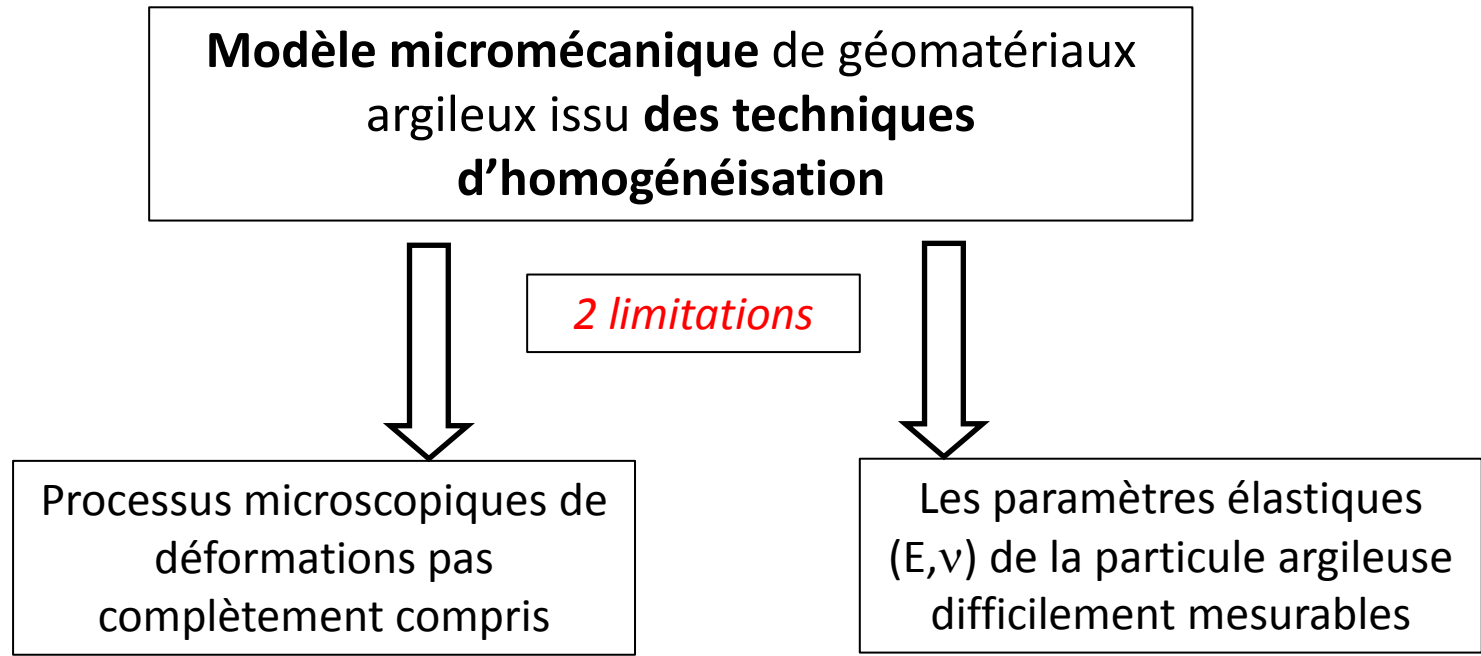


# MEsures des modules éLastiques d'un SyStème modèle Argileux par nanoindentation et corrélation d'images numériques (MELISSA)

S Hédan, G. Arnold, C. Auvray, E. Ferrage, F. Hubert, D. Prêt, V. Valle, A. Giraud, P. Cosenza

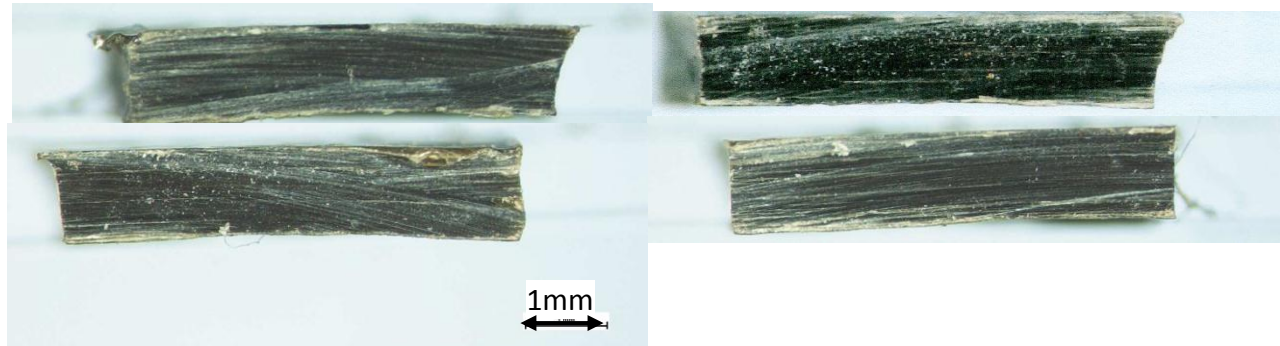




Actuellement, la détermination des paramètres hydromécaniques microscopiques est réalisée semi-expérimentalement par **nano-indentation**

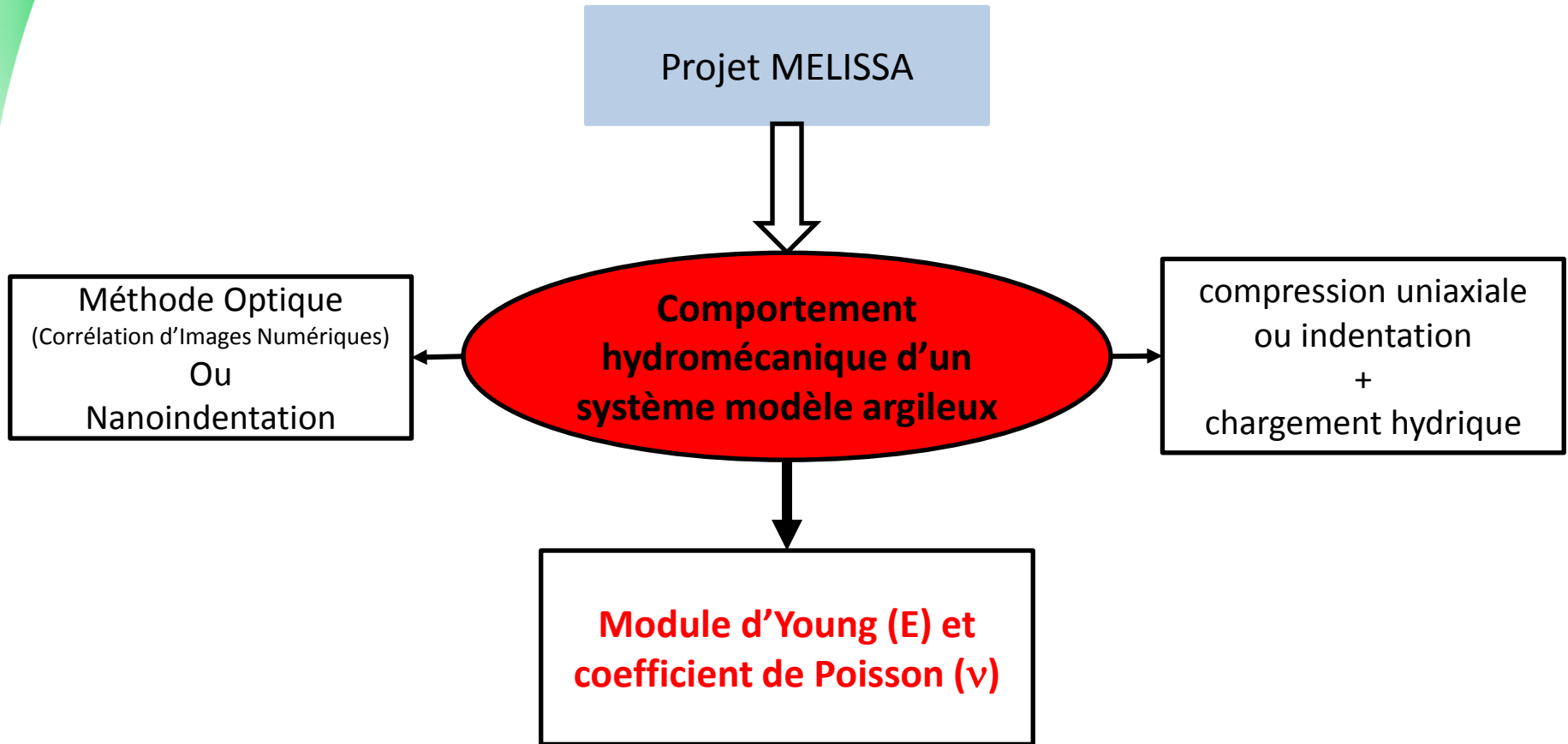
↳ Module d'indentation

Le projet MELISSA consiste à utiliser des **cristaux macroscopiques** de vermiculite de taille **pluri-millimétrique** comme analogues de cristaux de taille nanométrique.



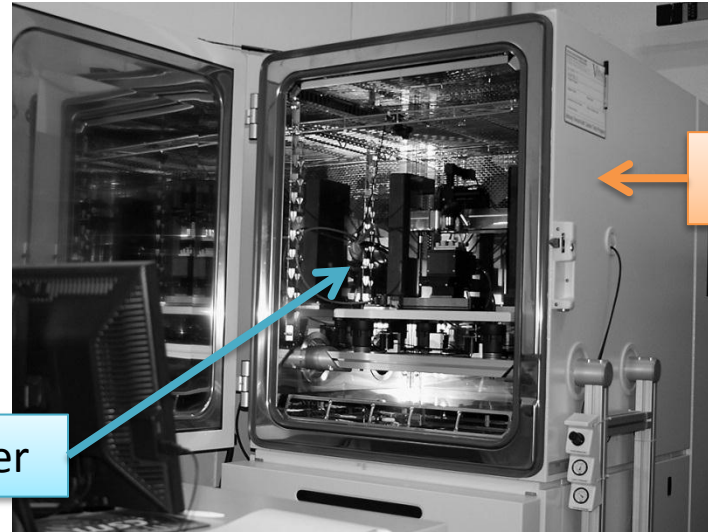
Ils ont été utilisés avec succès dans le cadre du projet Forpro animé par D. Prêt (*Influence de l'hydratation sur l'organisation multi-échelle du réseau poreux et du squelette minéral des argiles gonflantes*).

Cette analogie permet alors de conduire *directement* sur ces systèmes-modèles des essais macroscopiques standards de la géomécanique auxquels nous couplons les techniques de **nanoindentation** et mesures de **déformation** par **voie optique**.



**Hypothèse** : Cristal macroscopique de vermiculite (>mm) est un bon analogue 'mécanique' d'une particule nanométrique constituée de minéraux argileux 2-1 (gonflant)

**Nanoindenter**  
(CSM-Instruments)  
+  
**Climatic chamber**  
(Vötsch Industrietechnik GmbH)



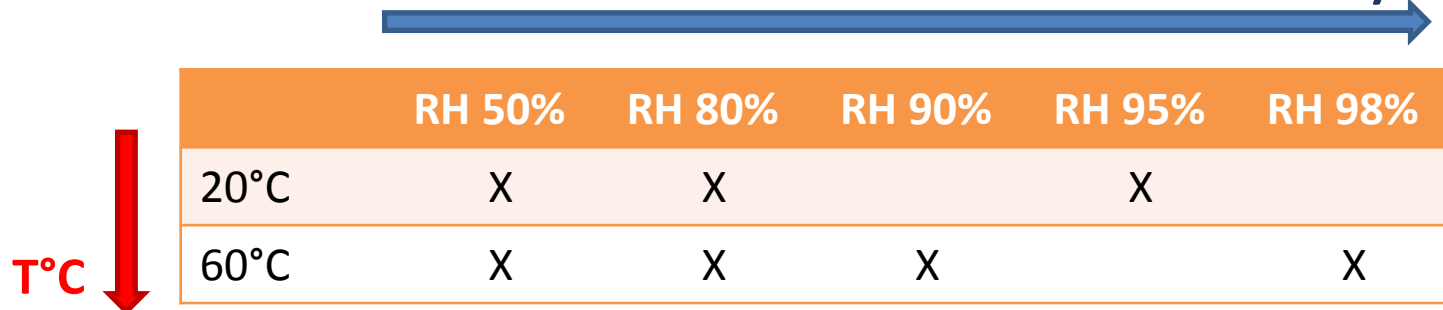
Nanoindenter

Chamber

Financement : contrats recherche ANDRA

## Hydro-thermal conditions on argillite

Relative humidity

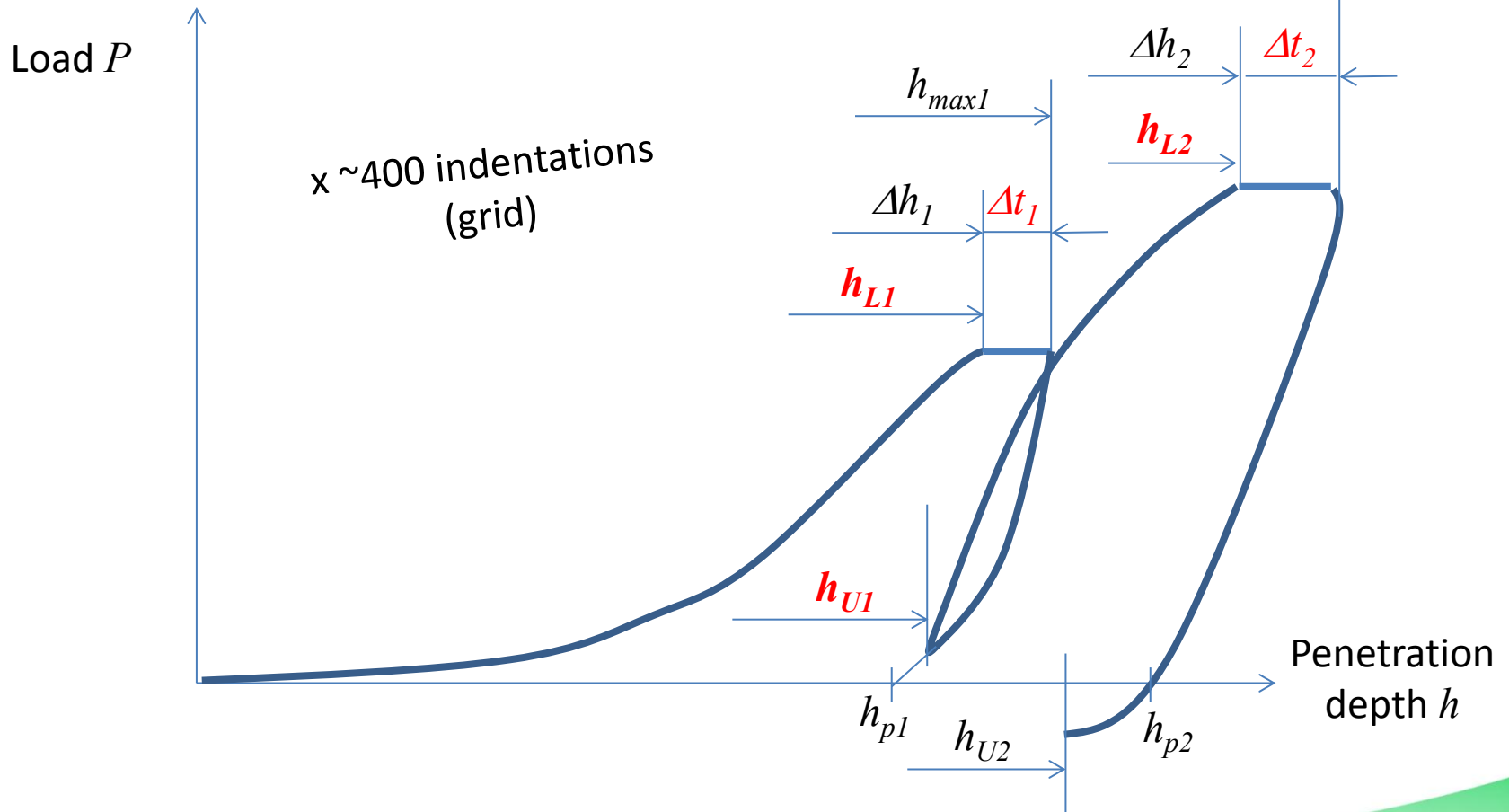


	RH 50%	RH 80%	RH 90%	RH 95%	RH 98%
20°C	X	X		X	
60°C	X	X	X		X

## Conditions de chargement sur des argilites



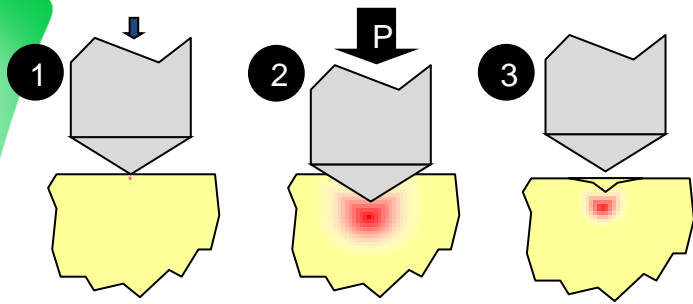
- Load controlled: loading, load hold, unloading
- Penetration depth limits:  $h_L$  (loading) and  $h_U$  (unloading)
- Load hold duration  $\Delta t$
- 2 cycles



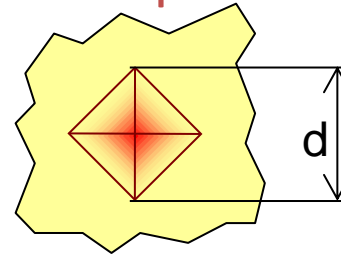
Loading conditions adapted to the material behaviour

Series			Nb	$h_{L1}$	$h_{U1}$	$h_{L2}$	Loading	Unloading
RH (%)	T (°C)	Pause (s)	Ind.	$\mu\text{m}$	$\mu\text{m}$	$\mu\text{m}$	mN/min	mN/min
50	20	90	400	0,85	0,75	1,10	30	30
80	20	90	200	2,20	2,15	2,75	30	30
95	20	90	400	2,20	2,15	2,75	100	100
50	60	15	200	2,20	2,15	2,75	10	10
80	60	15	171	2,20	2,15	2,75	15	15
90	60	15	201	3,50	3,20	3,80	5	5
98	60	10	200	3,50	3,40	4,00	5	5

# Méthode de Oliver and Pharr

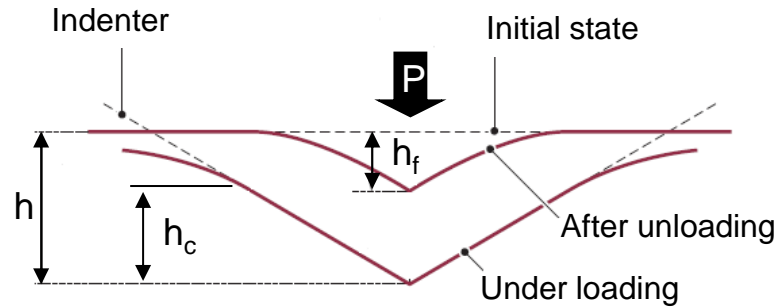
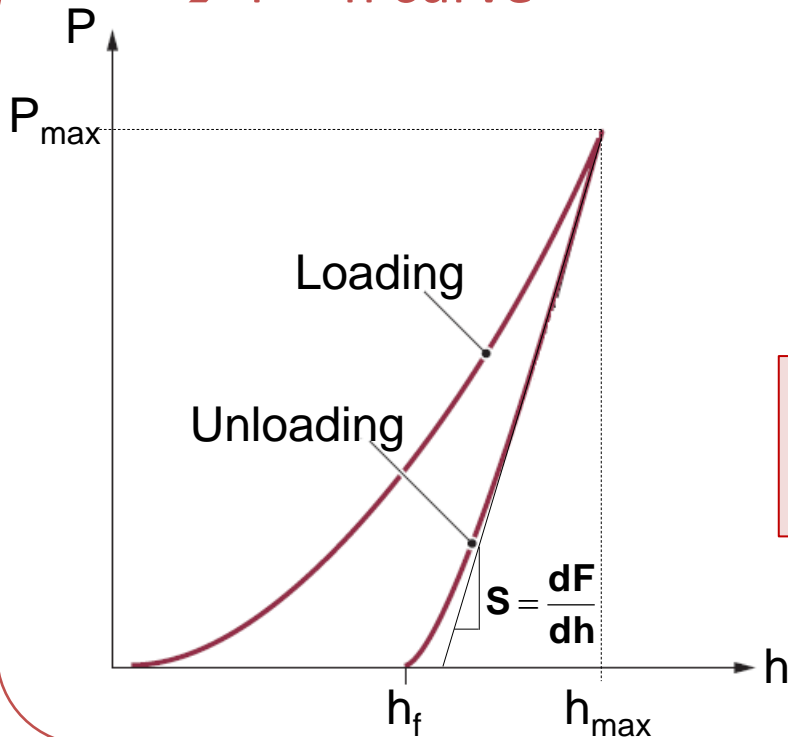


→ Imprint



$$\text{Dureté} = \frac{P_{\max}}{A}$$

→ P – h curve



$$H_{it} = \frac{P_{\max}}{A_p(h_c)}$$

**Dureté**

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_p(h_c)}} \beta$$

**Module réduit**

W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, 1992.

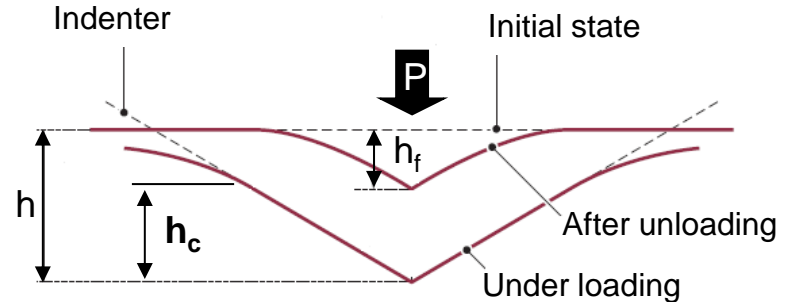


## Module réduit (Sneddon 1965)

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_p(h_c)}} \beta$$

Poisson's ratio:  $\nu$

Young's modulus:  $E_{it}$



**Correction factor**  
 $\beta=1.05$  (Berkovich)  
 O&P2004

## Contact area

$$A_p(h_c) = 24,5h_c^2 + C_1h_c + C_2\sqrt{h_c} + \dots$$

Perfect cone  
(pyramid)

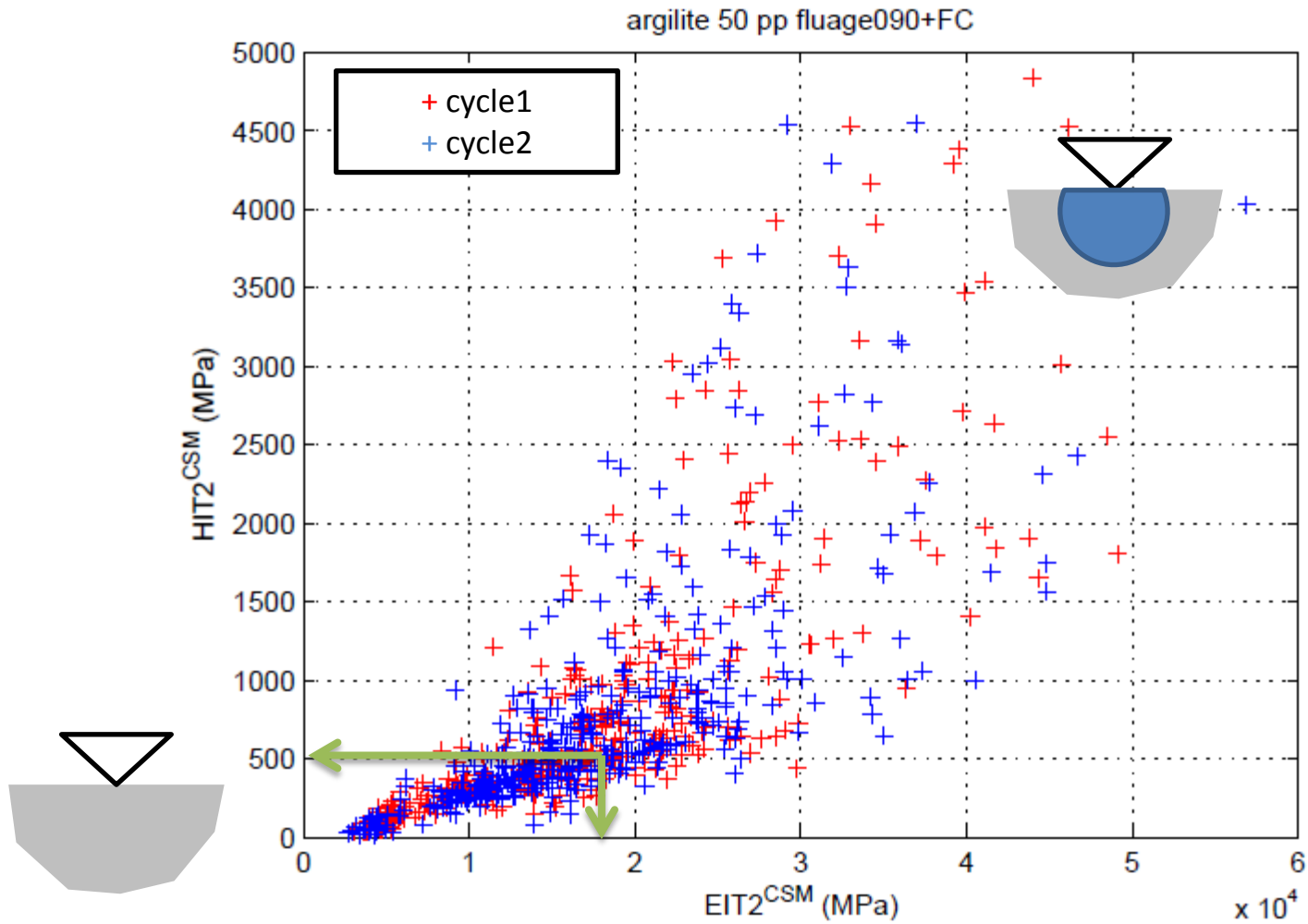
Correction terms  
(tip defects)

## Contact area height

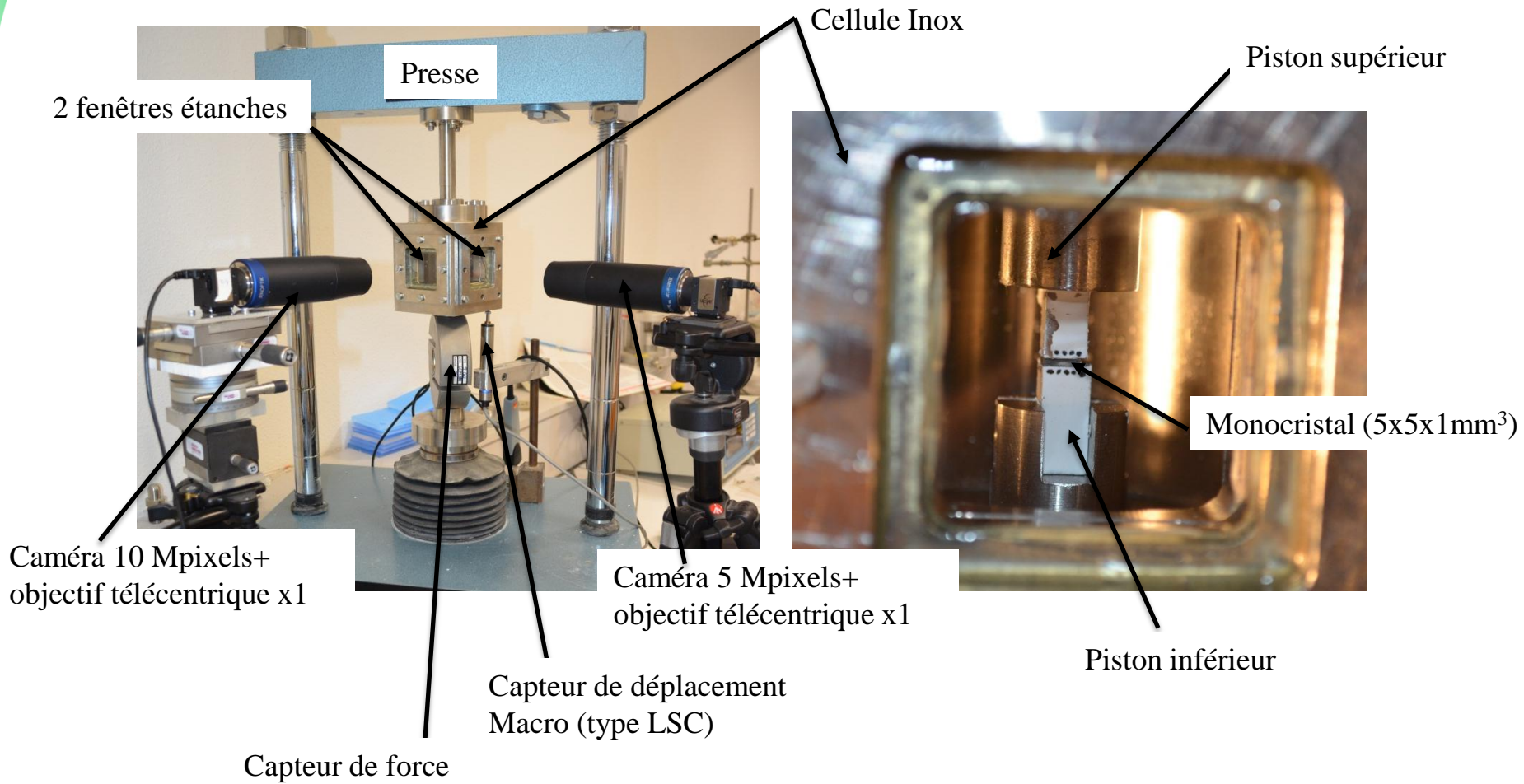
$$h_c = h_m - \varepsilon \frac{F_m}{S} = h_m - \varepsilon(h_m - h_r)$$

$\varepsilon=0,72$  : cone  
 $\varepsilon=0,75$  : sphere  
 $\varepsilon=1$  : flat  
 (Sneddon 1965)  
 $\varepsilon=f(m)$  – O&P2004

# Nanoindentation en conditions hydrique et thermique contrôlées

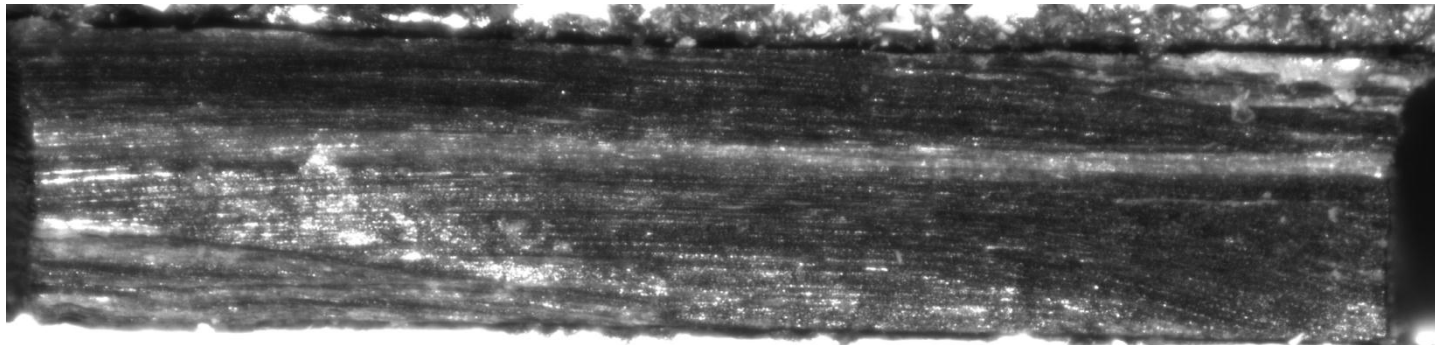
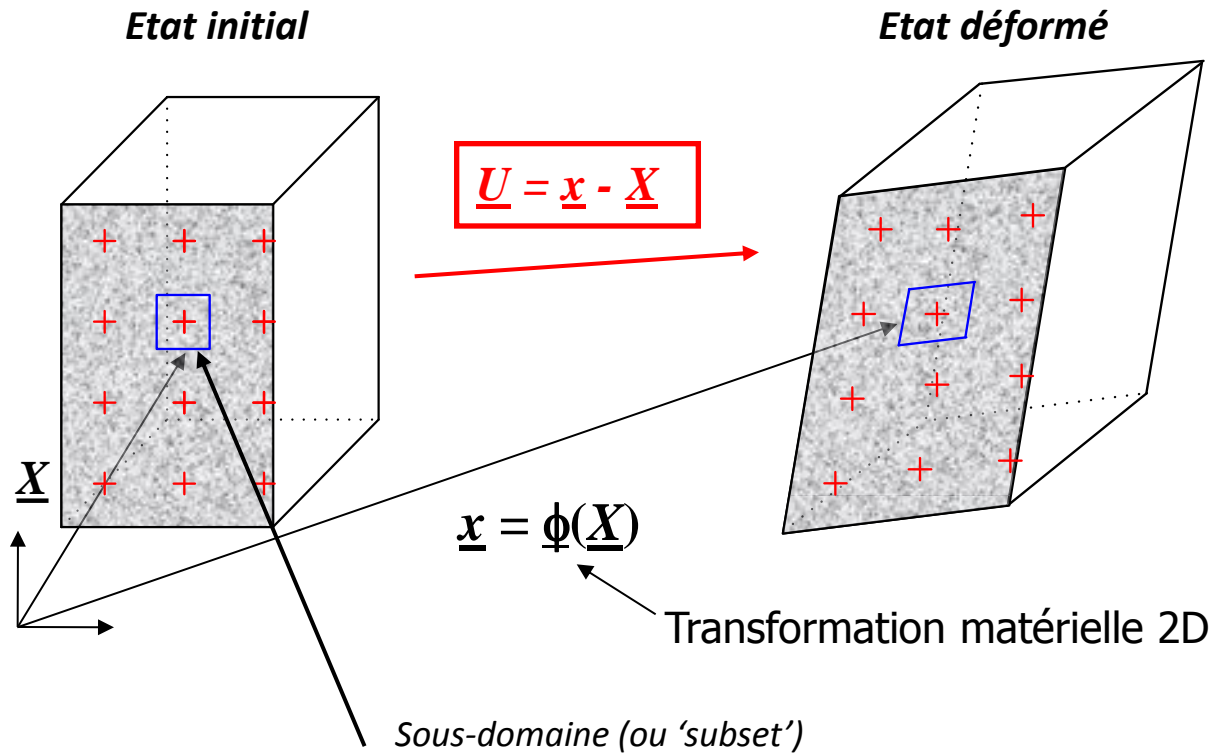


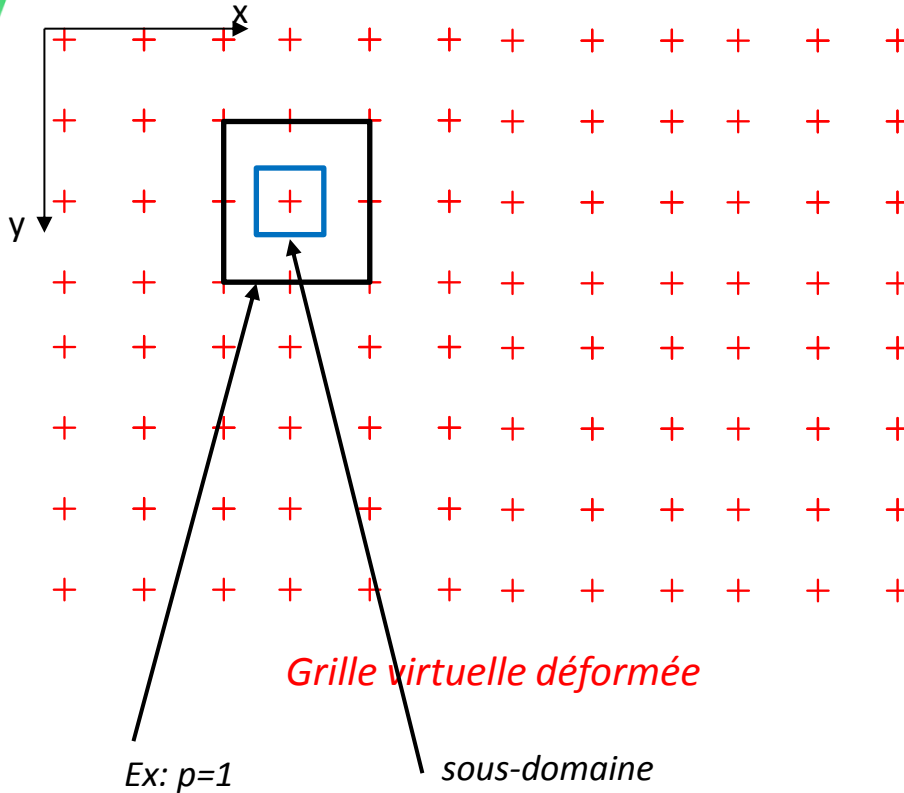
# Montage expérimental (Presse uniaxiale + cellule+CIN)



# Calcul des déplacements (CIN)

Corrélation d'images numériques (CIN) ou Digital Image Correlation (DIC)





$$\varepsilon_{xx}(x, y) = \sum_{n=1}^p \sum_{m=-p}^p \left( \frac{u_x(x+n, y+m) - u_x(x-n, y+m)}{l_{0x}} \right)$$

$$\varepsilon_{yy}(x, y) = \sum_{n=-p}^p \sum_{m=1}^p \left( \frac{u_y(x+n, y+m) - u_y(x+n, y-m)}{l_{0y}} \right)$$

$$\varepsilon_{xy}(x, y) = \frac{1}{2} \sum_{n=-p}^p \sum_{m=1}^p \left( \frac{u_x(x+n, y+m) - u_x(x+n, y-m)}{l_{0y}} \right) + \frac{1}{2} \sum_{n=1}^p \sum_{m=-p}^p \left( \frac{u_y(x+n, y+m) - u_y(x-n, y+m)}{l_{0x}} \right)$$

$l_{0i}$  = longueur initiale entre deux sous-domaines  
avec  $i=x, y$

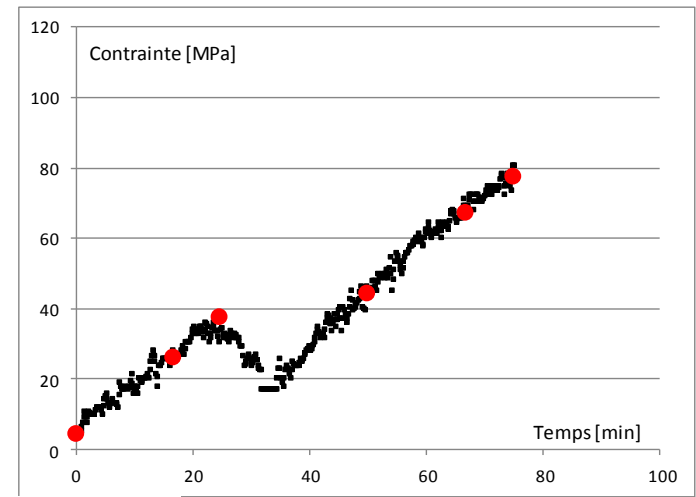
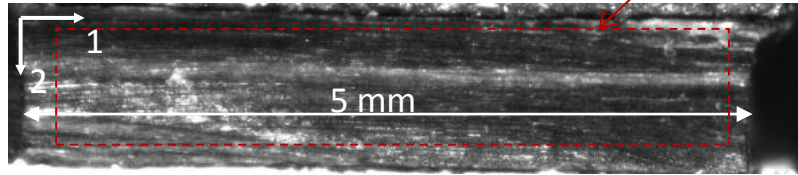
# Champs de déformations (CIN)

Vermiculite Mg ( $5 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$ )

HR = 60-65%

T = 24°C

Zone d'étude



# Calculs des paramètres mécaniques ( $E_T$ , $\nu_{TL}$ )

**Problème Plan** (déformation plane)  
(notation de Voigt)

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & 0 \\ C_{12} & C_{22} & 0 \\ 0 & 0 & C_6 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{12} \end{bmatrix}$$

**Compression transverse**

$$\sigma_2 = C_{12}\varepsilon_1 + C_{22}\varepsilon_2$$

**Isotrope transverse**

$$\sigma_2 = \frac{E_T}{1 + \nu_{TL}} \varepsilon_2 + \frac{\nu E_T}{(1 + \nu_{TL})(1 - 2\nu_{TL})} (\varepsilon_1 + \varepsilon_2)$$

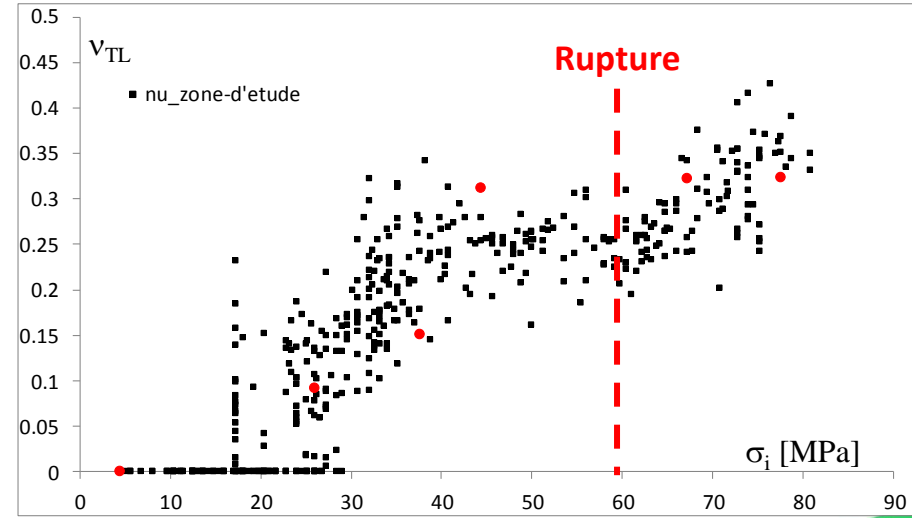
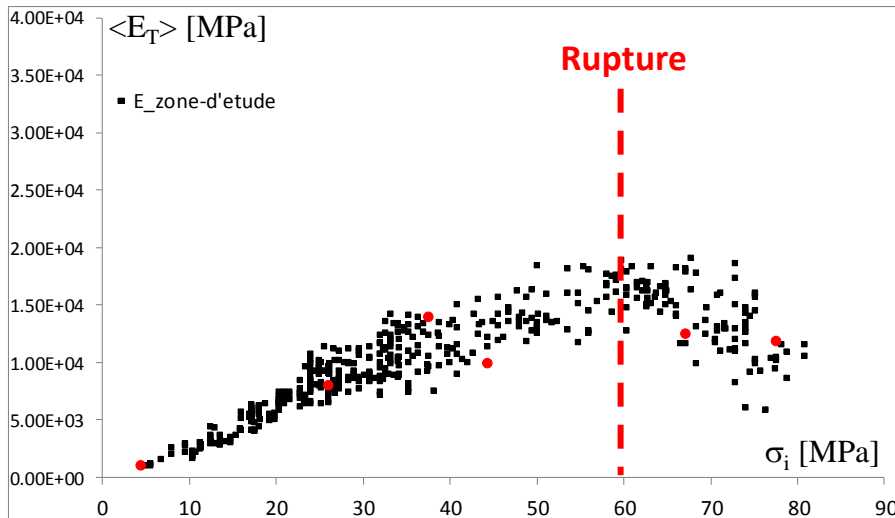
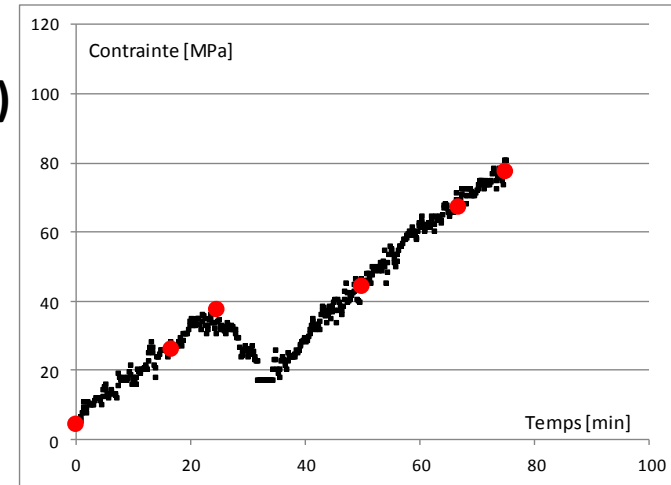
$$\sigma_F = \frac{F}{S}$$

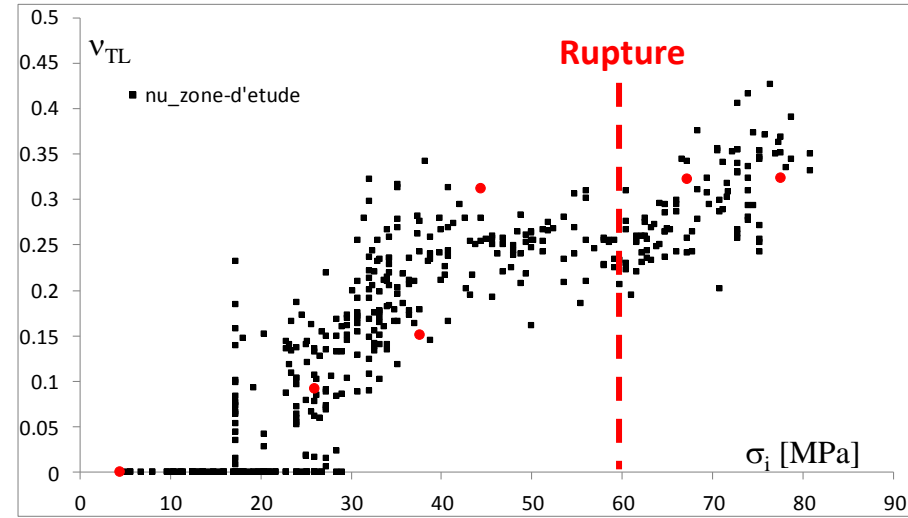
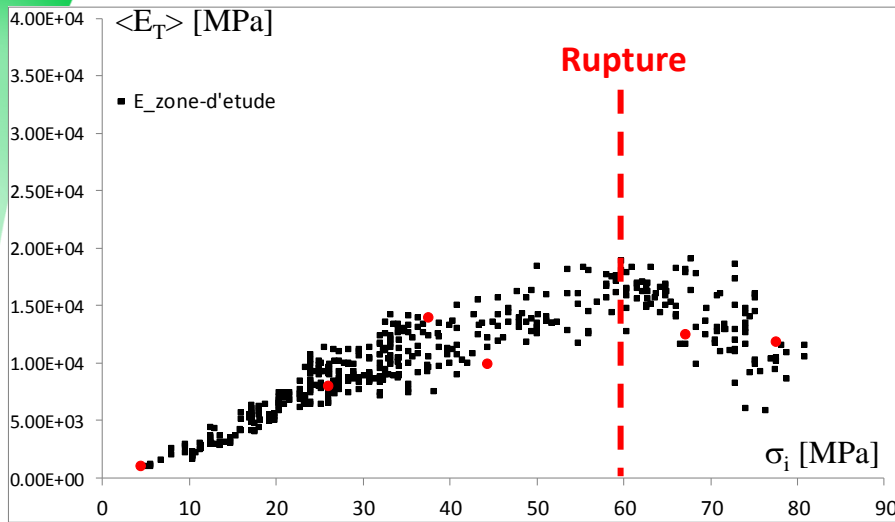
avec

$$E_T = C_{22} + \frac{C_{12}^2 C_{22}}{C_{12}^2 - C_{11} C_{22}}$$

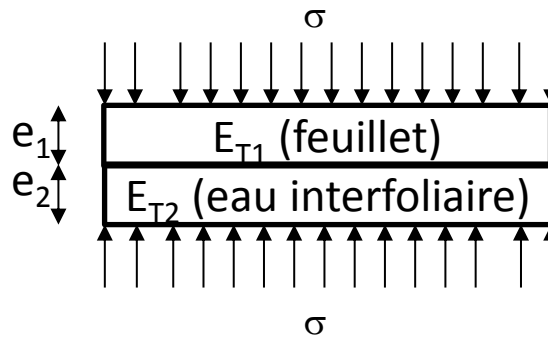
$$\nu_{TL} = \frac{-C_{12} C_{22}}{C_{12}^2 - C_{11} C_{22}}$$

$$Min = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\sigma_{2i} - \sigma_F)^2$$





1. Module tangent max.  $\langle E_T \rangle_{max} = 16 \pm 2 \text{ GPa}$ , puis **diminue** car une partie du monocrystal se délite.
2. Coefficient de Poisson  $\nu_{TLmax} = 0,30 \pm 0,15$
3. Monocrystal se **rigidifie** (augmentation du module d'Young)



$$\langle E_T \rangle^{-1} = \frac{1}{1 + \frac{e_2}{e_1}} E_{T1}^{-1} + \frac{1}{1 + \frac{e_1}{e_2}} E_{T2}^{-1}$$

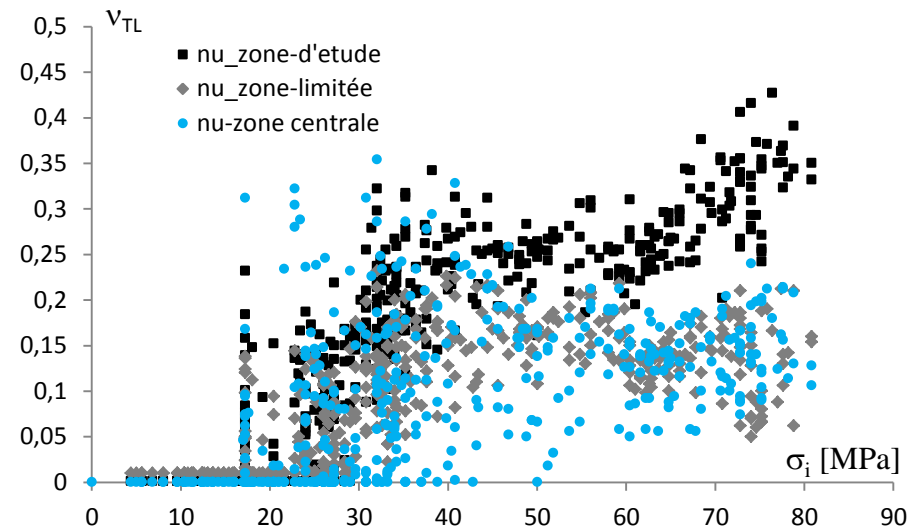
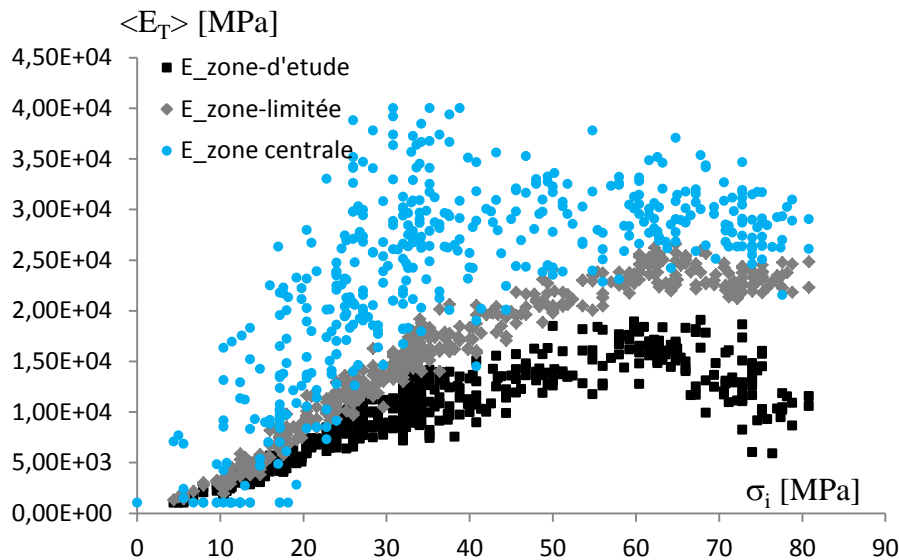
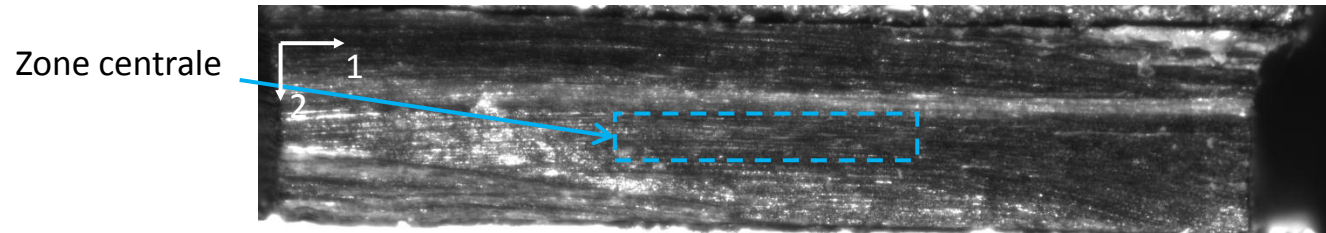
Si  $\sigma = \text{cste}$  et  $E_{T1} > E_{T2} \rightarrow e_2 < e_1 \rightarrow \langle E_T \rangle \uparrow$

(départ de l'eau interfoliaire)



## Calculs des paramètres mécaniques ( $E_T$ , $\nu_{TL}$ ) (zone centrale)

**Hypothèse de SAINT-VENANT** : les résultats ne s'appliquent valablement qu'à une distance suffisamment éloignée de la région où sont appliqués les efforts concentrés.



## Comparaison avec les valeurs de E et $\nu$ de la littérature

Echantillon	Méthode	E [GPa]	$\nu$
Dickite (Prasad et al., 2002)	Nano-indentation	6,2±1.0	0,3 (imposé)
Mica (Prasad et al., 2002)	Nano-indentation	56,9	
Muscovite (Zhang et al., 2009)	Nano-indentation	79,3±6,2	
Rectorite (Zhang et al., 2009)	Nano-indentation	18,3±4,7	
Film de vermiculite (Ballard et al., 1983)	Traction	14,1	
Talc (Pawley et al., 2002)	Compression	61,5	0,25 (imposé)
Pyrophyllite (Pawley et al., 2002)	Compression	55,5	0,25 (imposé)
<i>Dans cette étude : Vermiculite Mg sans correction</i>	<i>CIN-Macrocrystal</i>	<i>Max=16±2</i>	<i>Max=0,3±0,15</i>
<b>Dans cette étude : Vermiculite Mg (zones sélectionnées)</b>	<b>CIN-Macrocrystal</b>	<b>Max=24±2</b>	<b>Max=0,2±0,1</b>
<b>Dans cette étude : Vermiculite Mg (zone centrale)</b>	<b>CIN-Macrocrystal</b>	<b>Max = 30±5</b>	<b>Max=0,2±0,15</b>

Nanoindentation est une méthode permettant d'extraire le module d'Young.

Corrélation d'Images Numériques est une méthode **non invasive** qui peut être utilisée sur des monocristaux pour accéder aux **champs spatialisés** de déplacements et de **déformations**.

Les premiers résultats → **comportement est hétérogène**

Les modules d'Young et les coefficients de Poisson sont obtenus en fonction du chargement appliqué  $\sigma_i$ .

$$E_T = 24 \pm 2 \text{ GPa} \text{ et } \nu_{TL} = 0,2 \pm 0,1 \text{ (cas zones sélectionnées)}$$

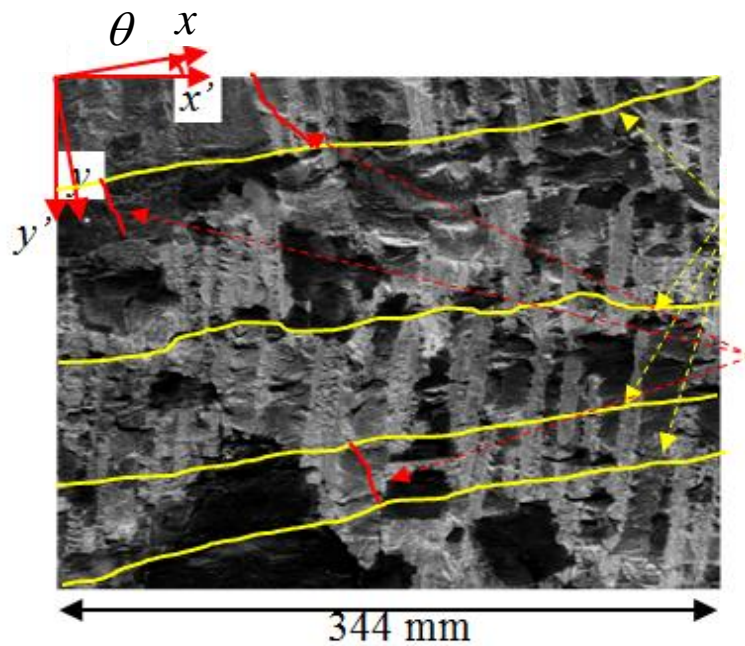
$$E_T = 30 \pm 5 \text{ GPa} \text{ et } \nu_{TL} = 0,2 \pm 0,15 \text{ (cas zone centrale)}$$

Actuellement: Des essais à différentes humidités (**HR=0-98%**) sur des échantillons saturés **Na** sont *en cours de traitement* par nanoindentation et en CIN.

## Autre application de la CIN à échelle de la galerie

### Etude du comportement hydromécanique de l'argilite.

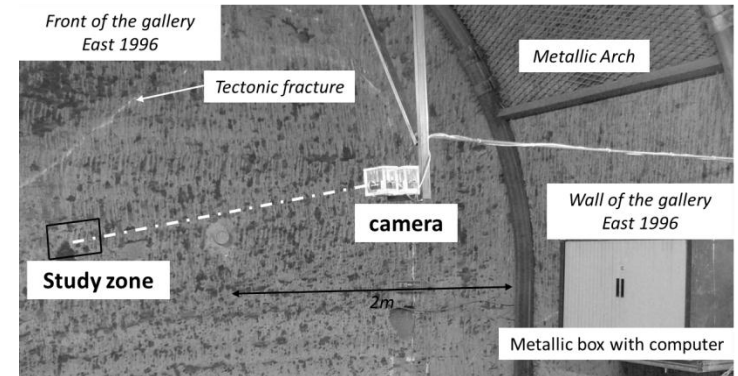
#### Approche multi-échelle



Fissures  
sub-horizontales

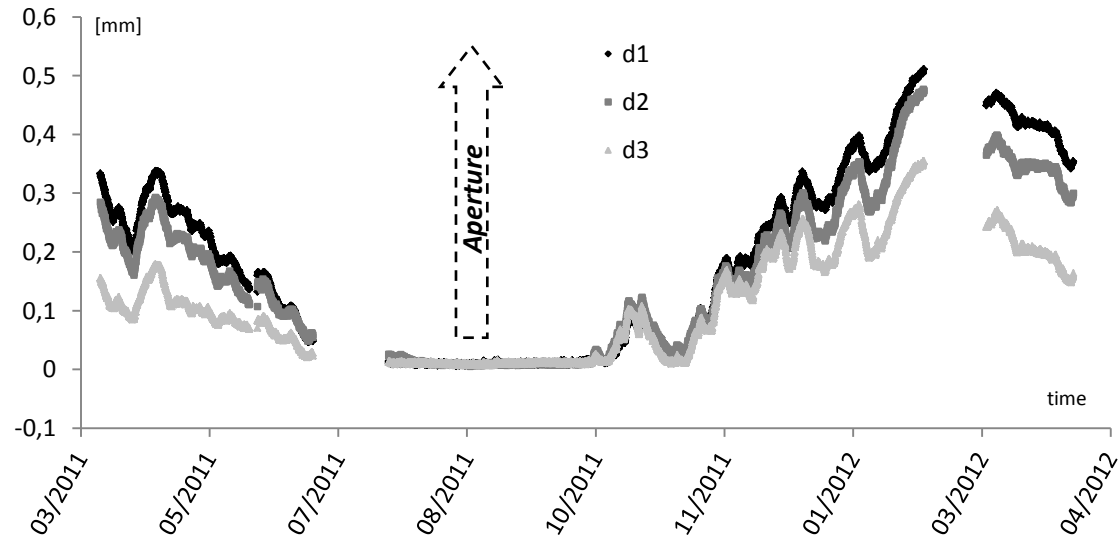
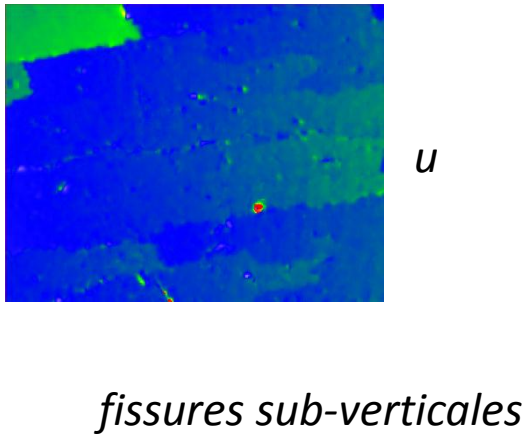
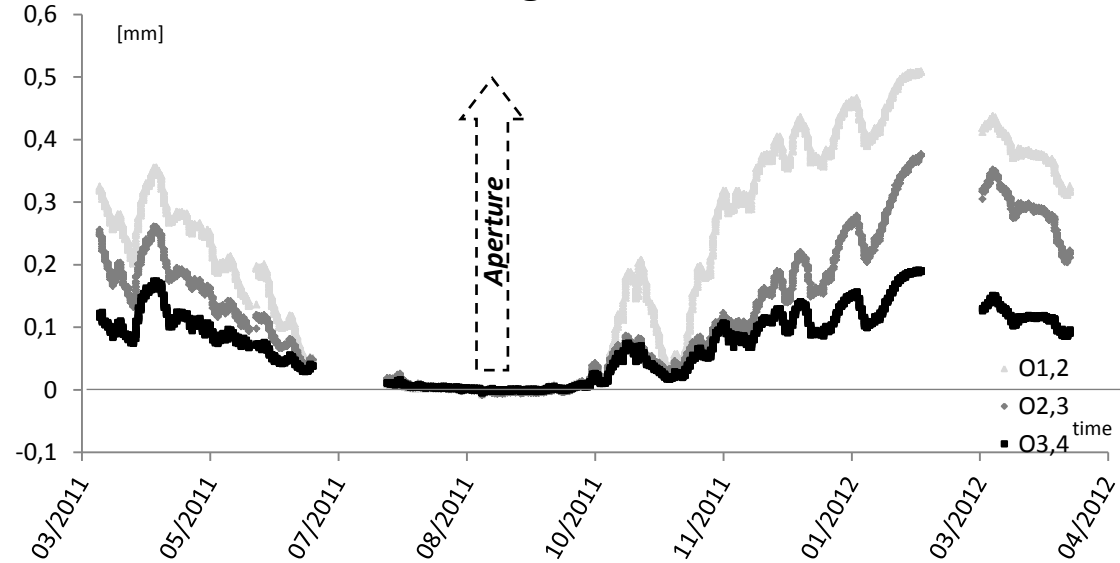
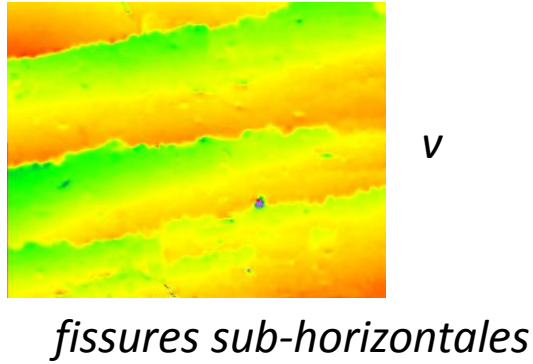
Fissures  
sub-verticales

- EDZ présent (Galerie excavée depuis **15 ans**)
  - Suivi sur **1 an** d'un front de galerie
  - Variation naturelle de **HR** et **T**
- Champ d'étude : **34,4x27,5cm<sup>2</sup>**  
Résolution CIN :  $\approx 27\mu\text{m}$

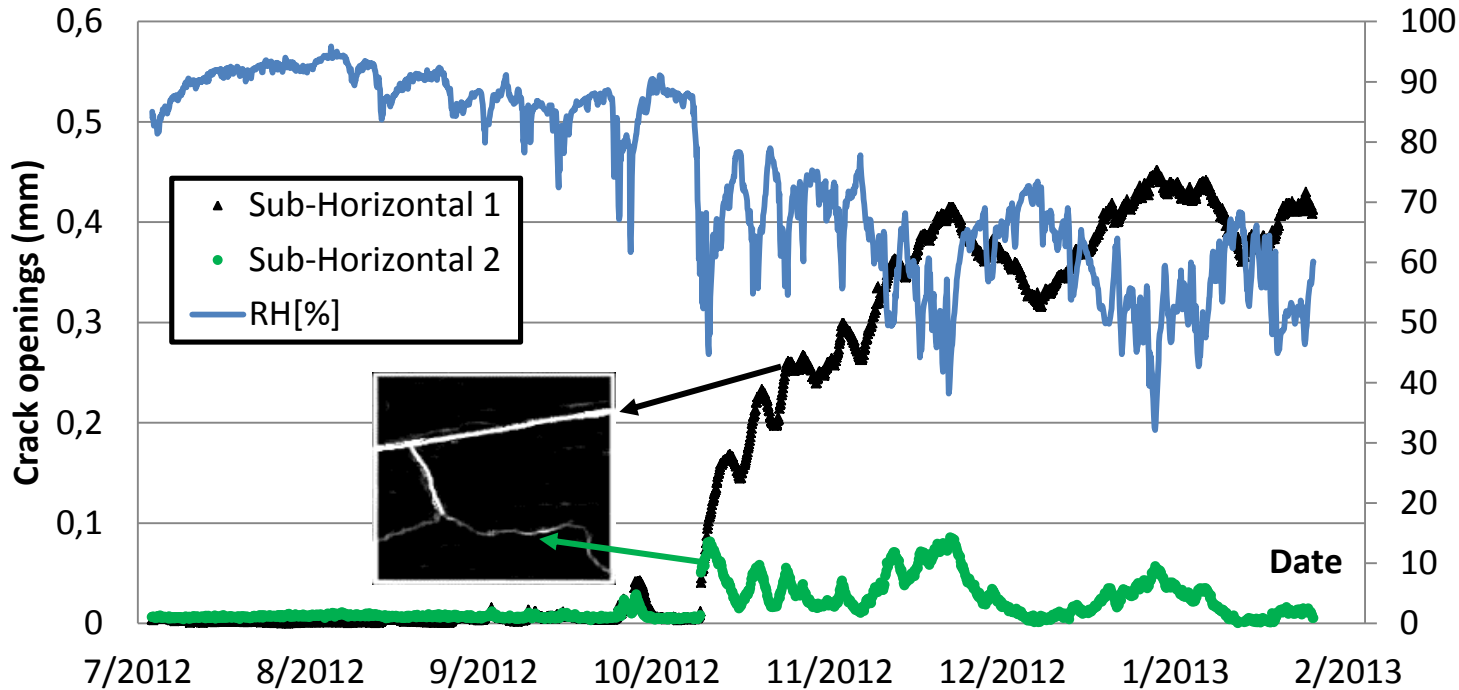
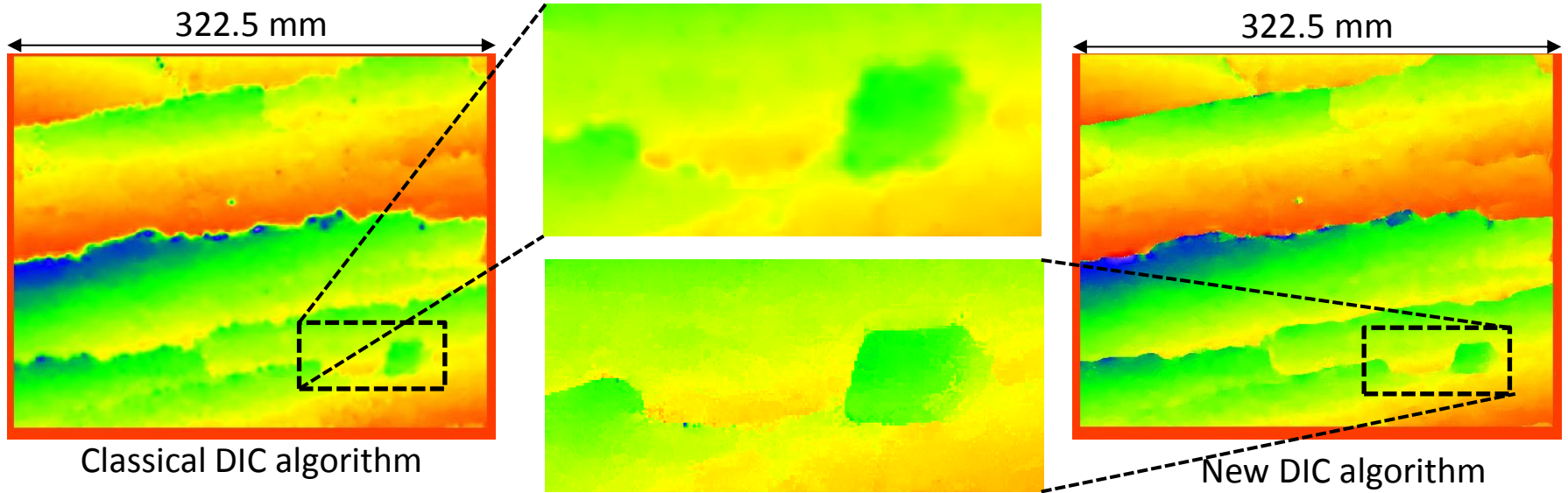


**Financement TRASSE**

## Autre application de la CIN à échelle de la galerie



## Dernier développement de la CIN ( $H^k$ -DIC)



**Two types of desiccation sub-horizontal cracks**

*Valle et al.(2014)*