches jaune et orange) espacées d'environ 300 à 500 μm . Ces bandes présentes dans les deux configurations s'intensifient avec la déformation plastique du matériau et sont la signature de la plasticité à l'échelle de la microstructure polycristalline. Ces bandes ont déjà été observées en utilisant les mesures de champs de déformation surfacique par CIN sur des images optiques ([Bourcier et al 2013]) acquises lors de la compression macroscopique d'échantillons de sel (ou sel + Cu), mais cette fois-ci à une échelle plus grossière (environ 250 μm). Elles ont aussi été observées à une échelle beaucoup plus fine (dizaine de micromètre) sur des échantillons de sel (ou de sel + Cu) déformés en compression uniaxiale dans la chambre d'un MEB moyennant la CIN (chapitre 1). A notre connaissance, nos résultats constituent une première observation de la structuration tridimensionnelle de la déformation du sel gemme à l'échelle de la microstructure polycristalline.

A ces bandes de localisation plastique s'ajoute une microfissuration locale aux niveaux des joints de grains (figure 37) sur les zones à fort niveau de déformation induisant une variation de volume (figures 36.b et 36.d). Ceci peut être interprété comme la signature des mécanismes locaux intergranulaires qui participent à la déformation plastique du sel dès le début de la déformation plastique du matériau. En effet, comme il a été montré dans les chapitres 1 et 2, la déformation plastique du sel résulte de la combinaison de deux mécanismes : (i) de la plasticité cristalline intragranulaire (bandes de localisation résultant du glissement de systèmes cristallins) et (ii) du glissement, de l'ouverture ou de la fermeture des joints de grains.

3.8.2. Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon B

L'échantillon B comme décrit dans la section 3.6 est de même microstructure que A. Mais contrairement à l'échantillon A, il a été déformé directement après le scan tomographique (irradiation aux rayons X) sans avoir subi un recuit thermique pour la restauration des défauts. Nous observons à travers les courbes macroscopiques contrainte-déformation que l'échantillon B est beaucoup moins ductile que l'échantillon A sans doute du fait que des défauts d'irradiation induits par la dose de rayons X. L'échantillon B a subi une seule étape de compression conduisant à une déformation macroscopique résiduelle axiale de 3,66 %²⁹

²⁹Cette valeur est cohérente avec les mesures de déformation macroscopique résiduelle au pied à coulisse (3,2 %, voir tableau 2).

comme on peut le remarquer sur le tableau 11 dans lequel on trouve les composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenue par CIV. Pour ce niveau de déformation résiduelle (-3,66%), on observe une variation relative macroscopique de volume très faible (0,08 %). Sur la figure 38 sont représentées les cartes de déformation de von Mises et volumétrique obtenues par CIV à partir d'une grille régulière (pas de maillage de 30 voxels) de 33 x 33 x 61 points de corrélation. La taille de fenêtre de corrélation est de 40 x 40 x 40 voxels. La base de mesure est de 105 μm . Elle est inférieure à la taille moyenne des grains (125 μm). On peut remarquer que la déformation de l'échantillon n'est pas homogène sur l'ensemble de l'échantillon. Tout comme l'échantillon A, il y a des zones de l'échantillon (le haut et le bas) qui ne sont pas déformées probablement à cause des forces de friction. Ensuite, sur la zone centrale, à l'échelle de l'échantillon, il y a une longue bande de cisaillement macroscopique orientée à 45° qui traverse tout l'échantillon (figures 38.a et 38.c). A l'échelle de la microstructure sur la zone centrale, on observe toujours des bandes de localisations de la déformation espacées de plusieurs centaines de micromètres accompagnées d'une faible variation de volume (figure 38.b)³⁰. La comparaison qualitative des cartes de déformation et de variation de volume à l'échelle de la microstructure des échantillons A et B ne révèle aucune différence malgré une grande différence du comportement macroscopique de ces derniers. Toutefois, pour le même niveau de déformation, la déformation à l'échelle globale est plus homogène pour l'échantillon A que pour l'échantillon B pour les mêmes conditions de polissage et de lubrification des faces d'appui de ces derniers.

Tableau 11. Composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par CIV.

B	Étape 1
ε_1	0.0201
ε_2	0.0173
ε_3	-0.0366
$\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$	0.0008

³⁰ Tout comme l'échantillon A, on observe quelques microfissures intergranulaires sur les images reconstruites.

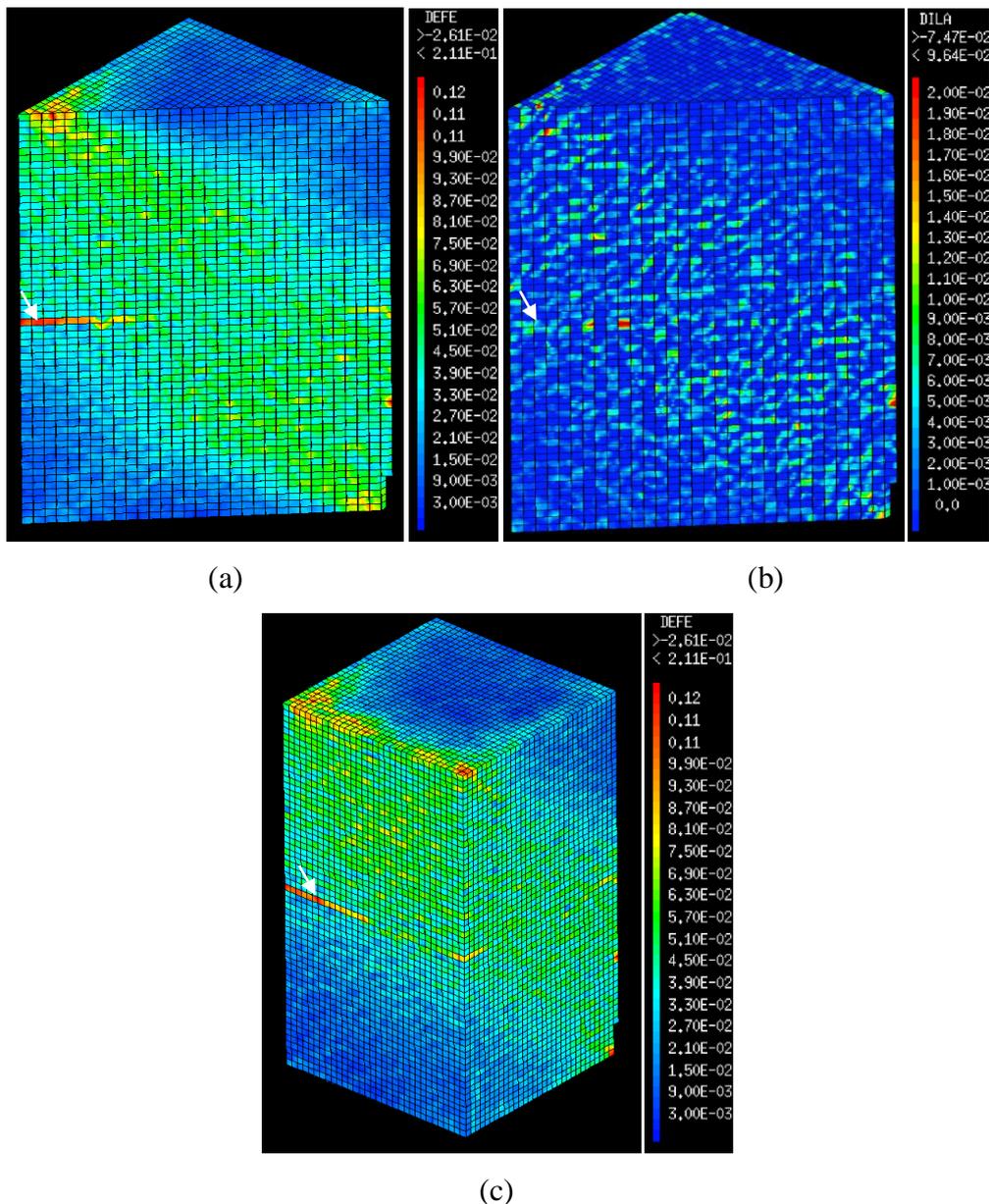


Figure 38. Coupes diagonales à travers l'échantillon B donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et de déformation volumique (b). Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon (c). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de 105 μm ; le côté de l'échantillon d'environ 3,7 mm. Les flèches blanches en (a), (b) et (c) montrent la jonction des deux parties du volume de l'échantillon.

3.8.3. Déformation locale tridimensionnelle de l'échantillon C

L'échantillon C de microstructure à taille de grains intermédiaires (tableau 1) a été déformé en trois étapes de chargement. Les différents volumes obtenus par SXRCT ont été analysés par CIV en utilisant une grille régulière de 29 x 30 x 48 points, avec un pas de maillage de 40 x 40 x 40 voxels. La taille de la fenêtre de corrélation considérée est de 40 x 40 x 40 voxels. Sur le tableau 12 sont indiquées les composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par post-traitement du champ de

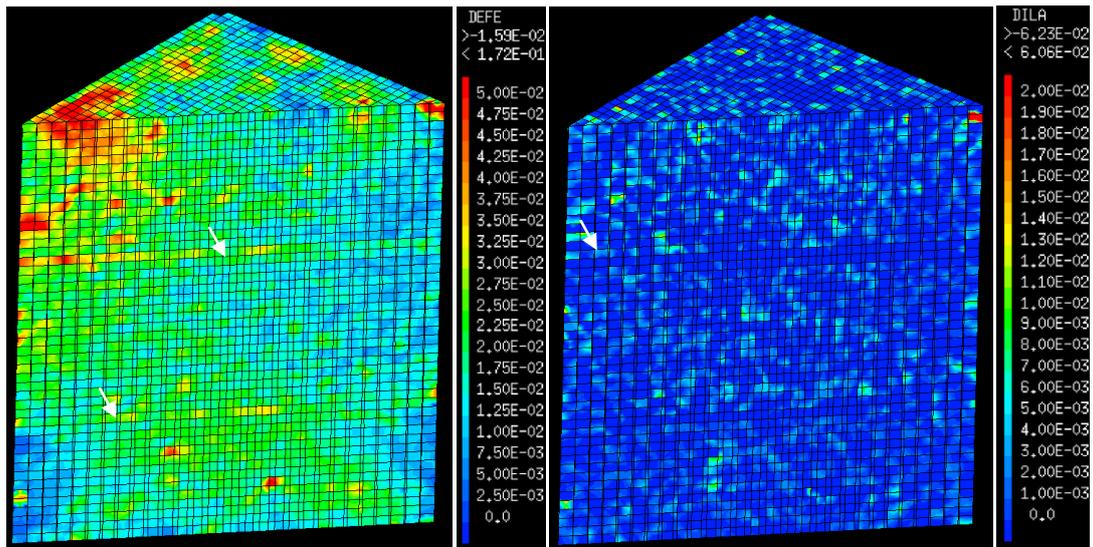
déplacement obtenue par CIV. Comme expliqué dans la section 3.6, le contrôle de la déformation durant l'essai a été effectué par CIN de la surface latérale de l'échantillon. Sur le tableau 12, on peut remarquer que la déformation macroscopique axiale mesurée par CIV est plus élevée que celle obtenue par CIN³¹ (voir figure 26). En comparant les champs de déformation locale de von Mises obtenus par CIV (pour une base de mesure de 140 μm) et par CIN (base de mesure de 153 μm), pour la première étape de chargement par exemple (voir figure 42), on retrouve les mêmes bandes de localisation de la déformation tout au long de l'échantillon. Toutefois, la déformation globale de l'échantillon n'étant pas homogène, la déformation macroscopique de la face observée par CIN semble être moins importante que celle obtenue par CIV sur tout l'échantillon. De plus, la valeur de la déformation axiale résiduelle obtenue au pied à coulisse à la fin de l'essai (de l'étape 3) est de 6,25 % (tableau 2). Cette valeur est cohérente avec la déformation axiale mesurée par CIV et confirme bien la validité des mesures de déformation macroscopique obtenues par CIV.

Toujours sur le tableau 12, on peut remarquer que la variation relative de volume à la fin de la première étape de chargement est légèrement négative (-0,07 %) et suggère la fermeture des porosités résiduelles présentes dans l'échantillon après son élaboration. Ensuite, cette variation de volume augmente avec la déformation axiale. Elle atteint une valeur de 0,06 % pour la deuxième étape (déformation axiale de -3,57 %) et 0,36 % pour la dernière étape de chargement (-6,03 % de déformation axiale). Cette augmentation de volume avec le chargement est due à la microfissuration locale aux niveaux des joints de grains comme observé sur les volumes SXRCT de l'échantillon après les différentes étapes de déformation mais aussi sur les cartes de variation locale de volume obtenues par CIV que l'on va commenter dans le paragraphe suivant.

Tableau 12. Composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par CIV.

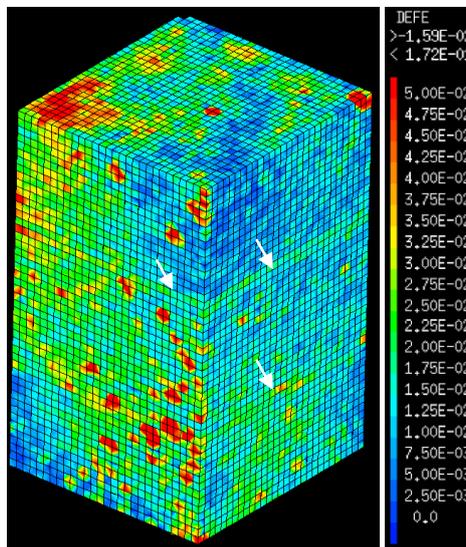
C	Etape 1	Etape 2	Etape 3
ε_1	0,0080	0,0187	0,0327
ε_2	0,0075	0,0177	0,0312
ε_3	-0,0163	-0,0357	-0,0603
$\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$	-0,0007	0,0006	0,0036

³¹ Par exemple pour la deuxième étape, on trouve une déformation de 2,7 % par CIN, pour 3,6 % par CIV.



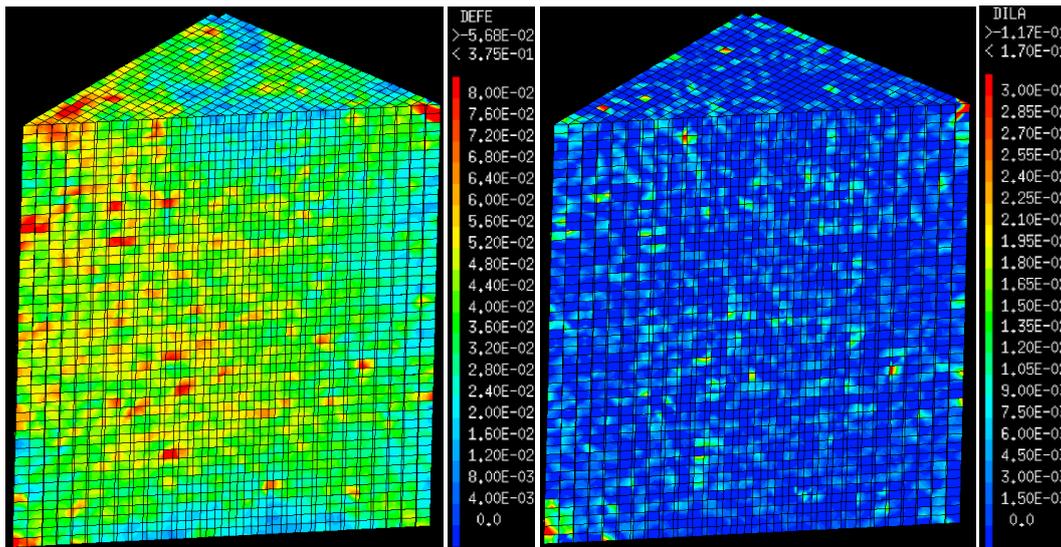
(a)

(b)



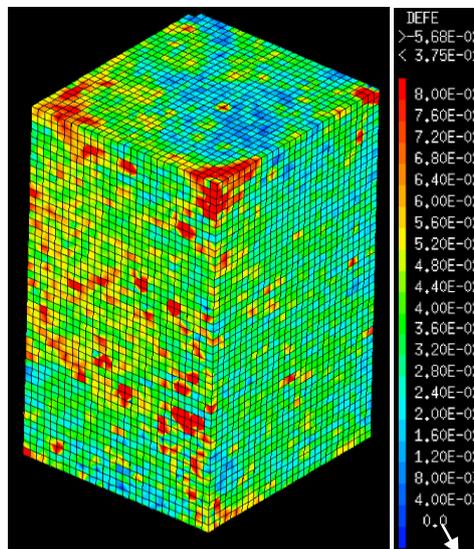
(c)

Figure 39. Coupes diagonales à travers l'échantillon C donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et de déformation volumique (b) pour la première étape de chargement. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon (c). L'axe de compression est verticale et la base de mesure est de 140 μm ; le côté de l'échantillon d'environ 4,4 mm. Les flèches blanches en (a), (b) et (c) montrent la jonction des trois parties du volume de l'échantillon.



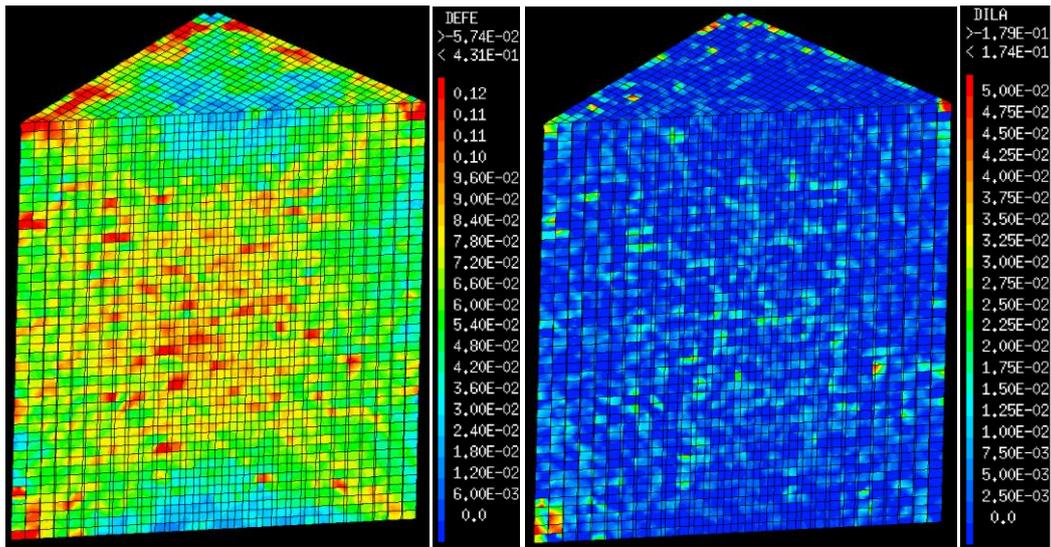
(a)

(b)



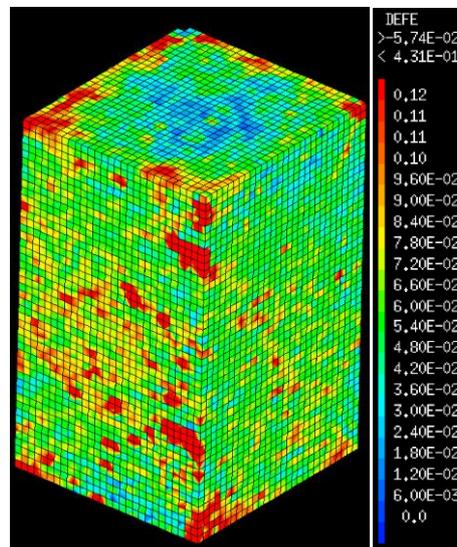
(c)

Figure 40. Coupes diagonales à travers l'échantillon C donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et de déformation volumique (b) pour la deuxième étape de chargement. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon (c). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de 140 μm ; le côté de l'échantillon d'environ 4,4 mm.



(a)

(b)



(c)

Figure 41. Coupes diagonales à travers l'échantillon C donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et de déformation volumique (b) pour la troisième étape de chargement. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon (c). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de 140 μm . Le côté de l'échantillon d'environ 4,4 mm.

Sur les figures 39, 40 et 41 sont représentées les déformations tridimensionnelles locales de von Mises et de variation de volume obtenues par CIV respectivement pour les étapes 1, 2 et 3 de chargement. La base de mesure est de 140 μm . Le champ de déformation local des deux dernières étapes de chargement (figures 40.a, 40.c, 41.a et 41.c) se ressemble considérablement, avec une intensification de la déformation locale avec le niveau de chargement mécanique. Le champ local de déformation de la première étape (figures 39.a, 39.c) est légèrement différent des étapes 2 et 3 à cause de la phase de mise en place de

l'échantillon en début d'essai induisant une déformation apparente de ce dernier comme expliqué dans la section 3.6. Tout comme les échantillons A et B, la structuration de la déformation se fait en deux échelles. A l'échelle globale de l'échantillon (première échelle), la déformation est plus intense au centre de l'échantillon que sur les parties hautes et basses près des pistons à cause des forces de frictions. Une deuxième échelle plus locale, correspondant à la microstructure polycristalline, où la déformation s'organise en bandes espacées de quelques centaines de micromètres, qui s'intensifient avec le niveau de déformation. Ces bandes sont la signature de plasticité du matériau. En plus de ces bandes, on observe comme dans les échantillons A et B, une microfissuration locale du matériau au niveau des joints de grains induisant une variation de volume (figures 39.b, 40.b et 41.b), qui comme dans le cas de l'échantillon A et B, est une signature de la discontinuité cinématique aux joints qui participe à la plasticité du matériau.

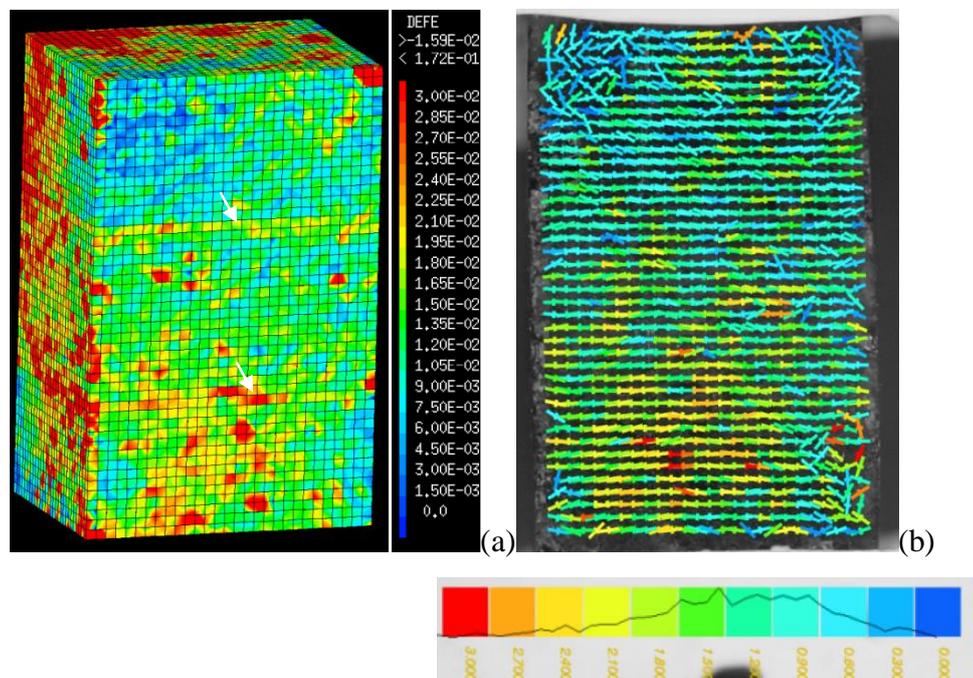


Figure 42. Comparaison des champs de déformation de von Mises obtenus par CIV SXRCT (a) et par CIN optiques (b). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de 140 μm (a) et environ 153 μm (b); le côté de l'échantillon est environ 4,4 mm. La flèche blanche indique la zone de jonction entre les trois parties de l'échantillon.

3.9. Localisation tridimensionnelle multiéchelle dans un échantillon avec un marquage local volumique non-homogène : Nouvelle procédure de CIV appliquée à l'échantillon D

La CIV classique de la microstructure de l'échantillon D (sel + Cu décorant les interfaces) en partant d'un maillage régulier ne permet pas de corrélérer la majorité des points de corrélation (points à l'intérieur des grains) sur lesquels il n'y a pas de contraste local (voir figures 18 et 44.a). En effet, seul les points se trouvant sur les interfaces des grains permettent de faire de la CIV à cause de la ségrégation des particules de cuivre sur ces dernières. Or, pour accéder à la répartition de la déformation de l'échelle de la microstructure cristalline (i.e. un champ de déformation) sur une zone suffisamment représentative, idéalement tout l'échantillon, il faut nécessairement avoir une estimation de la déformation en tout point de corrélation³². Pour ceci, nous avons développé une nouvelle procédure de corrélation permettant d'évaluer le déplacement (donc la déformation) des points de corrélation sans contraste à partir des points de corrélation les plus proches qui sont bien corrélés du fait de la présence d'un contraste local suffisant : on parle de procédure d'interpolation du champ de déplacement. Cette procédure originale d'interpolation des résultats de CIV et son application à l'échantillon D font l'objet de la section suivante.

3.9.1. Procédure d'interpolation du champ de déplacement

Le principe de la procédure est représenté sur la figure 42³³. Il consiste à calculer la position finale \underline{x}_k d'un point de corrélation k sans contraste local suffisant³⁴ (point à l'intérieur d'un grain qui correspond au point noir sur la figure 43 ou points verts sur la figure 44.a), à partir des positions (dans la configuration de référence) des p premiers points les plus proches³⁵ de

³² A l'exception des points dont la corrélation est affectée par la présence des artefacts. En effet, ces points ne permettent pas une mesure pertinente et sont exclus d'avance de l'analyse...

³³ Nous avons dans un souci de simplicité de schématisation représenté cette procédure dans un cas bidimensionnel.

³⁴ Point non-corrélé dont la position finale dans la configuration déformée est à trouver par interpolation du champ de déplacement des voisins.

³⁵ La recherche des p points les plus proches (habituellement égale à 20) du point k doit être faite avec un algorithme très efficace au risque d'atteindre des temps de calcul exorbitants.

ce dernier présentant un contraste local suffisant et très bien corrélés (points bleus des figures 43 ou 44.a).

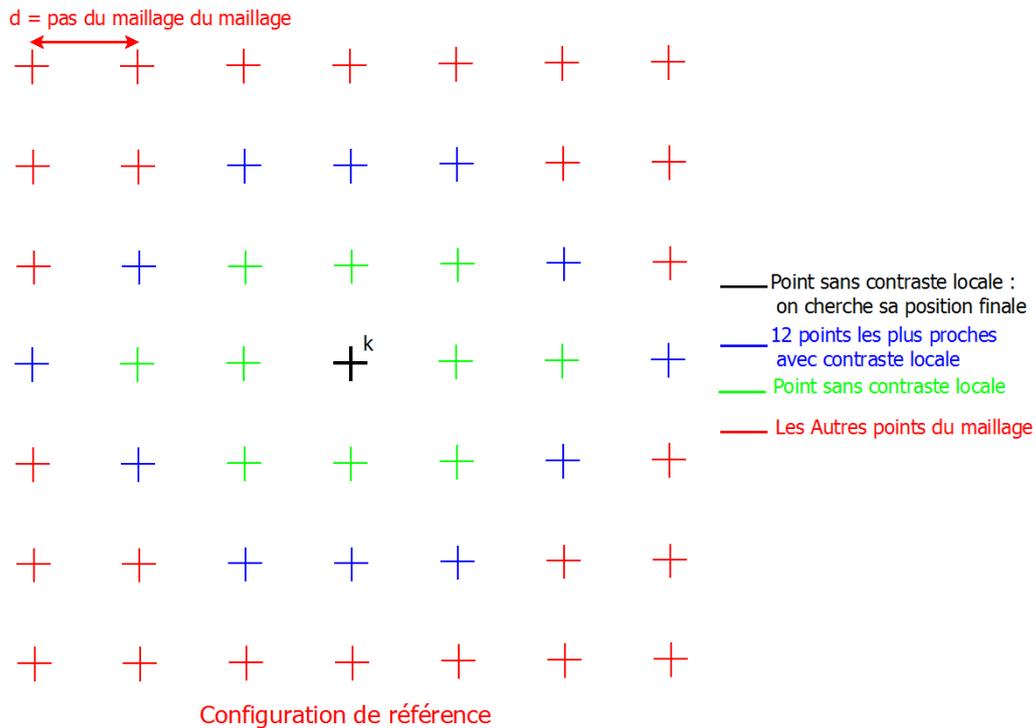


Figure 43. Illustration (en 2D) de la procédure d'interpolation.

La position finale \underline{x}_k du point k peut être calculée à partir des positions initiales (configuration de référence) et finales (configuration déformée) des p points les plus proches de k à partir de l'équation suivante :

$$\underline{x}_k = \underline{X}_k + \underline{T}_1 + (\underline{F}^{fit} - \underline{I})(\underline{X}_k - \underline{X}_1) \quad (3.41)$$

où \underline{X}_k est la position initiale du point k . \underline{X}_1 est la position initiale du premier point le plus proche de k bien traité, \underline{T}_1 est le déplacement du point \underline{X}_1 entre les deux configurations. Enfin, \underline{F}^{fit} est le gradient local de la transformation, calculé au sens des moindres carrées, permettent de faire passer les p points, de la configuration de référence vers la configuration déformée.

\underline{T}_1 est donné par l'équation suivante :

$$\underline{T}_1 = \underline{x}_1 - \underline{X}_1 \quad (3.42)$$

De l'équation 3.42, on peut remarquer que la précision du calcul de la translation \underline{T}_l est pilotée par celle sur la détermination de \underline{x}_l par CIV. Ce calcul est donc très sensible aux erreurs commises lors de la détermination de \underline{x}_l par corrélation. Une manière de pallier ceci, consiste par exemple à calculer la translation moyenne pondérée de q ($q \leq p$) points proches bien analysés, comme suit :

$$\underline{T}_1 = \overline{\langle \underline{x}_1 \rangle} - \overline{\langle \underline{X}_1 \rangle} \quad (3.43)$$

Les moyennes pondérées $\overline{\langle \underline{x}_1 \rangle}$ et $\overline{\langle \underline{X}_1 \rangle}$ sont données par les équations suivantes :

$$\overline{\langle \underline{x}_1 \rangle} = \sum_{i=1}^q w_i \cdot \underline{x}_i \quad (3.44)$$

$$\overline{\langle \underline{X}_1 \rangle} = \sum_{i=1}^q w_i \cdot \underline{X}_i \quad (3.45)$$

$$\text{Avec } d_i = \|\underline{X}_k - \underline{X}_i\| \text{ et } w_i = \frac{1/d_i}{\sum_{k=1}^q \frac{1}{d_k}}$$

d_i est la distance euclidienne entre le point k et le point i .

w_i est le coefficient de pondération du point i .

Dans les équations 3.44 et 3.45, \underline{X}_i représente la position initiale du i ème point le plus proche de k et \underline{x}_i sa position finale. Le choix du calcul de la translation avec l'équation 3.43, permet de donner à chaque point i , un poids w_i sur le calcul de la translation. Toutefois, le premier point a un poids plus important que le reste, vu que $w_1 > w_2 > \dots > w_i > \dots > w_p$. Dans le cas où la précision de l'estimation de la position finale du premier point n'est pas bonne, la moyenne pondérée tend à corriger la valeur calculée de la translation.

Pour calculer \underline{x}_k à partir de l'équation 3.41, il faudra connaître $\underline{\underline{F}}^{fit}$. Ce dernier se calcule par une estimation au sens des moindres carrés en cherchant le meilleur gradient qui permet de faire passer les p points les plus proches du point k , de la configuration de référence vers la configuration déformée. De l'équation 3.37, on peut en déduire que déterminer les 9 composantes de ce gradient $\underline{\underline{F}}^{fit}$ revient à minimiser la fonctionnelle suivante :

$$\min_{\underline{\underline{F}}} \left(\sum_{i=1}^p \left\| \underline{x}_i - \langle \underline{x}_i \rangle - \underline{\underline{F}} (\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle) \right\|^2 \right) \quad (3.46)$$

$$\text{Où } \langle \lambda_i \rangle = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p \lambda_i$$

Et $\|\cdot\|$ est la norme 2 usuelle.

Le meilleur $\underline{\underline{F}}^{fit}$ est celui qui minimise l'équation 3.46, il est donné par l'équation ci-après :

$$\underline{\underline{F}}^{fit} = \left[\sum_{i=1}^p (\underline{x}_i - \langle \underline{x}_i \rangle) \otimes (\underline{x}_i - \langle \underline{x}_i \rangle) \right] \cdot \left[\sum_{i=1}^p (\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle) \otimes (\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle) \right]^{-1} \quad (3.47)$$

De l'équation 4.47, on peut remarquer que le calcul de $\underline{\underline{F}}^{fit}$ nécessite d'inverser la matrice

$\underline{\underline{M}} = \sum_{i=1}^p (\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle) \otimes (\underline{X}_i - \langle \underline{X}_i \rangle)$. Cette matrice est inversible car elle est symétrique réelle et

définie positive, à conditions que le voisinage comporte suffisamment de points non alignés et non coplanaires. Toutefois, avant d'inverser cette dernière, on s'assure qu'elle soit bien conditionnée. Si M_1 et M_3 sont respectivement la plus petite et la plus grande valeur propre³⁶ de $\underline{\underline{M}}$, $\underline{\underline{M}}$ est bien conditionné si le rapport $C_2 = M_1/M_3$ est supérieur à une valeur seuil que nous avons prise égale à 0,05.

Il est important de noter que le conditionnement de cette matrice dépend du nombre de point p considéré. En effet, plus p est important, plus le conditionnement de ce dernier est bon. Dans le cas où les p points trouvés se trouvent tous dans le même plan, autrement dit $z_1 = z_2 = \dots = z_i = \dots = z_p$ alors cette matrice devient non-inversible (déterminant nul). Pour pallier ces difficultés dans nos calculs, on prend initialement un nombre p de points égal à 15. Si le conditionnement est satisfaisant ($C_2 > 0,05$), on inverse la matrice, sinon, on augmente le nombre de points considéré par pas de 5 points ($p=p+5$) jusqu'à ce que cette dernière soit bien conditionnée.

L'équation 3.47 peut être réécrite en développant les différents termes de cette dernière, ce qui permet d'écrire :

³⁶ Les valeurs propres de $\underline{\underline{M}}$ sont calculées numériquement avec un algorithme de Newton.

$$\underline{\underline{F}}^{fit} = \left[\langle \underline{x}_i \otimes \underline{X}_i \rangle - \langle \underline{x}_i \rangle \otimes \langle \underline{X}_i \rangle \right] \bullet \left[\langle \underline{X}_i \otimes \underline{X}_i \rangle - \langle \underline{X}_i \rangle \otimes \langle \underline{X}_i \rangle \right]^{-1} \quad (3.48)$$

En combinant les équations 3.43 et 3.48, on peut réécrire l'équation 3.41 qui donne la position finale du point k à trouver comme suit :

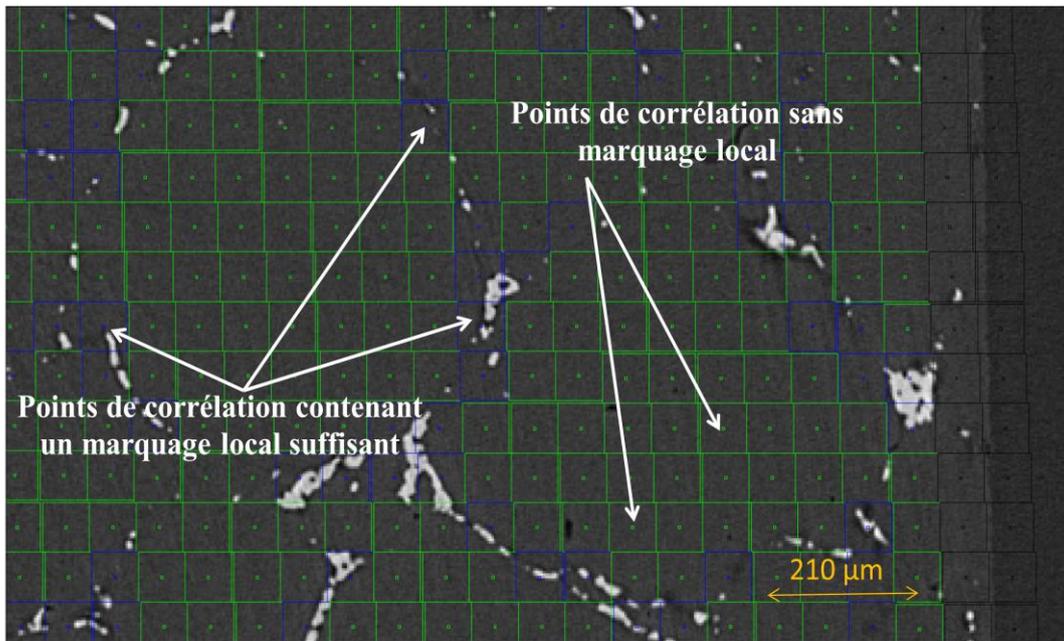
$$\underline{x}_k = \underline{X}_k + \left(\overline{\langle \underline{x}_1 \rangle} - \overline{\langle \underline{X}_1 \rangle} \right) + \left(\left[\langle \underline{x}_i \otimes \underline{X}_i \rangle - \langle \underline{x}_i \rangle \otimes \langle \underline{X}_i \rangle \right] \bullet \left[\langle \underline{X}_i \otimes \underline{X}_i \rangle - \langle \underline{X}_i \rangle \otimes \langle \underline{X}_i \rangle \right]^{-1} - \underline{\underline{1}} \right) (\underline{X}_k - \underline{X}_1) \quad (3.49)$$

Cette nouvelle procédure a été validée. Sa validité sera discutée dans la section 3.10.

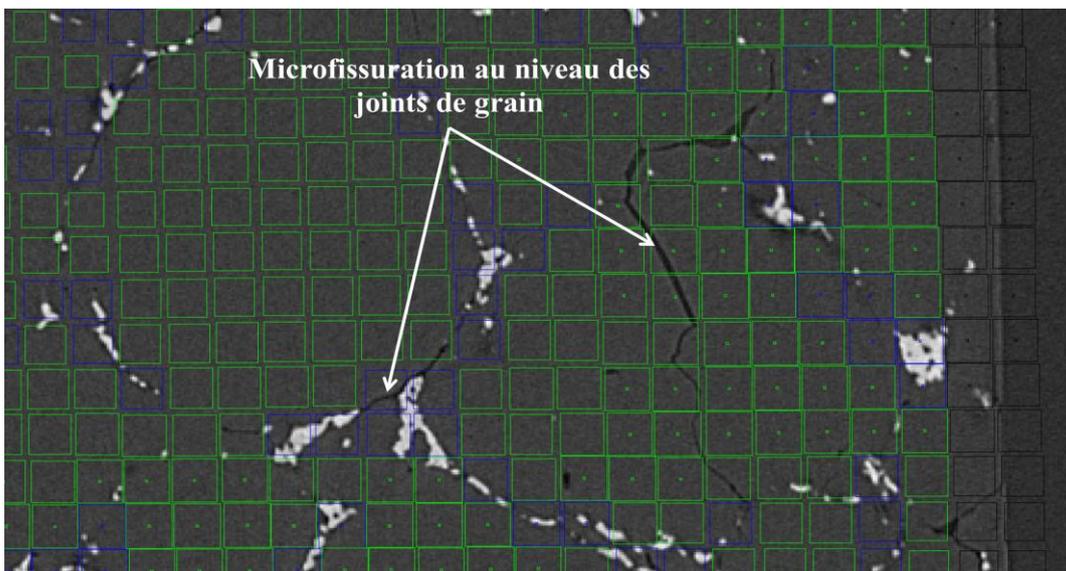
L'analyse par CIV de la cinématique locale de l'échantillon D moyennant la nouvelle procédure se fait ainsi en deux étapes :

a- On procède à une analyse par corrélation classique semi-automatique, comme détaillé dans la section 3.8 des points se trouvant sur les interfaces des grains (points bleus sur la figure 44.a) dans lequel il y a suffisamment de contraste (plus de détails sur le critère de contraste peut être trouvé en section 3.9.2). Cette étape dure quelques heures (y compris le temps nécessaire –et majoritaire- pour charger les volumes de la configuration de référence et déformée) sur un ordinateur 64 bit (système d'exploitation Linux) avec une RAM de 64 GB .

b- Ensuite, on lance la procédure d'interpolation pour calculer la position des points sans contraste local se trouvant dans les grains (points verts de la figure 44.a) à partir de leur p points voisins moyennant l'équation 3.49. Cette étape prend environ un quart d'heure sur la même machine (pour un maillage régulier initial de 400000 points de corrélation (ensemble des points bleus et verts)).



(a)



(b)

Figure 44. Zoom sur une coupe horizontale à travers le volume de l'échantillon D. On peut voir les points du maillage régulier considéré dans la configuration de référence (a) et leurs positions finales après la nouvelle procédure d'interpolation dans la configuration déformée (b). Les points verts dans (a) sont des points sans contraste local initial contrairement aux points bleus qui sont sur les interfaces des grains. Dans (b), on peut remarquer la microfissuration aux niveaux des interfaces des grains après la troisième étape de chargement (-2,34 % de déformation macroscopique de compression).

3.9.2. Localisation tridimensionnelle de la déformation dans l'échantillon D

L'échantillon D a été déformé en quatre étapes de chargement. Les quatre volumes obtenus par SXRCT ont été analysés par CIV en utilisant un maillage régulier de 63 x 64 x 99 points de corrélation, avec un pas de maillage de 20 x 20 x 20 voxels. Le traitement par CIV a été mené avec un domaine de corrélation de 20 x 20 x 20 voxels. Le contrôle de la déformation

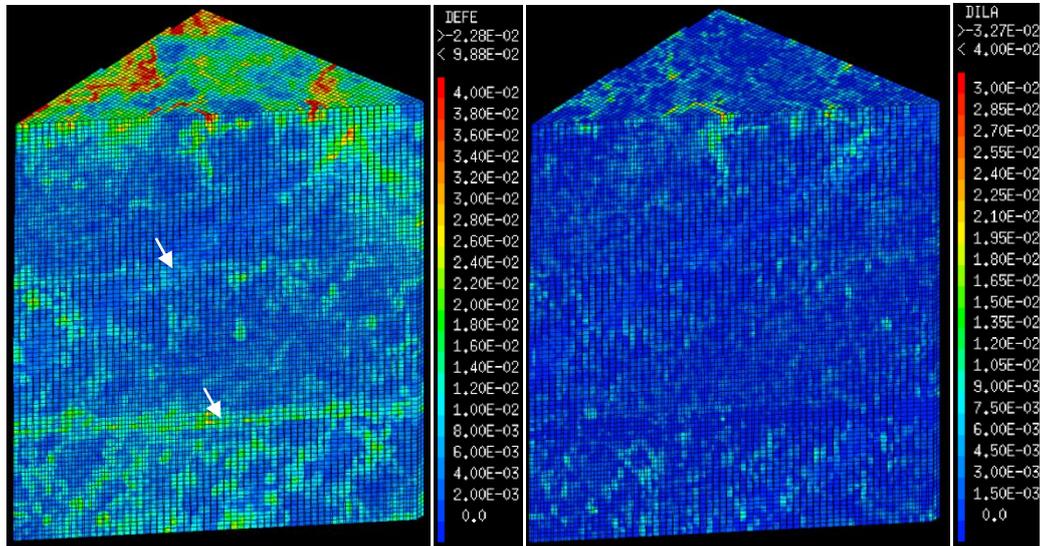
durant l'essai a été effectué par CIN d'une surface latérale de l'échantillon comme dans le cas de l'échantillon C. Les composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéaire ainsi que sa trace obtenues par post-traitement du champ de déplacement obtenue par CIV pour les quatre étapes de chargement sont représentées sur le tableau 13. La première étape correspond à un faible niveau de déformation macroscopique résiduelle (-0,28%) correspondant malgré tout à une variation de volume relativement élevée (0,19 %). Pour la dernière étape de chargement (-4,5 % de déformation résiduelle), la variation de volume est de (1,88 %). Ces grandes valeurs de variation de volume avec la déformation suggèrent un niveau d'endommagement intergranulaire relativement important avec le chargement (figure 44.b). En effet, comme pour les échantillons A, B et C, on observe une augmentation de la variation de volume avec le niveau de déformation macroscopique résiduelle de l'échantillon liée à la microfissuration locale aux niveaux des joints de grains.

Tableau 13. Composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéaire ainsi que sa trace obtenues par CIV.

D	Etape 1	Etape 2	Etape 3	Etape 4
ε_1	0.0024	0.0072	0.0160	0.0327
ε_2	0.0023	0.0071	0.0147	0.0314
ε_3	-0.0028	-0.0112	-0.0234	-0.0453
$\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$	0.0019	0.0031	0.0072	0.0188

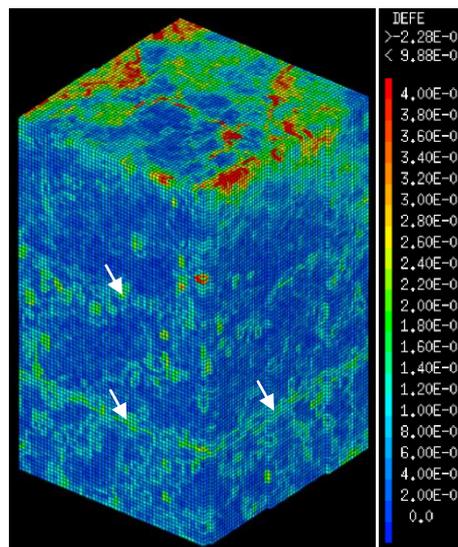
Sur les figures 45.a, 45.c, 46.a, 46.b, 47.a, 47.b et 48.a et 48.c sont représentées les cartes de déformation tridimensionnelles à l'échelle de la microstructure cristalline pour les quatre étapes de chargement. La base de mesure (70 μm) est très largement inférieure à la taille moyenne des grains (275 μm), et permet d'accéder à la localisation de la déformation à l'échelle intragranulaire. La distribution de la déformation à l'échelle globale de l'échantillon est relativement hétérogène. Tout comme les autres échantillons, nous avons une localisation de la déformation en bandes qui s'intensifie avec la déformation. En plus de ces bandes, nous avons une localisation assez importante de la déformation au niveau des interfaces des grains, signature de la microfissuration aux joints. La carte de déformation locale pour la première étape de chargement est relativement bruitée, mais fait sortir toutefois le caractère non homogène de la déformation (la partie supérieure de l'échantillon est plus déformée que le reste). Les cartes de variations de volumes sont représentées pour la première (figure 45.b) et la quatrième étape de chargement (figure 48.b). Ces cartes sont aussi relativement bruitées mais laissent néanmoins apparaître des motifs reproductibles entre la première et la dernière

étape. De plus elles se corrèlent très bien avec le niveau de déformation déviatorique locale atteint.



(a)

(b)



(c)

Figure 45. Coupes diagonales à travers l'échantillon D donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et de déformation volumique (b) pour la première étape de chargement. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon (c). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de $70 \mu\text{m}$; le côté de l'échantillon d'environ $4,5 \text{ mm}$. Les flèches blanches indiquent le recouvrement des différentes parties des volumes.

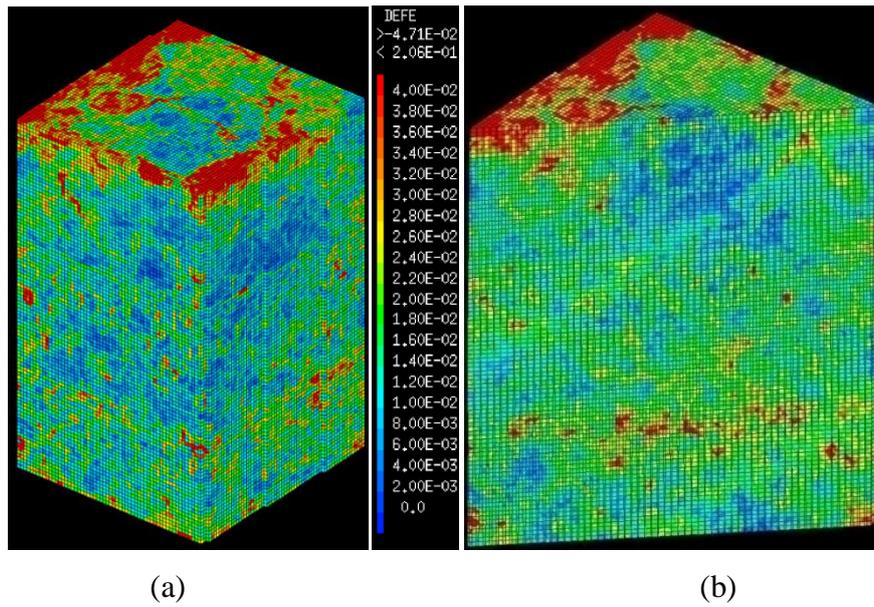


Figure 46. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de von Mises de l'échantillon D (a) pour la deuxième étape. (b) Coupe diagonale à travers (a). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de $70 \mu\text{m}$; le côté de l'échantillon d'environ 4,5 mm.

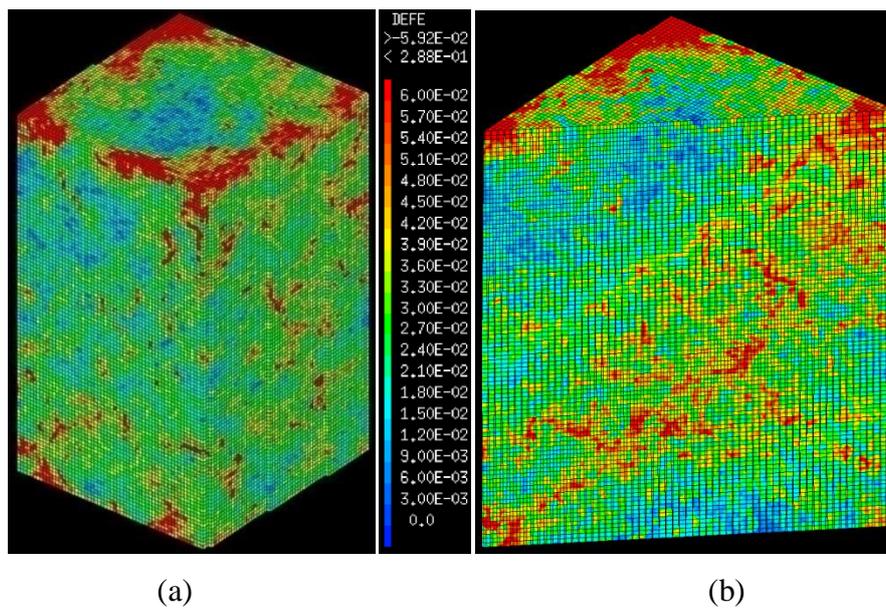
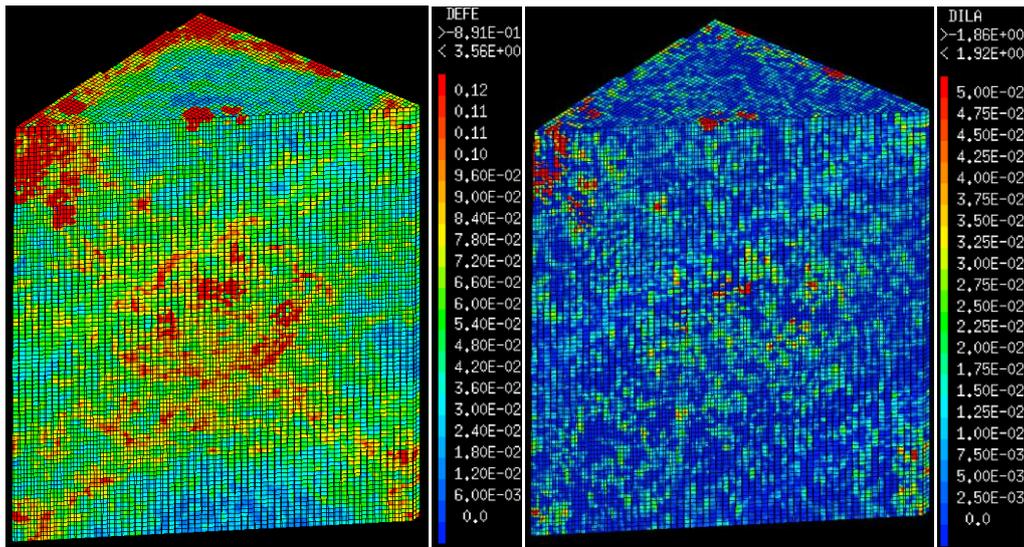
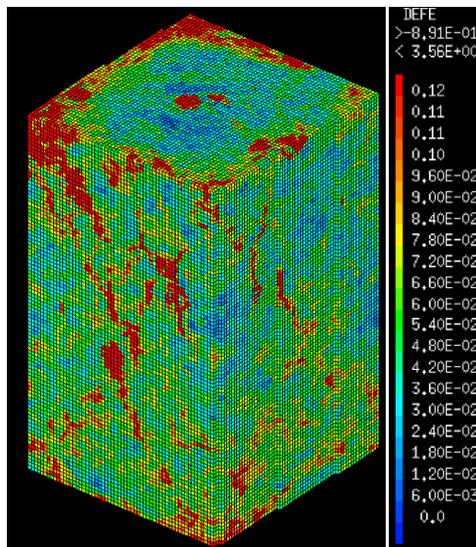


Figure 47. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de von Mises de l'échantillon D (a) pour la troisième étape. (b) Coupe diagonale à travers (a). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de $70 \mu\text{m}$; le côté de l'échantillon d'environ 4,5 mm.



(a)

(b)



(c)

Figure 48. Coupes diagonales à travers l'échantillon D donnant la déformation équivalente de von Mises (a) et la déformation volumique (b) pour la quatrième étape de chargement. Vue globale de la déformation tridimensionnelle de l'échantillon (c). L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de $70 \mu\text{m}$; le côté de l'échantillon d'environ $4,5 \text{ mm}$.

3.10. Validité de la nouvelle procédure et amélioration de la base de mesure

Dans cette section, nous allons discuter de la validité de la nouvelle procédure d'interpolation décrite et appliquée dans les sections précédentes. Pour ce faire, on se propose d'accéder au champ de déplacement de l'échantillon A par CIV combinée à cette nouvelle procédure sur un maillage beaucoup plus dense que considéré premièrement (section 3.8.1), en faisant la corrélation sélective sur les points contenant un bon contraste local qu'on interpole sur les

autres points. Cette étude va premièrement permettre de valider cette procédure mais aussi permettre dans le cas où cette dernière est concluante, de pouvoir réduire la base de mesure de la déformation (taille des éléments CUB8 égale au pas de maillage). Pour se faire, on va considérer un maillage deux fois plus dense sur la même région d'intérêt que celui initialement considéré pour la corrélation de l'échantillon A dans la section 3.8.1, c'est-à-dire une grille de 75 x 74 x 128 (soit 710400) points de corrélation (voir figure 49). Le pas de maillage est de 15 x 15 x 15 voxels ; il est aussi deux fois plus petit que celui considéré dans l'analyse initiale classique de l'échantillon A. La taille de la fenêtre de corrélation considérée est de 15 x 15 x 15 voxels. A cette valeur de fenêtre de corrélation, il n'y pas suffisamment de contraste local (particules de cuivre) dans la majorité des fenêtres de corrélation comme on peut le voir sur la figure 49 (points noirs). Avant l'analyse par CIV, on effectue une labellisation des points de corrélation en fonction du contraste local contenu dans ces derniers. Pour ce faire, on calcule l'écart-type du niveau de gris dans chaque fenêtre de corrélation, ramené au niveau de gris moyen, qui représente le niveau de contraste présent dans cette dernière. Si la valeur trouvée est supérieure à un seuil de contraste acceptable (égale à 0,15 dans notre cas), alors le contraste local présent dans le domaine de corrélation est considéré comme acceptable (points bleus de la figure 49). Dans le cas contraire, il n'y a pas suffisamment de contraste (points noirs de la figure 49) et le déplacement en ces points sera obtenu par interpolation. Nous avons effectué une corrélation classique pour tous les points bleus ayant suffisamment de contraste local, ensuite nous avons lancé la nouvelle procédure d'interpolation afin de déterminer les positions finales des points noirs sans contraste. La déformation locale 3D obtenue est représentée sur la figure 50b. La base de mesure y est de 53 μm et est deux fois plus petite que celle considérée initialement (figure 50a). La comparaison qualitative des cartes de déformation obtenues en utilisant la nouvelle procédure et la corrélation classique montre les mêmes bandes de localisation de la déformation avec une résolution deux fois meilleure. Ceci va dans le sens de la validité de cette nouvelle procédure qui permet en plus de traiter les microstructures de sel avec des particules de cuivres aux interfaces en améliorant la base de mesure de la déformation locale. Plus de détails quant à sa validité seront donné dans le chapitre 4.

Cette nouvelle procédure a aussi été appliquée sur les échantillons B et C. Les résultats obtenus sont satisfaisants et sont représentés dans l'annexe C.

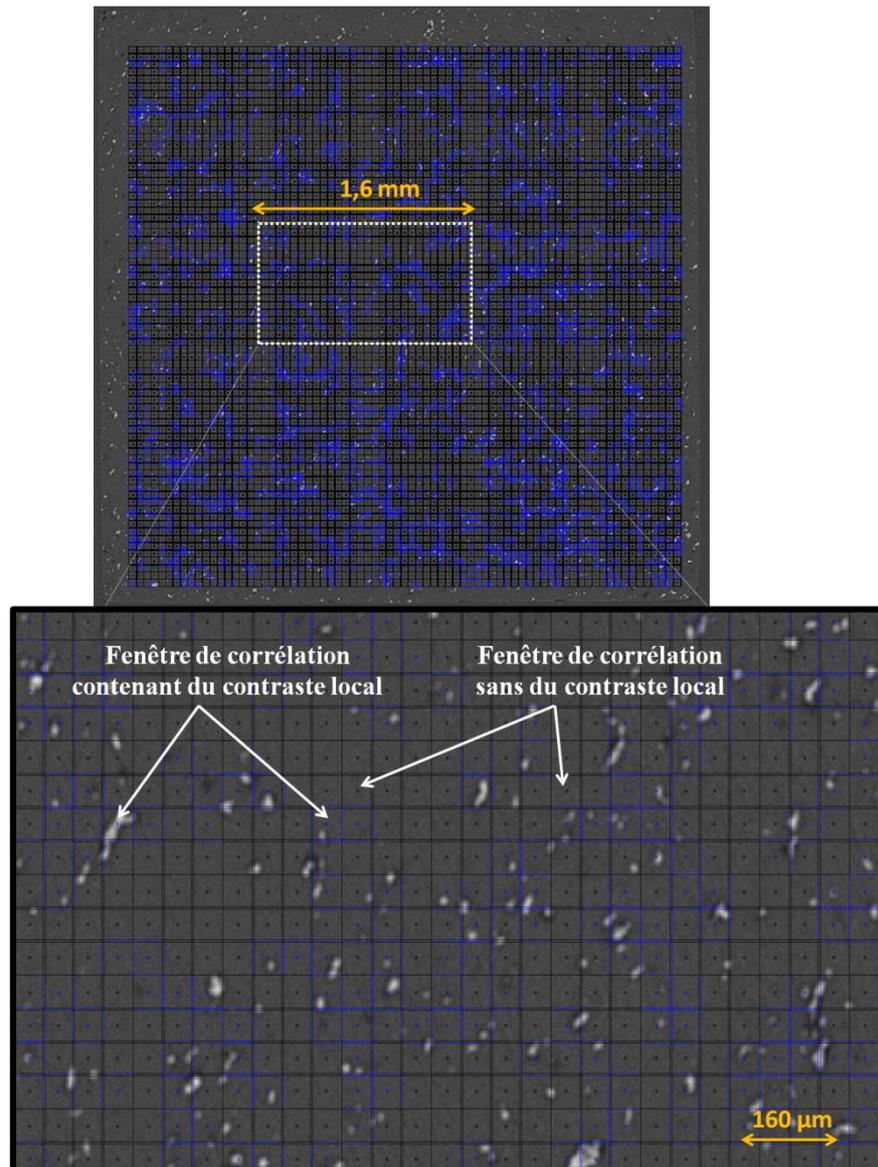


Figure 49. Maillage régulier considéré (montré sur une coupe à travers le volume) lors de la nouvelle procédure de corrélation, sur l'échantillon A dans la configuration de référence. Les points bleus sont les points traités avec des algorithmes classiques de CIV et les points noirs avec la nouvelle procédure.

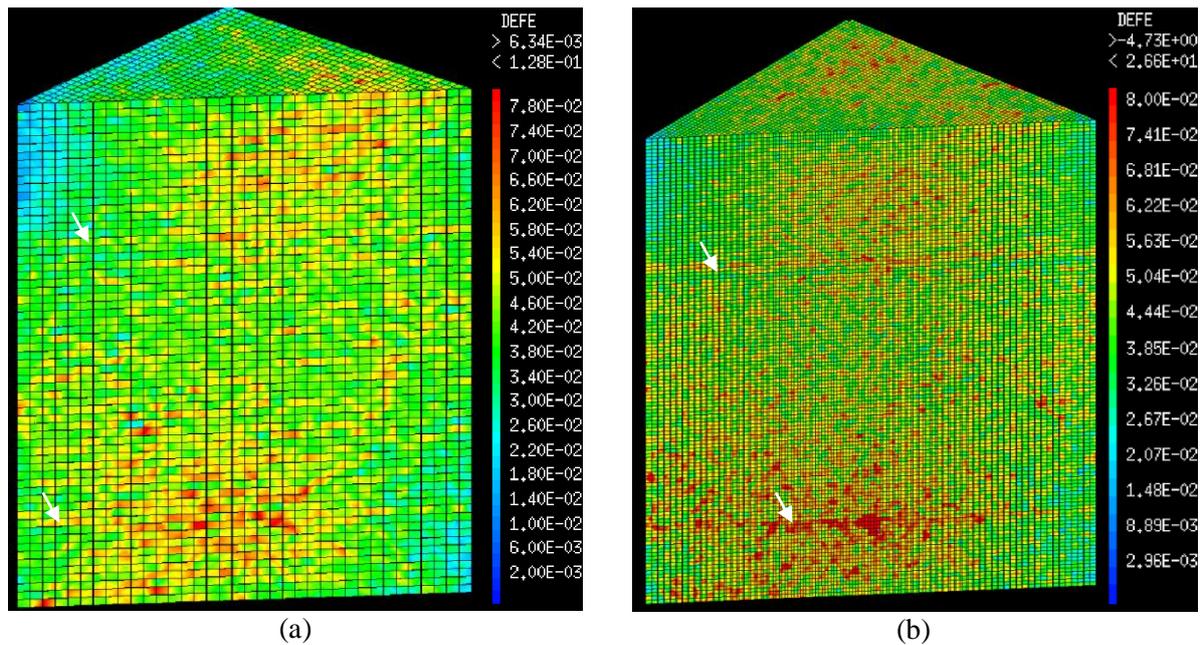


Figure 50. Coupes diagonales à travers l'échantillon A donnant la déformation équivalente de von Mises obtenue par la CIV standard (a) et avec la nouvelle procédure de corrélation (b). L'axe de compression est vertical. La base de mesure est de 105 μm en (a) et de 53 μm en (b) ; le côté de l'échantillon est égal à 4,3 mm. Les flèches blanches montrent la zone jonction entre les différentes parties des volumes reconstruits (saut de déplacement).

3.11. Conclusion

Nous avons proposé et mis en œuvre dans ce chapitre une méthodologie micromécanique expérimentale permettant d'accéder à la déformation plastique à l'échelle des grains d'un matériau polycristallin. Cette méthode basée sur la CIV étend les applications antérieures pour la plupart limitées à des analyses plus macroscopiques, c'est-à-dire à des situations où une seule échelle d'hétérogénéité est présente. Notre procédure, appliquée au sel gemme, montre une hétérogénéité de la déformation aussi bien à l'échelle globale de l'échantillon (quelques millimètres) qu'à une échelle plus fine, celle de sa microstructure (centaine de micromètre).

Nous avons pu voir que la déformation plastique tridimensionnelle du sel, à l'échelle de sa microstructure, semble se faire par la localisation de la déformation en bandes espacées de quelques centaines de micromètres, distance supérieure à la taille de grains. Ces bandes sont issues des mécanismes de glissement intracristallins responsables de la plasticité cristalline du sel. En plus de la localisation intragranulaire, nous avons observés qualitativement des mécanismes intergranulaires, au niveau des joints de grains qui apparaissent avec la déformation plastique du matériau et qui conduisent à une microfissuration locale au niveau des joints de grains. Ces mécanismes de déformations observés moyennant des mesures

surfaces optiques et MEB en utilisant la CIN sur le sel ([Bourcier, 2012], [Bourcier et al., 2013]), ont été pour la première fois montrés en 3D moyennant la microtomographie aux rayons X et la CIV. Les nouvelles procédures de CIV développées dans ce chapitre permettent de traiter des microstructures sans marquage local uniforme mais aussi proposent une manière d'améliorer cette base de mesure dans les cas d'un marquage homogène favorable. Cependant, compte tenu de la base de mesure relativement grande du calcul de déformation en 3D (50 à 150 μm), nous n'avons pas accès à la localisation de la déformation (aussi bien intragranulaire qu'aux joints de grains) à une résolution suffisamment fine (de l'ordre d'une dizaine de micromètre) comme dans le cas des mesures surfaciques MEB. De ce fait, l'analyse quantitative menée au chapitre 2 pour déterminer les contributions relatives des divers mécanismes reste encore hors de portée pour l'analyse en volume. Néanmoins, la mesure locale concomitantes des variations de volume et des déformations déviatoriques, confirme la présence de phénomène endommageant dès les premiers instants de la plasticité, au cœur des échantillons. Les conclusions du second chapitre sur la nécessité des mécanismes aux joints de grains sont donc confirmées. Pour aller plus loin, une voie consiste à combiner, sur un même échantillon, des mesures en volume peu résolues, avec des mesures seulement surfaciques, mais beaucoup plus résolues. C'est le sens des démarches présentées au chapitre suivant.

Comparaison des mesures surfaciques et volumiques

Dans ce chapitre, nous allons comparer les mesures surfaciques et volumiques. Il est composé de deux parties. Une première partie sera consacrée à la comparaison de moyens de caractérisation surfacique par EBSD et volumiques par DCT de la microstructure polycristalline. Elle sera suivie d'une deuxième partie dans laquelle des mesures surfaciques et volumiques de déformation microstructurale vont être comparées.

Sommaire du chapitre

4.1. Motivations	177
4.2. Comparaison des mesures d'orientations cristallines EBSD et DCT	178
4.3. Comparaison des champs mécaniques volumiques et surfaciques	181
4.3.1. Marquage local de la surface de nos échantillons en vue de la CIN-MEB : démouillage de film métallique.	182
4.3.2. Méthodologie expérimentale adoptée	186
4.3.2.1. Acquisition des images de référence	186
4.3.2.2. Essai mécanique de compression ex-situ	188
4.4. Corrélation d'images numériques surfaciques	190
4.4.1. Principe	190
4.4.2. Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement	190
4.5. Résultats de la comparaison des champs volumiques et surfaciques	194
4.6. Comparaison plus fine de la localisation de la déformation	202

4.1. Motivations

Dans ce chapitre, on commence en premier lieu par une comparaison qualitative de la microstructure polycristalline tridimensionnelle obtenue par DCT avec celle de surface, obtenue par la technique EBSD, dans le but de confronter les mesures d'orientations cristallines locales de notre échantillon acquises avec ces deux techniques. Ensuite, on se propose de comparer, sur un même échantillon, les résultats des mesures de champs surfaciques microstructuraux obtenues par corrélation d'images MEB de haute résolution avec celles obtenues grâce à la corrélation d'images volumiques issues de la microtomographie aux rayons X synchrotron. Les motivations de cette étude sont multiples :

- D'une part, la technique de reconstruction d'orientations cristallines tridimensionnelles par tomographie en contraste de diffraction (DCT) étant relativement nouvelle et encore en développement, il fallait pouvoir valider ses résultats avec ceux déjà éprouvés de la technique de caractérisation de microstructure cristalline 2D par EBSD. L'objectif est de montrer son intérêt, valider ses performances et la possibilité de son intégration dans une étude expérimentale micromécanique volumique.
- D'autre part, il s'agit de réaliser une comparaison entre des mesures de champs de surface et de volume. Le but est, dans un premier temps, de valider les mesures volumiques à partir des mesures surfaciques plus résolues. Compte tenu du fait que la résolution spatiale des images volumiques (3,5 $\mu\text{m}/\text{voxel}$) est grossière comparée à celle des images surfaciques MEB de haute résolution (0,24 $\mu\text{m}/\text{pixel}$), les mesures de champs de déformation en surface sont réalisées avec une base de mesure beaucoup plus fine (environ 3 à 10 μm) comparée à celle des mesures de champ volumiques (environ 100 μm voire 50 μm moyennant de nouvelles procédures de corrélation). La comparaison quantitative devra se faire en ajustant les bases de mesure des deux techniques. De plus, les mesures surfaciques permettent d'observer clairement les mécanismes de déformation plastique. A titre d'exemple, la corrélation d'images MEB permet d'accéder aux bandes individuelles de localisation de la déformation plastique intragranulaire ainsi qu'à leur espacement. Mais aussi, elle permet d'accéder aux discontinuités cinématiques entre grains (chapitre 2). Ainsi, la comparaison des mesures volumiques et surfaciques MEB permettra de mieux interpréter les résultats de localisation de la déformation observée avec la technique volumique. Dans un second temps, après validation des mesures volumiques sur une surface libre des

échantillons, la représentativité des mesures en surface pourra être discutée vis-à-vis des phénomènes à cœur. Faute de temps, cette seconde phase n'a toutefois pas pu être explorée exhaustivement et sera donc laissée pour des développements futurs.

- Enfin, il fallait améliorer les procédures de mesures de champs en volume, pour pouvoir prendre en considération des échantillons avec une distribution hétérogène de marqueurs cinématiques dans le volume du matériau. Cette étude est donc aussi un moyen de valider les procédures de CIV développées au chapitre 3.

4.2. Comparaison des mesures d'orientations cristallines EBSD et DCT

La comparaison des techniques de mesures d'orientations cristallographiques par EBSD et DCT est importante pour la caractérisation et la reconstruction de la microstructure polycristalline. La finalité est de pouvoir à l'avenir utiliser couramment la DCT, qui est une technique prometteuse pour une caractérisation tridimensionnelle de la structure polycristalline d'échantillons préalablement à la réalisation de tests mécaniques. En effet, la DCT est une technique non destructive assez récente, et au moment où nous avons entrepris notre étude elle souffrait encore de limitations liées au temps de post traitement des données et aux erreurs d'indexation près des interfaces. Des développements récents, menés dans le cadre d'une autre thèse à l'ESRF (N. Viganò) associée au projet MicroNaSel ont permis de lever certaines de ses limitation initiales. Aussi, il était important de pouvoir valider les résultats de ces nouvelles procédures de reconstruction de microstructure obtenus par DCT en les confrontant avec des résultats de mesures obtenus par une méthode traditionnelle et robuste comme l'EBSD. Ce genre d'analyse a été effectué récemment par [Syha et al., 2013] pour l'étude de la microstructure cristalline d'une céramique. Dans notre étude un échantillon de sel à gros grains de dimension $1,5 \times 1,5 \times 2,5 \text{ mm}^3$ contenant des particules de cuivre est considéré. La zone analysée par EBSD fait environ $1,4 \times 1,1 \text{ mm}^2$ (voir Figure 2A). L'analyse EBSD a été effectuée avec un pas de $2,5 \text{ }\mu\text{m}$ afin d'avoir une bonne résolution. Les paramètres d'imagerie utilisés lors de l'analyse EBSD peuvent être trouvés dans le chapitre 1. Les résultats exprimés en figures de pôles sur la Figure 1 montrent que le matériau présente une texture cristallographique isotrope, en cohérence avec les résultats de [Bourcier, 2012] sur des échantillons similaires de sel synthétique à gros grains (mais sans particules de cuivre).

Sur la Figure 2B est représentée la carte d'orientations cristallines des grains de la zone analysée. La résolution d'orientation de la technique est en principe de l'ordre de $0,2^\circ$ (test de résolution réalisé sur un monocristal de Silicium). Mais, dans notre cas, elle est considérablement dégradée à cause de la préparation d'état de surface très délicate, où subsistent des résidus de rayures et de zones écrouies, ou encore du fait de la formation de cristallites de sel à la surface après nettoyage à l'eau/alcool. Les résultats d'orientation cristalline tridimensionnelle obtenue par DCT¹ de la zone analysée ($380 \times 380 \times 160$ voxels³) sont représentés sur la Figure 2C. La résolution spatiale de l'image volumique est de $3,7 \mu\text{m}$. Il est important de noter que la face latérale de l'échantillon n'est pas parfaitement plane à cause des difficultés pratiques de polir un échantillon de 1 mm de côté, sans le coller (afin de limiter les risques de l'endommager par choc thermique ou par nettoyage aux solvants). Il est donc quasiment impossible de faire une coupe verticale à travers le volume reconstruit par DCT qui se cale exactement avec l'image EBSD. La coupe présentée ici est à $26 \mu\text{m}$ (7 voxels) de profondeur sous la surface latérale observée en EBSD. Ceci explique la différence de morphologie de grains supposés identiques dans les deux images. On remarque aussi quelques désaccords, la DCT détectant semble-t-il des grains différents là où l'EBSD n'en identifie qu'un seul. La comparaison de zones entourées par des particules de cuivre (en noir, non indexées) sur l'image MEB (par exemple cercle 1, Figure 2A) avec les orientations cristallines surfaciques (Figure 2B) et volumiques (Figure 2C) montre que i) les zones ne sont pas des grains individuels, mais des cellules de plusieurs grains, ii) certains grains identifiés comme individuels par EBSD ne le sont pas en DCT. Par exemple, le grain violet dans le cercle de la Figure 2B apparaît double sur la Figure 2C. Ce n'est cependant pas étonnant, puisque la résolution d'orientation cristalline en DCT (inférieure à $0,1^\circ$) est supérieure à celle de l'analyse EBSD effectuée ici. Toutefois, dans la majorité des cas les grains identifiés sur la zone analysée par DCT sont en accord avec les mesures EBSD, ce qui confirme la validité de la DCT.

¹ L'algorithme utilisé dans ce cas est le 6D-DCT ([Viganò et al., 2014]).

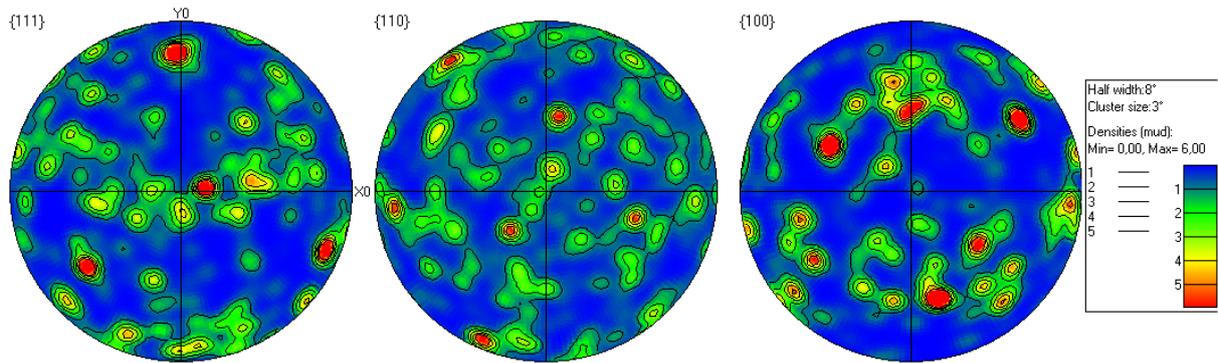


Figure 1. Texture cristallographique de la face considérée en figures de pôles obtenue après EBSD sur une surface contenant une centaine de grains.

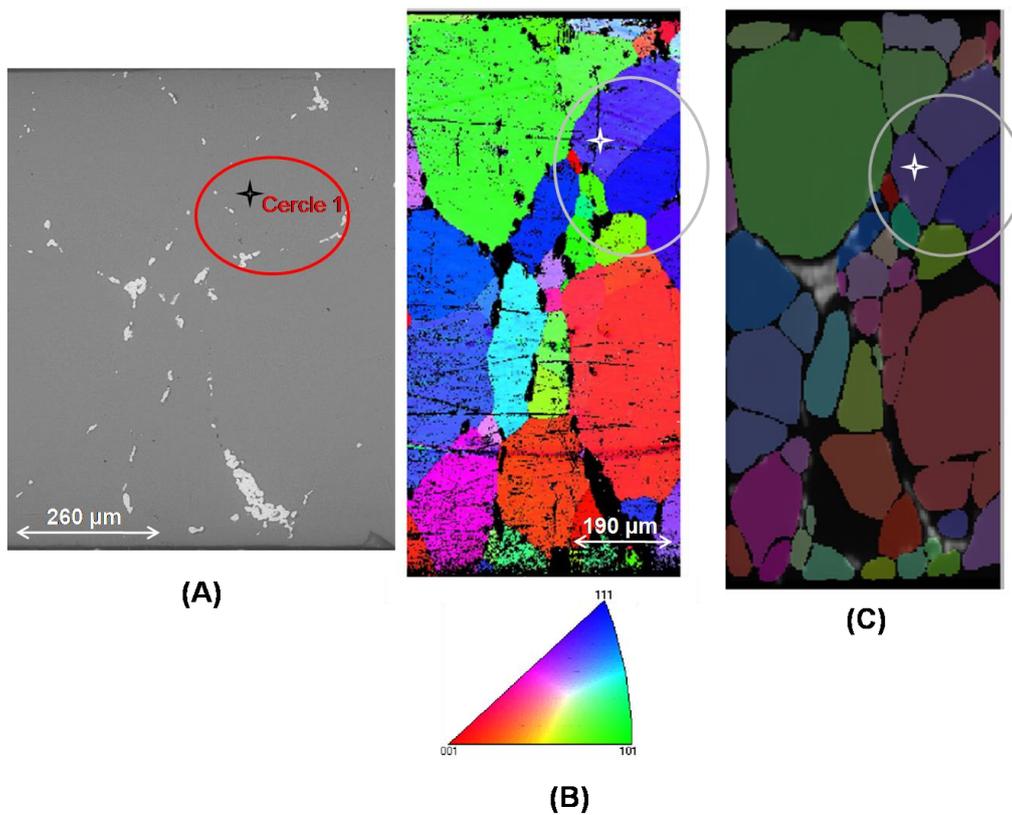


Figure 2. Comparaison des mesures EBSD et DCT. (A) : image MEB en électrons rétrodiffusés de zone analysée et sa carte d'orientation obtenue par EBSD (B). Le pas d'analyse EBSD est de 2,5 µm. Coupe à travers le volume de l'échantillon reconstruit superposée à l'orientation cristalline tridimensionnelle obtenue par DCT. La résolution spatiale de l'image volumique est de 3,7 µm. Les étoiles et cercles montrent les correspondances entre (A), (B) et (C).

4.3. Comparaison des champs mécaniques volumiques et surfaciques

Le but de l'expérience présentée ici est d'effectuer sur le même échantillon déformé plastiquement des mesures de champs cinématiques surfaciques (par CIN obtenues en MEB) et à cœur (par CIV de volumes obtenus en microtomographie-RX synchrotron), avec pour objectif de comparer les résultats des deux mesures en termes de champs de déformation, pour valider la mesure en volumique, basée sur une méthodologie plus récente, avec la technique surfacique reposant sur des principes classiques. Il a toutefois fallu adapter quelque peu cette dernière pour rendre possible cette comparaison, comme nous allons l'illustrer. L'échantillon considéré dans cette étude est un échantillon de sel à gros grains (grains entre 100 à 500 μm de diamètre) contenant en tant que marqueurs cinématiques des particules de cuivre (de quelques micromètres), dispersées en volume dans le matériau, mais de façon hétérogène. Elles sont essentiellement localisées au niveau des interfaces d'amas de quelques grains (voir Figure 2A). Bien que non idéal, ce type de marquage a été retenu, car il résulte d'un compromis entre la nécessité d'avoir i) des contrastes locaux en microtomographie-RX adéquats à la CIV, ii) de gros grains pour, d'une part analyser les orientations cristalline au cœur avec un temps raisonnable d'indexation par DCT, et d'autre part induire des hétérogénéités de déformation à l'échelle microstructurale qui puissent être bien caractérisées par l'imagerie en tomographie X couplée à la CIV et iii) très peu de porosité (voir chapitre 3).

Pour la CIN-MEB, il faut un marquage local surfacique très fin (de l'ordre du micromètre). La technique de marquage par démouillage d'un film d'or déposé préalablement sur la surface d'un échantillon de sel pur mise en place par [Bourcier, 2012] s'avère être rapide comparée aux techniques de microlithographie électronique (voir chapitre 2, section 2.9). En effet, il permet d'obtenir un marquage aléatoire surfacique constitué de microbilles d'or permettant de faire de la CIN-MEB à l'échelle intragranulaire (sans particules de cuivre). Dans notre cas, compte tenu de la présence des particules de cuivre sur les interfaces d'amas de grains de l'échantillon, il a fallu modifier le protocole expérimental de la technique de marquage afin de l'adapter dans le contexte d'un échantillon de sel contenant des particules de cuivre comme nous allons le voir dans la première partie de cette section (cf. section 4.3.1).

Les expériences de microtomographie en absorption ont été effectuées sur la ligne de lumière Psiché au synchrotron Soleil (Saint-Aubin, région parisienne), en parallèle aux essais de

compression ex-situ et d'imagerie MEB menées au LMS. La méthodologie expérimentale suivie est présentée dans la deuxième partie de cette section (cf. section 4.3.2). Il faut noter que cette expérience, menée en septembre 2014, était la première expérience de tomographie sur cette nouvelle ligne de lumière du synchrotron Soleil.

4.3.1. Marquage local de la surface de nos échantillons en vue de la CIN-MEB : démouillage de film métallique.

Cette technique mise en place par [Bourcier, 2012] sur des échantillons de sel pur a été reconduite sur nos échantillons de sel contenant des particules de cuivre. La technique initiale consistait à déposer une fine couche d'or d'épaisseur environ 30 nm en utilisant un évaporateur sous vide ou un pulvérisateur cathodique (figure 3). Ensuite, cette fine couche d'or est démouillée en plaçant l'échantillon dans un four à 450 °C pendant 24 h afin de former de fines microbilles d'or (de 1 à 3 µm de diamètre, voir figure 4) à la surface de l'échantillon.

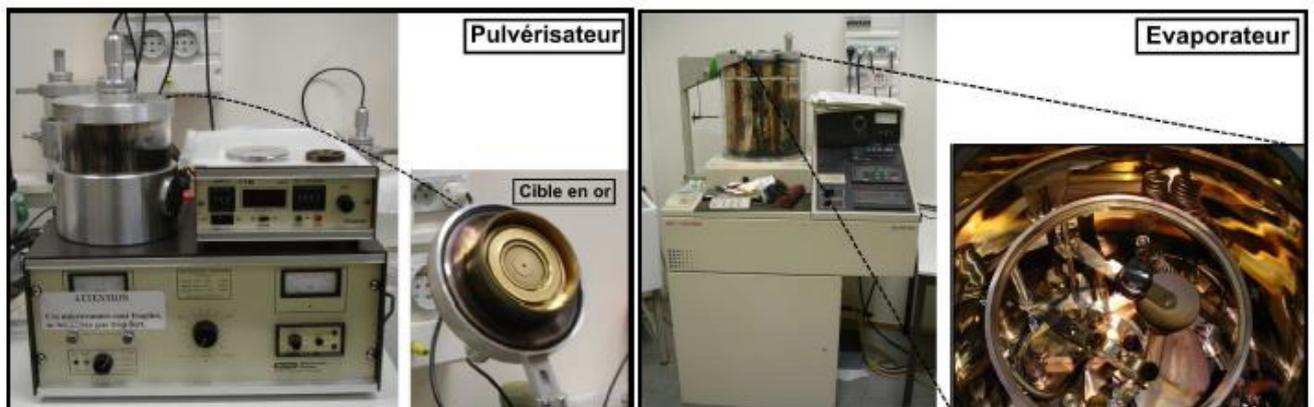


Figure 3. Dépôt d'une fine couche de métal par pulvérisation cathodique (bombardement ionique par plasma et dépôt cinétique) ou par évaporation thermique sous vide (dépôt par condensation), d'après [Bourcier, 2012].

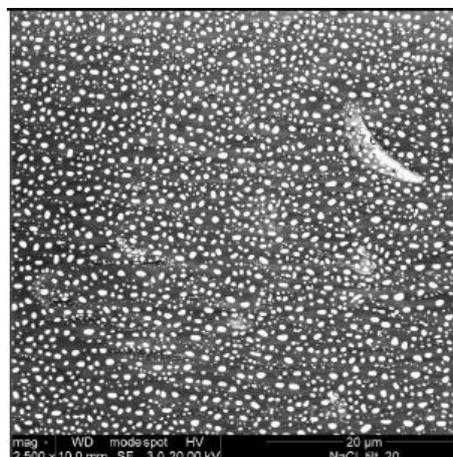


Figure 4. Microbilles d'or obtenues sur la surface d'un échantillon de sel pur d'après [Bourcier, 2012].

Le phénomène de démouillage est lié aux différences de tension de surface entre le film, le substrat et l'air : le film continu d'or en surface évolue à haute température de sorte à minimiser les énergies d'interfaces. Les billes d'or se forment avec une forme sensiblement sphérique en fin de processus pour réduire la surface de l'interface or/gaz à volume d'or figé. La taille des billes dépend de la température, du temps de traitement et de l'atmosphère.

En appliquant la même procédure à des échantillons de sel avec particules de cuivre, le résultat n'a pas été satisfaisant et, ceci pour deux raisons :

i) au voisinage immédiat des particules de cuivre, il y a formation entre ces derniers et le film d'or de solutions solides qui s'oxydent avec la température créant ainsi des « plaquettes » mésoscopiques (diamètre variant de 35 à 60 μm). Ces plaquettes relativement rigides et n'adhérant pas parfaitement à la surface du substrat (le sel) bougent les unes par rapport aux autres (rotation individuelle des plaquettes le long de craquelures, glissement entre ces dernières) durant la sollicitation mécanique en compression de l'échantillon et faussent ainsi la détermination du champ cinématique local par CIN associé à notre échantillon (figure 5A).

ii) dans les zones surfaciques de l'échantillon sans présence de particules de cuivre (figure 5C), la diffusion des oxydes sous l'effet de la température affecte l'adhésion entre le substrat (échantillon) et les microbilles d'or formées suite au démouillage du film d'or. Ceci crée ainsi des craquelures microscopiques (microfissuration) entre l'interface microbille et substrat (voir figure 5D). Ces microcraquelures bougent avec la déformation à une échelle très fine (de l'ordre de quelques micromètres) et faussent aussi les mesures cinématiques par CIN.

Pour pallier ces difficultés, la solution alternative consiste à utiliser un film en cuivre plutôt qu'en or afin d'éviter la formation de solutions solides au voisinage des particules de cuivre. Le démouillage s'est fait en plaçant l'échantillon pendant 24 h dans un four à 300 °C au lieu de 450 °C. Sur la figure 6 sont représentés les résultats obtenus suite à cette nouvelle procédure qui s'avèrent satisfaisants. Le grandissement au MEB considéré donne une résolution spatiale de 0,24 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. Cette valeur de résolution a été choisie pour que la forme des microbilles d'or (de diamètre 1 à 2 μm) ne soit pas sous-échantillonnée (figure 6B).

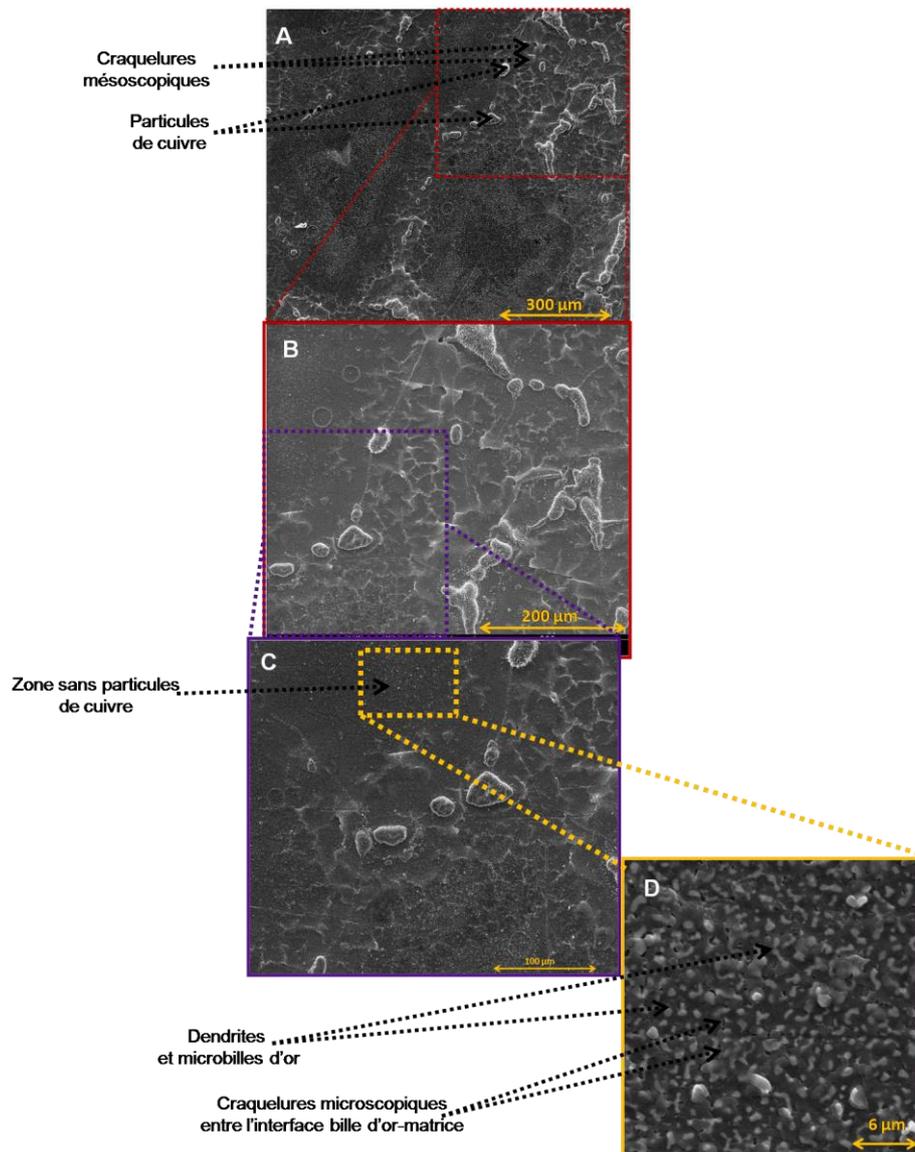


Figure 5. Démouillage d'un film d'or sur un échantillon de sel contenant des particules de cuivre. Les images MEB (prises en SE) ont été prises à trois échelles d'étude différentes (A, B et C) en faisant augmenter le grandissement au MEB pour la même définition des images. (A) : échelle mésoscopique (résolution spatiale de $0,37 \mu\text{m}/\text{pixel}$), (B) : échelle microscopique (résolution spatiale de $0,12 \mu\text{m}/\text{pixel}$) et (C) : échelle d'un point triple (échelle intragranulaire : résolution spatiale de $0,09 \mu\text{m}/\text{pixel}$). (D) : Zoom dans (C) pour montrer les dendrites et les microbilles d'or ainsi que les microcraquelures résultant d'un mauvais démouillage du film d'or.

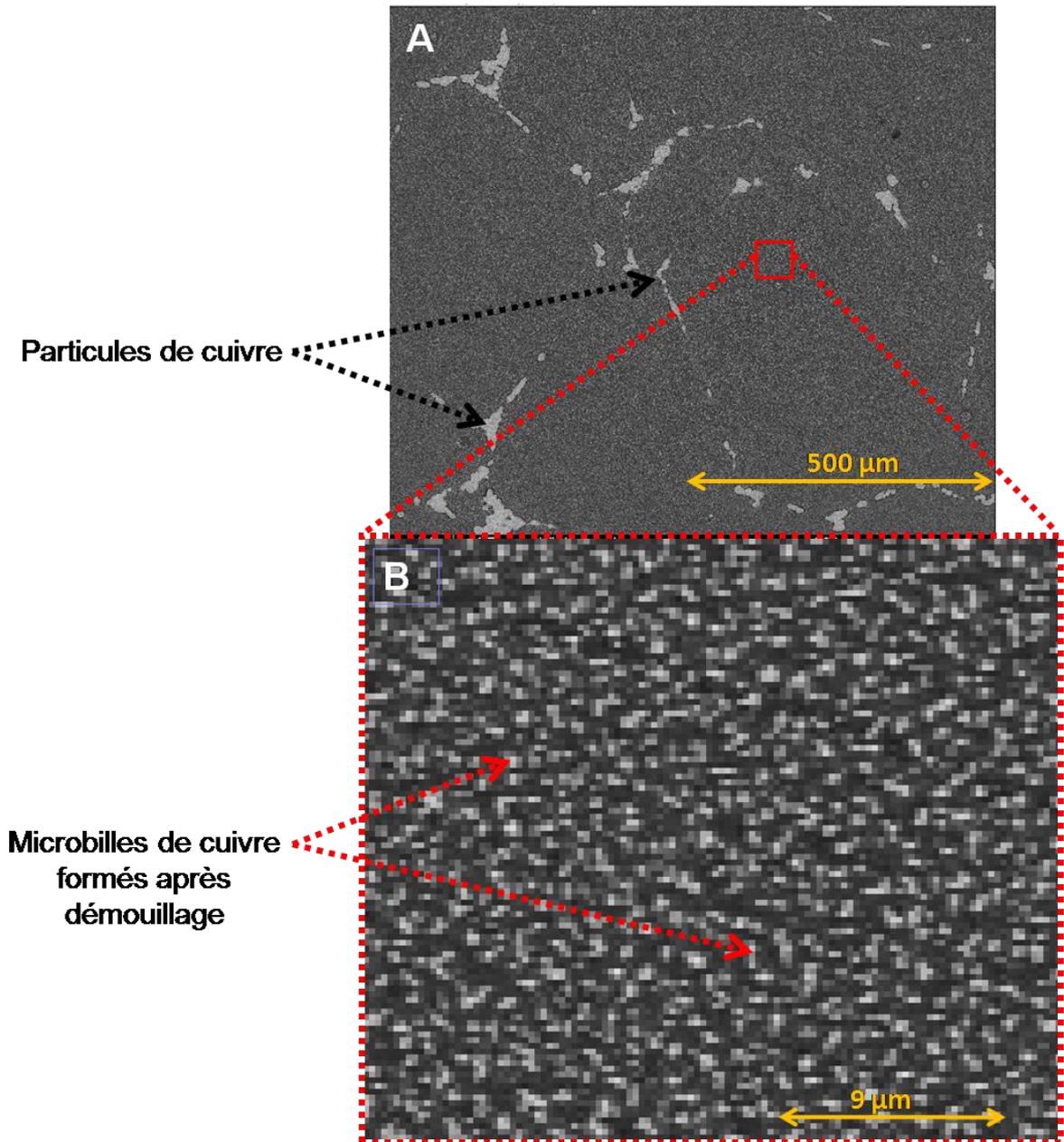


Figure 6. Image MEB (prise en BSE) montrant le démouillage d'un film de cuivre sur un échantillon de sel contenant des particules de cuivre. (A) : on peut voir la distribution des particules de cuivre de l'échantillon qui ségréguent principalement aux joints d'amas de grains. (B) : zoom numérique dans A pour montrer les microbilles de cuivre après démouillage du film de cuivre.

4.3.2. Méthodologie expérimentale adoptée

A la fin du marquage local surfacique nécessaire pour la CIN-MEB de l'échantillon de sel contenant des particules de cuivre (marquage local nécessaire pour la CIV tomographiques), l'expérience ayant pour objectif de comparer les mesures de champs locaux surfaciques et volumiques peut commencer. La méthodologie expérimentale suivie comporte plusieurs étapes que nous allons décrire dans les paragraphes suivants.

4.3.2.1. Acquisition des images de référence

On commence d'abord par acquérir un scan du volume de référence (SXRCT) de l'échantillon. L'échantillon considéré est parallélépipédique de dimension $4 \times 4 \times 5,9 \text{ mm}^3$. Les 2 faces d'appui de l'échantillon ont été rectifiées et polies avec un dispositif de polissage spécifique (voir chapitre 3) développé afin d'avoir une bonne planéité et de limiter les effets de frottement contre les pistons de compression. L'échantillon a été scanné en absorption par un faisceau monochromatique d'énergie environ 32 keV. La camera utilisée est une CMOS de Hamamatsu de définition $2048 \times 2048 \text{ pixels}^2$ avec un objectif 2,5x nous permettant d'atteindre une résolution spatiale de $3,04 \mu\text{m}/\text{voxel}$. Pour cette résolution et du fait de la hauteur du faisceau de 4,6 mm, l'échantillon a été scanné en deux fois, par parties de 4,58 mm de hauteur avec un recouvrement de 2,58 mm. Pour chaque partie, 1501 projections sont acquises pour une rotation complète de l'échantillon de 360° . Le temps de pose est de 400 ms. Le scan dure environ 45 minutes (temps limité dans cette phase préliminaire de développement de la ligne de lumière, par des problèmes de transferts de données ; les développements récents permettraient de réduire considérablement ce temps). Sur la Figure 7 est représentée la microstructure à cœur de l'échantillon d'après le scan de référence.

A la fin du scan, l'échantillon a été recuit sous argon² à $300 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1h grâce à un four à circulation continue d'argon (vitesse de chauffe de $0,1 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Cette étape est nécessaire afin de restaurer les défauts d'irradiation induits par le scan aux rayons X (voir chapitre 3). Ensuite, il est refroidi lentement ($0,1 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) jusqu'à température ambiante. Les étapes de recuit et de refroidissement durent environ 2h et demi.

² Le recuit a été fait sous argon (contrairement aux expériences du chapitre 3) afin d'éviter l'oxydation des microbilles de cuivre déposées sur la surface de l'échantillon (marquage local pour la corrélation d'images MEB).

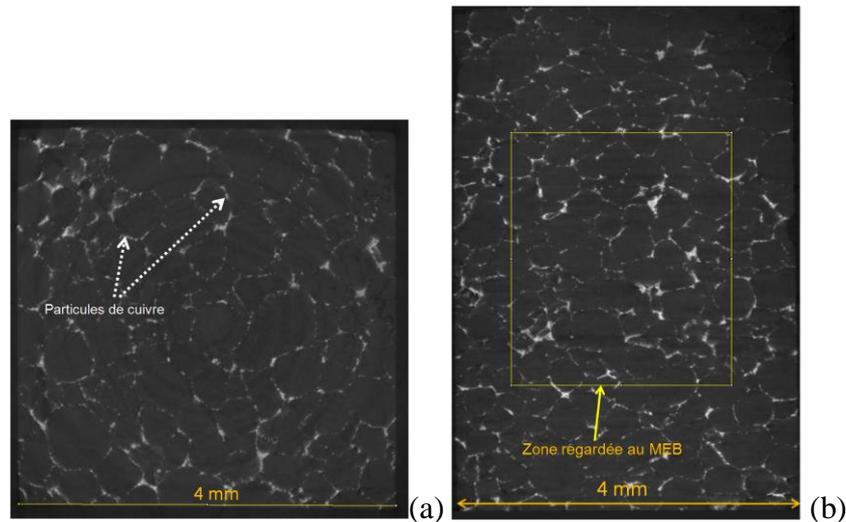


Figure 7. Coupe horizontale à travers le volume reconstruit de l'échantillon de microstructure à gros grains contenant des particules de cuivre aux joints d'amas de grains (a). (b) Coupe verticale à proximité de la face latérale montrant la région sur laquelle la mesure MEB est effectuée. La résolution spatiale est de 3,04 $\mu\text{m}/\text{voxel}$. L'échantillon a été scanné sur la ligne Psiché.

A la fin du recuit, une région d'intérêt (ROI, region of interest en anglais) de la surface de l'échantillon (voir Figure 7b) a été imagée au MEB en électrons rétrodiffusés (voir chapitre 1 pour les conditions d'acquisitions des images). La ROI choisie couvre une grande partie centrale de la surface de l'échantillon et fait 3,0 x 2,8 mm^2 . Pour avoir une bonne résolution spatiale (0,24 $\mu\text{m}/\text{pixel}$), qui permette de tirer avantage du contraste local fourni par les microbilles de cuivre déposées sur la surface de l'échantillon par démouillage d'un film mince (Figure 8b), nous avons couvert la ROI par 9 petites images de 1,00 x 0,92 mm^2 . Sur la Figure 8a est représentée l'image MEB de la ROI (image 16 bits de haute définition 11814 x 10269 pixels) obtenue après assemblage et fusion des 9 petites images précédentes.

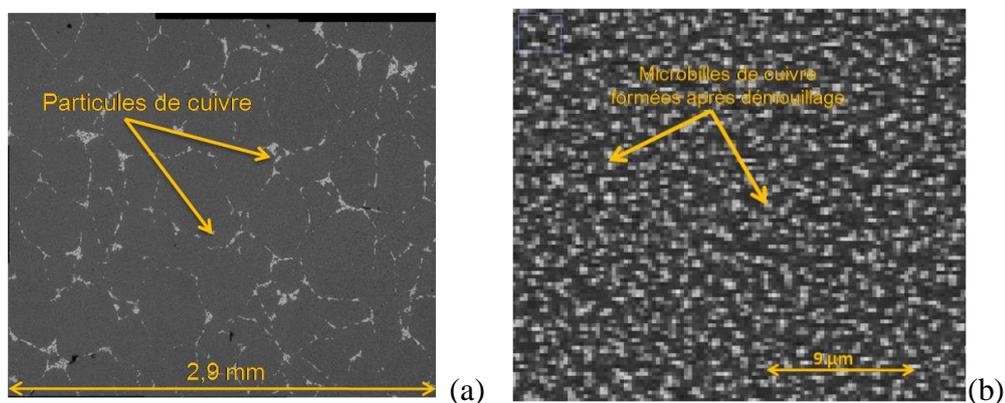


Figure 8. Image MEB de la ROI (a). Zoom dans (a) montrant les microbilles d'or (marquage local surfacique). La résolution spatiale est de 0,24 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

4.3.2.2. Essai mécanique de compression ex-situ

A la fin de l'acquisition des images surfaciques et volumiques (de référence) l'échantillon a été déformé en compression ex-situ grâce à la même machine utilisée pour les tests de compression in-situ uniaxiale à froid MEB, et qui a été présentée au chapitre 3. Dans le cas présent, elle était montée sur un banc d'essai muni d'un dispositif optique avec une caméra AVT GX3300 et un objectif Schneider Kreuznach de 120 mm utilisé avec un grandissement proche de 2 (images 8 bits, 3296×2472 pixels² avec une résolution est de $2,1 \mu\text{m}/\text{pixel}$) et d'une platine motorisée 3 axes, permettant de régler automatiquement la netteté des images au cours de l'essai mécanique (voir Figure 9). Durant l'essai, le niveau de déformation macroscopique était surveillé « en temps réel », en effectuant rapidement et régulièrement de la corrélation d'images optiques. Cette procédure a été possible grâce à un chargement axial lent (à $0,05$ micromètres par seconde). L'échantillon a été déformé en quatre étapes de chargement conduisant à une déformation macroscopique résiduelle mesurée par CIN optique de $-4,1 \%$. Mais, pour des raisons de synthèse, nous allons nous limiter à l'analyse de la deuxième étape de chargement. Pour cette deuxième étape, l'échantillon a été déformé jusqu'à $-0,8 \%$ de déformation macroscopique résiduelle (après décharge complète) mesurée par CIN optique (voir Tableau 1). Pour cette mesure a été considérée une grille régulière de 115×76 points de corrélation, espacés de 22 pixels dans deux directions perpendiculaires (voir section 4.4.1 pour le principe de la CIN). La taille de la fenêtre de corrélation considérée est de 22×22 pixels. Un résultat typique de déformation de von Mises de l'échantillon obtenu par CIN optique est représenté sur la Figure 10. De cette figure, on peut déduire que l'hétérogénéité de la déformation s'organise à deux échelles. On peut premièrement remarquer que la déformation de l'échantillon n'est pas homogène à l'échelle macroscopique : la partie supérieure-gauche de l'échantillon est plus déformée que la partie basse, ce qui est dû à un chargement axial imparfait probablement lié à un défaut de parallélisme des faces d'appui. Deuxièmement, la déformation locale (base de mesure $94 \mu\text{m}$) s'organise en bandes, ce qui est dû aux effets de microstructure du matériau. Ces observations sont cohérentes avec celles du chapitre 3.

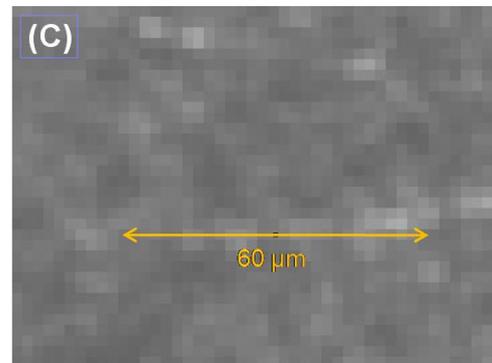
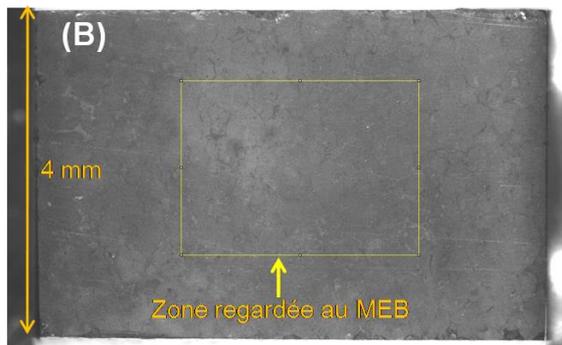
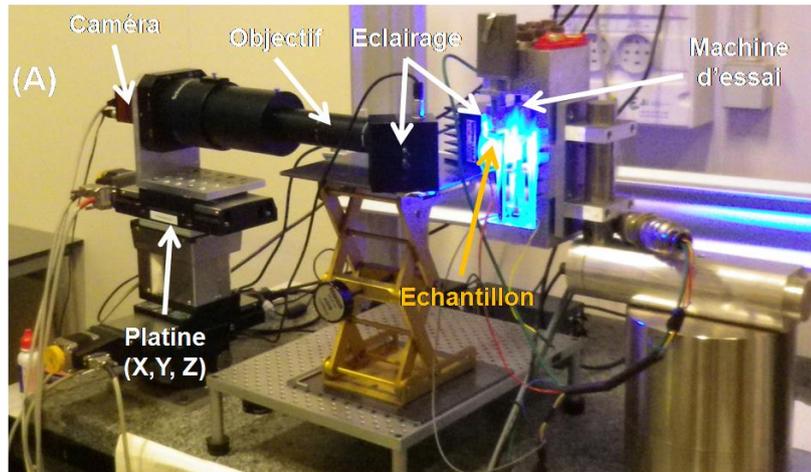


Figure 9. (A) : Dispositif expérimental (mécanique et optique) pour la sollicitation en compression de l'échantillon et le suivi de sa déformation macroscopique par CIN optiques. (B) : Image typique de la surface de l'échantillon obtenue avec la caméra AVT GX3000. On peut voir la ROI sur laquelle la mesure MEB est effectuée. La résolution est de $2,1 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Zoom dans (B) montrant le contraste local (taches blanches) utilisé pour la corrélation d'images optiques (C).

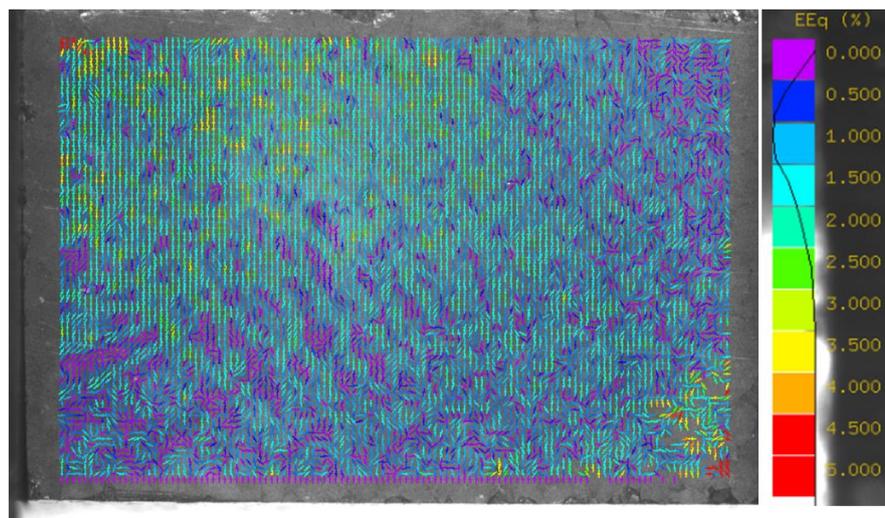


Figure 10. Champ de déformation de Von Mises obtenu par CIN optiques après 0,8 % de déformation macroscopique. La base de mesure est de $94 \mu\text{m}$. Le côté de l'échantillon est environ 4 mm. L'axe de compression est horizontal (direction 11).

Tableau 1. Composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par CIN optiques. La composante principale hors-plan ε_3 est calculée sous l'hypothèse d'une déformation moyenne axisymétrique (voir section 4.4.1).

ε_1	-0,0080
ε_2	0,0049
ε_3	0,0049
$\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$	0,0018

A la fin de l'essai mécanique, des images MEB et tomographiques ont été prises afin de pouvoir les corrélérer aux images de référence acquises initialement avant l'essai mécanique.

4.4. Corrélation d'images numériques surfaciques

4.4.1. Principe

La corrélation d'images numériques (CIN) est une technique expérimentale sans contact qui permet de mesurer le champ de déplacement sur la surface d'un échantillon. Cette technique a pris un essor considérable depuis le début des années 80 en mécanique des matériaux ([Peters et Ranson, 1982], [Sutton et al., 1983], [Chu et al., 1985], [Kahm-Jetter et Chu, 1990]). Elle peut être appliquée sur des images issues d'un microscope optique ([Schreier et al., 2004]) ou électronique à balayage ([Doumalin, 2000], [Doumalin et Bornert, 2000]). Elle permet d'accéder au champ de déplacement (et donc de la déformation) à différentes échelles avec une résolution spatiale très fine (pouvant aller de la dizaine de micromètres à quelques micromètres). Elle a été appliquée pour étudier différents types de matériaux, comme les métaux ([Doumalin, 2000]), les composites ([Brynk et al., 2012]), les roches ([Dautriat, 2009], [Zinsmeister, 2013]), mais aussi les céramiques ([Leplay et al., 2010]).

Le principe de la CIN est identique à celui de la CIV décrit dans le chapitre 3. Toutefois, les deux techniques présentent quelques différences. Dans un souci de concision et dans le but d'alléger ce présent manuscrit, nous n'allons pas rappeler ces différences dans ce chapitre. Le lecteur pourra se référer à l'annexe D consacrée à cet effet.

4.4.2. Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement

La démarche utilisée pour l'estimation des incertitudes sur la mesure du champ de déplacement surfacique locale par CIN est la même que celle décrite au chapitre 3. Elle consiste à imposer une transformation mécanique connue. Il s'agit ici d'une transformation

apparente induite par une modification des conditions d'imagerie : transformation homogène de 0,2 % par variation de grandissement dans notre cas) et à calculer la moyenne et l'écart-type sur la différence entre les champs de déplacement mesuré (par CIN) et théorique (correspondant à la transformation apparente). Ce genre d'analyse a été appliqué sur des images optiques et MEB ([Doumalin, 2000], [Dautriat, 2009]). Les analyses d'erreur de corrélation de nos images MEB ont été effectuées pour deux valeurs distinctes de taille de domaine de corrélation dans le but d'étudier la dépendance de l'incertitude avec cette dernière. Premièrement, la taille de la fenêtre de corrélation est de 31 x 31 pixels. Un maillage régulier de 117 x 91 points de corrélation avec un pas de maillage de 31 pixels a été considéré de telle sorte que les domaines de corrélation des différents points ne se recouvrent pas. Ceci permet de respecter l'hypothèse d'indépendance statistique des différentes mesures. Deuxièmement, une taille de fenêtre de corrélation de 193 x 193 pixels a été considérée. Dans cette dernière analyse, une grille régulière de 19 x 15 points avec un pas de maillage de 193 pixels a été considérée. Dans les deux analyses, Nous avons discrétisé les courbes d'erreur en 25 points, c'est-à-dire que les erreurs moyenne et aléatoire ont été considérées pour 25 intervalles différents de partie fractionnaire du déplacement

La transformation homogène considérée dans l'analyse mesurée par CIN est donnée par l'équation ci-dessous et correspond à une variation de grandissement d'environ 0,2% et une rotation dans le plan d'un angle d'environ 5/100° de degré) :

$$\underline{\underline{F}}^{-1} = \begin{pmatrix} -2,039 \cdot 10^{-3} & -4,200 \cdot 10^{-5} \\ 4,300 \cdot 10^{-5} & -2,029 \cdot 10^{-3} \end{pmatrix} \quad (4.1)$$

Pour une taille de fenêtre de corrélation de 31 x 31 pixels (Figure 11), l'erreur aléatoire (écart type de l'erreur du déplacement) dans les directions X et Y est de l'ordre de 0,023 pixel. Pour une erreur systématique (erreur corrélée avec la partie fractionnaire du déplacement : courbe en S, [Schreier et al., 2000]) maximale de l'ordre de 0,015 pixel. L'erreur aléatoire est environ 1,5 fois plus importante que l'erreur systématique (voir Tableau 2). Les ordres de grandeurs des erreurs estimées sont en accord avec celles trouvées par [Dautriat, 2009] (erreur aléatoire de 0,025 pixel et erreurs systématiques maximales de 0,01 pixel) lors de la corrélation d'images MEB d'échantillons de roches (domaine de corrélation d'environ 65 pixels) acquises suite à une variation de grandissement de 0,14 %. On peut remarquer, toujours sur la Figure 11, que l'allure de la courbe d'erreur systématique selon la direction Y est opposée à celle

selon la direction X. Ceci peut être expliqué par les problèmes de drift du faisceau durant l'acquisition des images MEB.

Les courbes d'erreurs systématiques et aléatoires pour une taille de fenêtre de 193 x 193 pixels sont représentées sur la Figure 12. L'estimation des erreurs de certains points de cette courbe est fautive. En effet, pour ces points, la transformation apparente homogène imposée ne permet pas d'avoir suffisamment de points de corrélation de même partie fractionnaire ce qui fautive la représentativité statistique de l'analyse. Pour cette valeur de domaine de corrélation, nous avons une erreur systématique maximale toujours de l'ordre de 0,015 pixel. Mais l'erreur aléatoire est plus faible que précédemment (domaine de corrélation de 31 x 31 pixels) et est de l'ordre de 0,008 pixel (Tableau 3). Ce résultat montre que dans notre cas une augmentation de la taille de la fenêtre de corrélation n'affecte pas l'erreur systématique mais diminue l'erreur aléatoire. L'erreur aléatoire est donc principalement gouvernée par le bruit des images.

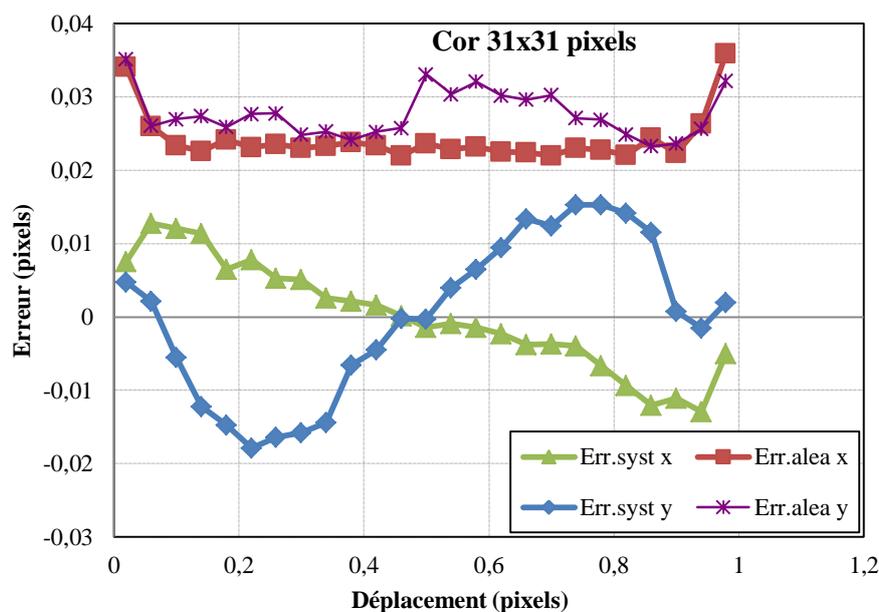


Figure 11. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires pour une taille de fenêtre de corrélation de 31 x 31 pixels.

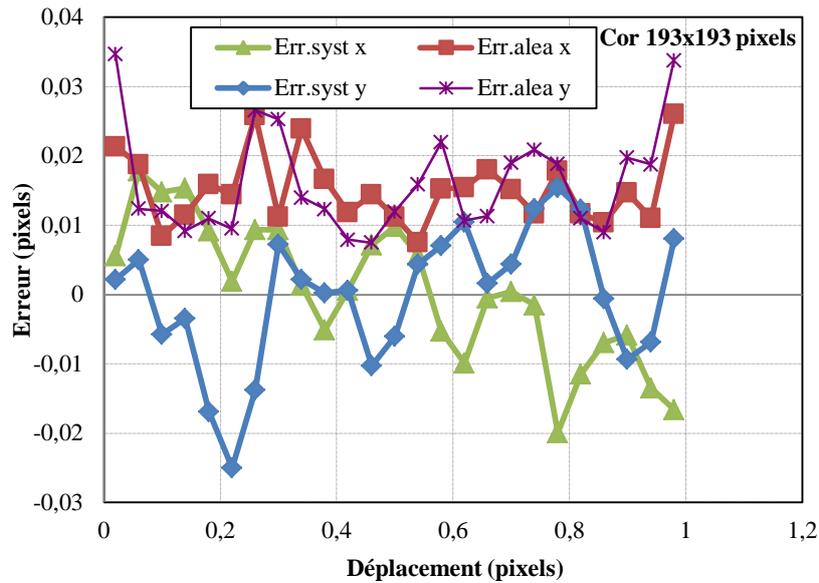


Figure 12. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires pour une taille de fenêtre de corrélation de 193 x 193 pixels.

Tableau 2. Les composantes de l'erreur systématique et aléatoire pour une taille de fenêtre de corrélation de 31 x 31 pixels.

Composantes	Erreur systématique (pixel)	Erreur aléatoire (pixel)
x	0,015	0,023
y	0,015	0,023

Tableau 3. Les composantes de l'erreur systématique et aléatoire pour une taille de fenêtre de corrélation de 193 x 193 pixels.

Composantes	Erreur systématique (pixel)	Erreur aléatoire (pixel)
x	0,015	0,008
y	0,015	0,008

Une formule théorique de l'écart type de l'erreur du déplacement (erreur aléatoire), dans le cas de la présence d'un bruit blanc aléatoire sur $f-g$ (différence entre les images de référence et déformées) de variance σ_f^2 , est proposée par [Roux et Hild, 2006]. D'après les auteurs, l'incertitude sur le déplacement dépend linéairement du bruit d'images, diminue avec la présence de contraste local et diminue avec la taille de la fenêtre de corrélation l . Elle est de l'ordre de $\frac{\sigma_f}{l^* \sqrt{\langle \|\nabla f\|^2 \rangle}}$. Avec cette estimation le rapport $\sigma^{31} / \sigma^{193}$ des erreurs aléatoires pour

des tailles de fenêtre de 31 pixels et 193 pixels doit être de l'ordre du rapport des tailles de

fenêtre de corrélation : $l^{193} / l^{31} = \frac{193}{31} \sim 6$ en toute première approximation. Dans notre cas

$\sigma^{31} / \sigma^{193}$ est de l'ordre 2,9 ; soit 2 fois plus faible que l^{193} / l^{31} . Ceci peut être expliqué par le fait que l'erreur réelle aléatoire est plus complexe que celle décrite par le modèle analytique simplifié, mais aussi par l'évolution du contraste local de l'image déformée acquise.

Les incertitudes associées à la composante axiale (le long de l'axe de compression) du gradient global et local, pour une taille de fenêtre de corrélation de 31 pixels, déduites de l'incertitude σ_x (composante axiale) sur la détermination du champ de déplacement par CIN (voir équation 3.33, chapitre 3) sont respectivement de l'ordre de :

$$\sqrt{\frac{2}{91}} \frac{\sigma_x}{(117 \times 31)} \approx 4,087.10^{-5} \sigma_x \approx 9,401.10^{-7} \text{ et } \frac{\sqrt{3}}{4} \frac{\sigma_x}{31} \approx 1,397.10^{-2} \sigma_x \approx 3,213.10^{-4}$$

Soit une incertitude sur le gradient axial macroscopique de l'ordre de $9.10^{-5} \%$ et de l'ordre de $0,032 \%$ sur le gradient axial local. Ces incertitudes diminuent si on augmente la taille de la fenêtre de corrélation. A noter que ce calcul d'erreur ne tient pas compte des incertitudes liées au balayage (notamment variations de grandissement), qui peuvent être de l'ordre de quelques 10^{-4} avec le MEB et les procédures d'acquisition des images utilisées ([Wang et al 2014]). Ce sont donc ces dernières incertitudes qui gouvernent la précision de la mesure du gradient, moyen et local.

4.5. Résultats de la comparaison des champs volumiques et surfaciques

Dans cette section, nous allons effectuer une comparaison des cartes de déformations locales microstructurales volumiques (obtenues par CIV) et surfaciques (obtenues par CIN). Pour ceci, nous avons ajusté les bases de mesures de déformation surfacique et à cœur afin de pouvoir les comparer. Cette comparaison a été un peu compliquée par le fait que les images volumiques reconstruites de l'échantillon à partir des scans tomographiques sur la ligne Psiché au synchrotron Soleil représentent les échantillons au travers d'une symétrie miroir et doivent être redressée par rapport aux images surfaciques. Autrement dit l'image volumique initiale de l'échantillon est le reflet de son image réelle sur un miroir plan (voir Figure 13). La recherche des zones en correspondance a été une opération délicate pour cette raison. Pour pallier ceci et afin de pouvoir comparer le champ de déformation surfacique d'une face de l'échantillon

calculé à partir d'images MEB avec celui obtenu par corrélation d'images volumiques de microtomographie, nous avons cherché la symétrie des images volumiques initiales par rapport à un plan de symétrie miroir vertical (voir Figure 13A et B).

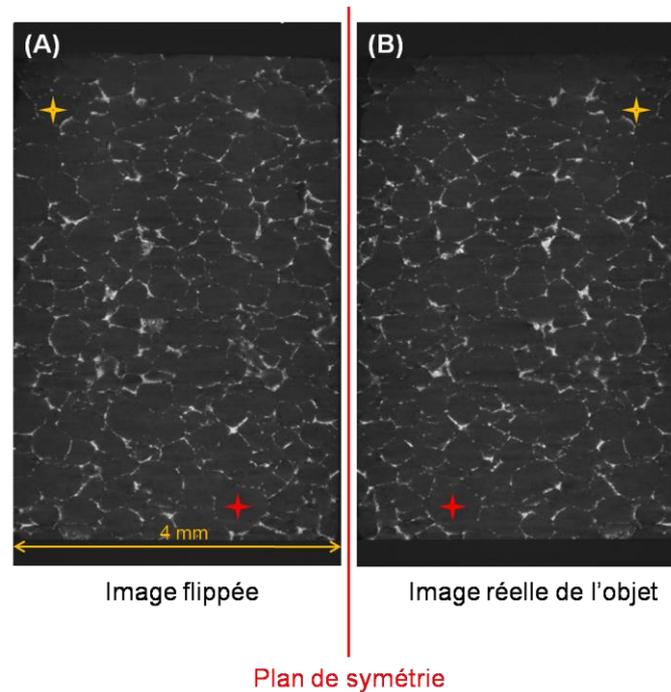


Figure 13. (A) : Coupe verticale à travers le volume initial de l'échantillon reconstruit à la fin du scan. (B) image réelle de la même coupe de l'échantillon, symétrique de (A) par rapport à un plan miroir (plan de symétrie).

A la fin de cette opération, on peut comparer l'image MEB de la face latérale de l'échantillon avec une coupe verticale à travers le volume à proximité³ (à 1 à 2 voxels près) de cette même face (voir Figure 14).

Pour la CIV, nous avons considéré une grille régulière de 37 x 39 x 57 points de corrélation (voir Figure 15) avec un pas de maillage de 31 x 31 x 31 voxels. La taille de la fenêtre de corrélation est de 31 x 31 x 31 voxels, et celle du domaine de recherche de 7 x 7 x 7 voxels. Les composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéarisé ainsi que sa trace obtenues par CIV sont représentées sur le Tableau 4. Les bases orthonormées associées à l'échantillon considéré lors des calculs des déformations (globales et locales) surfaciques et volumiques sont représentées sur la Figure 16. Une valeur négative de déformation correspond à de la compression.

³ Vu que la face latérale de l'échantillon n'est ni parfaitement verticale ni parfaitement plan, il est délicat de faire une coupe verticale à travers le volume qui coïncide exactement avec l'image MEB de la même face latérale.

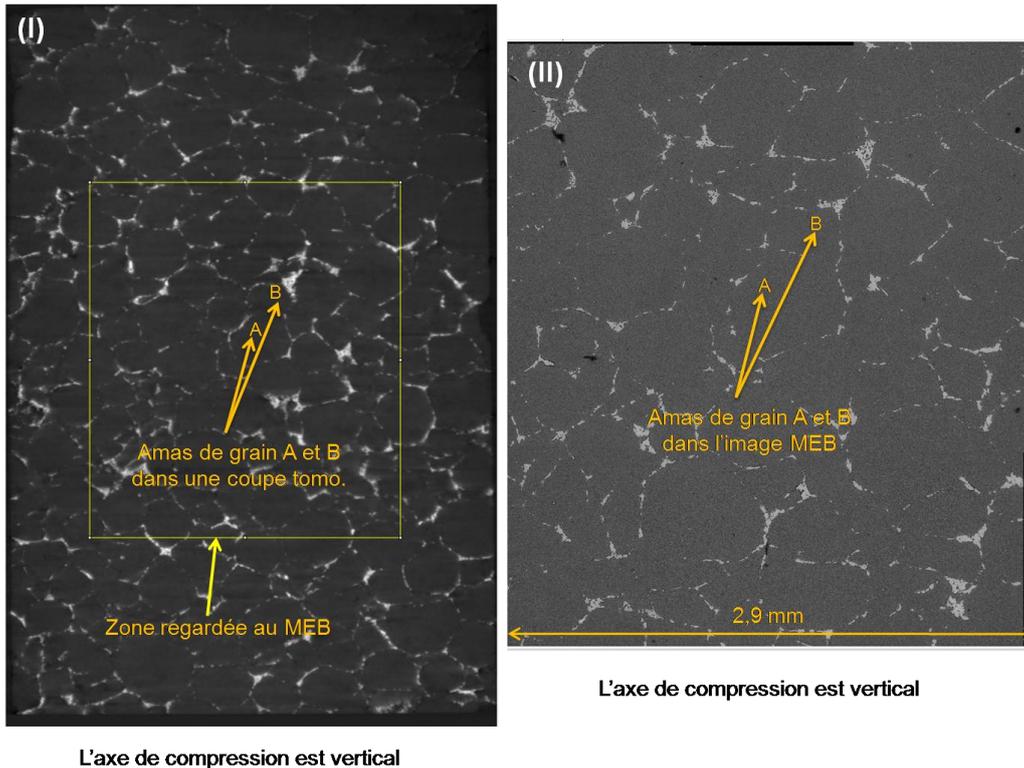


Figure 14. Comparaison image tomographique et image MEB. (I) Coupe verticale à travers le volume à proximité (à 1 à 2 voxels près) de la face latérale montrant la ROI observée au MEB. La résolution spatiale est de $3,04 \mu\text{m}/\text{voxel}$. Le côté de l'échantillon est environ 4 mm. (II) image MEB de la ROI observée. La résolution spatiale est de $0,24 \mu\text{m}/\text{pixel}$. On peut retrouver les mêmes amas de grains (par exemple A et B) dans les deux images, en se repérant aux particules de cuivre ségréguées aux interfaces des grains.

On peut remarquer que la déformation macroscopique résiduelle axiale (le long de l'axe de compression) mesurée par CIV est $-1,13 \%$. Cette valeur est cohérente avec les mesures de déformation macroscopique résiduelle au pied à coulisse (-1%). Elle est égale à $-0,80 \%$ pour la mesure surfacique par CIN optique (voir Tableau 1). La mesure surfacique est donc relativement proche de la mesure volumique. En revanche, l'hypothèse de déformation axisymétrique n'est pas vérifiée.

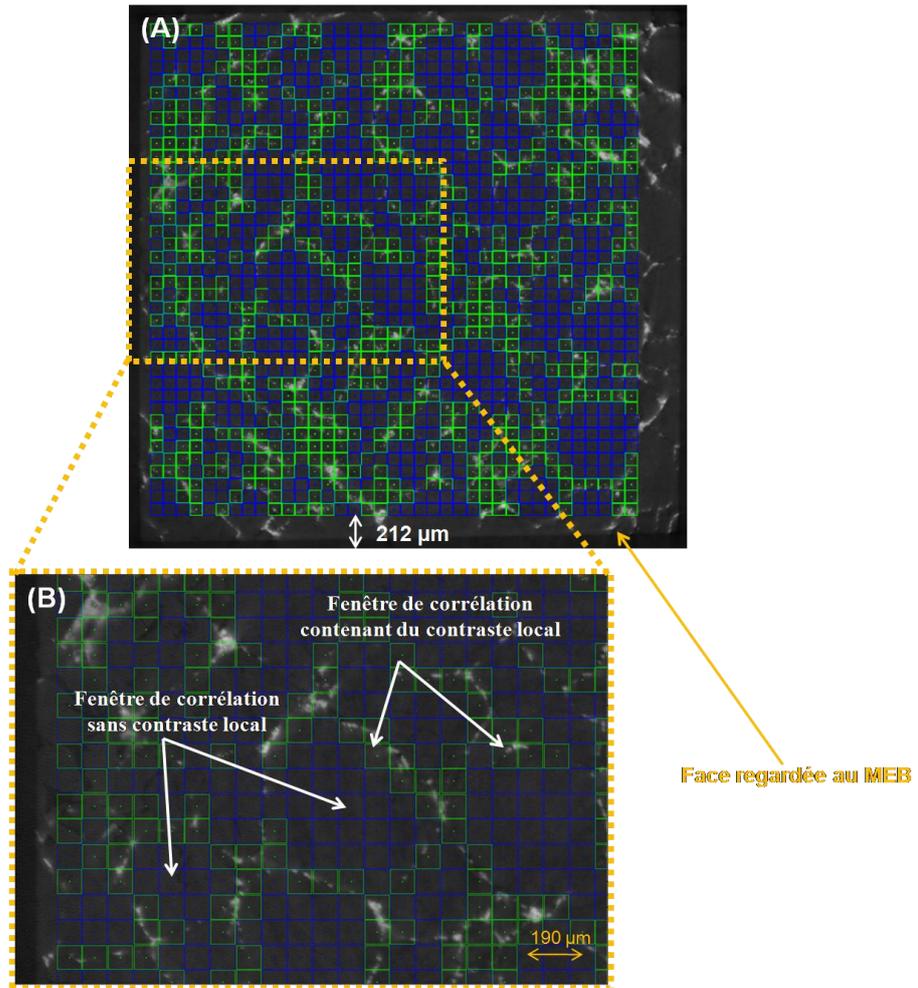


Figure 15. Maillage régulier tridimensionnel de la microstructure (montré sur une coupe horizontale à travers le volume) utilisé pour la CIV. Les points verts sont les points traités avec des algorithmes classiques de CIV (marquage local suffisant) et les points bleus (marquage local insuffisant) avec la procédure décrite au chapitre 3.

Tableau 4. Composantes principales du tenseur de déformation macroscopique linéaire obtenues par CIV et par CIN.

	CIV	CIN
ε_1	0,0090	-0,0097
ε_2	0,0024	0,0051
ε_3	-0,0113	-
$\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$	$2,4320 \cdot 10^{-5}$	-

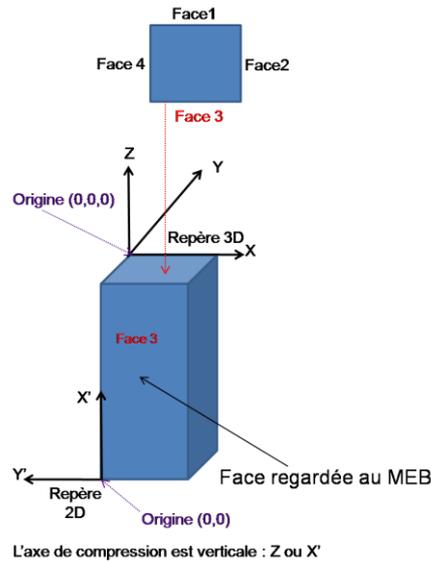


Figure 16. Bases orthonormées associées à l'échantillon pour les mesures surfaciques (O, X', Y') et volumiques (O, X, Y, Z) de déformation. Ainsi que la numérotation des faces latérales de l'échantillon. La face 3 est en face de la source de rayon X.

Sur la Figure 17 est représentée la carte de déformation de von Mises obtenue par CIV. La base de mesure est de 94 μm . Elle est inférieure à la taille moyenne des grains (125 μm). Comme dans le cas des échantillons de sel à gros grains du chapitre 3, on peut remarquer que la déformation de l'échantillon n'est pas homogène à l'échelle globale de l'échantillon. La déformation est aussi hétérogène à une échelle plus locale, correspondant à la microstructure polycristalline. Elle s'organise en bandes espacées de quelques centaines de micromètres (quelques grains).

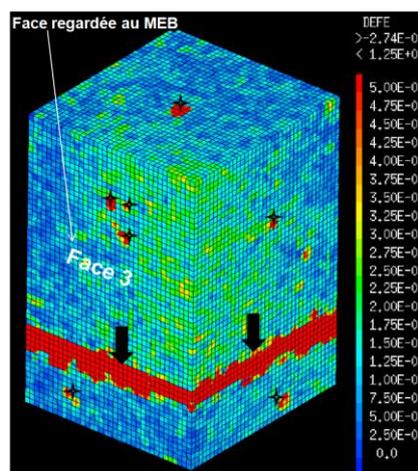


Figure 17. Vue globale de la déformation tridimensionnelle locale de l'échantillon. L'axe de compression est vertical et la base de mesure est de 94 μm . Le côté de l'échantillon fait 4 mm. Les étoiles noires sur la carte montrent les points pour lesquels la mesure de déformation locale est biaisée par la présence d'artéfacts de reconstruction sur les images. La mesure de déformation locale des points se trouvant sur la zone de recouvrement et indiqués par les flèches noires est fausse.

Pour la corrélation d'images MEB de la ROI sur la face latérale (face 3) de l'échantillon (voir Figure 17 et 18), nous avons considéré un maillage régulier de 29 x 24 points de corrélation avec un pas de maillage de 386 x 386 pixels (voir Figure 18A). La taille de la fenêtre de corrélation considérée est de 386 x 386 pixels. Le maillage de la ROI est représenté sur la Figure 18. Le calcul de la déformation macroscopique de l'échantillon par CIN nécessite de prendre quelques précautions. En effet, compte tenu du fait que les images MEB (référence et déformées) de la ROI sont issues de l'assemblage et de la fusion de 9 petites imageries comme décrit dans la section 4.3.2.1, les valeurs relatives de déplacement mesurées par CIN entre deux images distinctes quelconques de ces 9 images (12 au total) n'ont pas de sens mécanique (du fait des erreurs de repositionnement des images qui sont notablement plus importantes que les erreurs de CIN). Pour calculer la déformation macroscopique à partir de l'équation D.10 de l'annexe D, il faudra éviter d'intégrer dans le calcul du gradient moyen les déformations apparentes induites aux jonctions des images lors de leur fusion approximative. La stratégie adoptée consiste à définir des zones strictement à l'intérieur de chacune de ces 9 imageries (voir points bleus de la Figure 18B) et à calculer ensuite le gradient macroscopique de chacune de ces zones afin d'en déduire une valeur approchée mais non biaisée du gradient macroscopique dans la ROI à travers l'équation ci-dessous :

$$\underline{\underline{F}}_{Macro} \approx \sum_{i=1}^9 f_i \underline{\underline{F}}_i \quad (4.2)$$

où $\underline{\underline{F}}_i$ est le gradient moyen de la transformation dans la zone prise dans l'image i ($1 \leq i \leq 9$), calculée via l'équation D.10 de l'annexe D.

f_i , la fraction surfacique de l'image i ($1 \leq i \leq 9$) dans la ROI est donnée par :

$$f_i = \frac{|\Omega_i|}{|\Omega|} \quad (4.3)$$

Ω_i est la surface occupée par l'image i ($1 \leq i \leq 9$) dans la ROI de surface Ω .

Les composantes principales calculées du tenseur de déformation macroscopique linéarisé par CIN sont indiquées sur le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** La déformation macroscopique résiduelle axiale est de -0,97 %. Elle est cohérente avec les mesures obtenues par CIV (-1,13 %) et par CIN optique (-0,8 %). Comme dans le cas des mesures optiques, l'hypothèse de déformation axisymétrique n'est pas vérifiée.

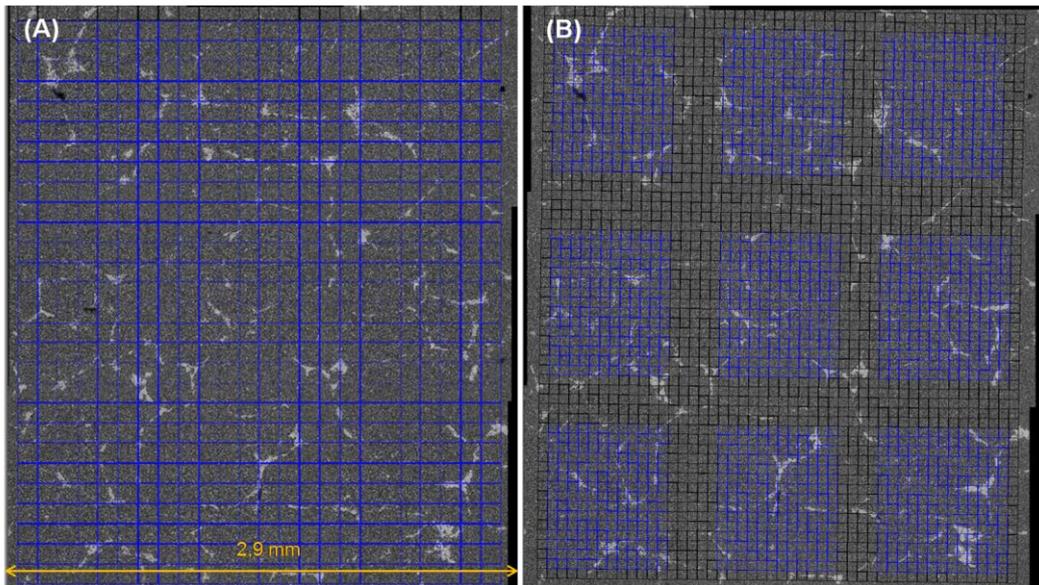


Figure 18. (A) : Maillage régulier surfacique de la microstructure utilisé pour la corrélation d'images MEB. (B) : Les 9 zones utilisées pour le calcul du gradient macroscopique.

La Figure 19B montre la composante axiale de la déformation linéarisée selon l'axe de compression obtenue par la mesure surfacique MEB. La base de mesure est environ $94 \mu\text{m}$. Cette mesure est comparée à la mesure tomographique avec la même base de mesure (Figure 19A). Les déformations ont été calculées avec les mêmes procédures (calcul par éléments finis, voir chapitre 3). Qualitativement, on retrouve la même organisation en bandes (intensité et répartition spatiale) de la déformation (sur la ROI) avec les deux mesures. Il est important de noter que la face latérale de la carte de déformation volumique (Figure 19A) qui est comparée ici avec la mesure surfacique (Figure 19B) ne correspond pas exactement à la face observée au MEB. En effet, afin d'éviter le bord de l'échantillon, le maillage tridimensionnel de la microstructure utilisé pour la CIV ne couvre pas complètement tout le volume de l'échantillon (voir Figure 15). De fait, la face latérale sur la carte de déformation volumique (Figure 19A) est à environ $212 \mu\text{m}$ (70 voxels) en dessous de celle observée au MEB. On compare ainsi une mesure surfacique avec une mesure à cœur (à $212 \mu\text{m}$ environ). Malgré ceci, la répartition spatiale de la déformation pseudo-surfacique (à $212 \mu\text{m}$ environ de profondeur) est qualitativement assez proche de la mesure surfacique. En effectuant des coupes verticales espacées d'environ $94 \mu\text{m}$ à travers le volume de l'échantillon, en partant de la face latérale de la carte de déformation volumique (voir Figure 20), on parvient à une bonne comparaison qualitative de la mesure surfacique MEB avec les mesures volumiques à cœur allant jusqu'à $683 \mu\text{m}$. Même à cette profondeur, on retrouve qualitativement les mêmes bandes de localisations. On peut ainsi affirmer, du moins qualitativement, que la mesure

surfactive de la déformation plastique locale semble bien être représentative des phénomènes à cœur. Les résultats des champs de déformations locaux obtenus grâce aux nouvelles procédures de CIV sont de nouveau en cohérence avec les observations surfaciques.

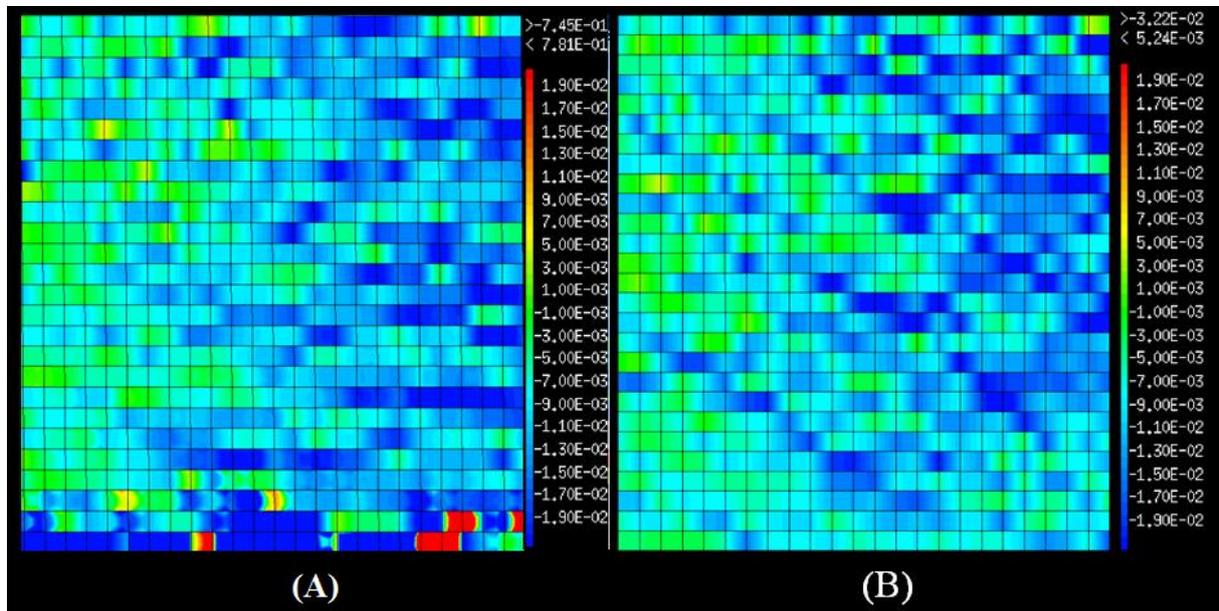


Figure 19. Comparaison entre mesure volumique par CIV tomographique (A) et surfacique par CIN MEB (B). Composante axiale (selon l'axe de compression) de la déformation linéarisée. L'axe de compression est vertical. La base de mesure en (A) et (B) est de 94 μm . Les cercles en (A) et (B) correspondent à la même zone sur l'échantillon. Les flèches blanches en (A) indiquent la zone de recouvrement des images tomographiques.

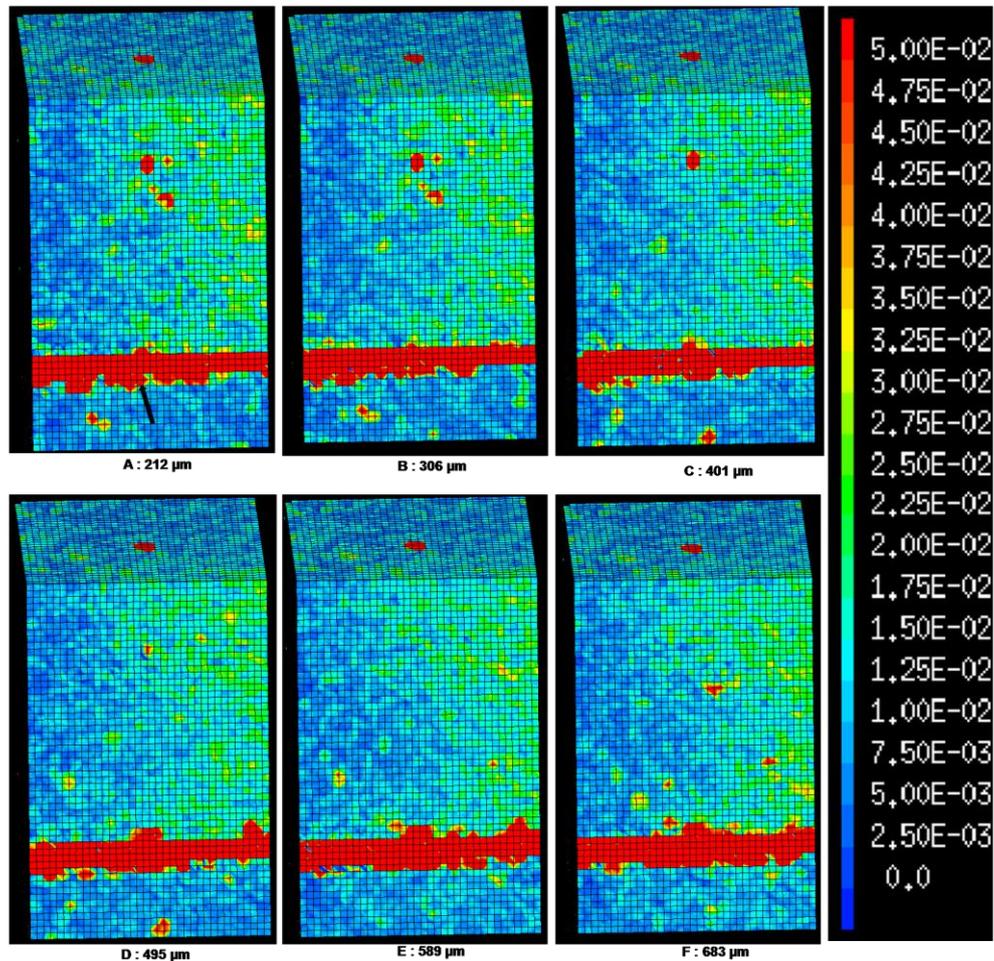


Figure 20. Coupes espacées de 94 μm à travers le volume. (A) : face latérale sur la carte de déformation. (F) : coupe à 471 μm de (A). La flèche noire en (A) indique la zone de recouvrement des images tomographiques.

[Bornert et al., 2004] ont précédemment comparé des mesures surfaciques et tomographiques, mais à une échelle beaucoup plus macroscopique (échelle de l'échantillon). A notre connaissance, nos résultats constituent la première comparaison de champs locaux surfaciques et volumiques à l'échelle d'une microstructure polycristalline.

4.6. Comparaison plus fine de la localisation de la déformation

La comparaison précédente des mesures de champs volumiques et surfaciques montre les mêmes organisations en bandes de localisation de la déformation en volume et en surface. Cependant, la base de mesure commune de 94 μm utilisée pour valider ces outils ne permet pas d'exploiter au mieux la haute résolution des images de surface et le marquage cinématique très fin. Pour voir plus en détail ces bandes de localisation, la stratégie choisie consiste à réduire la base de mesure de déformation locale surfacique de 94 μm à 15 μm . Sur

la Figure 21 on essaie de comparer cette déformation surfacique locale déterminée pour une base de mesure de 15 μm aux mesures tomographiques de déformation de base de mesure de 94 μm . La déformation surfacique est calculée en utilisant le schéma d'intégration 2. On peut remarquer qu'une bande de localisation tridimensionnelle déterminée avec une base de mesure de 94 μm correspond en réalité à une moyenne d'un ensemble de bandes de localisation beaucoup plus fines, observables uniquement pour une base de mesure de 15 μm . Les mesures surfaciques fines permettent de mettre en évidence les localisations intra-granulaires (plasticité cristalline) et inter-granulaires (GBS). En regardant de près une zone sur laquelle on observe du glissement aux joints (voir cercles sur les Figure 21A et B), on se rend compte que sur les cartes de déformation volumique les localisations de la déformation inter-granulaire et intra-granulaires se confondent, du fait de la faible résolution et du marquage imparfait des images volumiques.

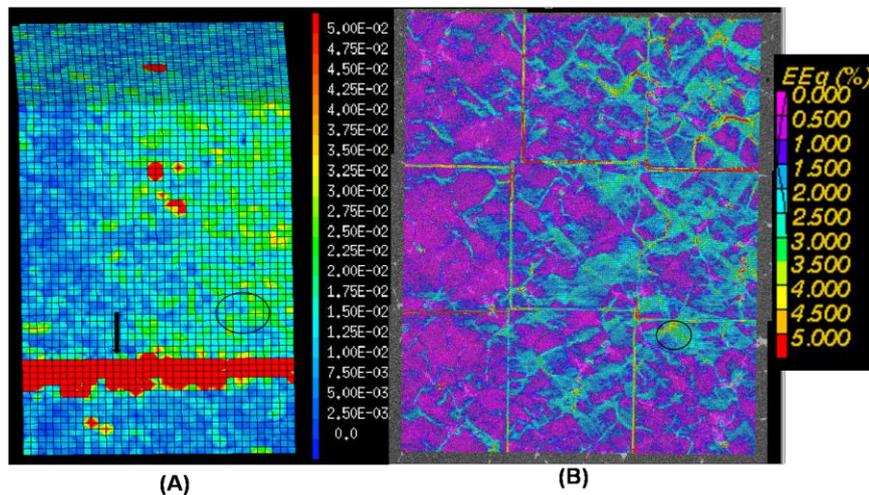


Figure 21. Comparaison en détails de la localisation en bandes sur les cartes de déformation volumique (A) et surfacique (B) de la déformation. La base de mesure volumique est de 94 μm et celle surfacique de 15 μm . Les cercles en (A) et (B) correspondent à la même zone sur l'échantillon. La flèche noire en (A) indique la zone de recouvrement des images tomographiques.

Conclusions générales et perspectives

La thématique de recherche et de développement axée sur le comportement micromécanique des polycristaux suscite l'intérêt d'une grande communauté de chercheurs et ingénieurs. Cette thématique a pris un grand essor avec le développement des moyens d'observation et de caractérisation de la microstructure polycristalline, aussi bien en surface qu'en volume, tels que le MEB couplé à l'analyse cristallographique par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) ou la microtomographie à rayons X. Ces techniques expérimentales permettent d'obtenir diverses informations microstructurales nécessaires à la modélisation micromécanique du comportement des polycristaux.

L'objectif de notre travail consiste à proposer une méthodologie expérimentale micromécanique et multi-échelle, basée à la fois sur les mesures de champs surfaciques et volumiques, permettant d'identifier et d'analyser les mécanismes de déformation plastique microstructurale d'un polycristal de sel gemme. Le choix du matériau sel gemme porte sur le fait que ce travail est une continuité naturelle des études expérimentales antérieures menées dans le cadre de la thèse de M. Bourcier ([Bourcier et al., 2013]). Leurs résultats, basés sur des mesures surfaciques par CIN, ont montré que la déformation plastique d'un polycristal de sel à température ambiante et à 350 °C s'opère à l'échelle de sa microstructure par la combinaison de deux mécanismes élémentaires de déformation : la plasticité cristalline intragranulaire et le glissement aux joints de grains. Si le premier mécanisme est classique et bien connu en plasticité des polycristaux, le deuxième l'est beaucoup moins. Aussi, ces travaux ont engendré des questions légitimes sur la part respective de chaque mécanisme, ainsi que sur l'existence du glissement aux joints en volume et sur la répartition tridimensionnelle de ces mécanismes de déformation. De façon plus générale, existe-t-il des relations simples entre les résultats des mesures surfaciques et volumiques et les mesures de surface sont-elles suffisamment représentatives des phénomènes à cœur ? Dans une optique similaire, une autre interrogation concerne les relations entre les techniques de reconstruction de structures polycristallines, basées sur des caractérisations de surface (EBSD) ou en volume (tomographie en contraste de diffraction, DCT). Nous avons tenté de répondre dans cette thèse à ces différentes interrogations.

La quantification de la contribution du glissement aux joints de grains à la déformation macroscopique a représenté une grande partie de notre travail (chapitre 2). Elle a été faite sur la base des mesures de champs de déplacement obtenus par corrélation d'images numériques

(CIN) MEB d'échantillons de sel pur synthétique, aussi bien pour les essais à température ambiante qu'à 350 °C en. Pour ceci, nous avons généralisé la méthode de répartition de la déformation introduite initialement par [Rupin et al., 2007], pour quantifier la contribution du glissement interphase dans un acier biphasé, à un polycristal de sel gemme. Cette méthode permet de séparer la déformation moyenne intragranulaire de chaque grain aux discontinuités cinématiques intergranulaires. L'application de cette méthode a nécessité le développement d'un maillage adapté à la microstructure obtenu à partir d'une technique de repositionnement précis des points d'un maillage régulier sur les interfaces des grains. Cette procédure se base sur l'image labélisée de la microstructure obtenue à partir d'un algorithme de traitement d'images MEB approprié. Ensuite, une nouvelle procédure de CIN utilisant le nouveau maillage et des masques s'appuyant sur les grains de la microstructure de l'image MEB de référence a été développée afin d'accéder aux gradients moyens intragranulaires et intergranulaires intervenant dans la formulation de la méthode de répartition de la déformation et qui sont nécessaires à la quantification du glissement aux joints de grains. Les résultats obtenus montrent que le glissement aux joints de grains est un mécanisme microstructural élémentaire qui participe à la déformation plastique du sel gemme. Ce mécanisme intergranulaire est activé dès le début de la déformation plastique, au même titre que le glissement intragranulaire, et sa contribution augmente proportionnellement à la déformation macroscopique du matériau. Nous avons trouvé qu'à température ambiante, les contributions du glissement aux joints aux composantes axiales et transversales du gradient macroscopique représentent respectivement 2,5 % et 6,1 %. Cette contribution s'élève respectivement à 4,5 % et 2,4 % des composantes axiales et transversales du gradient macroscopique à 350 °C. Aussi bien à chaud qu'à froid, le glissement aux joints de grains permet d'accommoder les incompatibilités cinématiques entre les différents grains, liées à l'anisotropie marquée de la plasticité cristalline, et joue ainsi un rôle important dans la ductilité du sel gemme. A température ambiante, la composante transversale intergranulaire est plus importante que la composante axiale car le glissement aux joints de grains s'accompagne aussi de micro-endommagement par ouverture transverse (dilatance) des interfaces ayant glissées. A chaud, la faible valeur de la composante transversale comparée à celle de la composante axiale témoigne du fait qu'avec l'augmentation de la température le matériau s'endommage moins au niveau des joints de grains par ouverture de microfissures transverses. Il a aussi été montré qu'à chaud la contribution du glissement aux joints n'est pas linéaire, mais diminue progressivement avec la déformation macroscopique. Ceci reflète un moindre besoin d'accommoder les incompatibilités cinématiques entre les différents grains,

car à chaud il y a activation de plusieurs systèmes de glissement cristallin qui y pourvoient. Les erreurs aussi bien aléatoires que systématiques liées à la quantification de la contribution du glissement aux joints à la déformation macroscopique ont été évaluées analytiquement. La première est de l'ordre de 10^{-5} , alors que la deuxième dépend de la richesse de la transformation locale supposée des points de corrélation sur l'interface des grains, mais aussi de la taille l de ces derniers. Dans nos analyses, cette erreur est typiquement de l'ordre de $10^{-5} \cdot l$. Nous avons développé une procédure expérimentale permettant de réduire ces erreurs et d'augmenter la précision de la quantification. Elle consiste à graver des motifs spéciaux (croix et cercles) par lithographie électronique aux interfaces des grains. Ces motifs apportent un contraste local nécessaire à la quantification du glissement par corrélation d'images, mais sont également parlants en tant que tels de par leur morphologie.

L'extension des mesures surfaciques au cœur du matériau par la technique de corrélation d'images volumiques CIV (chapitre 3) a été rendue possible grâce à la microtomographie à rayons X utilisant le rayonnement synchrotron (ESRF et Soleil) et la technique de CIV. Nous avons tout d'abord amélioré la technique d'élaboration initialement développée dans le but d'obtenir à la fois un matériau à gros grains (100 à 500 μm de diamètre) contenant des particules de cuivre (3-5 % en volume) et un faible pourcentage de porosité résiduelle. Cette amélioration consiste principalement à effectuer des recuits du matériau initialement pressé à 200°C sous confinement isostatique de 150 MPa à très haute température (600 à 700° C) sous confinement de quelques MPa (10^{-5} MPa), dans le but de réduire la porosité résiduelle, source d'initiation de microfissures. Les particules de cuivre (1 à 30 μm de diamètre) ajoutées au matériau peu absorbant nous ont permis d'avoir un marquage local approprié pour la CIV. Un dispositif de polissage spécifique a été conçu afin d'avoir une bonne planéité des faces d'appui et aussi limiter les effets de frottement entre les faces d'appui et les pistons lors de la compression mécanique. Les procédures expérimentales ont dû être adaptées pour pallier les dégâts d'irradiation du matériau sous intense faisceau RX. En effet, nous avons observé qu'un échantillon irradié aux rayons X est beaucoup moins ductile qu'un échantillon non irradié, du fait de la formation de défauts d'irradiation. Afin de pouvoir déformer jusqu'à plusieurs pourcents de déformation plastique le matériau, nous avons effectué des recuits thermiques des échantillons scannés aux RX à 300 °C pendant 1h, afin de restaurer les défauts ponctuels. Nous avons estimé expérimentalement les erreurs systématiques et aléatoires associées à la CIV. Ceci nous a permis de calculer les incertitudes associées au calcul des gradients globaux (à l'échelle de l'échantillon) et locaux (à l'échelle des grains, de l'ordre d'une centaine de

micromètre) tridimensionnels qui sont respectivement de l'ordre de 10^{-5} et 10^{-3} . Nous avons développé une nouvelle procédure de CIV adaptée à notre microstructure cristalline et le marquage local présent dans cette dernière.

Elle consiste à trouver, par interpolation, le déplacement d'un point de corrélation sans contraste local suffisant à partir de celui des 15 points plus proches voisins contenant un contraste local suffisant. Cette procédure nous a permis d'accéder aux champs locaux tridimensionnels de déformation et de variation de volume en tout point de corrélation, y compris les points sans marquage local suffisant. Les résultats montrent que la déformation s'organise à deux échelles d'hétérogénéité. Elle est relativement hétérogène à l'échelle globale, et cela en relation avec la géométrie de l'échantillon et le chargement. Mais à l'échelle de la microstructure cristalline, la déformation s'organise en bandes de déformation plastique espacées d'environ 300 à 500 μm qui s'intensifient avec la déformation. Au sein de ces bandes nous observons une localisation assez importante de la déformation en ouverture au niveau des interfaces des grains, signature de la microfissuration aux joints pour des niveaux importants de déformation. Cette microfissuration intergranulaire a été associée aux mécanismes de glissement aux joints (observés avec des mesures surfaciques, chapitre 2). Une comparaison quantitative des valeurs de déformation macroscopique surfacique et volumique donne des résultats similaires. Une première comparaison qualitative des bandes de déformation et des mécanismes de déformations locaux volumiques et surfaciques (obtenus par CIN optique) a été effectuée.

Une comparaison quantitative des valeurs de déformation macroscopique surfacique et volumique met en évidence des résultats similaires. Les localisations de la déformation en surface (observées par CIN-MEB) et en volume (obtenues avec les nouvelles procédures de CIV-Microtomographie aux rayons X développées au chapitre 3) pour la même base de mesure sont en accord qualitatif. Nous avons montré sur des coupes verticales à travers le volume, allant depuis une surface latérale jusqu'à 683 μm en profondeur, que la répartition spatiale de la localisation de la déformation à cœur suit qualitativement le même patron que celui obtenu avec les mesures surfaciques (MEB) sur cette même face latérale. Nous avons aussi montré, en réduisant la base de mesure de la déformation surfacique obtenue par CIN-MEB (de 94 à 15 μm) que les bandes de localisation tridimensionnelle correspondent en réalité aux moyennes d'un ensemble de bandes plus fines de localisation que l'on ne peut observer avec la résolution des images tomographiques. Pour la même raison, et pour de faibles niveaux de déformation, on ne peut pas observer non plus directement le glissement

aux joints avec les mesures volumiques (sur les cartes de déformation). Néanmoins, le glissement aux joints est indirectement mis en évidence par l'ouverture des interfaces qui apparaît à plus forts niveaux de déformation. En résumé, les bandes de localisations en surface (obtenus par CIN et fine base de mesure) ont été retrouvés dans les bandes de localisation en volume et en proche surface (obtenus par CIV et base de mesure plus grossière). Les mécanismes opérationnels en surface le sont aussi en volume. Ces résultats sont le fruit du premier travail de validation des nouvelles procédures de corrélation développées dans cette thèse. Ils représentent une première dans l'expérimentation micromécanique de la plasticité du polycristal et apportent un début de réponse positif quant à la similarité de l'organisation de la déformation en volume et en surface d'un même échantillon viscoplastique sollicité.

Enfin, pour pouvoir comparer la structure des champs de déformation 3D avec la microstructure cristalline 3D, une analyse des orientations cristallographiques des grains en volume a été réalisée par DCT. Une comparaison des orientations cristallines surfaciques obtenues par EBSD et volumiques obtenues par DCT (ESRF) a été effectuée (chapitre 4). Les résultats obtenus avec ces deux techniques sont en bon accord. Cette étude nous a permis de montrer la possibilité d'utiliser la technique DCT sur un polycristal de sel afin d'accéder à l'orientation cristalline locale à cœur. Elle constitue une étape en vue de la modélisation du comportement viscoplastique.

L'étude micromécanique expérimentale effectuée dans ce travail a permis de tracer les grandes lignes d'une méthodologie, qui reste toutefois encore loin d'être achevée en détails. En premier lieu, une analyse statistique permettant de caractériser la répartition tridimensionnelle de la déformation serait intéressante. Celle-ci pourrait se baser sur les techniques statistiques de caractérisation morphologique, telles que la covariance ([Bornert, 1996]), appliquées aux champs locaux tridimensionnels de déformation. Des analyses de ce genre ont déjà été menées avec succès par [Doumalin et al., 2003] pour caractériser la répartition de la déformation locale surfacique obtenue par CIN-MEB de matériaux hétérogènes. D'autres auteurs ([Barbe, 2009]) ont utilisé cette approche afin de caractériser la localisation tridimensionnelle de la déformation obtenue à partir des modèles numériques de plasticité cristalline.

En deuxième, dans le but d'étudier la représentativité statistique des mesures, une analyse statistique permettant d'estimer le VER pour la déformation locale doit être menée à partir des

mesures de déformation microstructurale, aussi bien surfaciques que volumiques. Ce type d'étude a été réalisé avec succès par [Bourcier et al.,2013] pour les mesures surfaciques en faisant varier la base de mesure et en analysant l'évolution correspondante des fluctuations locales de déformation.

Par la suite, la comparaison des mesures locales de déformation surfacique et à cœur doit être améliorée, et notamment de manière plus quantitative. Celle-ci permettra d'étudier quantitativement la représentativité statistique des mesures surfaciques par rapport à celle à cœur.

Nous avons montré que le glissement aux joints est un mécanisme microstructural qui avait un rôle important dans la déformation plastique d'un polycristal de sel gemme. Nos estimations quantitatives de la contribution de ce mécanisme dans la déformation macroscopique du matériau n'ont été possibles que pour les mesures surfaciques. Une étude similaire doit être poursuivie pour les mesures en volume. Ces données seront essentielles à l'amélioration des modèles micromécaniques de polycristaux. En effet, les modèles classiques de plasticité cristalline ne prennent pas en compte le mécanisme du glissement aux joints dans leur formulation. Or, d'après nos travaux, ce mécanisme apparaît comme indispensable au comportement plastique même dans le cas d'un matériau simple à symétrie cubique et présentant de nombreux systèmes de glissement cristallin.

Enfin, notre étude a montré qu'il était possible de mesurer l'orientation cristalline locale tridimensionnelle d'un polycristal de sel gemme avec la technique DCT. La suite logique de ce travail serait de confronter, pour un échantillon polycristallin de sel dont la microstructure cristalline 3D a été préalablement caractérisée par DCT, les champs mécaniques locaux tridimensionnels du comportement plastique obtenus par CIV-Microtomographie avec ceux obtenus en parallèle par modélisation numérique micromécanique à champs complet. Cette confrontation, avec en premier temps une modélisation viscoplastique classique, permettrait en particulier de démontrer l'importance du mécanisme de glissement aux joints de grains que nous avons mis en évidence. Cette étape ouvrirait la voie à la modélisation viscoplastique du polycristal combinant plasticité intragranulaire et glissement intergranulaire. Cette perspective est d'ailleurs en cours de réalisation, puisque nous disposons d'ores et déjà d'un échantillon millimétrique à microstructure 3D connue. La suite des opérations devrait suivre la même série de procédures que celle décrite au chapitre 4 : 1) marquage de surface par démoillage de Cu, 2) essais mécaniques par étapes, sous suivi optique en « temps réel », avec pour

chaque étape i) acquisition d'images MEB de l'ensemble de la surface, ii) acquisition de volumes par microtomographie à rayons X.

Une dernière suggestion de perspective concerne l'amélioration des moyens d'essai in-situ synchrotron. Nous avons dû effectuer des essais de compression par étapes ex-situ lors de nos expériences au synchrotron (ESRF et Soleil). Lorsqu'il s'agissait de réaliser toutes les différentes mesures (optiques, MEB, tomographie à rayons X) sur les mêmes échantillons, c'était bien la seule solution. Mais dans d'autres cas, où seules les mesures volumiques étaient nécessaires, il aurait été préférable de pouvoir déformer les échantillons avec une machine in-situ, sous le faisceau RX, et ne pas devoir les décharger et démonter pour réaliser les scans tomographiques successifs. Bien que disposant d'une machine adéquate (pouvant monter sur les platines des lignes ID 19 de l'ESRF et Psiché de Soleil), une telle procédure s'est avérée inappropriée à cause des dégâts d'irradiation sur les échantillons, qui durcissaient et se fragilisaient beaucoup. Nous avons dû de ce fait réaliser des séries de tests, alternant compression, scans tomographiques et recuits de restauration. Ces essais sont donc longs et fastidieux dans la mesure où les scans tomographiques sont de type « post-mortem ». De plus, à chaque décharge suivie d'un scan, puis d'un repositionnement, on prend le risque de modifier les conditions aux limites du chargement (mise en place de faces d'appui). Afin d'amélioration des essais sous tomographie, il faudrait disposer d'une presse équipée d'un système de chauffage. Ceci est pour le moment délicat, car le corps du bâti qui transmet l'effort est en polycarbonate (transparent aux RX), sensible aux températures excédant 100° C. Une étude de machine à corps d'aluminium est actuellement en cours.

Références bibliographiques

- [1]. [Allais et al., 1994] Allais, L., M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. 1994. Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metallurgica et materialia*, vol 42, n°11, p. 3865-3880.
- [2]. [Amiot et al, 2013] Amiot, F., M. Bornert, P. Doumalin, J.C. Dupré, M. Fazzini, J.J. Orteu, C. Poilâne, L. Robert, R. Rotinat, E. Toussaint, B. Wattrisse, and J.S. Wienin. 2013. Assessment of digital image correlation measurement accuracy in the ultimate error regime: Main results of a collaborative benchmark. *Strain*, vol 49, p. 483-496.
- [3]. [Ashby, 1972] Ashby, M.F., A first report on deformation-mechanism maps. 1972. *Acta Metallurgica* (pre 1990), vol 20, p. 887-897.
- [4]. [Ashby et Verall, 1978] Ashby, M. F., and R. A. Verall. 1978. Micromechanisms of flow and fracture, and their relevance to the rheology of the upper mantle. *Phil. Tran, R. Soc. Lond.A.*, vol 288, p. 59-95.
- [5]. [Barbe et al., 2001] Barbe, F., L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud. 2001. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1: F.E. model. *Int. J. Plast*, vol 17, p. 513–536.
- [6]. [Barbe et al., 2009] Barbe, F., R. Quey, A. Musienko, and G. Cailletaud. 2009. Three-dimensional characterization of strain localization bands in high-resolution elastoplastic polycrystals. *Mechanics Research Communications*, vol 36, p. 762–768.
- [7]. [Baruchel et al., 2000] Baruchel, J., J.Y. Buffière, E. Maire, P. Merle, and G. Peix. 2000. X-Ray Tomography in Material Science. *Hermès Science Publications*.
- [8]. [Baudin, 2010] Baudin, T. 2010. Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations. *Techniques de l'Ingénieur*, ref. M 4138:21p.
- [9]. [Bay et al., 1999] Bay, B.K., T.S. Smith, D.P. Fyhrhie, and M. Saad. 1999. Digital Volume Correlation: Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Experimental Mechanics*, vol. 39, n°3, p. 217-226.
- [10]. [Bérest et al., 2004] Bérest, P., P.A. Blum, J.P. Charpentier, H. Gharbi and, F. Valès. 2004. Fluage du sel gemme sous très faibles charges. *C. R. Geoscience*, vol 336, p. 1337–1344.
- [11]. [Bérest et al., 2012] Bérest, P., J. Béraud, M. Bourcier, A. Dimanov, H. Gharbi, B. Brouard, K. De Vries, and D. Tribout . 2012. Very slow creep tests on rock samples. In *7th conf. Mech. Beh. of Salt. Balkema*, volume 7.
- [12]. [Blum, 1973] Blum, W. 1973. Activation analysis of steady-state deformation of single and polycrystalline sodium chloride. *Philosophical Magazine*, vol 28, p. 245-259.

- [13]. [Bonnet et Frangi, 2006] Bonnet, M et Frangi, A. 2006. Analyse des solides déformables par la méthode des éléments finis. *Editions Ecole Polytechnique*, 298 pages
- [14]. [Boller et al., 2010] Boller, E., P. Tafforeau, W. Ludwig, L. Helfen, T. Weitkamp, L. Salvo, P. Cloetens, and J. Baruchel. 2010. Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3D des matériaux à l'ESRF. *Matériaux 2010*, Nantes.
- [15]. [Bornert, 1996] Bornert, M. 1996. Morphologie microstructurale et comportement mécanique; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées. *Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, France.
- [16]. [Bornert et al., 2004] Bornert, M., P. Doumalin, and E. Maire. 2004. Mesure tridimensionnelle des champs de déformation par corrélation d'images tomographiques. *Colloque Photomécanique*, Albi.
- [17]. [Bornert et al., 2009] Bornert, M., F. Brémand, P. Doumalin, J.C. Dupré, M. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, S. Mistou, J. Molimard, J.J. Orteu, L. Robert, Y. Surrel, P. Vacher, B. Wattrisse. 2009. Assessment of digital image correlation measurement errors: methodology and results. *Experimental Mechanics*, 49 (3), 353-370.
- [18]. [Bornert et al., 2011] Bornert, M., J.J. Orteu, and S. Roux. 2011. Corrélation d'images, in Mesures de champs et identification, M. Grédiac, and F. Hild. *Traité MIM, série Matériaux et métallurgie, Eds., Hermes Science*, Chap. 6, 175-208.
- [19]. [Bourcier, 2012] Bourcier, M. 2012. Étude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium. *Thèse de doctorat, École Polytechnique*, France.
- [20]. [Bourcier, 2013] Bourcier, M., M. Bornert, A. Dimanov, E. Héripré, and J.L. Raphanel. 2013. Multiscale experimental investigation of crystal plasticity and grain boundary sliding in synthetic halite using digital image correlation. *J. Geophys. Res. Solid Earth*, vol. 118, n°2, p. 511–526.
- [21]. [Bretheau et Castelnau, 2006] Bretheau, T., O. Castelnau. 2006. Les contraintes résiduelles : d'où viennent-elles ? Comment les caractériser ?, Chap. 5 (p. 123-154). *Rayons X et Matière (RX2006), Ed. R. Guinebretière, P. Goudeau, Hermès*
- [22]. [Bruchon, 2014] Bruchon, J.F. 2014. Analyse par microtomographie aux rayons X de l'effondrement capillaire dans les matériaux granulaires. *Thèse de doctorat, Université Paris-Est*, France.
- [23]. [Brynk et al., 2012] Brynk, T., R.M. Molak, M. Janiszewska, and Z. Pakiela. 2012. Digital image correlation measurements as a tool of composites deformation description. *Computational Materials Science*, vol 64, p. 157–161.
- [24]. [Buffière et al., 2014] Buffière, J.Y., E. Maire, W. Ludwig, L. Salvo, E. Boller, E. Guillard, and S. Roux. 2014. Tomographie utilisant le rayonnement synchrotron, dans Imagerie 3D en mécanique des matériaux, J.Y. Buffière, and E. Maire. *Traité MIM, série Matériaux, Eds., Hermes Science*, Chap. 5, 163-191.

- [25]. [Carter et Heard, 1970] Carter, N., and H. Heard 1970. Temperature and rate dependent deformation of halite. *American Journal of Science*, vol 269, p. 193–249.
- [26]. [Castañeda, 2002] Castañeda, P.P. 2002. Second-order homogenization estimates for nonlinear composites incorporating field fluctuations: I—theory. *J. Mech. Phys. Solids*, vol 50, p. 737–757.
- [27]. [Chu et al., 1986] Chu, T., W. Ranson, M. Sutton, and W. Peters. 1985. Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, vol. 25, n°3, p. 232-244.
- [28]. [Dautriat, 2009] Dautriat, J. 2009. Comportement hydromécanique des roches réservoirs sous contraintes : Relations entre évolution de perméabilité et échelles des mécanismes d’endommagement. *Thèse de Doctorat, École Polytechnique, France*.
- [29]. [Desbois et al., 2011] Desbois, G., J. Urai, P. Kukla, J. Konstanty and C. Baerle. 2011. High-resolution 3D fabric and porosity model in a tight gas sandstone reservoir: a new approach to investigate microstructures from mm- to nm-scale combining argon beam cross-sectioning and SEM imaging. *J. of Petroleum Science and Engineering*, vol 78, p. 243-257.
- [30]. [Dimanov et al., 1998] Dimanov, A., G. Dresen, and R. Wirth. High temperature creep of partially molten plagioclase aggregates. 1998. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth (1978–2012)*, vol 103 (B5), p. 9651-9664.
- [31]. [Dimanov et al., 2007] Dimanov, A., E. Rybacki, R. Wirth, and G. Dresen. 2007. Creep and strain-dependent microstructures of synthetic anorthite–diopside aggregates. *Journal of Structural Geology*, vol 29 (6), p. 1049-1069.
- [32]. [Dimanov et Dresen, 2005] Dimanov, A., and G. Dresen. 2005. Rheology of synthetic anorthite diopside aggregates: Implications for ductile shear zones. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth (1978–2012)*, vol 110 (B7).
- [33]. [Doumalin et Bornert, 2000] Doumalin, P., and M. Bornert. 2000. Micromechanical applications of digital image correlation techniques. P.Jacquot and J.M. Fournier (eds), *Interferometry in Speckle Light, Theory and Applications, Springer*, p. 67-74.
- [34]. [Doumalin, 2000] Doumalin, P. 2000. Microextensométrie locale par corrélation d’images numériques : application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage. *Thèse de Doctorat, École Polytechnique, France*.
- [35]. [Doumalin et al., 2003] Doumalin, P., M. Bornert, et J. Crépin. 2003. Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes. *Mécanique & Industries*, vol 4, p. 607–617.
- [36]. [Feissel, 2011] Feissel, P. 2011. Du déplacement à la déformation, dans Mesures de champs et identification, M. Grédiac, and F. Hild. *Traité MIM, série Matériaux et métallurgie, Eds., Hermes Science*, Chap. 7, p. 209-241.

- [37]. [Follet et al., 2005] Follet, H., K. Bruyère-Garnier, F. Peyrin, J.P. Roux, M.E. Arlot, B. Burt-Pichat, C. Rumelhart, and P.J. Meunier. 2005. Relationship between compressive properties of human os calcis cancellous bone and microarchitecture assessed from 2D and 3D synchrotron microtomography. *Bone*, vol. 36, p. 340-351.
- [38]. [Follet, 2002] Follet, H. 2002. Caractérisation biomécanique et modélisation 3D par imagerie X et IRM haute résolution de l'os spongieux humain : Évaluation du risque fracturaire. *Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France*.
- [39]. [Garcia et al., 2002] Garcia, D., J.J. Orteu, and L. Penazzi. 2002. A combined temporal tracking and stereo-correlation technique for accurate measurement of 3D displacements: application to sheet metal forming. *Journal of Materials Processing technology*, vol. 125-126, p. 736-742.
- [40]. [Gaye et al., 2013] Gaye, A., M. Bourcier, E. Héripré, M. Bornert, A. Dimanov, J. Raphanel, and K. Sab. 2013. Quantitative investigation of grain boundary sliding in halite rock by SEM in situ testing and full field strain measurements. *Proceedings of Photomechanics 2013, Montpellier, France*.
- [41]. [Gérard et al., 2009] Gérard, C. , F. N'Guyen, N. Osipov, G. Cailletaud, M. Bornert, and D. Caldemaison. 2009. Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading. *Computational Material Science*, vol. 46 (3), p. 755-760.
- [42]. [Germaneau, 2007] Germaneau, A. 2007. Développement de techniques de mesure dans le volume : photoélasticimétrie 3D par découpage optique et corrélation volumique par tomographie optique et rayons X. Application à l'étude des effets mécaniques 3D dans les structures et les biomatériaux. *Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, France*.
- [43]. [Grangeat, 2002] Grangeat, P. 2002. La tomographie – Fondements mathématiques, imagerie microscopique et imagerie industrielle. *Hermès Science Publications, Paris*.
- [44]. [Guillope et Poirier, 1978] Guillope, M., and J. P. Poirier. 1978. Dynamic recrystallization during creep of single-crystalline halite: An experimental study. *J. of Geophysical Research: Solid Earth*, vol 84 (B10), p. 5557-5567.
- [45]. [Hansen, 2014] Hansen, F.D. 2014. Micromechanics of isochoric salt deformation, *Conf. American Rock Mechanics Association, Minneapolis, paper 14-7012*.
- [46]. [Hernandez-Castillo et al., 2005] Hernandez-Castillo, L.E., J.H. Beynon, C. Pinna, and S. Van Der Zwaag. 2005. Micro-scale strain distribution in hotworked duplex stainless steel, *Steel Research International*, vol. 76(2-3), p. 137-141.
- [47]. [Héripré et al., 2007] Héripré, E., M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Roos, M. Bornert, and D. Caldemaison. 2007. Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *Int. J. of Plasticity*, vol 23 (9), p. 1512-1539.

- [48]. [Héripéré, 2006] Héripéré, E. 2006. Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl. *Thèse de Doctorat, École Polytechnique*, France.
- [49]. [Hild et Roux, 2014] Hild, F., and S. Roux. 2014. Corrélation d'images volumiques, dans *Imagerie 3D en mécanique des matériaux*, J.Y. Buffière, and E. Maire. *Traité MIM, série Matériaux, Eds., Hermes Science*, Chap. 8, p. 227-266.
- [50]. [Kahm-Jetter et Chu, 1990] Kahm-Jetter, Z.L., and T.C. Chu. 1990. Three-dimensional displacement measurements using digital image correlation and photogrammic analysis. *Experimental Mechanics*, vol. 30, n°1, p. 10-16.
- [51]. [Kröner, 1958] Kröner, E. 1958. Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls. *Z. Phys.*, vol 151, p. 504-518.
- [52]. [Lebensohn et Tomé, 1993] Lebensohn, R.A., and C.N. Tomé. 1993. A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: Application to zirconium alloys. *Acta Metall. Mater.* Vol. 41, p. 2611–2624.
- [53]. [Lebensohn, 2001] Lebensohn, R.A. 2001. N-site modeling of a 3D viscoplastic polycrystal using fast fourier transform. *Acta Mater*, vol 49, p. 2723–2737.
- [54]. [Lenoir et al., 2007] Lenoir, N., M. Bornert, J. Desrues, P. Bésuelle, and G. Viggiani. 2007. Volumetric Digital Image Correlation Applied to X-ray Microtomography Images from Triaxial Compression Tests on Argillaceous Rock. *Strain*, vol. 43, n°3, p. 193-205.
- [55]. [Leplay et al., 2010] Leplay, P., J. Réthoré, S. Meille, and M.C. Baietto. 2010. Damage law identification of a quasi brittle ceramic from a bending test using digital image correlation. *J. of the European Ceramic Society*, vol 30, p. 2715–2725.
- [56]. [Liu et Castañeda, 2004] Liu, Y., and P.P. Castañeda. 2004. Second-order theory for the effective behavior and field fluctuations in viscoplastic polycrystals. *Mech. Phys. Solids*, vol 52, p. 467–495.
- [57]. [Ludwig et al., 2009] Ludwig, W., P. Reischig, A. King, M. Herbig, E. M. Lauridsen, G. Johnson, T. J. Marrow, and J. Y. Buffiere. 2009. Three-dimensional grain mapping by X-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis. *Review of Scientific Instruments*, 80(3):033905–9.
- [58]. [Maire et al., 2004] Maire, E., L. Salvo, P. Cloetens, and M. Di Michiel Marco. 2004. Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux. *Techniques de l'ingénieur*, ref. IN 20.
- [59]. [Masson et al., 2001] Masson, R., M. Bornert, P. Suquet and A. Zaoui. 2001. An affine formulation of the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals. *Mech. Phys. Solids*, vol 48, p. 1203–1227.

- [60]. [Moulinec et Suquet, 1994] Moulinec, H., and P. Suquet. 1994. A fast numerical-method for computing the linear and nonlinear mechanical properties of composites. *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série II, Mécanique, physique, chimie, sciences de l'univers, sciences de la terre*, vol 318/11, p. 1417-1423.
- [61]. [Munson et Dawson, 1984] Munson, D., and P. Dawson. 1984. Salt constitutive modeling using mechanism maps. In *1st conf. Mech. Beh. of Salt*. vol 1, p. 717–737.
- [62]. [Musienko et al., 2007] Musienko, A., A. Tatschl, K. Schmidegg, O. Kolednik, R. Pippan, and G. Cailletaud. 2007. Three dimensional finite element simulation of a polycrystalline copper specimen. *Acta Mat*, vol. 55, p. 4121-4136.
- [63]. [Nguyen et al., 2011] Nguyen, T.L., S.A. Hall, P. Vacher, and G. Viggiani. 2011. Fracture mechanisms in soft rock: Identification and quantification of evolving displacement discontinuities by extended digital image correlation. *Tectonophysics*, vol 503, p. 117–128.
- [64]. [Orteu et al., 2009] Orteu, L. Robert, Y. Surrel, P. Vacher, and B. Wattrisse. 2009. Assessment of digital image correlation measurement errors: methodology and results. *Experimental Mechanics*, vol. 49, n°3, p. 353-370.
- [65]. [Petch, 1953] Petch, N. 1953. The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol 174, p. 25-28.
- [66]. [Peters et Ranson, 1982] Peters, W., and W. Ranson. 1982. Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, vol 21, n°3, p. 427–432.
- [67]. [Picard et al., 2012] Picard, D., A. Dimanov, and J. Raphanel. 2012. Experimental investigation of structures and rheology on halite single-crystals: In-situ approach. *European Geosciences Union*, Vienne (Autriche).
- [68]. [Prakash et Lebensohn, 2009] Prakash, A., and R.A. Lebensohn. 2009. Simulation of micromechanical behavior of polycrystals: finite elements versus fast Fourier transforms. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng*, vol 17, p. 064010 (16p).
- [69]. [Poirier, 1985] Poirier, J.P. 1985. Creep of crystals: High-temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals. Cambridge University Press, 260 pp.
- [70]. [Raabe et al., 2001] Raabe, D., M. Sachtleber, Z. Zhao, F. Roters, and S. Zaefferer. 2001. Micromechanical and macromechanical effects in grain scale polycrystal plasticity experimentation and simulation. *Acta Mater*, vol, 49, p. 3433–3441.
- [71]. [Randle et al., 1988] Randle, V., B. Ralph, and D. Dingley. 1988. The relationship between microtexture and grain boundary parameters. *Acta Metall*, vol. 36, p. 267–273.

- [72]. [Randle et Engler, 2000] Randle, V., and O. Engler. 2000. Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping. *CRC Press, Taylor & Francis*.
- [73]. [Raskin, 2009] Raskin, A. 2009. Rappels atomistiques, structure des métaux, des alliages et des céramiques. *Société Francophone de Biomateriaux Dentaires*. 41 pages.
- [74]. [Reischig et al., 2013] Reischig, P., A. King, L. Nervo, N. Viganó, Y. Guilhem, W.J. Palenstijn, K.J. Batenburg, M. Preuss, and W. Ludwig. 2013. Advances in X-ray diffraction contrast tomography: flexibility in the setup geometry and application to multiphase materials. *Journal of Applied Crystallography*, vol. 46, n°2, p. 297-311.
- [75]. [Réthoré et al., 2007] Réthoré, J., S. Roux, and F. Hild. 2007. From pictures to extended finite elements: Extended digital image correlation. *Comptes Rendus de Mécanique*, vol 335 (3), p. 131–137
- [76]. [Réthoré et al., 2007] Réthoré, J., F. Hild, and S. Roux. 2008. Extended digital image correlation with crack shape optimization. *Int. J. for Numerical Methods in Engineering*, vol 73 (2), p. 248-272.
- [77]. [Roux et Hild, 2006] Roux, S., and F. Hild. 2006. Stress intensity factor measurements from digital image correlation: post-processing and integrated approaches. *Int. J. Fract*, vol 140, n°1-4, p. 141-157.
- [78]. [Rupin, 2007] Rupin, N. 2007. Déformation à chaud de matériaux biphasés: modélisations théoriques et confrontations expérimentales. *Thèse de Doctorat, École Polytechnique, France*.
- [79]. [Schmid et Boas, 1935] Schmid, E., et W. Boas. 1935. Kristallplastizität. *Springer Verlag, Berlin*.
- [80]. [Schreier et al., 2000] Schreier, H.W., J.R. Braasch, and M.A. Sutton. 2000. Systematic errors in digital volume correlation caused by intensity interpolation, *Optical Engineering*, vol. 39, n°11, p. 2915-2921.
- [81]. [Schreier et al., 2004] Schreier, H., D. Garcia, and M.A. Sutton. 2004. Advances in light microscope stereo vision. *Experimental Mechanics*, vol. 44, n°3, p. 278-288.
- [82]. [Smith et al., 2002] Smith, T.S., B.K. Bay, and M.M. Rashid. 2002. Digital volume correlation including rotational degrees of freedom during minimization, *Experimental Mechanics*, vol. 42, n°3, p. 272-278.
- [83]. [Soppa et al., 2001] Soppa, E., P. Doumalin, P. Binkele, T. Wiesendanger, M. Bornert and S. Schmauder. 2001. Experimental and numerical characterisation of in-plane deformation in two-phase materials. *Computational Materials Science*, vol 21 (3), p. 261-275.
- [84]. [Soula et al., 2009] Soula, A., Y. Renollet, D. Boivin, J.L. Pouchou, D. Locq, P. Caron, and Y. Bréchet. 2009. Analysis of high-temperature creep deformation in a polycrystalline nickel-base superalloy, *Mat. Sci. Eng. A*, vol. 510-511, p. 301-306.
- [85]. [Stokes, 1966] Stokes, R.J. 1966. Mechanical properties of polycrystalline sodium chloride. *Proc. British ceramic society*, vol 8-6, p. 189-207.

- [86]. [Sutton et al., 1983] Sutton, M.A., W.J. Wolters, W.H. Peters, W.F. Ranson, and S.R. McNeill. 1983. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, vol 1(3), p. 133–139.
- [87]. [Sutton et al., 2009] Sutton, M. A., J.J. Ortu, and H.W. Schreier. 2009. Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications. *Springer Science+Business Media*, New York.
- [88]. [Syha et al., 2013] Syha, M., T. Andreas, L. Barbara, G. Andreas, L. Wolfgang, W. Daniel, and G. Peter. 2013. Validation of three-dimensional diffraction contrast tomography reconstructions by means of electron backscatter diffraction characterization. *J. Appl. Cryst.*, vol.46, n°4, p. 1145–1150.
- [89]. [Tariel, 2009] Tariel, V. 2009. Image analysis of cement paste: relation to diffusion transport. *Thèse de doctorat, École Polytechnique*, France.
- [90]. [Taylor, 1938] Taylor, G.I. 1938. Plastic Strain in Metals. *J. Inst. Metals*, vol. 62, p. 307-327.
- [91]. [Urai et Spiers, 2007] Urai, J.L., and C.J. Spiers. 2007. The effect of grain boundary water on deformation mechanisms and rheology of rocksalt long-term deformation. *Proc. 6th Conf. on Mechanical behavior of salt. Saltmech6*. Eds. M.Wallner, K. Lux, W. Minkley, H. Hardy. Taylor and Francis, 2007.
- [92]. [Viganò et al., 2014] Viganò, N., W. Ludwig, and K.J. Batenburg. 2014. Reconstruction of local orientation in grains using a discrete representation of orientation space. *J. Appl. Cryst.*, vol 47, p. 1826-1840.
- [93]. [Wang et al., 2009] Wang, Y.Q., M.A. Sutton, H.A. Bruck, and H.W. Schreier. 2009. Quantitative error assessment in pattern matching: effects of intensity pattern noise, interpolation, strain and image contrast on motion measurements. *Strain*, vol. 45, n°2, p. 160-178.
- [94]. [Wang et al., 2010] Wang, L.L., E. Héripéré, S. El Outmani, D. Caldemaison, and M. Bornert. 2010. A simple experimental procedure to quantify image noise in the context of strain measurements at the microscale using DIC and SEM images. *14th International Conference on Experimental Mechanics, Poitiers, France*.
- [95]. [Wang et al., 2014] Wang, L., M. Bornert, E. Héripéré, S. Chanchole, and A. Tanguy. 2014. Full-field measurements on low-strained geomaterials using environmental scanning electron microscopy and digital image correlation: improved imaging conditions. *Strain*, in press. doi:10.1111/str.12076.
- [96]. [Wanten et al., 1993] Wanten, P.H., C.J. Spiers, and C. Peach. 1993. Deformation of NaCl single crystals at $0,27T_m < T < 0,44T_m$. *3rd conf. on the mechanical behaviour of salt*, Palaiseau, preprint pp 103-114.
- [97]. [Zeghadi, 2005] Zeghadi, A. 2005. Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins. *Thèse de Doctorat, École des Mines de Paris, France*.

[98]. [Zinsmeister, 2013] Zinsmeister, L. 2013. Étude de l'évolution hydromécanique d'un carbonate après altération chimique. Application des méthodes de corrélation d'images 2D et 3D à la mesure des champs locaux de déformation lors d'essais mécaniques à différentes échelles. *Thèse de doctorat, École Polytechnique, France.*

Caractérisation et modélisation du bruit d'un imageur à rayon X

Sommaire

1.1. Introduction et contexte	222
1.2. Caractérisation du bruit de l'imageur	223
1.3. Modélisation du bruit de l'imageur	224

1.1. Introduction et contexte

Nous proposons dans cette annexe une caractérisation et une modélisation du bruit d'un imageur à rayons X fabriqué par Varian (PaxScan 2520, voir figure 1) utilisé pour l'acquisition des radiographies (ou projections) du microtomographe à rayons X du laboratoire Navier. Le bruit aléatoire qualifié de bruit quantique est une source d'erreur irréductible, qui induit des incertitudes lors de l'évaluation des champs de déplacements par CIV (voir chapitre 3). En effet, le bruit présent sur les radiographies se retrouve aussi sur les images volumiques reconstruites (figure 2). L'imageur à rayons X considéré dans cette étude est constitué de plusieurs capteurs en silicium amorphe et d'un scintillateur en oxysulfure de gadolinium ou en iodure de césium. Le scintillateur ayant pour rôle de transformer les photons X en rayonnement visible (voir chapitre 3 section 3.4.2.3).



Figure 1. Imageur PaxScan® 2520 de Varian.

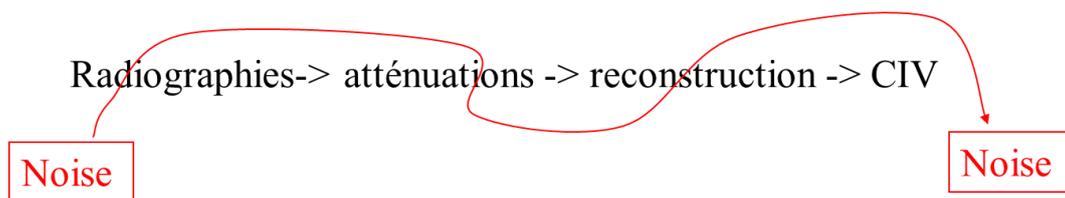


Figure 2. Schéma illustrant la relation entre le bruit d'entrée présent dans les radiographies et son répercussion sur la CIV.

La taille de l'imageur est de 1920×1560 pixels² avec une taille réelle de pixel de $127 \mu\text{m}$. Les radiographies considérées dans la suite ont pour taille 1456×1840 pixels² et sont codées en 16 bits.

1.2. Caractérisation du bruit de l'imageur

La procédure qui sera utilisée dans cette annexe a été initialement appliquée par [Wang et al., 2010] sur des images MEB. Elle consiste à acquérir une série d'images dans les mêmes conditions d'acquisition et ensuite effectuer des statistiques sur ces dernières afin d'accéder au bruit aléatoire pour un niveau de gris donné. Dans notre cas, l'analyse a été effectuée sur 150 images successives de l'imageur (sans échantillon¹) prises avec une fréquence d'acquisition de 3 images par seconde dans les mêmes conditions d'acquisition (tension de 90 kV et un courant de 130 μ A.). Ensuite, on suppose que tous les pixels ayant la même valeur de niveau de gris dans l'image moyenne des 150 images acquises ont la même statistique de bruit (même nombre de photons X recueilli). L'analyse consiste à calculer l'écart type du niveau de gris de ces pixels ayant la même valeur de niveau de gris à partir des pixels équivalents sur les 150 images.

L'évolution de l'écart type du niveau de gris en fonction de la valeur du niveau de gris est représentée sur la figure 3. On peut remarquer que l'écart type du niveau de gris augmente avec la valeur du niveau de gris. On observe de fortes fluctuations de l'écart type du niveau de gris lorsqu'il n'y a pas suffisamment de pixel ayant la même valeur de niveau de gris (voir histogramme niveau de gris de la figure 3).

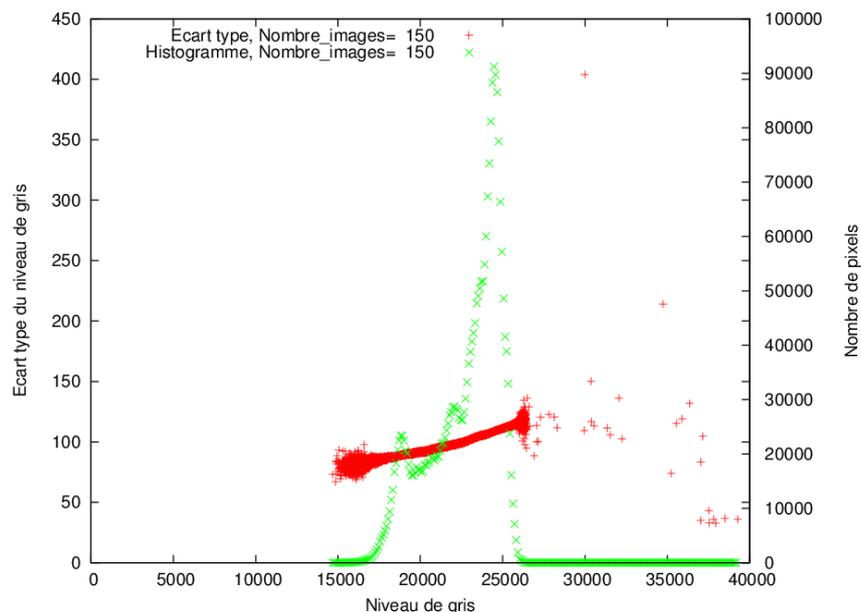


Figure 3. Ecart type du niveau de gris en fonction de la valeur du niveau de gris et histogramme de niveau de gris de l'image moyenne.

¹ Cette analyse peut être faite en présence d'échantillon.

1.3. Modélisation du bruit de l'imageur

Une méthode permettant de caractériser le bruit a été obtenue dans la section précédente. Dans cette section, on propose une modélisation du bruit. Cette modélisation se base sur l'hypothèse selon laquelle la loi statistique suivie par le nombre de photons reçu par pixel suit un processus de Poisson c'est-à-dire que la variance du nombre de photons est égale à son espérance mathématique.

Le nombre de photons moyen reçu en un pixel X pendant un temps d'intégration T peut être relié au niveau de gris de ce dernier par la relation suivante ([Wang et al., 2010]):

$$S(X, T) = c(T) \times N(X, T) \quad (\text{A.1})$$

où $S(X, T)$ est le niveau de gris du pixel X pendant le temps d'intégration T ,

$N(X, T)$ est le nombre de photons reçu par le même pixel pendant le même temps d'intégration T .

$c(T)$ est une constante de proportionnalité appelée facteur de conversion ou contraste, elle est indépendante de la position du pixel X .

Pour prendre en compte les fluctuations du niveau de gris dues à une variation de la source durant le temps d'intégration, l'équation A.1 peut être réécrite en introduisant une nouvelle constante $b(T)$ indépendante de la position du pixel :

$$S(X, T) = c(T) \times (N(X, T) - b(T)) \quad (\text{A.2})$$

A partir de l'équation A.2, on peut écrire la relation permettant de relier l'écart type du niveau de gris à celui du nombre de photons :

$$\sigma[S(X, T)] = c(T) \times \sigma[N(X, T)] \quad (\text{A.3})$$

De l'équation A.3, on peut remarquer que l'écart type du niveau de gris est proportionnel à celui du nombre de photons

En supposant que le nombre de photons arrivant sur le pixel X est une variable aléatoire suivant une loi de Poisson, on a:

$$\sigma[N(X, T)] \approx \sqrt{N(X, T)} \quad (\text{A.4})$$

Ce qui permet de réécrire l'équation A.3 sous la forme suivante :

$$\sigma[S(X,T)] \approx c(T) \times \sqrt{N(X,T)} \quad (\text{A.5})$$

A partir des équations A.2 et A.5, on peut relier l'écart type du niveau de gris à la valeur du niveau de gris :

$$\sigma[S(X,T)] \approx \sqrt{c(T) \times S(X,T) + c(T)^2 \times b(T)} \quad (\text{A.6})$$

L'équation A.6 permet de bien modéliser le bruit de l'imageur (voir figure 4). En calibrant ce modèle de bruit sur les résultats, on obtient la relation suivante :

$$\sigma[S(X,T)] \approx \sqrt{(0.629 \pm 0.003) \times S(X,T) + (-3870.720 \pm 58.760)} \quad (\text{A.7})$$

Les valeurs de contraste et de brillance déduites de l'équation A.7 sont : $c(T)=0.629$ et de $b(T)=-9782.482$.

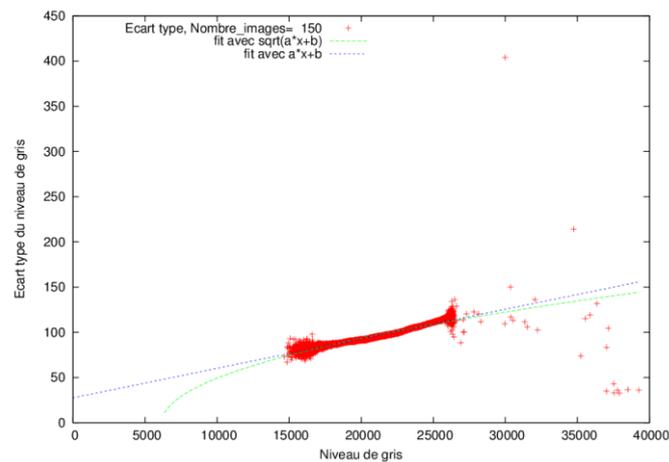


Figure 4. Ecart type du niveau de gris en fonction de la valeur du niveau de gris et calibration du modèle de bruit proposé.

En effectuant la même analyse de caractérisation du bruit de l'imageur pour plusieurs valeurs de courant allant de 5 à 560 μA^2 et une valeur de tension de 90 kV permettant de parcourir toute la plage d'utilisation de l'imageur, on obtient les résultats de la figure 5. De cette figure, on peut noter que pour des valeurs de niveau de gris supérieures à 35000, on sature le détecteur. D'où l'intérêt d'utiliser le détecteur dans les conditions de non-saturation. En calibrant le modèle de bruit donné par l'équation A.6 sur les données de la figure 5, pour des

² Pour chaque valeur de courant, on acquiert 150 projections avec une fréquence de 3 images par seconde.

valeurs de niveaux de gris inférieures à 35000 (voir figure 6), on obtient la relation donnée par l'équation A.8.

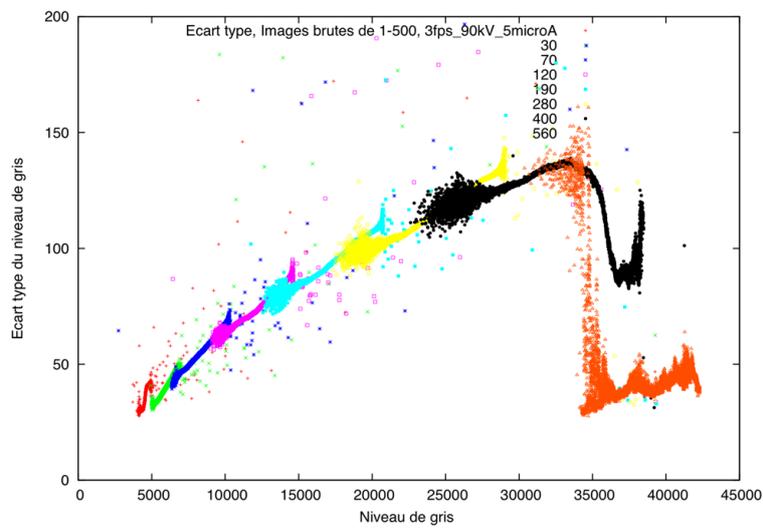


Figure 5. Ecart type du niveau de gris en fonction de la valeur du niveau de gris pour une tension de 90 kV et des valeurs de courant allant de 5 à 560 μm.

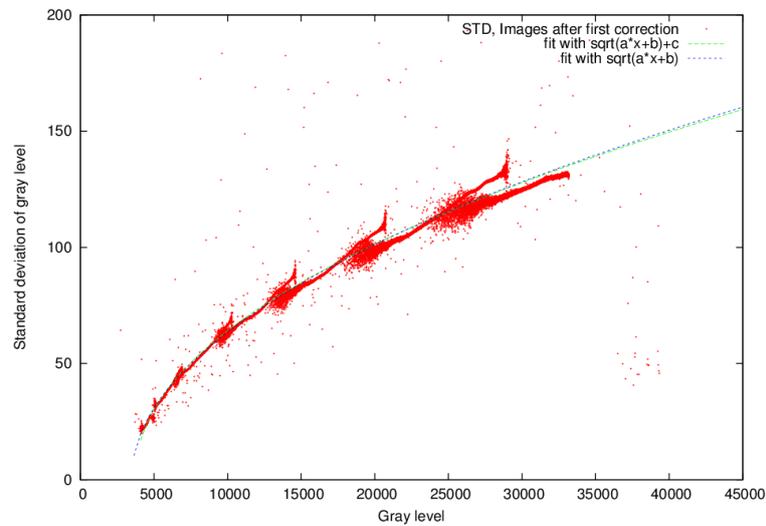


Figure 6. Ecart type du niveau de gris en fonction de la valeur du niveau de gris et calibration du modèle de bruit proposé.

$$\sigma[S(X, T)] = \sqrt{(0.619 \pm 0.0098) \times S(X, T) + (-2141.790 \pm 13.900)} \quad (\text{A.8})$$

Les valeurs de contraste et de brillance obtenues sont : $c(T)=0.619$ et de $b(T)=-5589,791$.

Avec ce modèle (équation A.8), la valeur de niveau de gris à saturation (35000) de l'imageur correspond à un nombre de photons maximal N_{max} égal à 50953.

Effet de la taille de la fenêtre de corrélation sur les erreurs de CIV de l'échantillon D

Sommaire

1.1. Estimation des erreurs pour un domaine de corrélation de taille 10 x 10 x 10 voxels	230
1.1.1. Courbes des erreurs	230
1.1.2. Comparaison des erreurs	230

1.1. Estimation des erreurs pour un domaine de corrélation de taille 10 x 10 x 10 voxels

1.1.1. Courbes des erreurs

L'analyse d'erreur initialement menée sur l'échantillon D a été effectuée pour un domaine de corrélation de 40 x 40 x 40 voxels (chapitre 3 section 3.7.1.4). Dans cette annexe, nous allons effectuer l'analyse d'erreurs pour un domaine de corrélation plus petit, c'est-à-dire de 10 x 10 x 10 voxels, afin d'étudier l'effet de la taille de fenêtre de corrélation sur les erreurs systématiques et aléatoires. L'analyse a été menée indépendamment sur les trois parties (haut, milieu et bas) de 2048 x 2048 x 1024 voxels de l'échantillon D. Sur chaque partie, l'analyse d'erreur a été effectuée en considérant une grille régulière de 115 x 119 x 197 points de corrélation avec un pas de maillage de 10 x 10 x 10 voxels. La taille du domaine de corrélation est de 10 x 10 x 10 voxels. Pour cette petite valeur de fenêtre de corrélation, il n'y a pas suffisamment de contraste local (particules de cuivre) dans la majorité des fenêtres de corrélation. De ce fait, avant l'analyse par CIV, nous effectuons une labellisation des points de corrélation en fonction du contraste local contenu dans ces derniers (voir chapitre 3, section 3.10). Pour ce faire, nous calculons l'écart-type du niveau de gris dans chaque fenêtre de corrélation, ramené au niveau de gris moyen, qui représente le niveau de contraste présent dans cette dernière. Si la valeur trouvée est supérieure à un seuil de contraste acceptable (égale à 0,15 dans notre cas), alors le contraste local présent dans le domaine de corrélation est considéré comme acceptable. Dans le cas contraire, il n'y a pas suffisamment de contraste. Nous considérons dans l'analyse d'erreurs que les points présentant suffisamment de contraste local (selon le critère précédent). Pour la construction de la courbe d'erreurs systématiques en fonction de la partie fractionnaire du déplacement, nous avons considéré 26 points. Nous avons en effet discrétisé les courbes d'erreurs en 26 points, c'est-à-dire que les erreurs systématique et aléatoire ont été considérées pour 26 intervalles différents de partie fractionnaire du déplacement.

1.1.2. Comparaison des erreurs

Sur les figures 1, 2 et 3 sont représentées les courbes d'erreurs systématiques et aléatoires des parties supérieures (haut), centrales (milieu) et inférieures (bas) obtenues pour une taille de fenêtre de corrélation de 10 x 10 x 10 voxels. Ces courbes sont à comparer avec les figures 32, 33 et 34 du chapitre 3 obtenues pour une fenêtre de corrélation de 40 x 40 x 40 voxels. La

comparaison montre que l'erreur aléatoire augmente si on diminue la taille de la fenêtre de corrélation. On trouve des erreurs systématiques légèrement plus petites pour la taille de fenêtre de corrélation de 10 x 10 x 10 voxels.

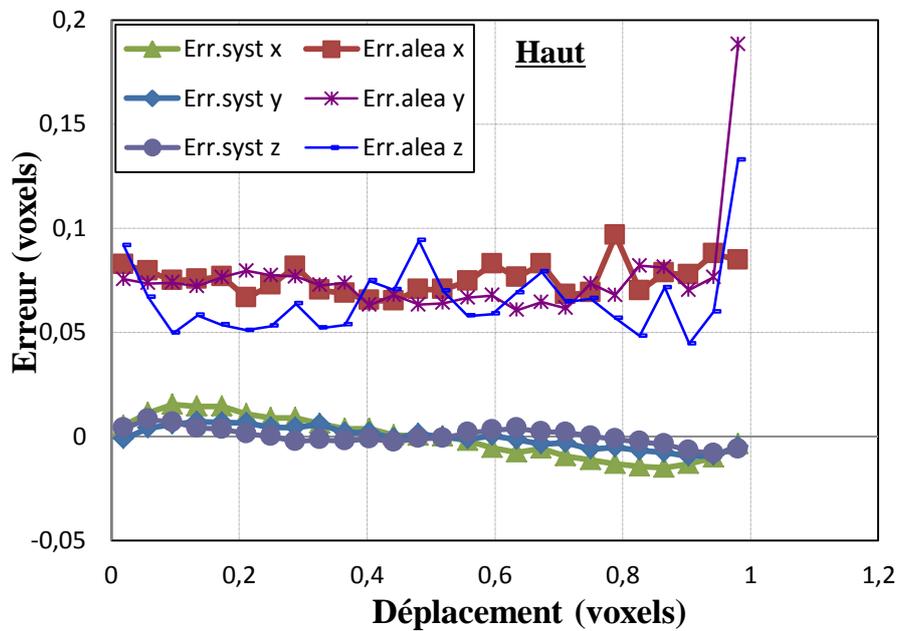


Figure 1. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie haute de l'échantillon D.

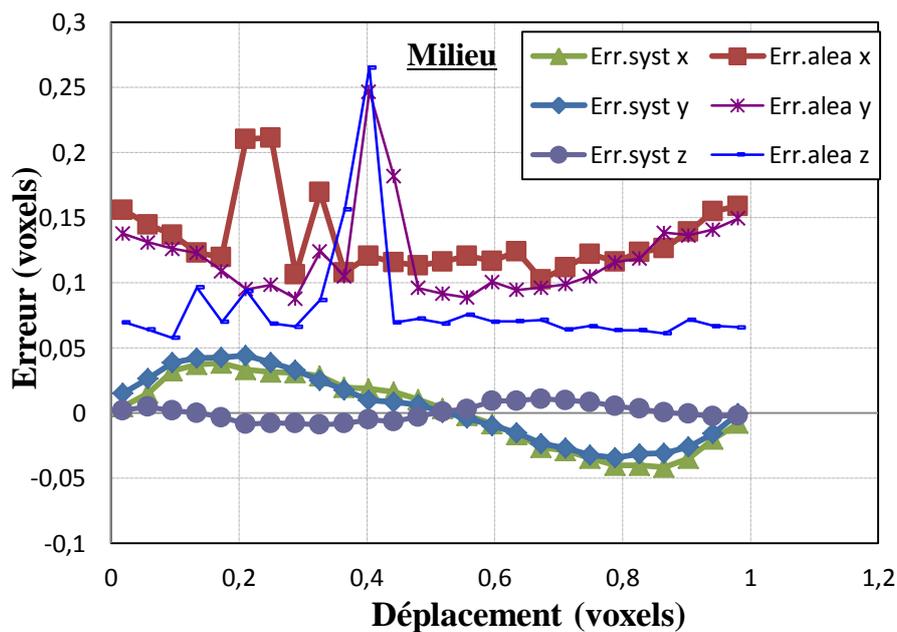


Figure 2. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie centrale de l'échantillon D.

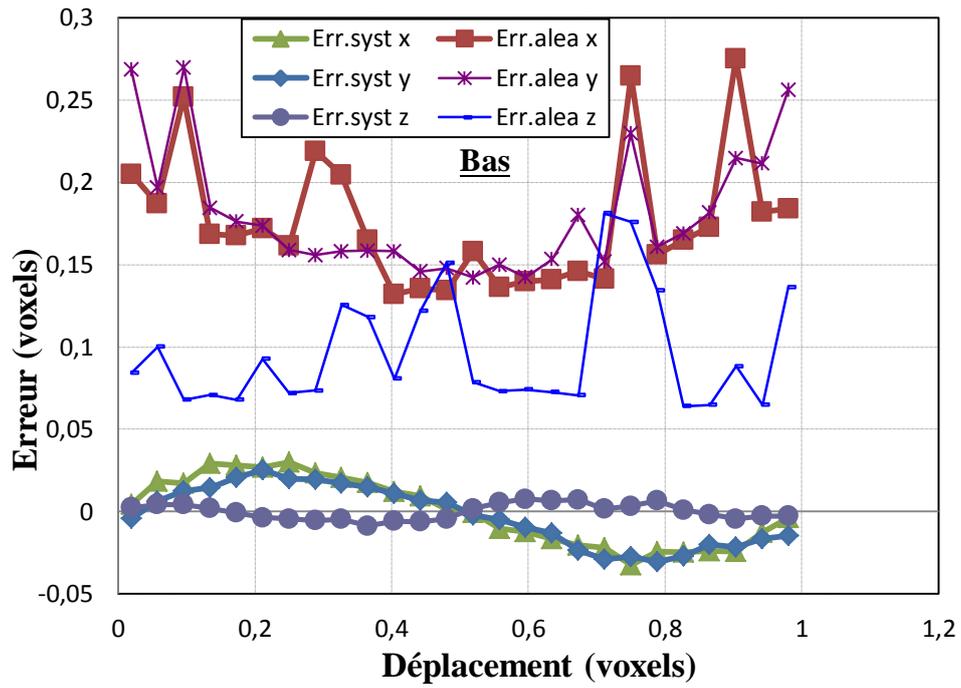


Figure 3. Courbes d'erreurs systématiques et aléatoires de la microstructure de l'échantillon D. Analyse d'erreur sur une paire d'images issues de la partie basse de l'échantillon D

**Amélioration de la base de mesure de la déformation locale
tridimensionnelle des échantillons B et C**

Les nouvelles procédures de CIV développées dans le chapitre 3 (section 3.9.1) permettent de traiter des microstructures sans marquage local uniforme (échantillon D), mais aussi proposent une manière d'améliorer cette base de mesure dans le cas d'un marquage homogène favorable (échantillon B et C). Dans cette annexe, nous allons appliquer ces procédures sur les échantillons B et C afin d'améliorer leurs bases de mesure. En effet, pour l'échantillon B, nous sommes passés d'une base de 105 μm à 53 μm . Pour l'échantillon C, nous avons réduit la base de mesure de 140 μm à 70 μm moyennant les nouvelles procédures d'interpolation de champ de déplacement. Les bases de mesure sont donc deux fois plus petites que celles considérées initialement (voir les sections 3.8.2 et 3.8.3). Pour ce faire, nous utilisons les développements de la section 3.9.1 sur une grille de 67 x 66 x 122 (soit 539484) points de corrélation pour l'échantillon B. Le pas de maillage est de 15 x 15 x 15 voxels ; il est deux fois plus petit que celui considéré dans l'analyse initiale standard du même échantillon. La taille de la fenêtre de corrélation considérée est de 15 x 15 x 15 voxels. Pour l'échantillon C, une grille de 58 x 60 x 96 (soit 334080) points de corrélation a été considérée avec un pas de maillage de 20 x 20 x 20 voxels qui est aussi deux fois plus petit que celui considéré dans l'analyse par CIV standard du même échantillon. La taille de la fenêtre de corrélation considérée est de 20 x 20 x 20 voxels.

La comparaison des cartes de déformation tridimensionnelle et de variation de volume à l'échelle de la microstructure obtenues en utilisant la nouvelle procédure et CIV standard (voir figure 1, 2, 3 et 4) montre les mêmes bandes de localisation de la déformation avec une résolution deux fois meilleure dans le cas de l'utilisation de la nouvelle procédure.

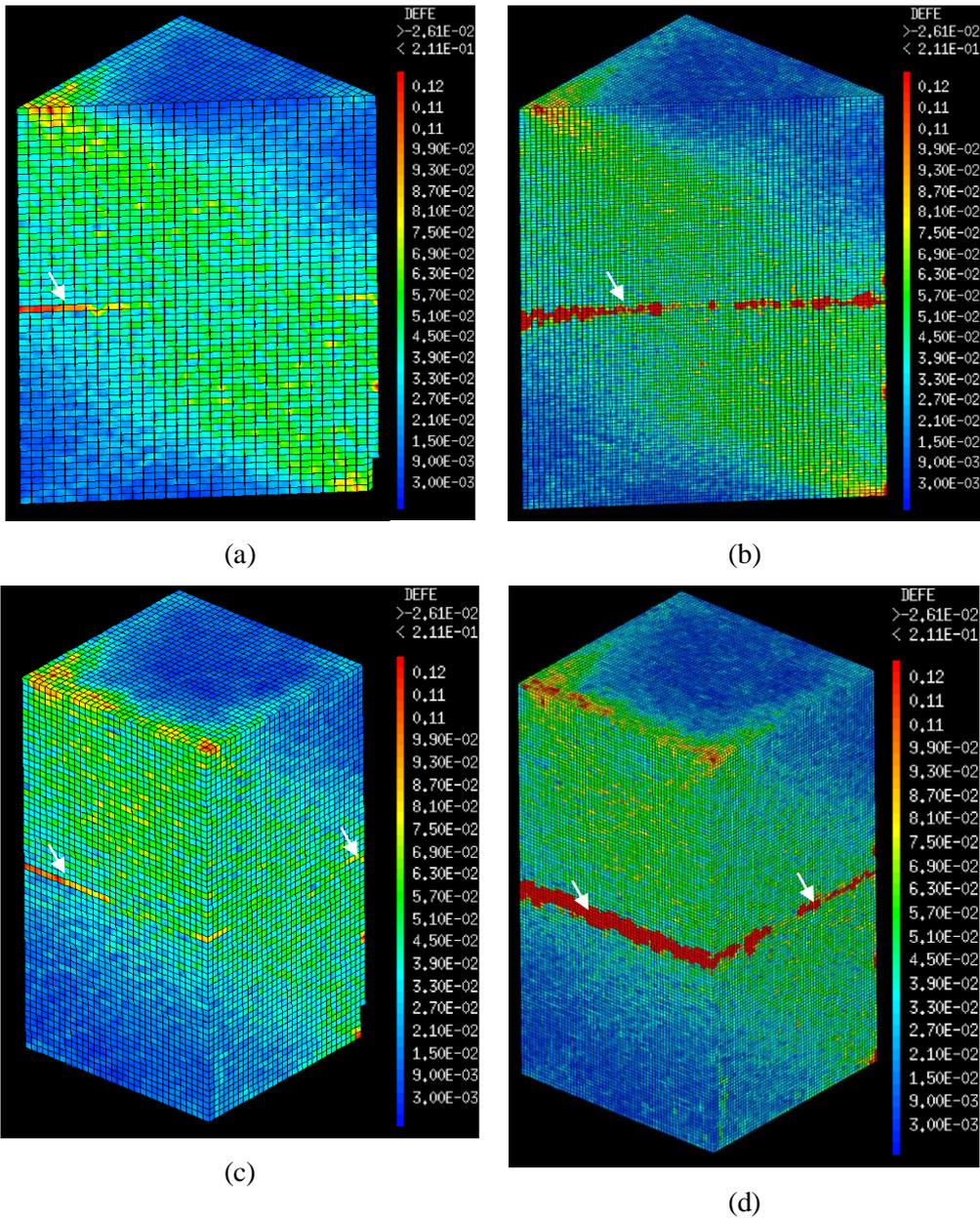


Figure 1. Déformation équivalente de von Mises de l'échantillon B obtenue par la CIV standard (a et c) et avec la nouvelle procédure de corrélation (b et d). L'axe de compression est vertical. La base de mesure est de 105 μm en (a et c) et de 53 μm en (b et d) ; le côté de l'échantillon est égal à 3,7 mm. Les flèches blanches montrent la zone jonction entre les différentes parties des volumes reconstruits (saut de déplacement).

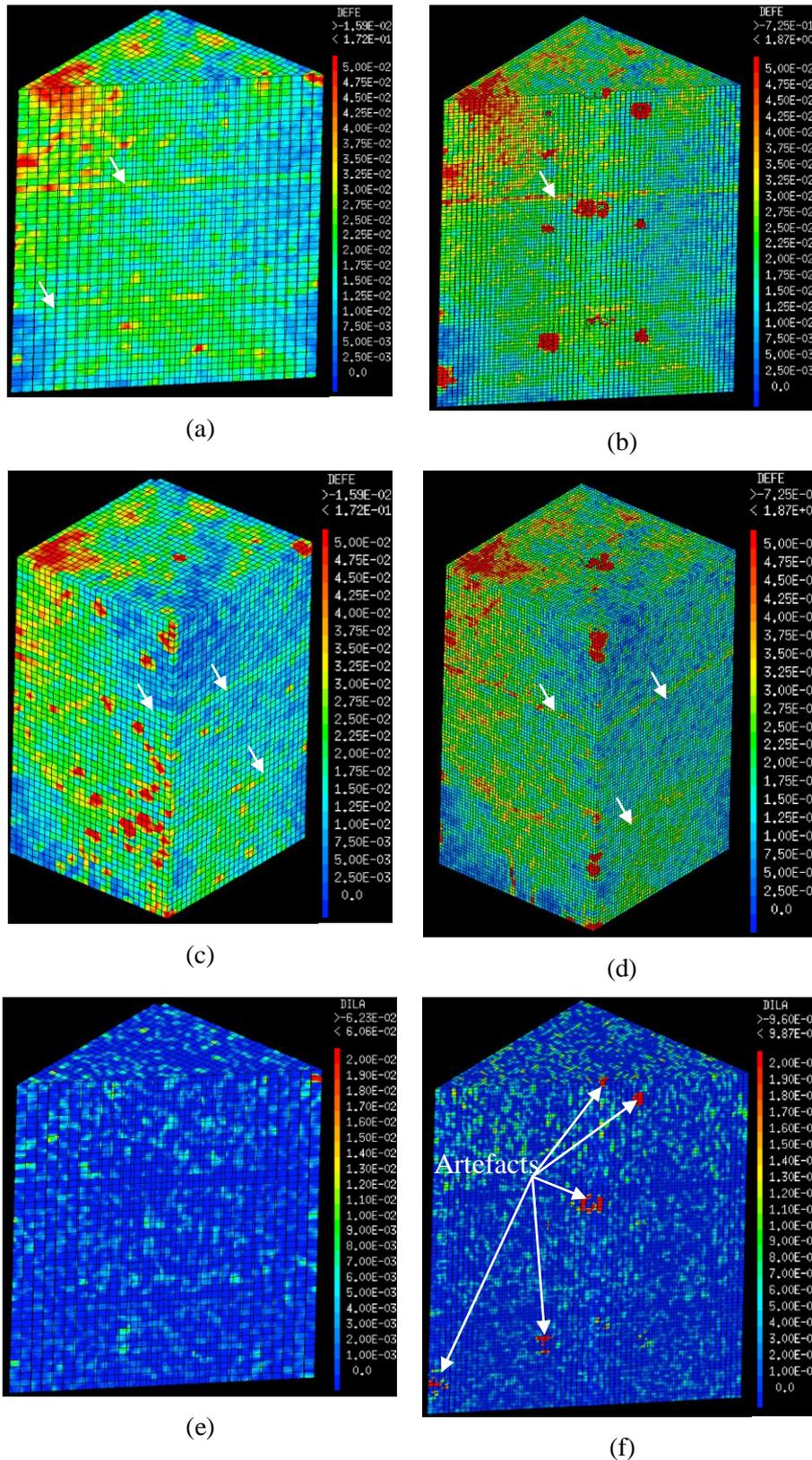
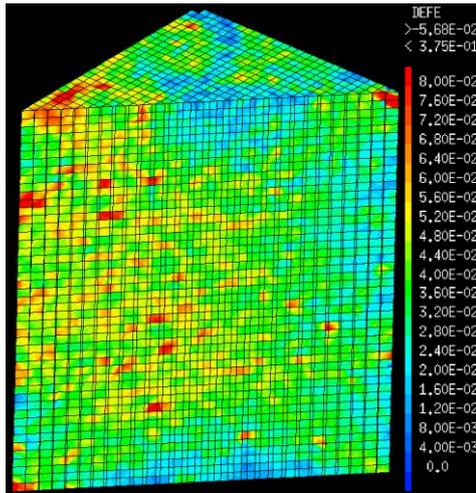
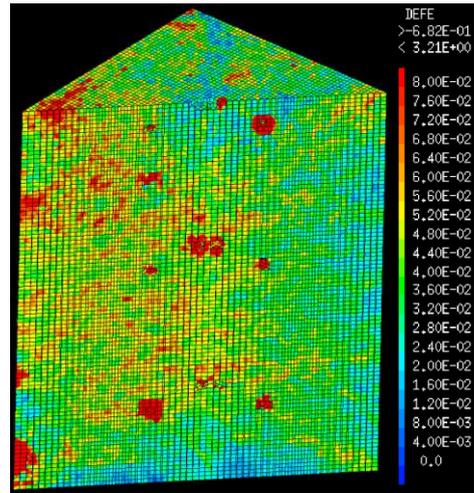


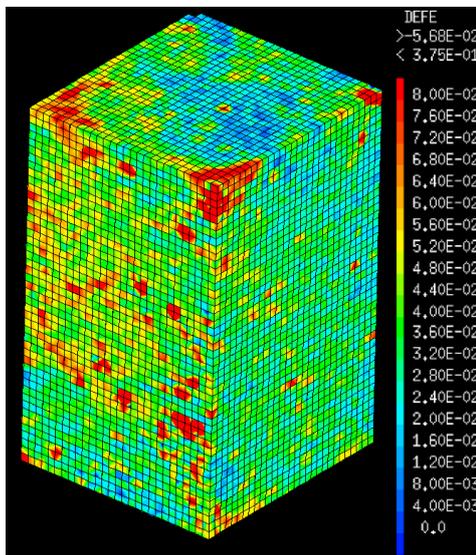
Figure 2. Déformation équivalente de von Mises de l'échantillon C obtenue par la CIV standard (a et c) et avec la nouvelle procédure de corrélation (b et d) pour la première étape de chargement. Déformation volumique obtenue avec la CIV standard (e) et avec la nouvelle procédure (f). L'axe de compression est vertical. La base de mesure est de 140 µm en (a, c et e) et de 70 µm en (b, d et f) ; le côté de l'échantillon est égal à 4,4 mm. Les flèches blanches (a, b, c et d) montrent la zone jonction entre les différentes parties des volumes reconstruits (saut de déplacement). Les tâches rouges en (f) correspondent à des artefacts de reconstruction



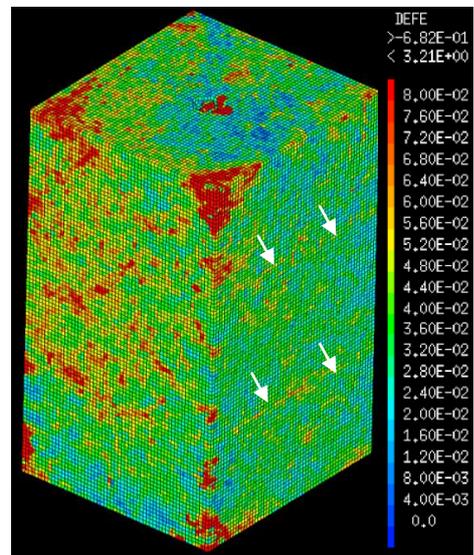
(a)



(b)



(c)



(d)

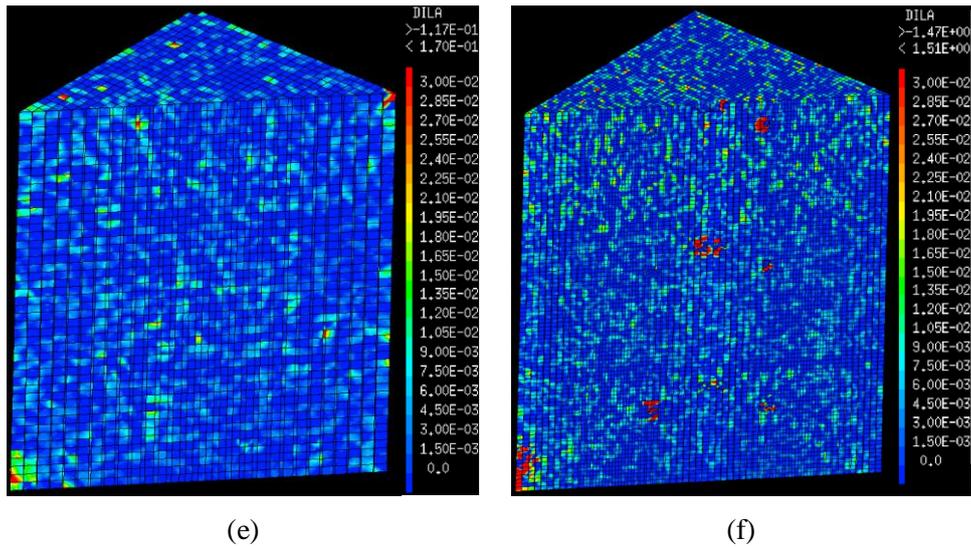
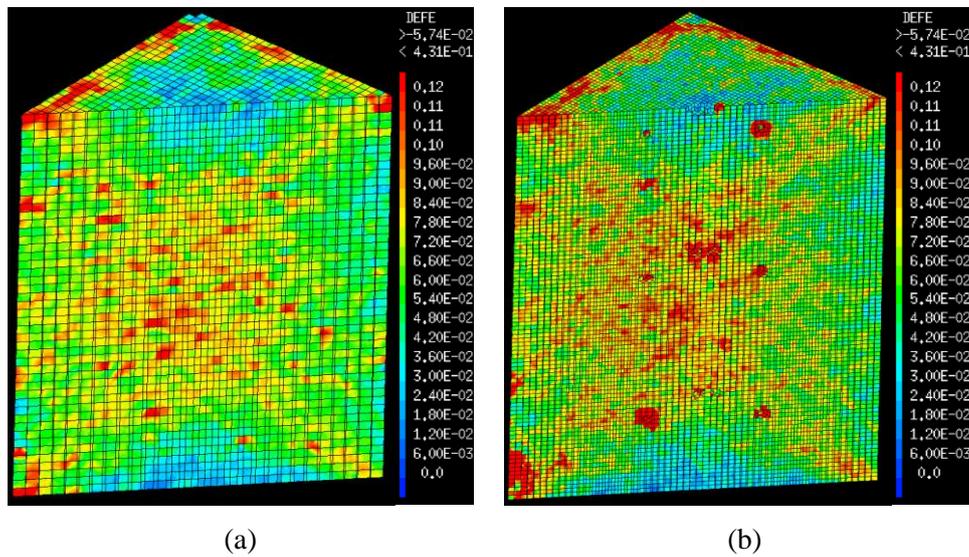


Figure 3. Déformation équivalente de von Mises de l'échantillon C obtenue par la CIV standard (a et c) et avec la nouvelle procédure de corrélation (b et d) pour la deuxième étape de chargement. Déformation volumique obtenue avec la CIV standard (e) et avec la nouvelle procédure (f). L'axe de compression est vertical. La base de mesure est de 140 μm en (a, c et e) et de 70 μm en (b, d et f) ; le côté de l'échantillon est égal à 4,4 mm. Les flèches blanches montrent la zone jonction entre les différentes parties des volumes reconstruits (saut de déplacement).



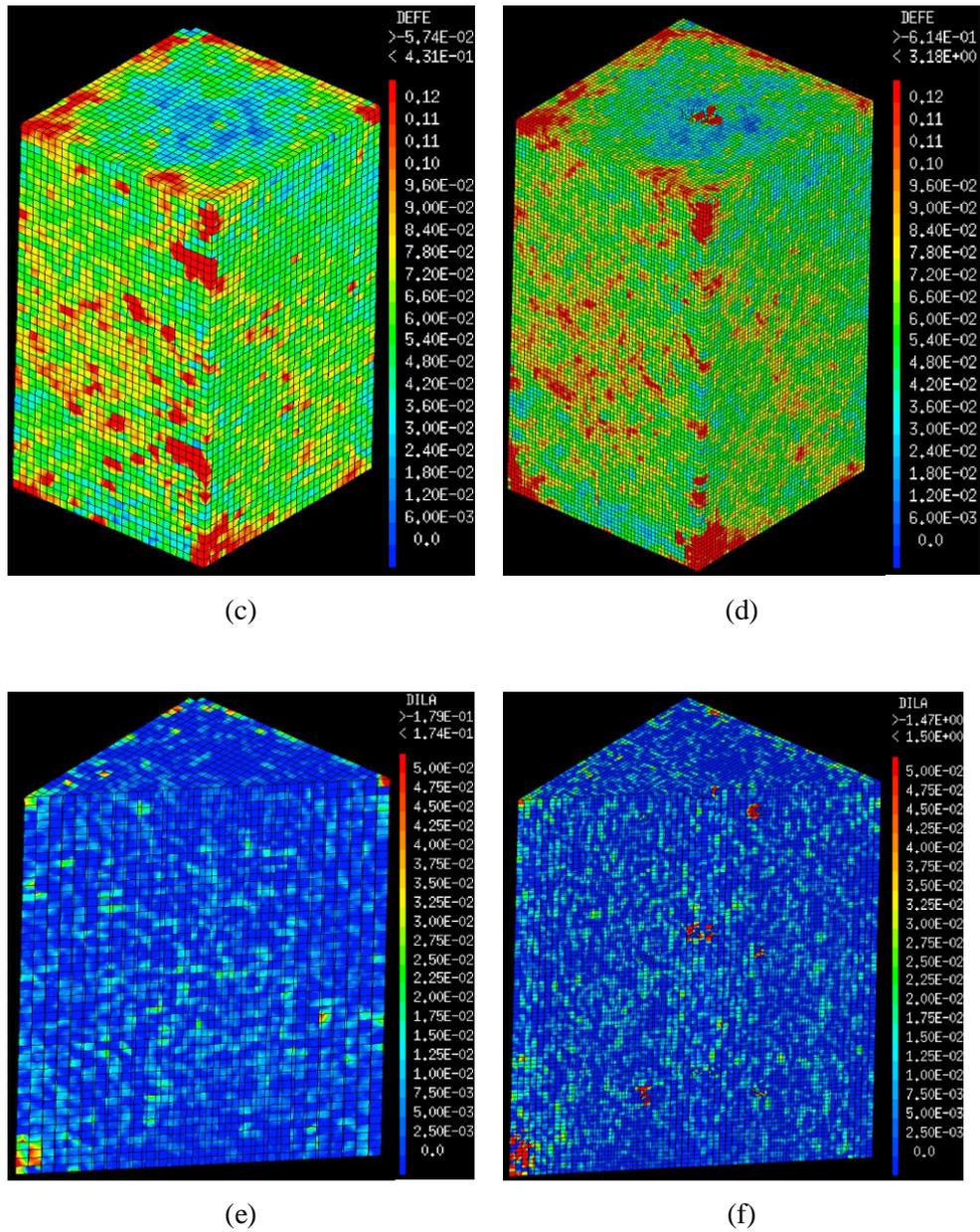


Figure 4. Déformation équivalente de von Mises de l'échantillon C obtenue par la CIV standard (a et c) et avec la nouvelle procédure de corrélation (b et d) pour la troisième étape de chargement. Déformation volumique obtenue avec la CIV standard (e) et avec la nouvelle procédure (f). L'axe de compression est vertical. La base de mesure est de 140 μm en (a, c et e) et de 70 μm en (b, d et f) ; le côté de l'échantillon est égal à 4,4 mm.

La corrélation d'images numériques : différences avec la corrélation d'images volumiques

Sommaire

1.1. La corrélation d'images numériques (CIN).....	242
1.2. Calcul des composantes du gradient local surfacique	245

1.1. La corrélation d'images numériques (CIN)

Le principe de la CIN est identique à celui de la CIV décrit dans le chapitre 3. Toutefois, il faut rappeler que la CIN est apparue avant la CIV qui est une extension en volume des mesures surfaciques de déplacement. Dans un souci de synthèse, nous n'allons détailler dans la suite de cette section que les grandes différences entre la CIN et la CIV :

- Dans le cas de la CIN, les images numériques $f(\underline{X})$ et $g(\underline{x})$ prises aux états de référence et déformé sont des matrices bidimensionnelles. La technique de CIN utilisée dans cette thèse est une méthode classique purement bidimensionnelle¹ qui ne donne accès qu'aux 2 composantes (u, v) du champ de déplacement $\underline{u}(\underline{x})$ en surface.
- La complexité numérique du calcul d'optimisation du coefficient de corrélation vis-à-vis des composantes de translation dans le cas de la CIN est en $(s.n)^2$, n et s étant respectivement la taille du domaine de corrélation et de recherche. Ce calcul est beaucoup moins coûteux en temps de calcul que dans le cas de la CIV $(s.n)^3$.
- Tout comme en CIV, le calcul de $g(\underline{x})$ pour des valeurs réelles (subpixels) de déplacement nécessite d'avoir recours à des techniques d'interpolation de niveaux de gris de l'image g . Dans le cas de la CIN, nous avons utilisé une interpolation bilinéaire des niveaux de gris qui consiste à calculer le niveau de gris d'un point (x, y) sur l'image g pour une position réelle à partir des 4 pixels (i, j) voisins. Cette interpolation est donnée par l'équation suivante :

$$g(x, y) = g(i, j) + a.(x - j) + b.(y - i) + c.(x - j)(y - i) \quad (\text{D.1})$$

$$\text{avec : } \begin{cases} a = g(i, j + 1) - g(i, j) \\ b = g(i + 1, j) - g(i, j) \\ c = g(i + 1, j + 1) - g(i, j + 1) - g(i + 1, j) + g(i, j) \end{cases}$$

pour $(x, y) \in [j, j + 1] \times [i, i + 1]$.

Toutefois, d'autres types d'interpolations existent, par exemple l'interpolation bicubique, biquintique, splines, B-splines...

¹ Il existe néanmoins des techniques bidimensionnelles (qualifiées de 2D 1/2), telle que la stéréo-corrélation, capables de fournir les 3 composantes de déplacement en surface ([Garcia et al., 2002]).

- La transformation mécanique approchée ϕ_0 reliant les deux configurations (référence et déformée) que l'on cherche à déterminer est une translation de solide rigide \underline{T} définie par les 2 paramètres (T_x, T_y) couplée à un gradient local homogène \underline{F} (4 composantes). ϕ_0 est donc définie par 6 paramètres et est donnée par l'équation suivante :

$$\varphi_0(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{T}(T_x, T_y) + (\underline{F}(\underline{X}_0) - \underline{I})(\underline{X} - \underline{X}_0) \quad (\text{D.2})$$

où \underline{X} est un point donné dans le domaine de corrélation D de centre \underline{X}_0 et \underline{I} désigne la matrice identité.

La translation et le gradient local sont donnés respectivement par les équations ci-dessous :

$$\underline{T}(T_x, T_y) = \underline{u}(\underline{X}_0) \quad (\text{D.3})$$

$$\underline{F}(\underline{X}_0) - \underline{I} = \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}}(\underline{X}_0) = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} & \frac{\partial u}{\partial y} \\ \frac{\partial v}{\partial x} & \frac{\partial v}{\partial y} \end{bmatrix} \quad (\text{D.4})$$

Dans le logiciel utilisé, les 4 composantes du tenseur gradient ne sont pas optimisées pour améliorer le coefficient de corrélation pour une fenêtre de corrélation donnée. Ils sont déterminés (de manière itérative) à partir du déplacement connu (obtenues lors d'une itération antérieure) des points voisins de cette fenêtre, selon les principes de dérivation décrits ci-après permettant de passer d'un champ de déplacement discret à son premier gradient. Cette procédure permet d'utiliser une fonction de forme d'ordre 1 en ayant le même nombre de degrés de liberté qu'une formulation d'ordre 0 (translation pure) et ainsi de limiter les conséquences (i.e. bruit de mesure) du caractère mal posé de la CIN lorsque le nombre de degrés de liberté utilisés pour décrire un champ de déplacement augmente.

Dans le cas de la corrélation purement bidimensionnelle classique, seules deux composantes du déplacement sont évaluées, en fonction de deux composantes spatiales. Ainsi seules les 4 composantes planes du gradient F_{xx} , F_{xy} , F_{yx} et F_{yy} sont connues en chaque point de mesure contrairement à la CIV où l'ensemble des 9 composantes du gradient est connue.

Or, d'après l'équation 3.26 du chapitre 3, les composantes planes du tenseur de déformation de Green-Lagrange sont données par :

$$\begin{cases} E_{xx} = \frac{1}{2}(F_{xx}^2 + F_{yx}^2 + F_{zx}^2 - 1) \\ E_{xy} = E_{yx} = \frac{1}{2}(F_{xx} \cdot F_{xy} + F_{yx} \cdot F_{yy} + F_{zx} \cdot F_{zy}) \\ E_{yy} = \frac{1}{2}(F_{xy}^2 + F_{yy}^2 + F_{zy}^2 - 1) \end{cases} \quad (D.5)$$

On voit qu'aucune de ces composantes planes (E_{xx} , E_{yy} et E_{yx}) ne peut être déterminée exactement (sans approximation) avec une technique de corrélation classique purement bidimensionnelle. Toutefois, sous l'hypothèse de déformations et de rotations faibles les composantes E_{xx} , E_{yy} et E_{yx} peuvent être approximées. Avec ces hypothèses, on approxime le tenseur de déformation de Green-Lagrange par le tenseur des déformations linéarisées, que nous rappelons ici (équation D.6), et dont les composantes planes (équation D.7) peuvent être déterminées par une approche purement bidimensionnelle :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2} \left[\underline{\underline{F}}^T + \underline{\underline{F}} \right] - \underline{\underline{1}} \quad (D.6)$$

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} = F_{xx} - 1 \\ \varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yx} = \frac{1}{2}(F_{xy} + F_{yx}) \\ \varepsilon_{yy} = F_{yy} - 1 \end{cases} \quad (D.7)$$

Pour accéder aux composantes hors plan ε_{xz} , ε_{yz} et ε_{zz} du tenseur de déformation linéarisée à partir d'une mesure purement surfacique, il faut faire des hypothèses supplémentaires. En supposant par exemple que l'axe normal au plan d'observation est une direction principale pour la déformation et qu'il n'y a pas de rotation hors plan on a : $\varepsilon_{xz} = \varepsilon_{yz} = 0$.

Pour calculer ε_{zz} , une hypothèse supplémentaire est encore nécessaire. Celle effectuée dans le cadre de nos analyses par CIN consiste à supposer que localement la déformation est uniaxiale c'est à dire $\varepsilon_{zz} = \varepsilon_1$ si $|\varepsilon_1| \leq |\varepsilon_2|$, et $\varepsilon_{zz} = \varepsilon_2$ dans le cas contraire. ε_1 et ε_2 sont les déformations principales de $\underline{\underline{\varepsilon}}$. D'autres hypothèses pour la détermination de ε_{zz} sont possibles, comme par exemple une déformation isochore ($\varepsilon_{zz} = -(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy})$) ou une déformation plane ($\varepsilon_{zz} = 0$).

Sous l'hypothèse d'une déformation locale uniaxiale, la déformation équivalente de von Mises (équation 3.31, chapitre 3) s'écrit simplement comme suit :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{3} |\varepsilon_1 - \varepsilon_2| \quad (D.8)$$

Notons que la déformation équivalente donnée par l'équation D.8 est une mesure de la partie déviatorique du tenseur de déformation linéaire purement surfacique indépendamment de toutes hypothèses relatives à la détermination des composantes hors plan de cette dernière.

On pourra aussi noter qu'avec les formules de calcul utilisées, basées sur le tenseur de Green-Lagrange classique mais dans lequel certaines composantes hors plan du gradient sont négligées, le résultat est exact même si la transformation plane est une rotation et/ou une distorsion finie. Seule la partie « hors plan » du gradient doit satisfaire une hypothèse de « petite transformation ». Compte-tenu des niveaux de déformation considérés dans ce travail (quelques pourcent de déformation au plus, rotations faibles), ces hypothèses sont satisfaites, tout au moins à l'échelle des déformations mesurées par CIV. La quantification des localisations très intenses révélées à une échelle plus fine par CIN MEB pourraient être plus sensibles à ces approximations.

1.2. Calcul des composantes du gradient local surfacique

Le calcul du gradient local surfacique à partir du champ de déplacement discret en chaque point de corrélation a été effectué soit par éléments finis (même démarche que dans le cas de la CIV, voir chapitre 3), soit en utilisant une méthode basée sur une intégrale de contour.

La méthode basée sur l'intégrale de contour consiste à calculer le gradient local de la transformation en un point \underline{X} par sa moyenne autour d'un domaine surfacique S centré en ce dernier. Cette moyenne s'écrit sous forme d'une intégrale de contour en appliquant le théorème de Green ([Allais et al., 1994]) :

$$\underline{\underline{F}}^S(\underline{X}) = \langle \underline{\underline{F}}(\underline{X}) \rangle_{S(\underline{X})} = \frac{1}{|S(\underline{X})|} \int_{\partial S(\underline{X})} \phi(\underline{v}) \otimes \underline{n}(\underline{v}) d\underline{l}_{\underline{v}} \quad (D.9)$$

avec $|S(\underline{X})|$, l'aire du domaine surfacique S dit domaine d'intégration ; ∂S le contour fermé du domaine S appelé contour d'intégration ; \underline{n} la normale sortante du contour et $\phi(\underline{v})$ la transformation en n'importe quel point du contour.

L'application de l'équation D.9 nécessite la connaissance de la transformation locale (continue) $\phi(\underline{y})$ en toute position du contour. Or le champ de déplacement mesuré par CIN est discret et n'est connu qu'en chaque point de corrélation. Pour connaître la transformation en toute position du contour, une interpolation linéaire du déplacement entre les différents points du contour est effectuée. Ceci permet de réécrire l'équation D.9 et calculer les composantes du gradient local surfacique à partir d'une somme discrète faisant intervenir les positions, dans la configuration de référence et déformée, de tous les points de corrélation du contour (équation D.10) ([Allais et al., 1994]).

$$\left\{ \begin{array}{l} F_{xx}^S = \langle F_{xx} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\ F_{xy}^S = \langle F_{xy} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \\ F_{yx}^S = \langle F_{yx} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\ F_{yy}^S = \langle F_{yy} \rangle_S = \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \end{array} \right. \quad (D.10)$$

X_n et x_n sont respectivement les abscisses du $n^{ième}$ point de contour dans la configuration de référence et déformée ; Y_n et y_n sont respectivement les ordonnées du $n^{ième}$ point de contour dans la configuration de référence et déformée.

Par convention, dans l'équation D.10, le point $(n+1)^{ième}$ coïncide avec le premier point et le point 0 avec le dernier.

x_n et y_n sont mesurés par CIN. On voit donc à travers l'équation D.10 que l'incertitude sur le calcul du gradient local est directement liée à l'incertitude sur la détermination de la position des points par corrélation.

Plusieurs domaines d'intégration de base dit « schéma d'intégration » peuvent être définis. La Figure 1 indique les schémas d'intégrations dont nous disposons dans le logiciel de corrélation (CMV) utilisé. Rappelons que plus le schéma d'intégration est petit (schéma 0), plus la déformation est locale mais calculée avec une grande incertitude. Un schéma d'intégration large (schéma 3) conduit à une déformation moins locale mais plus précise. Dans nos analyses par CIN, nous avons utilisé le schéma d'intégration 2 de la Figure 1. La base de mesure de la déformation locale est donnée par la taille (coté) du schéma d'intégration considéré.

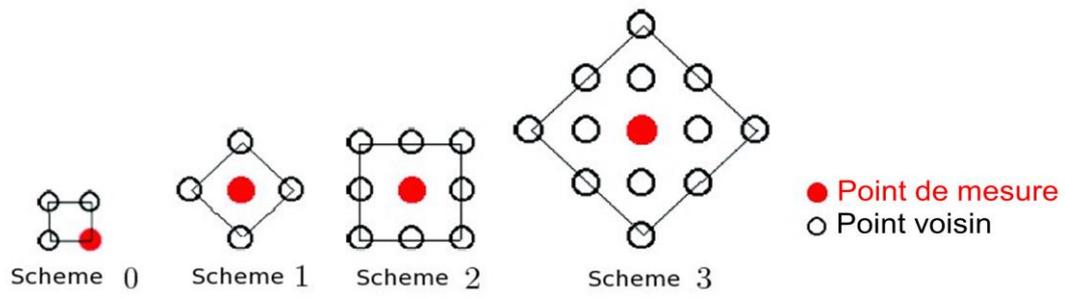


Figure 1. Exemple de domaine d'intégration de base (dit schéma d'intégration) pour le calcul du gradient local d'un point de corrélation ([Allais et al., 1994]).

Annexe E

Proceeding 'American Rock Mechanics Association'

**Micromechanics of halite investigated
by 2D and 3D multiscale full field measurements**

Micromechanics of halite investigated by 2D and 3D multiscale full field measurements

Gaye, A., Bornert, M., Lenoir, N., and Sab, K.

Laboratoire Navier, Université Paris-Est, UMR CNRS 8205, IFSTTAR, ENPC, 77455 Marne-la-Vallée, France

Dimanov, A., Bourcier, M., Héripré, E., Raphanel, J., Gharbi, H., and Picard, D.

Laboratoire de Mécanique des Solides, UMR CNRS 7649, École Polytechnique, 91128 Palaiseau Cedex, France

Ludwig, W.

Laboratoire MATEIS, UMR CNRS 5510 & European Synchrotron Radiation Facility, 38043 Grenoble Cedex, France

Copyright 2014 ARMA, American Rock Mechanics Association

This paper was prepared for presentation at the 48th US Rock Mechanics / Geomechanics Symposium held in Minneapolis, MN, USA, 1-4 June 2014.

This paper was selected for presentation at the symposium by an ARMA Technical Program Committee based on a technical and critical review of the paper by a minimum of two technical reviewers. The material, as presented, does not necessarily reflect any position of ARMA, its officers, or members. Electronic reproduction, distribution, or storage of any part of this paper for commercial purposes without the written consent of ARMA is prohibited. Permission to reproduce in print is restricted to an abstract of not more than 200 words; illustrations may not be copied. The abstract must contain conspicuous acknowledgement of where and by whom the paper was presented.

ABSTRACT: The deformation of synthetic halite is investigated at the scale of its polycrystalline microstructure. Images recorded during compression test performed in the chamber of a scanning electron microscope on centimeter sized samples are analyzed by Digital Image Correlation techniques and reveal the combined contribution of crystal slip plasticity and grain boundary sliding (GBS) and opening. Specifically developed processing routines allow us to quantify the relative contribution of both mechanisms to the overall strain, and its dependence with temperature. These surface measurements are complemented by full 3D analyses based on synchrotron X-Ray absorption computed tomography on similar samples. The analysis of the CT volumes at various load levels by Digital Volume Correlation routines, confirms the complex localization of deformation at the scale of the microstructure. Transverse cracks at grain boundaries are also observed in the bulk of the material, as indirect signs of GBS.

1. INTRODUCTION

As a rock forming mineral with geotechnical and industrial applications, halite has been extensively studied over decades. Most studies are based on macroscopic mechanical testing in order to derive phenomenological constitutive relations [1], in view of safety assessments of industrial applications such as geological storage of liquid and gaseous hydrocarbons in deep caverns [2], or more recently, of compressed air in the context of temporary storage of “green energy” [3]. The limits of purely macroscopic and phenomenological constitutive relations to address long term safety issues associated with complex loading histories have however been recognized. As for many other natural or manufactured materials, the need for more micromechanical insight on the physical mechanisms of deformation and damage active at various microscopic scales and with various effects at macroscopic scale is now acknowledged [4], in view of the construction of more physically-based so-called “micromechanical” constitutive relations.

Within this point of view, a recent work on synthetic halite with up-to-date micromechanical experimental tools allowed us [5,6,7] to characterize the deformation modes of halite from centimeter down to micrometer

scales. These investigations were based on the combination of uniaxial compression at room temperature or at 350°C of halite samples with various microstructures, their observation with macroscopic and microscopic optical tools, or with Scanning Electron Microscopy (SEM), and the processing of the recorded images with Digital Image Correlation (DIC) tools.

These analyses have shown that, despite Crystal Slip Plasticity (CSP) is the major strain accommodation mechanism, Grain Boundary Sliding (GBS) was necessary to accommodate crystal plasticity incompatibilities due to the relative orientations of neighboring grains. Both mechanisms are always present and intimately linked, with a relative contribution of each that depends on microstructure, namely average grain size and grain size distribution, and on loading conditions, in particular temperature and possibly strain rate (though all tests had been performed at about 10^{-4} s^{-1} overall strain rate). These results were however essentially qualitative ones and based on observations of the surface of the samples.

The present contribution aims at, first, providing more quantitative data on the relative contribution of CSP and GBS, thanks to new image processing tools, and, second, to extend the analyses to the bulk of the materials, by means of 3D imaging of halite samples subjected to

compression and the analysis of the obtained images by Digital Volume Correlation (DVC).

The synthetic material and the experimental procedure used in the earlier study are briefly recalled in next section. The technical details of the new image-processing tool to quantify the contribution of GBS have already been presented elsewhere [8]. Their main ideas are recalled in section 3 and the results obtained on a similar material tested at room temperature and at 350°C are presented and commented. Finally, the experimental procedure to quantify deformation mechanisms in the bulk of the material are presented in section 4, together with preliminary qualitative results, which confirm the existence of complex deformation patterns in 3D as well as the existence of active deformation mechanisms at grain boundaries, revealed by the opening of essentially transverse microcracks.

2. MATERIALS AND METHODS

Synthetic halite samples have been obtained by hot pressing high purity NaCl Powder (Normapur reagent grade 99.9% pure, Prolabo), under various thermomechanical conditions to control grain size and reduce residual porosity. Details can be found in references [5,7]. Among the three typical microstructures investigated in the earlier study, only the “coarse-grained” one will be considered here for the 2D SEM investigations. It exhibits rather large equiaxed grains, with a typical size ranging from 250 to 500 μm (see Figure 1a). Full-field strain measurements by DIC require a local contrast in the processed images that is linked to matter [9]. In the present case, it is provided by the dewetting of a thin gold film which forms micron-sized beads stuck to the surface of the sample, providing an excellent contrast in SEM imaging (Figure 1b). Samples with a typical square cross section of 5x5mm and a length of 10mm are compressed in the chamber of a Scanning Electron Microscope (FEI Quanta 600) with a specific *in situ* compression rig. High definition images (4096 x 3771 pixels) are recorded in secondary electron mode at various steps of the compression test. For high temperature tests, this rig is equipped with an oven that allows us to heat the sample to a prescribed temperature and to limit thermal dissipation so that temperature is sufficiently uniform in the sample.

For the 3D analyses, based on DVC analysis [10] of images obtained from absorption contrast X-Ray tomography, local markers with a density different from NaCl are required. They are provided by a dispersion (less than 3% in volume) of copper particles with a typical size of 5 to 20 μm , which is mixed with the NaCl powder during elaboration. Again, depending on the experimental conditions, various microstructures can be obtained. The one considered in section 5 exhibits an

intermediate grain size (50 to 300 μm), with copper particles essentially located near grain boundaries, but some embedded in larger halite grains which have grown during the thermomechanical aging of the samples under stress. Sample size for the 3D analysis presented in section 4 was 4x4x8mm.

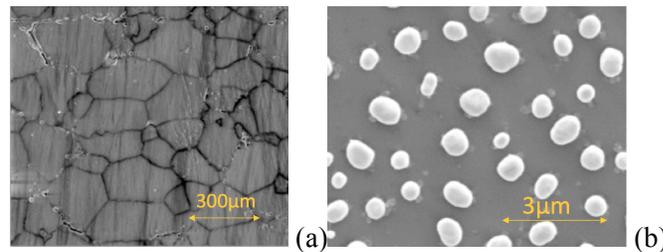


Fig. 1. Microstructure of synthetic halite observed in SEM (a); Zoom on gold micro-beads used as local markers for DIC (b).

3. QUANTIFICATION OF RELATIVE CSP/GBS CONTRIBUTIONS TO DEFORMATION

3.1. Qualitative observations

Full-field strain measurements on the cold strained sample were performed on various Regions Of Interest (ROI) with different sizes. We focus here on an area of about 1.5x1.3 mm containing about 30 grains, which has been shown [5] to be close to a representative surface in terms of overall strain (a 10% fluctuation on average strain is observed for randomly chosen areas larger than 2 mm in width). A typical map of the second invariant of the measured in-plane strain tensor (local gauge length of 8 μm) is shown in Figure 2. It corresponds to the 7th step of the 9-steps loading history. The overall stress-strain (axial component of strain tensor over the ROI) is provided in Figure 3a. Note that strains are considered positive in tension. Note also that in the two first steps axial strain is positive, which corresponds to an apparent elongation of the sample under compression. This can be explained by small fluctuations of the optical magnification of the SEM, which is accurate to about 10^{-3} when no specific correction procedures are used. We refer to [11] for a detailed discussion on this technical question in another context. Such small variations of magnification are in particular observed at the beginning of the loading when stress increases strongly and induces a global motion of the compression rig because of its deformability.

This strain map clearly demonstrates the strong heterogeneity of the local strain in halite. Sets of parallel bands are observed in grains and correspond to active crystalline slip systems. They appear at the beginning of the plastic deformation of the sample (after step 3) and both their intensity and their number increase, together with a decrease of the inter-band distance. They coincide with slip bands observed in the images after deformation when the direction of slip has an out-of-plane

component. If not, they provide additional information to identify active slip systems. We refer to [7] for a detailed identification of the active slip systems in halite under compression at room temperature, based on the detection of both slip planes and deformation bands.

In addition to CSP, intense deformation is also observed along some grain boundaries, mostly those parallel to the compression axis or moderately inclined with respect to the latter (less than 45 degrees). This second deformation mechanisms is also observed from the beginning of the loading. The number of active boundaries, their length and the intensity of the deformation increase during loading. From a qualitative point of view, it seems that these bands are associated with grains that exhibit plastic strain incompatibilities because of relative miss-orientation (see discussion in [5]). When deformation is observed at a larger scale, it is seen that the combination of both mechanisms, CSP and GBS, contribute to the structuration of strain into long-range bands that spread over several grains [5].

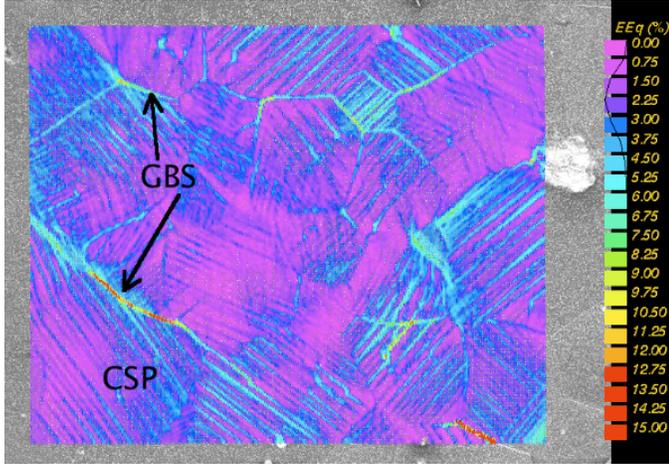


Fig. 2. Example of local strain map from SEM observations; Crystal Slip Plasticity (CSP) and Grain Boundary Sliding (GBS) are observed. Second invariant of in-plane strain tensor. Local gauge length is $8\mu\text{m}$. Width of mapped area is about 1.5 mm. Compression axis is horizontal.

3.2. Proposed quantitative method

A first attempt to quantify the contribution of GBS to overall strain was proposed in [5]. It is based on the following generic decomposition of the overall deformation gradient, which is a straightforward consequence of the Green theorem:

$$\langle \underline{\underline{F}} \rangle = \underline{\underline{\Delta F}}_{GBS} + \sum_g \frac{|\Omega_g|}{|\text{ROI}|} \langle \underline{\underline{F}} \rangle_g, \quad (1)$$

where $\langle \underline{\underline{F}} \rangle$ is the average deformation gradient in the ROI and $\langle \underline{\underline{F}} \rangle_g$ the average deformation gradient in grain g , and the sum covers all grains contained in the ROI (grains at the boundary are restricted to their portion

inside the ROI). Average deformation gradients over a domain Ω are easily computed from the internal displacement \underline{u} at its boundary $\partial\Omega$ according to:

$$\langle \underline{\underline{F}} \rangle_{\Omega} = \underline{\underline{1}} + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\partial\Omega} \underline{u} \otimes \underline{n} \, ds, \quad (2)$$

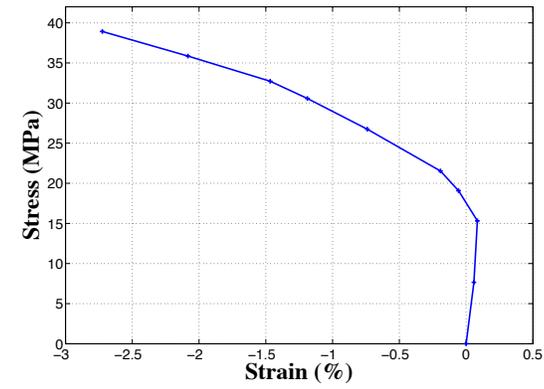
where $|\Omega|$ is the measure of Ω . The boundary integral can be computed from displacement fields measured by DIC when discretized over discrete DIC measurement positions, following expressions provided in [12] and recalled in [5]. We emphasize on the fact the displacement to be used in above equation is the limit of the displacement field inside the considered domain Ω .

The application in [5] of this principle to polycrystalline halite, in the line of a previous work restricted to two-phase materials [13], suffers however from two drawbacks. First, DIC measurement position were regularly spaced on a square grid, so that grain boundaries $\partial\Omega_g$ could not be discretized properly, and, second, displacement of points near grain boundaries were evaluated by means of correlation windows that may spread over two grains, so that the displacement \underline{u} is a fuzzy mixture of the displacement in the considered grain and in adjacent ones.

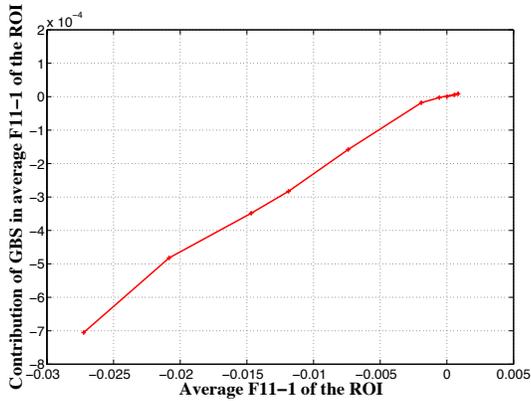
To overcome these limitations, a new procedure has been developed, presented in detail in [8]. It essentially corrects both previous limitations. Grain boundaries are now discretized more accurately because measurement points are now located exactly on grain boundaries, so that the sum of the areas of the individual grains coincides with the total area of the ROI. In addition, the standard DIC procedure based on correlation windows centered on the measurement points has been replaced by a “masked” DIC procedure, in which correlation windows are restricted to their area inside considered grains. The dependence of the result with window size has also been thoroughly investigated.

3.3. Example of results

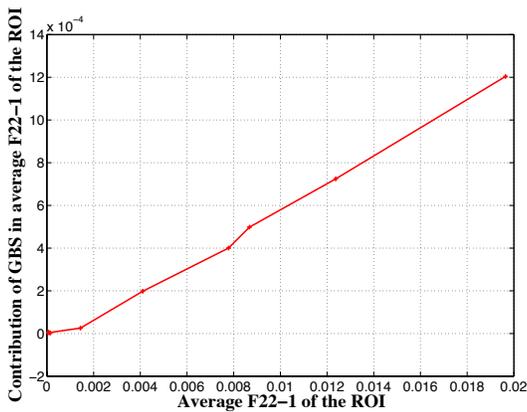
This new procedure has been applied to the compression tests on the coarse-grained halite at both room temperature and 350°C . Results are provided in the form of the contribution of the $\underline{\underline{\Delta F}}_{GBS} - \underline{\underline{1}}$ term to the overall displacement gradient $\langle \underline{\underline{F}} \rangle - \underline{\underline{1}}$. Axial components 11 (direction 1 is parallel to compression) and transverse component 22 are provided in Figures 3b and 3c for the room temperature test and in Figures 4b and 4c for the test at 350°C . Figure 4a provides in addition the overall stress-axial strain over the ROI for the latter test, which was decomposed into 8 loading steps with increasing stress at constant temperature, and a final step at constant stress during which the sample was cooled down to room temperature.



(a)



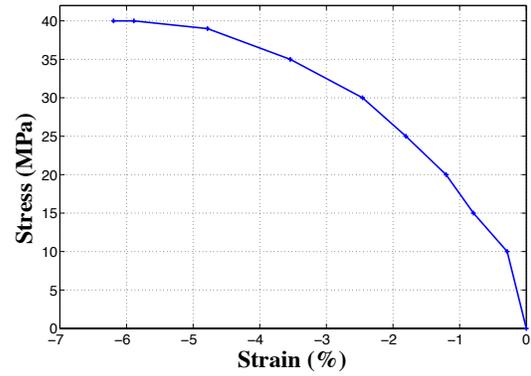
(b)



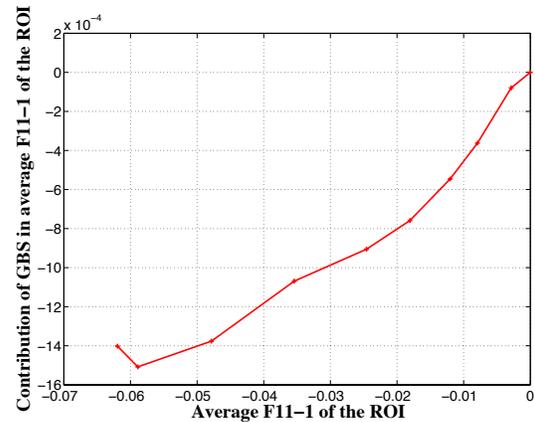
(c)

Fig. 3. SEM in situ compression test at room temperature; overall stress - axial strain of investigated ROI (a), GBS contribution to axial strain (b) and to transverse strain (c).

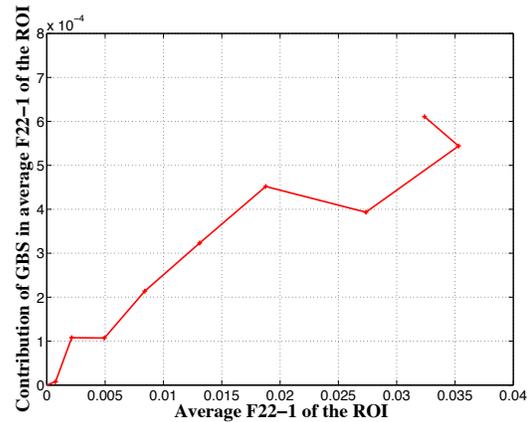
The test at room temperature exhibits an affine, almost linear, dependence of the contribution of the GBS to the overall strain. There is almost no GBS during the initial elastic part of the deformation, but for a stress above about 15 MPa, the GBS contributes to 2.5% to the axial strain and 6.0% to the transverse one. This result confirms quantitatively that GBS is present from the beginning of the plastic deformation of the sample, and that this mechanism is indeed necessary for the material to deform plastically.



(a)



(b)



(c)

Fig. 4. SEM in situ compression test at 350°C; overall stress-strain of investigated ROI (a), GBS contribution to axial strain (b) and to transverse strain (c). Note that last step corresponds to cooling down to room temperature.

The linear evolution of both mechanisms is consistent with the macroscopic almost linear work-hardening of the material: both mechanisms act similarly at all considered stress levels, only their intensities evolve, in similar proportions.

The observations are qualitatively similar for the test at high temperature, at the beginning of the loading history, for a stress varying from about 10 to 30 MPa, i.e. the five first loading steps: overall work-hardening is almost linear, and GBS evolves proportionally with overall strain. Ratios are however different: the 11 component of GBS is about 4.5% of the overall 11 component,

while the transverse 22 component contributes to 2.4% of the overall transverse strain. GBS is thus still necessary to accommodate CSP incompatibilities at high temperature, with even more GBS for the axial component, but less for the transverse one. As the latter reflects essentially the opening of transverse cracks at the grain boundary interfaces, this lower value probably indicates a lower damage level at high temperature.

In addition, for stresses higher than 30MPa, this tendency for a reduced contribution of GBS to transverse strain is emphasized with a clear change of the slope of the curve in figure 4c (with even a reduction of this component at the 7th step, which would however need additional investigations for confirmation). A similar tendency is observed on the axial component, though less pronounced, but clearly present: the slope of the curve in figure 4b is about 1.7% for the four last loading steps before cooling. This seems to indicate the activation of another deformation mechanism, probably another crystallographic slip system, which contributes more efficiently to the accommodation of the initial incompatibilities of CSP than GBS. This would be consistent with the nonlinear evolution of the overall stress-strain curve above 30MPa. Additional experimental investigation are however required to conform these observation. In particular, larger areas should be investigated at high temperature, as the here presented results were obtained from a probably too small area with a limited number of grains (about 10). To do so, the geometry of the oven to heat the sample will have to be modified for future investigations to that larger areas can be investigated.

4. FULL 3D INVESTIGATION

4.1. Synchrotron absorption contrast tomography and ex-situ compression tests.

Previous investigations are essentially 2D and focus on the mechanisms at the surface of the sample. Their representation with respect to the bulk behavior of halite might be biased by the free boundary condition on the observation surface. To address this question, additional investigations have been performed based on 3D imaging by means of X-Ray absorption computed microtomography (XRCT), performed on the ID19 beamline of the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble, France. Much lower spatial resolution is expected from XRCT than from SEM imaging, but these 3D observations are much less sensitive to potential surface bias. In order to apply DVC algorithms [10], a local contrast is required and is provided by copper particles embedded in the material as explained in section 2. This second phase might modify the behavior of pure halite, but on the other hand it mimics also impurities always present in natural halite.

A typical extract of a cross section of a XRCT volume of a marked halite sample is provided in Figure 5.

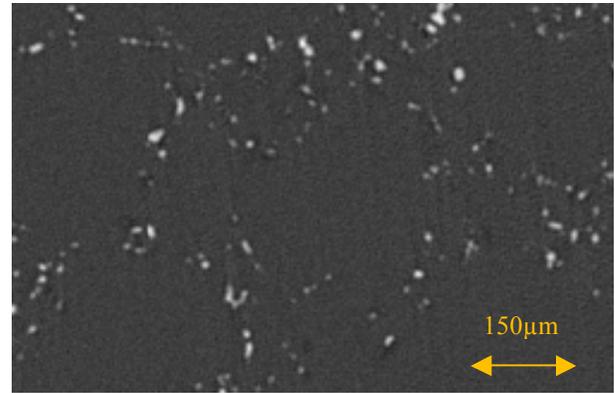


Fig. 5. Typical cross section through CT volume of polycrystalline halite with additional copper markers.

Preliminary attempts to perform in-situ compression tests [7] turned unfortunately out to be unsuccessful, because samples tend to break prematurely when compressed *in situ* during XRCT imaging. The comparison of the stress-strain curve of a same material under uniaxial compression, with and without preliminary exposition to intense X-Rays irradiation, showed that the mechanical behavior of halite is sensitive to X-Rays, probably because of the creation of punctual defects in the crystalline structure which modify the mobility of dislocations. Irradiated halite is much harder and small samples (required for XRCT imaging) might break under low deformation levels because of higher stress levels. Fortunately, it has also been observed that such defects can be removed by heating the sample for about 1h at 300°C, without modifying to strongly the overall behavior at room temperature (after cooling).

The experimental procedure to obtain the below presented results is thus the following. Marked halite was cut into 4x4x8mm samples from a larger sample preliminary imaged by laboratory CT to select undamaged zones. Precise polishing procedures were developed to ensure a good parallelism of the upper and lower surfaces to reduce stress concentrations during compression. Samples were then imaged with high resolution XRCT, to obtain several juxtaposed 2048x2048x1024 voxels volumes to cover the whole sample. Image resolution was 3.5 μm . Sample were then heated to 300°C at zero stress in the oven used for the SEM in situ tests, at a rate of 0.1°/s, maintained at 300°C for one hour and cooled down at the same rate. Compression test have then been performed with the rig used for SEM in situ tests. To control deformation of the sample, the whole sample was regularly photographed with a SLR camera (Olympus E3 + 50mm macro lens) and the obtained images processed by standard DIC to obtain the overall strain of the sample. The sample was then imaged by XRCT using the same conditions. This

procedure has been repeated four times up to 9% overall strain. Only the three first steps are presented here, as the sample was strongly damaged after the fourth step.

4.2. Overall response of sample; comparison with surface measurements

The overall stress-average strain (measured by 2D DIC on one face of the sample) is provided in Figure 6, which can be compared to the results of the SEM analysis in Figure 3a. One observes also an initial small apparent extension of the sample, which can again be explained by the overall motion of the sample and the induced magnification variations. The stress at which initial plasticity is observed is similar (17MPa in the XRCT test versus some value inbetween 15 and 19MPa for the SEM test). Stress after 1% strain is also very identical (29MPa). The heating procedure however tends to reduce the plastic limit during reloading, but the higher work-hardening makes that the stress level quickly reaches levels similar to those in the SEM-test. It is thus expected that the heating procedure, required to remove short range irradiation defects, though imperfect, does not modify too strongly the overall behavior of the sample when sufficiently large intermediate loading steps are prescribed.

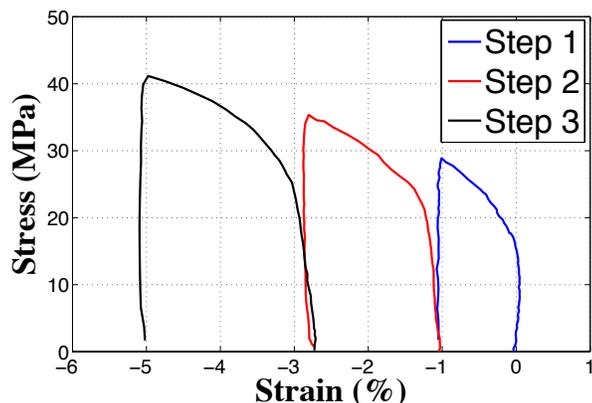


Fig. 6. Overall stress-strain curve of tested sample; strains are obtained from 2D overall DIC measurements on one lateral surface.

Table 1. Principal overall strain as measured by DVC

	Step 1	Step 2	Step 3
e_1	0.0080	0.0187	0.0327
e_2	0.0075	0.0177	0.0312
e_3	-0.0163	-0.0357	-0.0603
$e_1 + e_2 + e_3$	-0.0007	0.0006	0.0036

The XRCT images have been processed with DVC routines using a 30 voxels pitch regular grid and correlation windows of same size, which is automatically increased when the local contrast is insufficient. The post-processing of the measured 3D displacement field gives first access to the three principal component of the overall strain tensor provided

in Table 1. It is observed that the 3D axial components are consistent with the 2D surface measurements, except for the first step for which the 2D analysis (-1%) underestimates notably the 3D measure (-1.6%). This can be explained, first, by the already mentioned optical magnification variations and, second, by the fact that at the beginning of the test the sample may undergo some bending because of an imperfect alignment.

Table 1 also provides the average volume strain, which is slightly negative after step 1, suggesting the closing of residual porosities and then increases with axial strain: 0.13% increase of volume strain between step 1 and 2, for an axial strain increase of 1.9%, and 0.3% volume increase for an axial strain of 2.5% from step 2 to 3. This positive volume change is the probable sign of damage occurring at microscale. This is confirmed by the observation of the strain fields in three dimensions.

4.3. Localization of strain in 3D

Figure 7 provides through-sample views of both the deviatoric (standard von Mises strain) and volumetric (trace of strain tensor) components of the full local total strain tensor field for steps 2 and 3. Local gage length is 140 μ m, and thus notably smaller than average grain size. The strain fields in both increments are very similar, with an intensification of the strain levels in third step. Note that the strain field was somewhat different in the first step, not represented here, confirming the initial bending of the sample mentioned above.

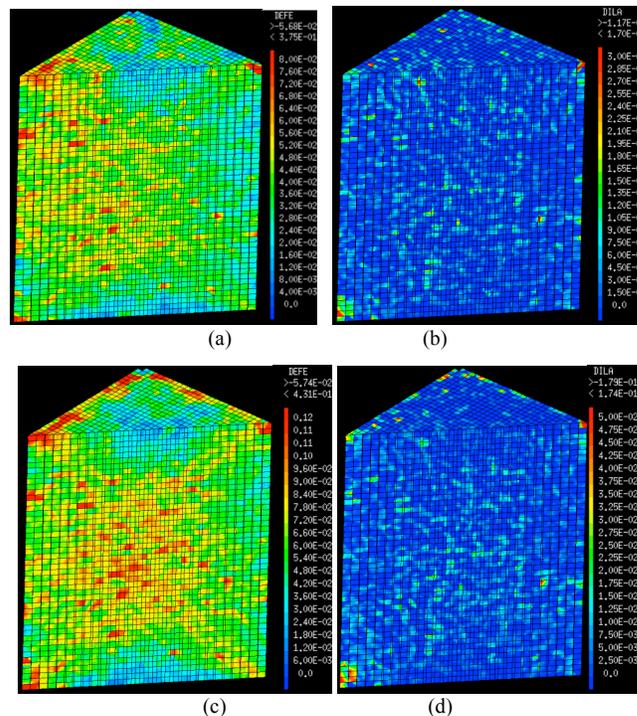


Fig. 7. Map of von Mises equivalent strain (a) and volumetric strain (b) in second and third (c/d) loading steps. Compression axis is vertical and the local gauge length is 140 μ m; sample side is about 4 mm.

Deviatoric strains maps exhibit a two-scale organization. At the overall scale of the sample, it is observed that strain is low in upper and lower cones near the contact surfaces, as a consequence of imperfect boundary conditions: contact surfaces have been lubricated but this was not sufficient to suppress totally tangential friction forces. In the central part of the sample, where strain is more intense, a second scale of structuration of the strain field is clearly seen: strains self-organizes itself into deformation bands, with a typical spacing of several hundreds of micrometers. These bands are seen in both configurations, with a rather reproducible spatial organization. These observations are very consistent with earlier optical surface full-field measurements on a similar material [5,7]. Individual deformation bands at the scale of the slip systems or at grains boundaries can however not be resolved as in SEM investigations, because spatial resolutions of these 3D strains fields is too coarse (140 μm instead of 8 μm in SEM strain maps).

4.4. Transverse cracks at grain-boundaries

The GBS deformation mechanism can however be investigated indirectly through the local volume change as provided by Figures 7b and 7d. These fields appear rather noisy, but indeed also exhibit some reproducible features. A more detailed investigation shows that locations of intense volume change coincide with the nucleation and growth of microcracks with a typical size and orientation very consistent with those observed in the SEM experiment at room temperature. Figure 8 provides examples of such cracks, observed in cross sections through CT volumes along planes perpendicular and parallel to the direction of compression.

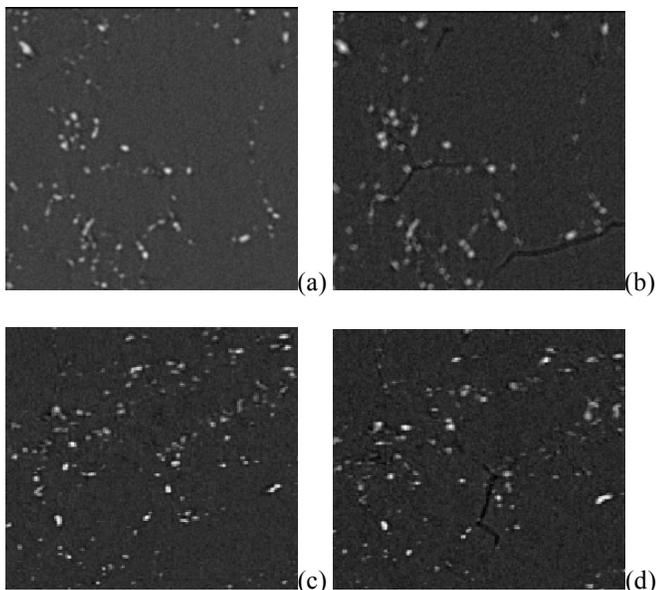


Fig. 8. Observation of transverse cracks. Horizontal cross section normal to direction of compression in reference image (a) and at third loading step (b). Vertical cross section in reference image (c) and at third loading step (d); compression axis is vertical in (c) and (d). Width of images is about 800 μm .

These cracks are not present in the reference images and are observed to progressively appear. Furthermore, comparison of deviatoric and volumetric strain maps at same deformation steps in Figure 7 confirms that GBS is more intense in areas where deviatoric strains are larger. These observations confirm, at least qualitatively, that GBS is present from the beginning of plastic strain in the bulk of the material and not only at its free surface and contribute as a second mechanism to accommodate incompatibilities of CSP.

5. CONCLUSIONS AND PERSPECTIVES

Deformation of synthetic halite has been investigated at the scale of its polycrystalline microstructure. Crystal slip plasticity is the major deformation mechanism as it contributes to more than 94% of total strain. However grain boundary sliding is necessary to accommodate local CSP incompatibilities; this is true from the beginning of plastic deformation. The combined contribution of both mechanism leads to a structuration of the local deformation field into deformation bands with a typical size notably larger than grain size. Moreover, a quantitative evaluation of the contribution of both mechanisms to overall strain shows that the proportion of GBS to overall strain is constant in halite subjected to compression at low temperature. This holds also true at high temperature for moderate stress; at higher stress levels, the contribution of GBS seems to be lower, probably because additional CSP systems are activated. These surface measurements are confirmed, at least from a qualitative point of view by investigations in the bulk of the materials, where both mechanisms are also indirectly observed, with the same chronology. More advanced analyses of the 3D images are expected to provide a quantification of the contribution of crack openings to overall strain. Additional experiments on other microstructures such as those already considered in [5] will allow one to better characterizing the conditions for the activation of GBS or CSP. Finally, these data will serve to construct and validate multiscale analytical or numerical models for the behavior of halite under complex loading conditions. To do so, it will be very useful to combine strain measurements with 2D imaging of the polycrystalline structure by Electron BackScattered Diffraction, as in [14]. In addition, a similar mapping is also expected in 3D thanks to newly developed Diffraction Contrast Tomography procedures [15]. Such a work is underway.

ACKNOWLEDGEMENTS

The present study was funded by the ANR project “MicroNaSel” under number ANR-10-BLAN-935.

ESRF beamtime has been allocated under proposal number MA-2034.

REFERENCES

1. Senseny, P. E., F. D. Hansen, J. E. Russell, N. L. Carter, and J. W. Handin. 1992. Mechanical behaviour of rock salt: Phenomenology and micromechanisms, *Int. J. Rock Mec. Min.*, 29(4), 363–378.
2. Bérest, P., P. A. Blum, J. P. Charpentier, H. Gharbi, and F. Valés. 2005. Very slow creep tests on rock samples, *Int. J. Rock Mech. Min.*, 42(4), 569–576.
3. Crotagino, F., K-U. Mohmeyer, and R. Scharf. 2001. Huntorf CAES: More Than 20 Years of Successful Operation, In: *Spring 2001 Meeting Orlando, Florida, USA 15-18 April 2001*.
4. Desbois, G., P. Závada, Z. Schlöder and J. L. Urai. 2010. Deformation and recrystallization mechanisms in actively extruding salt fountain: Microstructural evidence for a switch in deformation mechanisms with increased availability of meteoric water and decreased grain size (Qum Kuh, central Iran), *J. Struct. Geol.*, 32(4), 580–594.
5. Bourcier, M., M. Bornert, A. Dimanov, E. Héripré, and J.L. Raphanel. 2013. Grain boundary sliding and crystal plasticity in halite. *J. Geophys. Res. Solid Earth*. 118: 511–526.
6. Bourcier, M., A. Dimanov, E. Héripré, J.L. Raphanel, M. Bornert and G. Desbois, 2012. Full field investigation of salt deformation at room temperature: cooperation of crystal plasticity and grain sliding. In: *Proceedings of the 7th Conference on the Mechanical Behaviour of Salt, Paris, 16 - 19 April 2012*, eds. P. Berest et al, 37-43.
7. Bourcier, M. 2012. Étude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium. *PhD thesis, École Polytechnique*.
8. Gaye, A., M. Bourcier, E. Héripré, M. Bornert, A. Dimanov, J. Raphanel, and K. Sab. 2013. Quantitative investigation of grain boundary sliding in halite rock by sem in situ testing and full field strain measurements. *Proceedings of Photomechanics 2013*, Montpellier.
9. Sutton, M. A., J.-J. Orteu, and H. W. Schreier. 2009. Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications. Springer Science+Business Media, New York.
10. Bornert M., J.M. Chaix, P. Doumalin, J.C. Dupré, T. Fournel, D. Jeulin, E. Maire, M. Moreaud and H. Moulinec. 2004. Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures, *Instr., Mes., Métrol.*, 3-4, 43-88.
11. Wang, L., M. Bornert, E. Héripré, S. Chanchole, and A. Tanguy. 2014. Full-field measurements on low-strained geomaterials using environmental scanning electron microscopy and digital image correlation: improved imaging conditions, *Strain*, in press. doi: 10.1111/str.12076
12. Allais, L., M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. 1994. Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material, *Acta Metallurgica et materialia*, 42(11), 3865–3880.
13. Rupin, N. 2007. Déformation à chaud de matériaux biphasés: modélisations théoriques et confrontations expérimentales. *PhD thesis, École Polytechnique*.
14. Héripré, É., M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Roos, M. Bornert and D. Caldemaison. 2007. Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials, *International Journal of Plasticity*, Vol. 23/9, 1512-1539
15. Vigano, N., J. Batenburg and W. Ludwig, 2013. Discrete representation of local orientation in grains using diffraction contrast tomography, In: *Proceedings of the 8th International symposium on image and signal processing and analysis (ISPA 2013)*