



**HAL**  
open science

# Étude expérimentale du comportement viscoplastique d'un polycristal de sel-gemme synthétique

Mathieu Bourcier, Alexandre Dimanov, Eva Héripéré, Michel Bornert,  
Wolfgang Ludwig, Jean Raphanel

► **To cite this version:**

Mathieu Bourcier, Alexandre Dimanov, Eva Héripéré, Michel Bornert, Wolfgang Ludwig, et al.. Étude expérimentale du comportement viscoplastique d'un polycristal de sel-gemme synthétique. CFM 2011 - 20e Congrès Français de Mécanique, Aug 2011, Besançon, France. hal-03421276

**HAL Id: hal-03421276**

**<https://hal.science/hal-03421276v1>**

Submitted on 9 Nov 2021

**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.

# Etude expérimentale du comportement viscoplastique d'un polycristal de sel-gemme synthétique.

BOURCIER M.<sup>a</sup>, DIMANOV A.<sup>a</sup>, HÉRIPRÉ E.<sup>a</sup>, BORNERT M.<sup>b</sup>, LUDWIG, W.<sup>c</sup>, RAPHANEL J.L.<sup>a</sup>

a. UMR 4976 Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, Palaiseau

b. Institut Navier, ENPC, Marne la Vallée

c. UMR MATEIS, INSA-Lyon, Villeurbanne

## Résumé :

*Nous présentons les résultats expérimentaux de déformation à différentes échelles obtenus à partir d'un polycristal de NaCl synthétique : essais de compression uniaxiale, couplés à des mesures de champs cinématiques, obtenus par corrélation d'images numériques acquises in-situ, sous MEB. Différents mécanismes de déformation plastique sont observés, glissement intracristallin mais aussi glissement aux interfaces. Une étude 3D par tomographie RX complète les mesures de surface.*

## Abstract :

*In this work we present a multiscale experimental results obtained during the deformation of polycrystalline synthetic rocksalt : Uniaxial compression tests are coupled with measures of kinematic fields obtained by digital image correlation acquired in a SEM. Different mechanisms of plasticity are observed, crystal plasticity but also grain boundary sliding. A 3D study by tomography RX completes the 2D results.*

**Mots clefs :** Plasticité cristalline ; Essais in-situ ; Mesures de champs.

## 1 Introduction

Les nouveaux enjeux écologiques ont poussé la recherche scientifique à s'intéresser à de nouveaux modes de production d'énergie (éolien, solaire,...) avec pour conséquences la nécessité de stocker de l'électricité pour s'ajuster à la demande. Un des moyens consiste à convertir l'énergie électrique en énergie mécanique, en stockant de l'air comprimé dans des cavités salines artificielles réalisées par lessivage (injection d'eau douce et récupération de saumure) où le fluage du sel entraîne la convergence progressive de ces cavités. Il est donc important de mieux connaître le comportement du sel en condition d'exploitation (sous faible charge et charge cyclique) et sur le long terme. Notre étude porte sur un polycristal de sel synthétique pur, élaboré au sein du laboratoire. L'intérêt de travailler sur un matériau synthétique tient au fait de pouvoir contrôler sa microstructure (la taille des grains et sa distribution) et sa composition (pureté), mais aussi de minimiser la présence de microstructures de déformation (endommagements, parois de dislocations et sous-joints, textures. . . ) qui caractérisent souvent le sel gemme naturel, et qui influencent son comportement mécanique.

## 2 Élaboration du Sel synthétique

L'élaboration du matériau s'effectue au laboratoire par HIP (Hot Isostatic Pressing). Des poudres de sel pur de laboratoire (99,9%) sont pressées dans une cellule oedométrique sous 100 MPa et 150°C durant une semaine. A ce stade, les échantillons présentent une faible porosité (<3%) mais une mauvaise distribution de la taille de grains (de 30µm à 500µm). Afin d'homogénéiser la taille de grain et d'obtenir un état d'équilibre aux interfaces suffisant, les échantillons sont recuits à 750°C durant 24h. Les échantillons obtenus présentent une faible porosité (3%) et une taille de grain comprise entre 300

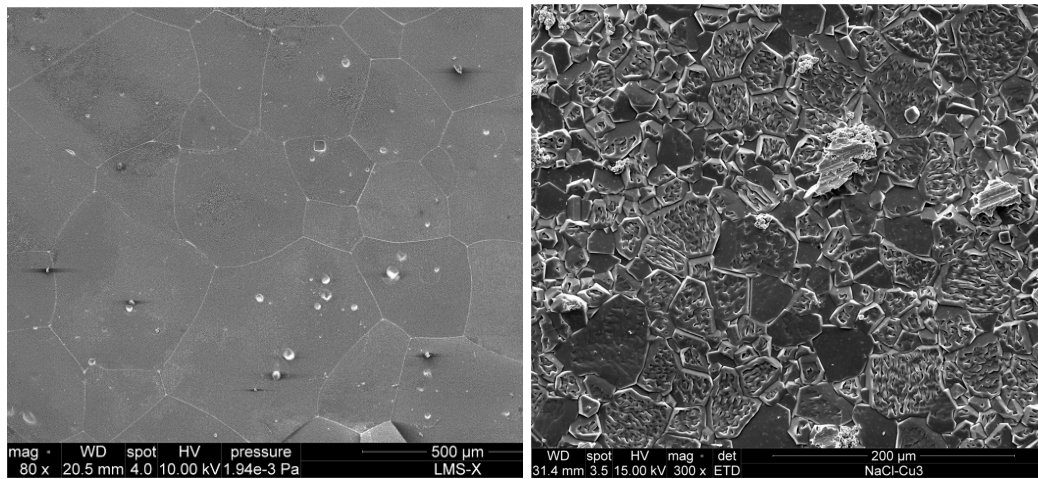


FIG. 1 – Observation au MEB des différentes microstructures obtenues. a) HIP + recuit + faible attaque chimique à l'eau. b) HIP + forte attaque à l'eau

$\mu\text{m}$  et  $500 \mu\text{m}$ . Il est aussi possible d'obtenir une microstructure fine présentant une taille de grains comprise entre  $30 \mu\text{m}$  et  $100 \mu\text{m}$ . Pour cela, le protocole est sensiblement différent, la poudre de sel de laboratoire est concassée durant plusieurs heures afin d'obtenir une poudre très fine de sel pur. Un pressage à froid d'au moins une semaine avant la mise en température est nécessaire (fig 1).

### 3 Observation et essais in-situ

Des essais de compression uniaxiale sont réalisés dans le MEB (Microscope Electronique à Balayage) ainsi que sous microscopie optique. Nous avons alors accès à différentes échelles d'observations lors de la compression. Ces observations sont traitées par corrélation d'images afin de quantifier les déformations observées. Les essais de compression sous MEB sont réalisés sur des échantillons de taille millimétriques ( $5\text{mm}$  de côté et  $10 \text{mm}$  de long) à une vitesse de déplacement imposée d'environ  $1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  correspondant à une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Les essais macroscopiques sont réalisés sous une presse uniaxiale avec acquisition d'images microscopique à partir d'une caméra CCD de 16 millions de pixels. Les échantillons de taille centimétrique sont comprimés à une vitesse de  $1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  correspondant à une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-5} \text{s}^{-1}$  (fig 2).

A ce stade, les échantillons sont pour la plupart déformés jusqu'à la dizaine de pourcent, des bandes de glissement apparaissent à la surface des, ainsi que de la microfracturation diffuse (fig 3).

## 4 Corrélation d'images

### 4.1 Marqueurs

La technique de corrélation d'images [3] est basée sur la comparaison des histogrammes des niveaux de gris sur un domaine de corrélation avant et après déformation. La minimisation d'une fonction de corrélation qui dépend de l'histogramme permet de suivre le déplacement du domaine de corrélation au cours du temps, et donc la déformation. Il est donc nécessaire d'avoir un fort contraste sur la surface (ou dans le volume) afin de calculer les champs de déplacements. Une technique pour s'assurer d'un contraste suffisant consiste à déposer un marqueur sur la surface de l'échantillon. Nous disposons actuellement de différentes techniques de marquages en fonction de l'échelle étudiée : grilles d'or, billes d'or, grilles d'or et billes d'or simultanément et mouchetis de peinture pour des essais plus macroscopiques.

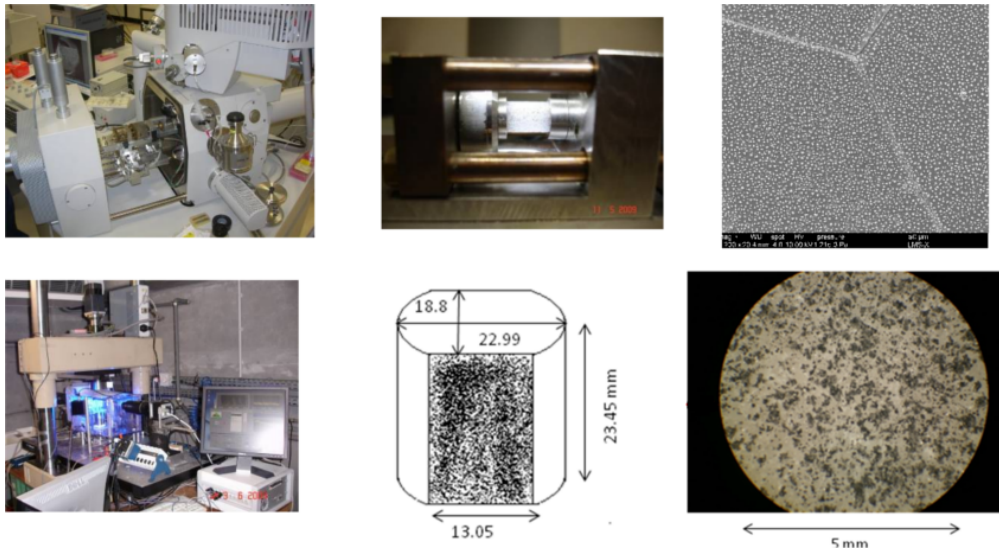


FIG. 2 – a) MEB équipé d'une machine de compression. Marqueur microbilles d'or. b) Presse équipée d'une caméra permettant l'acquisition d'image microscopique. Marqueur mouchetis de peinture.

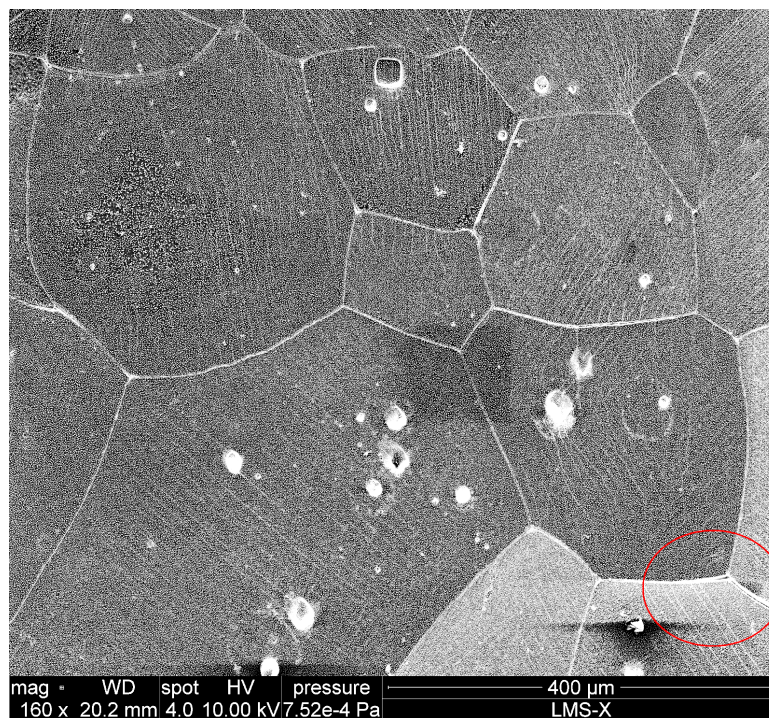


FIG. 3 – Lignes de glissement présentes sur la surface de l'échantillon déformé d'environ 7% attestant de la plasticité intracristalline. Au niveau du cercle rouge, apparition de glissement au joint avec ouverture de cavité au point triple.

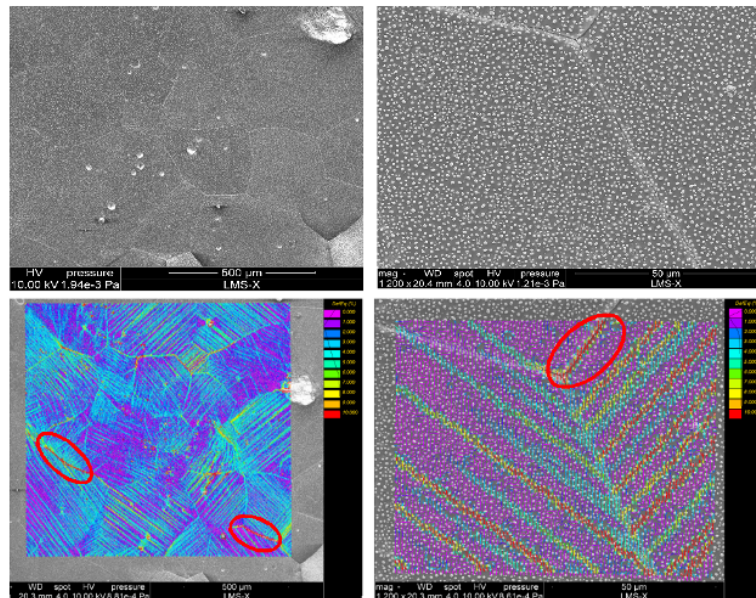


FIG. 4 – a) Différentes échelles d’observation sous MEB. b) Champs de déformation obtenus par corrélation d’images numériques. La déformation macroscopique est de 7%. Indiquée en rouge une zone où du glissement aux interfaces est apparu. Les bandes de déformations intracristallines sont dues à de la plasticité cristalline.

## 4.2 Champs de déformation

Aux échelles fines d’observation obtenues au MEB, la déformation est très hétérogène, en relation avec la microstructure [2], et nous montre différents mécanismes de déformation : la plasticité intracristalline et le glissement aux interfaces (fig 4). Il est à noter que le glissement aux interfaces apparaît assez tôt et qu’il concentre d’importantes déformations locales, même s’il n’est pas généralisé. Il apparaît comme un mécanisme d’accommodation locale des incompatibilités de déformation plastique intracristalline.

Pour les essais au microscope optique (fig 5) le marquage est différent, et donc l’échelle d’observation moins fine. De fait, on observe une déformation plus homogène, sauf près des extrémités, du fait de la friction avec les pistons. Les fortes localisations de déformation observées sur la dernière image (en rouge) correspondent à la fissuration classique pour ce type d’essai en compression simple non confiné.

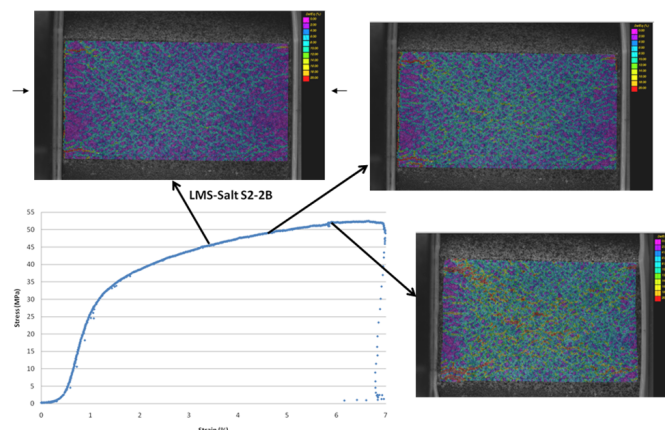


FIG. 5 – Différents niveaux de déformations d’un échantillon plus macroscopique couplés à une courbe contrainte-déformation. Le sens de compression est indiqué par les flèches.

## 5 Systèmes de glissement activés

Lors de la déformation plastique, des lignes de glissement apparaissent sur la surface des grains. Il est nécessaire de savoir à quel système de glissement elles correspondent. En se basant sur les cartes d'orientations cristallines obtenues par EBSD et sur les lignes de glissements observées à la surface de l'échantillon déformé, il est possible d'identifier les systèmes de glissements activés. Sur les bases de ces données on peut modéliser le comportement viscoplastique du polycristal par simulation éléments finis.

## 6 Corrélation d'images 3D

L'une des innovations de cette étude consiste à faire des mesures de champs en trois dimensions soit par tomographie RX de laboratoire [4], soit sous faisceau synchrotron. L'étude 3D nécessite un marquage en volume. L'une des premières difficultés est donc de synthétiser un matériau contenant une seconde phase présentant un contraste que l'on pourra observer lors d'un essai mécanique et qui n'affecte pas notablement le comportement. Nous utilisons des particules fines de Cu (fig 6).

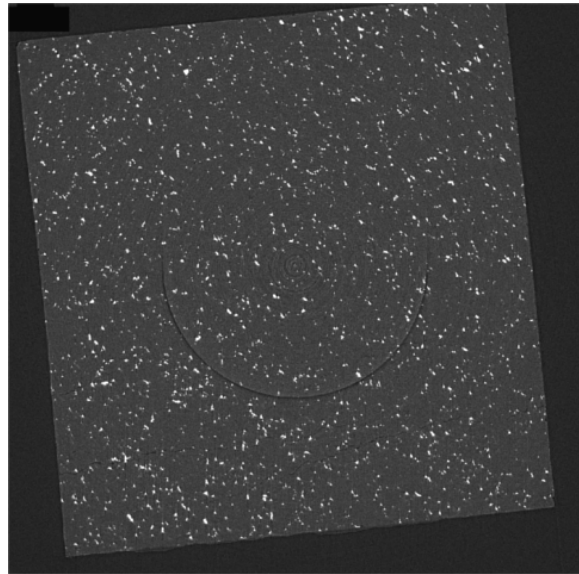


FIG. 6 – Tranche d'un volume de sel contenant des particules de cuivre obtenue par microtomographie RX en absorption à l'ESRF.

Les tests de compression présentés ont été effectués à l'ESRF. La taille du voxel est de  $5\mu\text{m}^3$ . Nous utilisons le logiciel CorrelManuV pour la corrélation d'image en 3D [1]. Les résultats préliminaires obtenus nous montrent l'apparition d'une fissure dans un coin comprimé de l'échantillon. Sur la face opposée on peut observer une zone en traction. Les déformations globales enregistrées sont de l'ordre du pourcent (fig 7).

## 7 Conclusions

Les calculs numériques réalisés habituellement en plasticité polycristalline ne prennent pas en compte le glissement aux interfaces. Notre étude expérimentale indique que cet aspect peut être indispensable pour une modélisation complète du comportement du matériau.

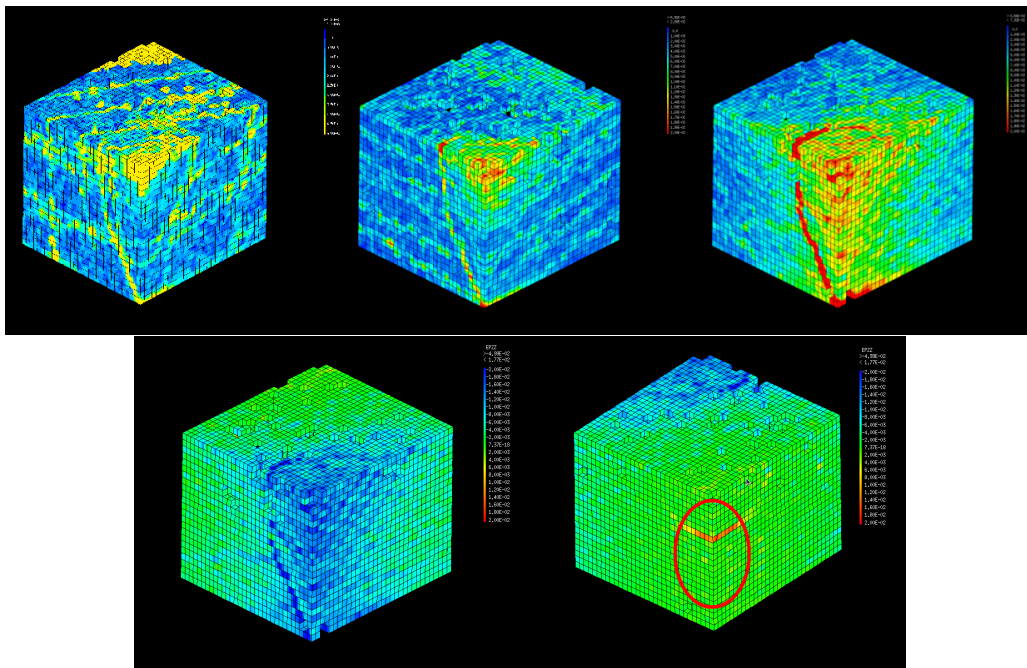


FIG. 7 – a) Echantillon de sel contenant du cuivre à différents stades de déformation donnés en déformation équivalentes. b) Déformation selon l'axe z selon différentes phases. La face avant montre de la compression tandis que la face arrière indique de la traction (zone entourée en rouge).

## Références

- [1] M. Bornert, J.M. Chaix, P. Doumalin, J.C. Dupré, T. Fournel, D. Jeulin, E. Maire, M. Moreaud, and H. Moulinec. Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures. *Instrumentation, Mesure, Métrologie*, Vol 4(n°3-4) :43–88, 2004.
- [2] Jérémie Dautriat, Michel Bornert, Nicolas Gland, Alexandre Dimanov, and Jean Raphanel. Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation. *Tectonophysics*, (503) :100–116, september 2011.
- [3] P. Doumalin. *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques : application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. PhD thesis, École polytechnique, 2000.
- [4] N. Lenoir, M. Bornert, J. Desrues, P. Bésuelle, and G. Viggiani. Volumetric digital image correlation applied to x-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rocks. *Strain*, 43 :193–205., 2007.