

Géomatériaux

Analyse microstructurale au MEB environnemental d'une craie soumise à chargement hydrique et mécanique

Claudia Sorgi ^{a,1}, Vincenzo De Gennaro ^{b,*}

^a RATP, département de la maintenance des équipements et systèmes des espaces, 50, avenue du Val-de-Fontenay, 94120 Fontenay-sous-Bois, France

^b École nationale des ponts et chaussées (CERMES, institut Navier), 6–8, avenue Blaise-Pascal, cité Descartes, Champs-sur-Marne, 77455 Marne-la-Vallée cedex 2, France

Reçu le 14 janvier 2007 ; accepté après révision le 7 juin 2007

Disponible sur Internet le 23 juillet 2007

Présenté par Ždenek Johan

Résumé

Le microscope électronique à balayage environnemental (MEBE) offre la possibilité d'observer la microstructure des échantillons dans leur état naturel, à des conditions de température et de pression contrôlées. Avec cet appareil, il n'est plus nécessaire, comme dans le cas du microscope électronique à balayage (MEB) classique, de traiter préalablement les échantillons (déshydratation et, dans le cas de matériaux isolants, utilisation d'une substance conductrice). Cela présente des avantages incontestables dans l'analyse des géomatériaux. Très utilisé dans plusieurs domaines liés à la science des matériaux, cet outil n'a pas encore été suffisamment mis à profit dans le domaine des géosciences. Dans la présente note, nous discutons de l'utilisation de cette technologie dans le cas spécifique des géomatériaux. Des exemples d'applications sont présentés pour le cas particulier de craies partiellement saturées, soumises à des conditions environnementales variables. Des perspectives de développement de cet outil pour des applications dans le domaine de la géomécanique sont également présentées. **Pour citer cet article : C. Sorgi, V. De Gennaro, C. R. Geoscience 339 (2007).**

© 2007 Académie des sciences. Publié par Elsevier Masson SAS. Tous droits réservés.

Abstract

ESEM analysis of chalk microstructure submitted to hydromechanical loading. The Electron Scanning Environmental Microscope (ESEM) allows the observation of microstructural changes of geomaterials in their natural state, under controlled conditions of temperature and pressure. Unlike the traditional Scanning Electron Microscopy (SEM), ESEM technology does not require any preliminary treatment of the observed samples (i.e. dehydration, and eventually conductive coating). This has undeniable advantages to the analysis of geomaterials' microstructure. Although ESEM applications are nowadays recurrent in many research fields related to materials science, this investigation tool is still seldom used in geomechanics. In this note, we discuss some aspects associated with this technology when used for geomaterials. Examples of applications are presented for the particular case of partially saturated chalks observed under variable environmental conditions. Some perspectives on the

* Auteur correspondant.

Adresses e-mail : claudia.sorgi@ratp.fr (C. Sorgi), vincenzo.degennaro@enpc.fr (V. De Gennaro).

¹ Précédemment à : Ineris, direction des risques du sol et du sous-sol, parc technologique Alata, BP 2, 60550 Verneuil-en-Halatte, France.

development of this instrument in relation with geomechanical applications are also discussed. **To cite this article:** C. Sorgi, V. De Gennaro, C. R. Geoscience 339 (2007).

© 2007 Académie des sciences. Publié par Elsevier Masson SAS. Tous droits réservés.

Mots clés : MEBE ; Microstructure ; Craie ; Géomécanique

Keywords: ESEM; Microstructure; Chalk; Geomechanics

Abridged English version

It is now well recognized that the characterization of geomaterials' microstructure and the analysis of its evolution under the effect of applied loadings and/or environmental conditions can provide valuable information for the interpretation and the prediction of their mechanical behaviour. The objective of this note is to present some recent developments and examples of application of the Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) to the study of the microstructure of geomaterials and its relationship with the macroscopic behaviour. The observation and the microstructural analysis of geomaterials have been conducted successfully so far with the Scanning Electron Microscope (SEM), a synthesis of the results obtained in this area of investigation having been presented by Mitchell and Soga [25]. Undoubtedly attractive, this technique requires a preliminary preparation of the samples, submitted to high vacuum during the observation, consisting of dehydration and gold coating to improve the interaction between the electrons and the matter. The sample-preparation procedure may have a major impact on the structure of the material, particularly in clays, for which the dehydration process can harm the integrity of the initial microstructure of the soil sample and lead to important modifications because of shrinking due to drying (e.g., [14,31,34]). In addition, this situation prevents the observation of materials at their natural moisture content.

Under the effect of environmental agents (e.g., temperature, pressure), microstructural evolutions can affect the integrity of the solid skeleton and radically change the mechanical behaviour of the material at the macroscopic scale. This process of progressive 'ageing' of the microstructure is mainly related to the interaction between the solid fraction and the fluids that saturate partially or completely the porous network. The intrinsically dynamic nature of this process struggles with the static character of SEM imaging. The interest that the Environmental SEM (ESEM) can present is thus clear, allowing one to observe samples in their natural state (i.e. saturated, partially saturated, or dry) and

under variable environmental conditions (temperature, pressure, moisture content) by letting the vapour reside inside the observation chamber. In order to demonstrate the potentiality of ESEM technique to investigate the behaviour of geomaterials, we will focus our investigation on a chalk from the shallow mine of Estreux, located near Valenciennes (France, 'Nord' department). This chalk is the object of an ongoing research programme devoted to the study of water-rock interaction mechanisms and ageing processes in geomaterials, in relation to the risk assessment of sudden collapses and subsidence originated by the breakdown of shallow abandoned mines.

Estreux chalk has a porosity of about 37%. The average water content is equal to 20.7% when the rock is water saturated. The SEM image in Fig. 1 shows the presence of a solid matrix made up of grains (A), which are principally fragments of coccolithes, or intact coccolithes (B), resulting from the diagenesis of unicellular planktonic algae into calcite (i.e. calcium carbonate CaCO_3). Calcite often constitutes the cementing agent at the intergranular contacts. Estreux chalk samples were completely saturated when extracted; mine temperature was 11 °C and the relative humidity $h_r \approx 100\%$ (owing to the 2% accuracy of the hygrometry resistive sensors). It should be noted that relative humidity inside the mine could vary seasonally between 80% and 100% [32]. Based on Kelvin's law (Eq. (1)), the thermodynamic equilibrium condition between water (liquid phase condensed on the solid fraction) and air (vapour phase) is controlled by the relative humidity h_r , which imposes the total air–water suction, s , or capillary pressure, p_c , the difference between the water vapour pressure p_v and the water pressure p_l [3,8,10,19]. Following thermodynamics principles, suction represents the state variable conjugate of the degree of water saturation S_{rw} and accounts for the irreversible porosity changes due to changes in S_{rw} (e.g., [10,11,20]). The relationship between s (or p_c) and S_{rw} is given by the retention curve of the material (Fig. 2). In other words, Kelvin's law associates with a certain hygrometry a value of suction and the retention curve allows to know the correspond-

ing water-saturation degree, quantifying the capacity of chalk to retain or release water following a drying or a wetting path. The retention curve of Estreux chalk (Fig. 2) shows that important changes in S_{rw} occur in a slight range of suction variations. Indeed, sample goes from almost water saturation down to a degree of saturation of 10% when suction increases from 1 to 2.5 MPa (i.e. when relative humidity reduces from 100% to 98.2%). Similar changes in the relative humidity in the mine may have a significant effect on the state of saturation of the material. This is certainly occurring in the Estreux mine, since in situ measurements gave a minimum h_r value of about 80% [32], not far from the 24.9-MPa suction point, for which a degree of saturation as low as 5% is determined by the retention curve (Fig. 2). As the change in degree of saturation due to relative humidity variation between 100% and 80% is drastic and rather important ($\Delta S_{rw} \cong 93\%$), it should certainly have a significant effect on the physicochemical processes operating in the material. Changes in S_{rw} can be reproduced with the ESEM controlling sample temperature and pressure following the state diagram of water (Fig. 4), being simultaneously correlated to the corresponding microstructural evolutions. A further step of the analysis can consist in the investigation of the microstructure, while the material is subjected to a micromechanical loading under constant or variable relative humidity by means of ESEM micromechanical in-situ tests.

In this study, a FEI Quanta 400[®] ESEM has been used as a tool for the microstructural and micromechanical characterization of chalk. Three types of observations have been conducted: (i) the observation of samples submitted to saturation/desaturation cycles starting from their natural state of saturation; (ii) the observation of samples treated by cryodesiccation and then submitted to saturation/desaturation cycles, and (iii) the observation of samples submitted to unconfined compression microtests in dry and saturated states.

The tests carried out allowed the observation of phenomena such as: the evolution of fractures during a series of saturation/desaturation cycles (Fig. 5), the evolution of sample macroporosity by progressive erosion and transport mechanisms (Figs. 6 and 7), the development of failure patterns during micromechanical tests (Figs. 8 and 9). A parallel stereophotogrammetry technique has been used for the numerical reconstructions of the sample surface at different test stages during drying and wetting processes. This allowed a preliminary quantitative analysis of the modifications induced by the saturation/desaturation

cycles. Further developments are still needed to be able to characterize quantitatively the effects of the mechanical and physicochemical processes associated with the water-rock interaction. In the specific case of the carbonated rocks, these developments could allow us to better characterize some fundamental processes, such as dissolution, precipitation, crystallization, and solid transport under stress, often at the origin of the degradation mechanisms of the rock under the effect of environmental and mechanical agents.

1. Introduction

Dans nombre de cas, l'étude du comportement mécanique des géomatériaux requiert la connaissance de leur microstructure et de son évolution dans le temps. Depuis longtemps, l'observation et l'analyse microstructurale de ces matériaux est conduite avec succès au microscope électronique à balayage (MEB) ; une synthèse de ces recherches a été présentée par Mitchell et Soga [25]. Grâce à l'application d'une pression très réduite (vide) dans la chambre d'observation, cet outil permet d'obtenir des images de haute qualité, même à de très forts grossissements, permettant une résolution jusqu'à quelques nanomètres. Cependant, cette technique nécessite une préparation préalable des échantillons (déshydratation, application d'une couche conductrice pour favoriser l'interaction entre les électrons et la matière), ce qui empêche l'observation des matériaux dans leur état naturel. Il est à noter que la procédure de préparation a un impact majeur sur la structure du matériau, notamment dans le cas des argiles. En effet, le processus de déshydratation peut nuire à l'intégrité de la microstructure initiale du sol et conduire à des artefacts importants à cause de la rétraction au séchage (par exemple, [14,31,34]).

Dans l'analyse des géomatériaux, notamment dans l'étude de leur comportement mécanique, l'une des questions fondamentales concerne l'évolution de la réponse mécanique dans le temps, sous chargement constant et dans un environnement donné. Dans nombre de cas, cette évolution est lente et, sous l'action des agents environnementaux (humidité, température, etc.), se traduit par des changements de la microstructure et de la texture, généralement imperceptibles à l'œil nu, qui peuvent affecter l'intégrité de la matrice à long terme et changer profondément le comportement mécanique du matériau à l'échelle macroscopique. Ce processus de vieillissement progressif de la microstructure, qui se traduit souvent, macroscopiquement, par le phénomène de fluage, est principalement lié à l'interaction existante entre la fraction solide et les

fluides qui saturent partiellement ou totalement le réseau poreux.

La nature intrinsèquement dynamique de ce processus se heurte au caractère statique de la visualisation au MEB. On comprend ainsi tout l'intérêt que le MEB environnemental (MEBE) peut présenter, offrant la possibilité d'observer des échantillons dans leur état naturel (c'est-à-dire saturés, partiellement saturés, ou secs) et sous des conditions environnementales variables (température, pression, hygrométrie contrôlées). Pour les géomatériaux, des analyses microstructurales s'appuyant sur le MEBE ont été proposées par Baker [2], Combes et al. [9] et Buckman et al. [6] dans le cadre d'études consacrées à la mouillabilité des roches pétrolières. Rodríguez-Navarro [30] a utilisé le MEBE pour des études portant sur la dégradation du calcaire des monuments. Montes [26] et Montes et al. [27,28] ont étudié qualitativement et quantitativement (par analyse digitale d'image) les effets du gonflement par hydratation des argiles destinées à être utilisées dans les barrières ouvragées pour le stockage des déchets nucléaires. Les mêmes argiles ont été analysées au MEBE de manière plutôt qualitative par Komine et Ogata [21]. À noter que Montes [26] répertorie un nombre limité de travaux relatifs aux problèmes d'interaction eau–solide.

L'objectif de cette note est de présenter des avancées récentes et des exemples d'application du MEBE à l'étude de la microstructure des géomatériaux et de sa relation avec le comportement macroscopique. L'intérêt sera porté sur une craie d'une carrière localisée à proximité de Valenciennes (France, département du Nord). Cette craie fait l'objet d'un programme de recherche consacré à l'étude de l'interaction eau–roche, en relation avec les processus de vieillissement dans les géomatériaux.

2. La craie d'Estreux

Les essais ont été réalisés sur des échantillons de craie provenant de la carrière souterraine d'Estreux (France, département du Nord). L'étude du comportement hydromécanique de la craie d'Estreux, en relation avec l'analyse de l'influence de l'hygrométrie ambiante comme l'un des facteurs pouvant justifier le vieillissement du matériau, font l'objet de recherches actuellement en cours [13,32]. La démarche adoptée, détaillée dans ce qui suit, consiste à vérifier la réponse physique et mécanique du matériau aux différents états de saturation auxquels il est soumis dans l'environnement de la carrière. Pour ce faire, une caractérisation physique et des propriétés de rétention d'eau du matériau a été d'abord réalisée.

2.1. Caractérisation physique du matériau

La craie d'Estreux est une craie micritique glauconieuse. Selon les études existantes [5,22], la proportion de glauconie (argile silicate hydraté de fer et de potassium minéralogiquement proche de l'illite, caractérisée par des isomorphismes Al–Fe) est relativement élevée (environ 10 %). La porosité moyenne de cette craie est d'environ 37 % et la teneur en eau moyenne est d'environ 20,7 % à l'état saturé. L'image proposée sur la Fig. 1, issue d'observations au MEB classique, montre la présence d'une matrice constituée de grains (A, Fig. 1), fragments de coccolithes, ou de coccolithes intacts isolés (B, Fig. 1), résultat de la diagenèse d'algues planctoniques unicellulaires transformées principalement en carbonate de calcium (CaCO_3) à l'état de calcite. Cette dernière constitue souvent le lien intergranulaire de cimentation. Le rayon moyen d'entrée de l'unique gamme de porosité caractéristique de cette craie est d'environ $1\ \mu\text{m}$ (C, Fig. 1), valeur en bon accord avec la distribution des pores obtenue à l'aide de la porosimétrie au mercure [13].

2.2. Propriétés de rétention du matériau

La craie analysée était totalement saturée au moment du prélèvement dans la carrière, où la température était de $11\ ^\circ\text{C}$ et l'humidité relative $h_r \approx 100\ %$ (avec une précision sur la mesure par capteur résistif d'environ 2 %). Il est à noter qu'au cours de l'année sont

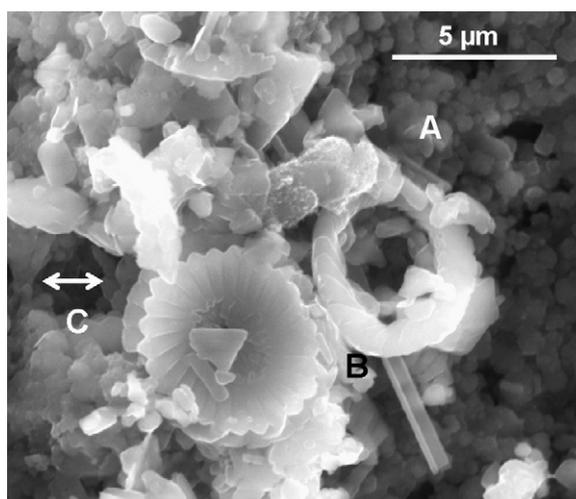


Fig. 1. Image au MEB de la craie d'Estreux (agrandissement : $\times 15\ 000$).

Fig. 1. SEM image of Estreux chalk (magnification: $\times 15\ 000$).

enregistrées dans la carrière des variations d'hygrométrie h_r comprises entre 80 % et 100 % [32]. L'influence des conditions environnementales par l'intermédiaire des variations d'hygrométrie est explicitée par la loi de Kelvin, donnant la condition d'équilibre thermodynamique entre l'eau (phase liquide condensée sur la fraction solide) et l'air (phase vapeur). Il en résulte :

$$p_v - p_l = -\frac{\rho_l}{M_v} RT \ln h_r \quad (1)$$

où h_r est l'humidité relative ($h_r = p_v/p_v^o$, avec p_v la pression partielle de la vapeur d'eau ambiante et p_v^o la pression partielle de la vapeur d'eau saturante à l'état de référence, T la température absolue, R la constante des gaz parfaits ($8,3143 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$), ρ_l la masse volumique de l'eau et M_v la masse molaire de la vapeur d'eau ($M_v = 18 \text{ g mol}^{-1}$). La différence $p_v - p_l$ en (1) est souvent appelée succion totale, s , ou pression capillaire, p_c [3,8,10,19]. Elle représente la variable associée à la saturation relative S_r par rapport au potentiel du fluide interstitiel permettant de rendre compte des modifica-

tions irréversibles de porosité induites par des modifications de la saturation relative S_r (par exemple, [10,11,20]). La loi d'état reliant s (ou p_c) à S_r est donnée par la courbe de rétention d'eau du matériau. Ainsi, la loi de Kelvin (Éq. (1)) permet d'associer à une hygrométrie donnée une valeur de succion et, par l'intermédiaire de la courbe de rétention, de connaître l'état de saturation du matériau et de quantifier la capacité de la craie à retenir ou à relâcher de l'eau suivant des chemins d'imbibition et/ou de drainage.

La courbe de rétention obtenue pour la craie d'Estreux est présentée sur la Fig. 2. La succion a été imposée par technique de contrôle par phase vapeur et par méthode osmotique (par exemple, [15,29,38]). On observe que la craie d'Estreux possède un point d'entrée d'air (début de la désaturation) à une succion égale à 1,5 MPa. À partir de cette valeur de succion, l'amorçage de la désaturation est assez brutal, et une faible augmentation de succion, associée à une réduction de quelques points d'hygrométrie en dessous de 100 %, peut être à l'origine d'une importante perte d'eau pour le matériau. L'énergie nécessaire à la désaturation complète est très élevée : il faut atteindre des niveaux de

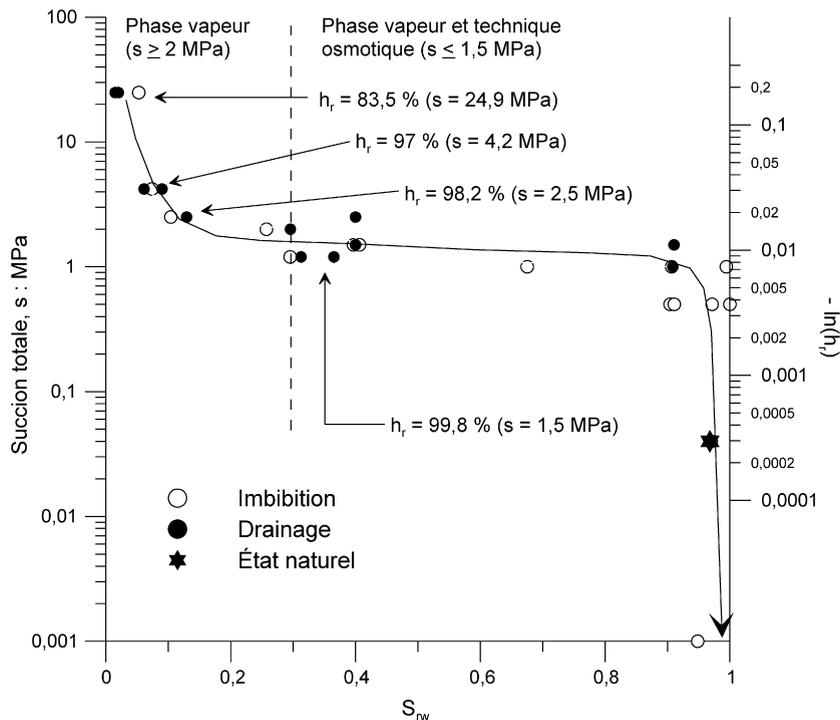


Fig. 2. Courbe de rétention de la craie d'Estreux ; $s = p_v - p_l$ (Éq. (1)) est la succion totale (ou pression capillaire p_c), S_{rw} est la saturation relative en eau, h_r l'humidité relative. Le contrôle de succion est réalisé en phase vapeur (solutions salines saturées ou solutions de polyéthylène glycol, PEG) pour $s \geq 2 \text{ MPa}$, et par technique osmotique pour $s \leq 1,5 \text{ MPa}$.

Fig. 2. Water retention curve of the Estreux chalk; $s = p_v - p_l$ (Eq. (1)) is the total suction (or capillary pressure p_c), S_{rw} is the degree of water saturation, h_r the relative humidity. Suction is controlled by a vapour technique for $s \geq 2 \text{ MPa}$ (saturated saline solutions or polyethyleneglycol [PEG] solutions) and using osmotic technique for suction values $s \leq 1.5 \text{ MPa}$.

succion de l'ordre de 25 MPa, correspondant à une humidité relative de 83,5 %. Comme indiqué précédemment, l'hygrométrie varie dans la carrière entre 80 % et 100 %. On conçoit donc qu'au cours du temps la roche puisse subir d'importants changements d'état de saturation (alternance de phases d'hydratation et de séchage).

Ces changements peuvent être aisément reproduits au MEBE en imposant des phases de saturation et désaturation, sous contrôle de l'hygrométrie dans la chambre d'observation. Le couplage de cette analyse avec la courbe de rétention du matériau va permettre alors de définir l'état hydrique du matériau et d'analyser en détail les évolutions microstructurales correspondantes. Cette même démarche peut être également adoptée lorsque le matériau est soumis à un chargement mécanique. Des expériences type explicitant la démarche proposée seront présentées dans la prochaine section.

3. Le MEB environnemental (MEBE)

Le MEB environnemental [12] peut fonctionner suivant trois modes de vides différents : en mode classique *high vacuum* (1×10^{-6} mbar = $7,5 \times 10^{-7}$ torr = 1×10^{-7} kPa), *low vacuum* (0,1–1,33 mbar), ou « environnemental » (1,33–66,8 mbar).

Le mode « environnemental » supprime totalement les effets des charges électroniques sur la surface de l'échantillon analysé et permet d'observer les échantillons sans aucune préparation préalable (comme les métallisations à l'or ou au carbone, indispensables en mode classique) et ainsi de préserver leur structure et leur teneur naturelle en eau. Ce mode est obtenu grâce à un système de pompage différentiel de la colonne

traversée par le faisceau d'électrons, avec des pressions croissantes à partir du canon (partie supérieure de la colonne) jusqu'à la chambre d'observation (Fig. 3a). Un détecteur de signaux des électrons secondaires en phase gazeuse (GSED), placé sur l'échantillon, à une distance comprise entre 7 et 10 mm (Fig. 3b), remplace le système de détection par cage de Faraday du MEB classique (par exemple, [17,35]). Il est également possible d'observer des matériaux en atmosphère gazeuse de composition donnée (enrichie en azote, vapeur d'eau, gaz réducteur ou oxydant). Par ailleurs, grâce à un système de microanalyse X et à un détecteur d'électrons rétrodiffusés, il est possible d'effectuer des analyses chimiques non destructives (sous forme de spectrogrammes ou de cartes de répartition).

Bien que l'utilisation du MEBE comme outil pour la caractérisation microstructurale et micromécanique des matériaux ait démarré au début des années 1990, les applications aux géomatériaux sont rares. En complément des références citées dans le domaine des géomatériaux, et sans prétendre être exhaustifs, on peut citer des exemples d'application dans l'industrie alimentaire [33,35], dans le domaine de la science des matériaux [7,23,37] et de l'environnement [18].

L'une des applications les plus intéressantes du MEBE dans le contexte des géomatériaux consiste en la réalisation d'essais dynamiques, pendant lesquels on fait varier les conditions environnementales. La prise régulière de photos lors des essais et leur montage successif sous forme de vidéos permettent de suivre l'évolution de la structure de l'échantillon.

L'utilisation de la vapeur d'eau dans la chambre peut permettre de reproduire des conditions d'hygrométrie contrôlées par l'intermédiaire d'une platine de

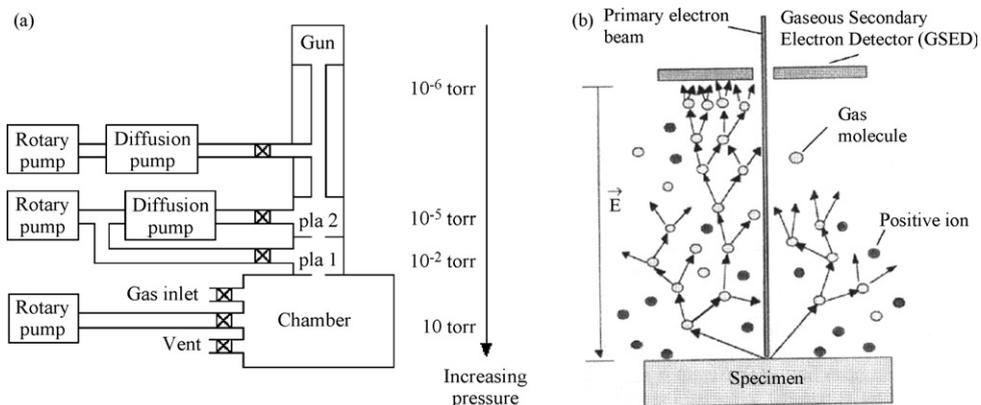


Fig. 3. (a) Système de pompage différentiel dans le MEBE (d'après [35]); (b) schéma de fonctionnement du détecteur d'électrons secondaires (GSDE) (d'après [33]).

Fig. 3. (a) Differential pumping system in the ESEM (after [35]); (b) schematic layout of the Gaseous Secondary Electron Detector (GSED) (after [33]).

chauffage/refroidissement opérant par effet Peltier (dénommée « platine Peltier » par la suite), en contact direct avec l'échantillon observé. Le contrôle de la pression de vapeur dans la chambre d'observation (p_{ch}) et de la température T_{pl} de la platine Peltier permet, en se basant sur le diagramme d'état de l'eau, d'imposer une valeur d'hygrométrie à proximité de la platine Peltier. Ainsi, des modifications de l'état du système en condition isotherme (p_{ch} variable), isobare (T_{pl} variable) ou adiabatique (T_{pl} et p_{ch} variables) conduisent à une variation d'hygrométrie, et les évolutions micro-structurales induites par des processus de saturation et/ou de désaturation peuvent être observées.

4. Observations et analyses au MEB environnemental

Dans cette étude, le MEBE FEI Quanta 400[®] a été utilisé pour la réalisation de trois types d'observations :

- observation d'échantillons en milieu environnemental variable à partir de l'état de saturation naturel ;
- observation d'échantillons en milieu environnemental variable, traités auparavant par cryodessiccation ;
- essais de compression simple sur échantillons secs et saturés.

La régularité de la surface d'observation étant l'une des conditions indispensables pour réaliser des observations et des images de bonne qualité, certains échantillons destinés à des observations en milieu environnemental variable ont été traités par cryodessiccation (congélation ultra rapide + lyophilisation) [14,36]. L'intérêt d'une telle technique réside à la fois dans la possibilité de désaturer un échantillon sans altérer sa microstructure et d'obtenir une surface de rupture régulière par simple incision et écartement des deux parties de la roche. Une fois la surface d'observation préparée, les échantillons destinés aux observations en milieu environnemental variable ont été usinés pour obtenir un parallélépipède de dimensions $10 \times 6 \times 3$ mm ($L \times H \times E$). Une épaisseur maximale de 3 mm s'est avérée suffisante pour assurer que l'équilibre de la phase vapeur avec la phase liquide condensée dans l'espace poreux de l'échantillon et sur la fraction solide se produise dans un intervalle de temps de l'ordre d'une heure.

4.1. Observation en milieu environnemental variable à partir de l'état de saturation naturel

Le premier essai a été effectué en imposant une succession saturation/désaturation/saturation à un

échantillon de craie dans son état naturel de saturation. Dans cette démarche, le MEBE a été utilisé pour qualifier et quantifier partiellement la nature des phénomènes microscopiques susceptibles d'être à l'origine des réponses macroscopiques observées.

Même si les échantillons ont été conditionnés, après prélèvement, de façon à préserver leur teneur en eau naturelle, la simple manipulation nécessaire pour préparer les échantillons a certainement entraîné une perte d'eau qui, dans notre cas spécifique, n'a pas été quantifiée. Il est évident que cette perte d'eau est à intégrer dans l'analyse des résultats. Cependant, l'état naturel (échantillon saturé) a été rétabli dans la chambre d'observation lors de la première phase de saturation.

Les différents stades de saturation ont été imposés en fixant la température à 2 °C et en faisant varier la pression entre 705 et 346 Pa, ce qui correspond à des hygrométries variant entre 100 % et 50 % (Fig. 4, trajet A–B–C–D). Pendant chaque phase, une photo est prise toutes les 2 min et une vidéo résultant du montage des clichés a été réalisée. Les observations ont été effectuées avec un grossissement $1500 \times$, sur une zone de l'échantillon caractérisée par une inclusion rigide (cristal) noyée dans la matrice poreuse (Fig. 5). Le cycle analysé comprend les phases suivantes.

1. Saturation et stabilisation : l'échantillon est laissé 90 min à une pression égale à 705 Pa et une température de 2 °C (cette valeur restera constante tout le long de l'observation) ; l'hygrométrie est égale à 100 % (Fig. 4). L'image de référence est prise après 90 min.
2. Première désaturation : la pression dans la chambre d'observation est réduite à 599 Pa ($h_r = 85$ %) et, après vingt minutes, à 346 Pa ($h_r = 50$ %) (Fig. 4, trajet A–B–C). L'échantillon est laissé en équilibre pendant 60 min.

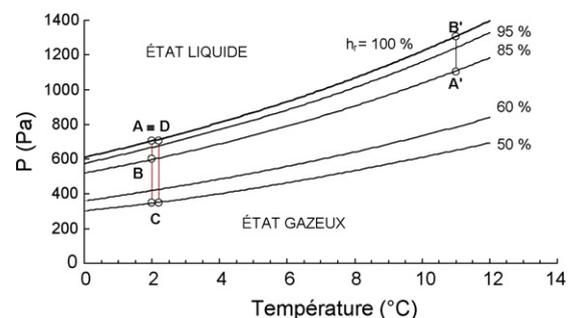


Fig. 4. Cycles de saturation/désaturation imposés au cours des expériences au MEBE.

Fig. 4. Wetting and drying paths reproduced during ESEM testing.

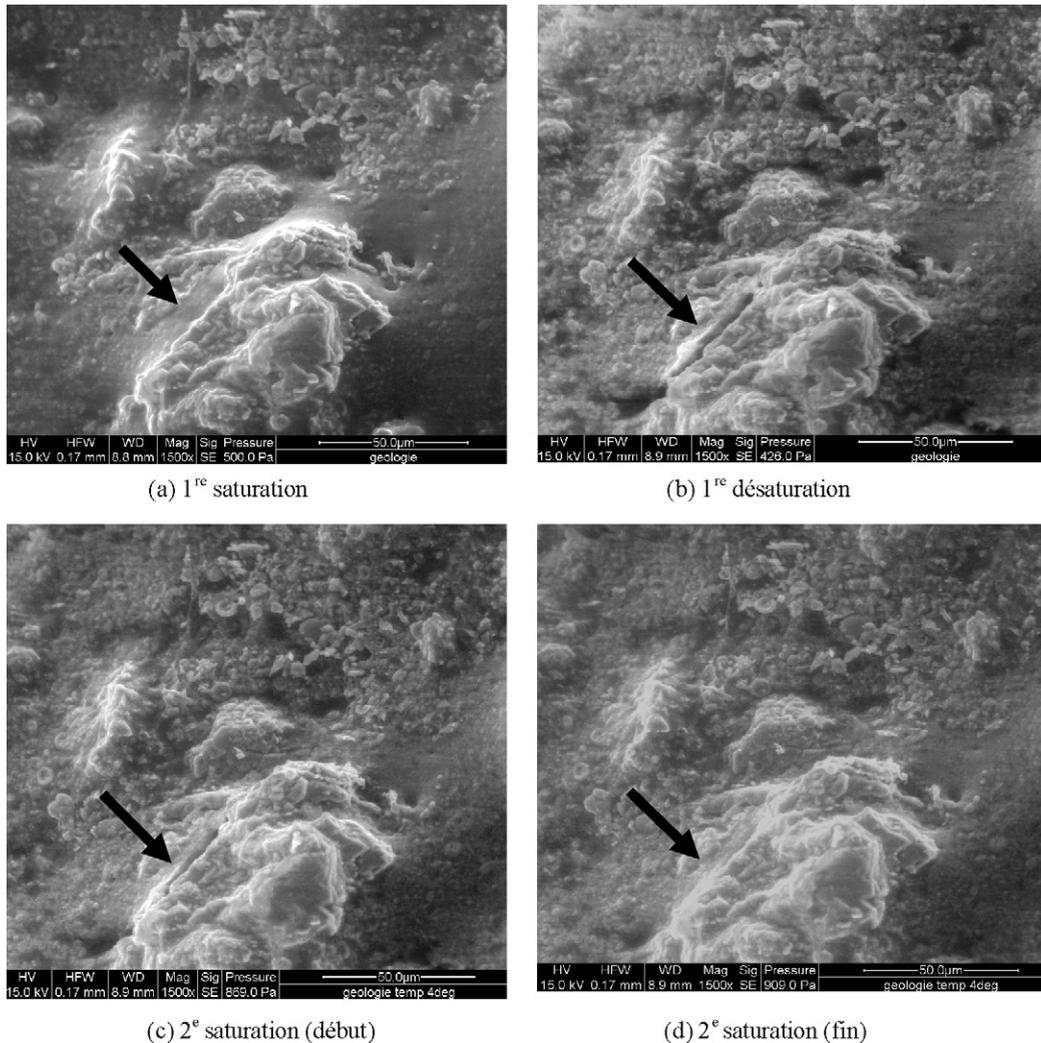


Fig. 5. (a) & (b) Ouverture d'une fissure dans la craie lors de la désaturation, vue au MEBE ; (c) & (d) fermeture de la même fissure lors d'une deuxième saturation de l'échantillon.

Fig. 5. (a) & (b) Fracture opening in the chalk specimen during drying; (c) & (d) fracture closing following the second saturation.

3. Saturation : la pression dans la chambre d'observation est augmentée instantanément à 705 Pa (Fig. 4, trajet C–D) et l'échantillon est laissé en équilibre pendant 60 min sous une hygrométrie égale à 100 %.

Lors de la première phase de saturation, l'état naturel in situ (échantillon saturé) a été rétabli dans la chambre d'observation (Fig. 5a). Au cours de la phase de désaturation, l'ouverture d'une fissure au contact cristal/matrice a été observée (Fig. 5b). Cette fissure n'était pas visible initialement et, si elle préexistait, elle était très peu ouverte. Ce phénomène s'est révélé réversible lors de la phase de saturation suivante

(fermeture de la fissure, Fig. 5c et d). Cette fissuration est vraisemblablement associée à la variation de la succion lors d'un changement de la teneur en eau. En effet, la désaturation peut entraîner un mécanisme volumique de rétraction de la matrice, conduisant à son écartement du cristal (à comportement rigide). Cet écartement est récupéré en phase de saturation par un mécanisme opposé de « gonflement », qui conduit à la fermeture de la fissure (Fig. 5c et d). La nature peu gonflante et dispersée de la phase argileuse (glaucanie) suggère que l'origine de ce mécanisme est à rechercher plutôt dans les actions capillaires qui se développent à l'intérieur du réseau poreux au contact matrice/cristal. Il n'est pas exclu que des phénomènes d'origine

physicochimique, tels que la cinétique de dissolution de la calcite, puissent contribuer au développement de cette fissuration. Dans la suite des recherches, il est prévu de mieux détailler ces phénomènes physicochimiques, notamment au travers d'une caractérisation et d'une quantification minéralogique, ainsi que d'une analyse de l'évolution des éléments chimiques au cours des essais (microanalyse RX).

4.2. Observation en milieu environnemental variable d'un échantillon traité par cryodessiccation

Ce deuxième essai a été réalisé sur un échantillon préparé par cryodessiccation, observé à un grossissement de 800 ×, soumis à quatre cycles consécutifs de saturation/désaturation. Les quatre cycles ont été réalisés en gardant la température de la platine Peltier constante ($T = 11\text{ °C}$). On a fait varier le degré d'hygrométrie entre 85 % et 100 % par modification de la pression dans la chambre entre 1104 et 1303 Pa (Fig. 4A'–B'). La réalisation d'une vidéo pendant les essais a permis de constater qu'à cette échelle, l'interaction eau/roche se traduit à la fois par le creusement et par l'élargissement des dépressions (macropores) et par l'érosion des aspérités de la surface, avec comblement partiel de ces dépressions. Ce dernier phénomène semble être lié à un mécanisme essentiellement physique (érosion, transport et dépôt), en opposition avec le premier qui, quant à lui, trouverait une explication dans l'activation de réactions chimiques entre l'eau stagnante dans la dépression et les parois du pore, conduisant vraisemblablement à la dissolution de la calcite.

Afin de fournir une quantification préliminaire de ces modifications structurales, un modèle numérique de la surface de l'échantillon a été reconstitué par stéréoscopie à projection parallèle [4]. Cette technique, utilisée pour d'autres applications sur les géomatériaux (par exemple, [16]), nécessite une prise d'image double à la fin de chaque cycle, chaque image étant obtenue par rotation de $\pm 2^\circ$ de l'échantillon autour du même axe. La base de données qui est établie en calculant les points communs aux deux images stéréophotogrammétriques peut être ensuite visualisée et analysée sous différentes formes (profils topographiques, images en fausses couleurs des profondeurs, etc.). La réalisation, avant et après essais, de modèles de surface permet de quantifier les changements intervenus à la surface de l'échantillon. La reconstruction de surface a été réalisée à l'aide du logiciel MEX3D (Alicona) [24]. L'image de l'échantillon analysé avant l'essai est

présentée sur la Fig. 6a. Les images en fausses couleurs reproduisant la topographie de l'échantillon avant le test et après chaque fin de cycle sont reportées sur les Fig. 6b–f.

On notera que, pour le quadrant sud-ouest de certaines reconstructions correspondant à l'échantillon avant essais (Fig. 6b) et après deux cycles de saturation/désaturation (Fig. 6d), il n'a pas été possible de reconstruire le modèle de surface, du fait d'une mauvaise mise au point, dans ce secteur, des deux images stéréophotogrammétriques de départ. Dans ce cas, le logiciel ne dispose pas d'un nombre suffisant de points communs aux deux images pour aboutir à une reconstruction de surface satisfaisante. Ce problème technique n'a pour autant pas empêché d'analyser, dans la zone centrale des images, les phénomènes observés sur les vidéos.

Au début de l'expérience, cette zone est caractérisée par une dépression d'environ 30 μm de diamètre, entourée par des zones en relief présentant une morphologie très irrégulière (Fig. 6b). Au fur et à mesure que les cycles de saturation/désaturation se succèdent, ces parties en relief sont érodées et la morphologie devient de plus en plus douce. À partir de la première phase de saturation, l'eau converge dans la dépression, où elle stagne jusqu'à ce que survienne la phase suivante de désaturation. Dans un premier temps, cela implique un approfondissement de la dépression (Fig. 6c) et, dans un second temps, son élargissement (Fig. 6d). Pendant le troisième cycle, les produits de l'érosion des parties sommitales commencent à remplir la dépression (Fig. 6e), en la réduisant de plus en plus en volume (Fig. 6f). Ce même résultat apparaît clairement aussi à partir de la reconstruction des deux profils présentés sur la Fig. 7.

En l'absence de chargement mécanique, la succession de cycles de saturation/désaturation dans le matériau se traduirait principalement par une augmentation de la macroporosité de la roche (élargissement des dépressions). L'observation des vidéos au cours de ce test a montré que l'apport des produits d'érosion des parties sommitales se fait principalement par mécanisme de transport en phase liquide et dépôt lors d'une phase de séchage. Ces mêmes produits peuvent temporairement obstruer ou combler l'espace poreux et être remobilisés lors d'une nouvelle phase de saturation si, au cours de la période écoulée entre les deux phases, aucun processus de carbonatation ne s'est produit. Reste clairement à définir l'effet qu'une éventuelle contrainte appliquée peut avoir sur l'évolution morphologique de la surface et sur la génération de phénomènes d'instabilité.

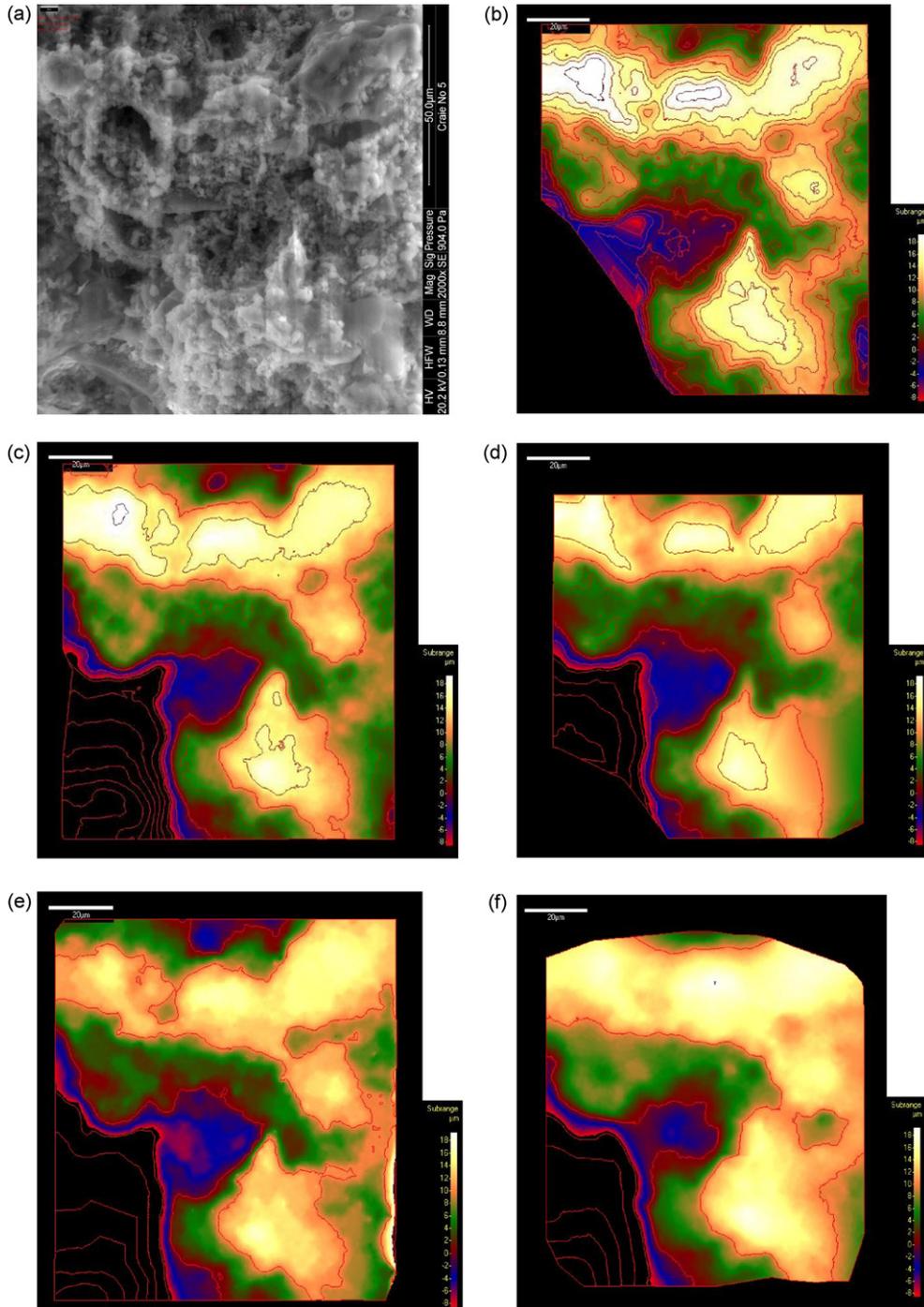


Fig. 6. Reconstruction numérique de la surface d’un échantillon de la craie d’Estreux (grossissement : 800×), soumis à quatre cycles consécutifs de saturation/désaturation : (a) image avant le test ; (b) reconstruction avant le test ; (c) après un cycle ; (d) après deux cycles ; (e) après trois cycles ; (f) après quatre cycles.

Fig. 6. 3D reconstruction of the Estreux chalk specimen surface observed at magnification $\times 800$ and submitted to four cycles of saturation/desaturation: (a) before the test; (b) reconstruction before the test; (c) after one cycle; (d) after two cycles; (e) after three cycles; (f) after four cycles.

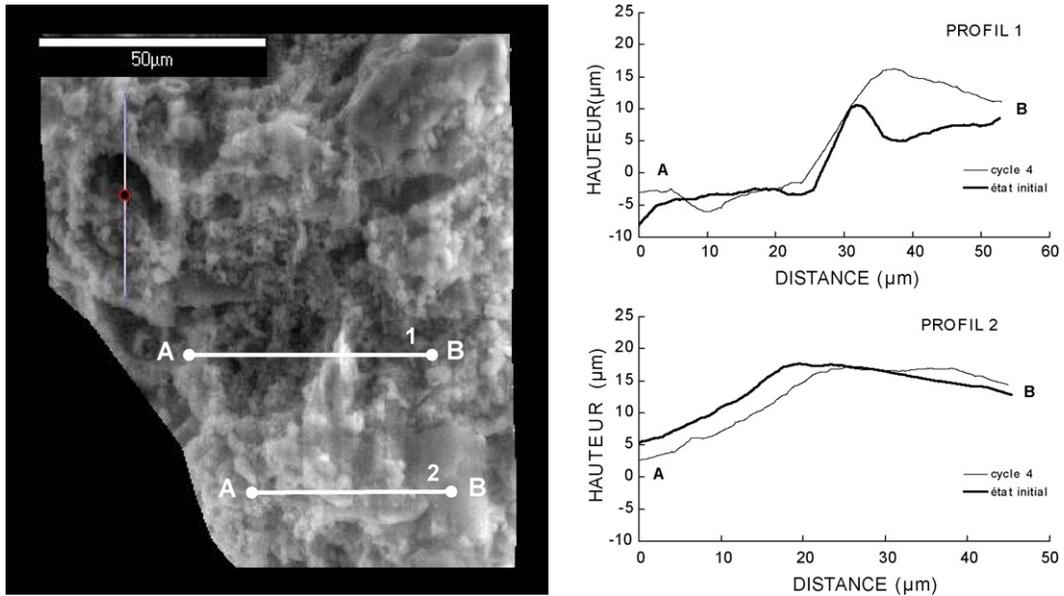


Fig. 7. Évolution des profils topographiques 1 et 2 entre l'état initial et le cycle 4.

Fig. 7. Evolution of the topographic profiles 1 and 2 between the initial state and cycle 4.

4.3. Essais micromécaniques de compression simple sur échantillons secs et saturés

La dernière série d'essais réalisée a consisté en une compression simple d'échantillons secs et saturés. Le but des essais micromécaniques, à caractère exploratoire, a été de vérifier l'utilisation du dispositif de chargement, afin de caractériser le comportement mécanique du matériau (c'est-à-dire résistance à la rupture ou en fluage, modes de rupture) et les évolutions microstructurales associées. Des expériences similaires à celles produites sur les métaux ou sur les polymères au MEB, visant à définir le champ de déformation par microextensométrie et corrélation d'image (par exemple, [1]), pourraient donc être réalisées. À ce stade, les résultats de cette étude visent à décrire des caractéristiques générales du comportement de la craie et ne prétendent pas à être exhaustifs.

Les essais ont été réalisés à l'aide d'un module de chargement traction/compression/torsion Deben MICROTTEST[®], de charge maximale 5000 N, à une vitesse de déplacement de 0,01 mm min⁻¹. La configuration actuelle du dispositif ne permet pas le contrôle de l'humidité relative à proximité de l'échantillon. Seul des essais sur des échantillons secs et saturés ont donc été réalisés. Une technique permettant de reproduire des conditions environnementales variables en h_r pendant les essais micromécaniques est actuellement en phase de test. Les échantillons pour les essais micromécani-

ques ont été usinés pour obtenir des parallélépipèdes de dimensions 8 × 16 × 8 mm ($L \times H \times E$). Une microtrouçonneuse à haute précision (résolution de l'ordre du micromètre) a été utilisée pour la rectification des bases des échantillons analysés.

Des courbes de compression typiques obtenues au MEBE sont présentées sur la Fig. 8. Des essais de répétitivité sur des échantillons secs sont également présentés (Fig. 8a). La bonne répétitivité obtenue, dans la limite de la variabilité naturelle des échantillons, témoigne d'une qualité d'usinage satisfaisante. Sur la même figure sont reportés les résultats d'essais de compression sur un échantillon de craie sèche et un autre de craie saturée, réalisés au laboratoire à l'aide d'une presse mécanique classique. Dans ce cas, les échantillons utilisés pour les essais ont été usinés pour obtenir des parallélépipèdes de dimensions 24 × 78 × 24 mm ($L \times H \times E$), correspondant à un rapport d'homothétie avec les échantillons pour le MEBE égal à 3. Une première phase de serrage est observable sur toutes les courbes, à un niveau de contrainte axiale inférieur à 1 MPa. Cette phase est plus apparente sur les échantillons testés en laboratoire. Après le serrage, des différences sont observables relativement à la pente de la partie linéaire des courbes de compression avant la rupture, qui caractérise le module de Young, E , du matériau. Ce module mesuré lors des essais micromécaniques au MEBE vaut 1,1 GPa pour les échantillons à l'état sec et 0,71 GPa pour ceux testés à l'état

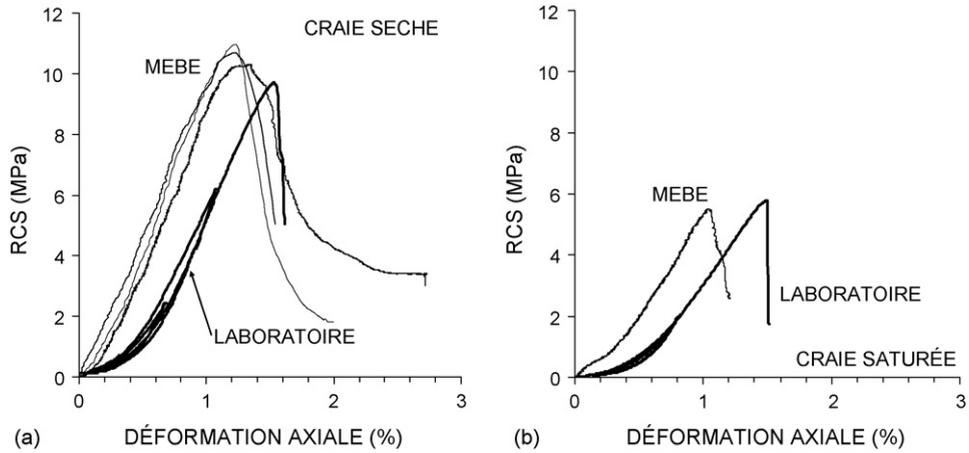


Fig. 8. Essais de compression uniaxiale en laboratoire, au MEBE, sur des échantillons de craie (a) sèche et (b) saturée en eau.

Fig. 8. Unconfined compression tests performed in the laboratory by ESEM in-situ testing on (a) dry chalk and (b) water-saturated chalk samples.

saturé. L'influence de l'état de saturation sur le module de déformation est donc appréciable et en bon accord avec les résultats obtenus au cours des essais conduits à la presse mécanique de laboratoire. Dans ce dernier cas, le module d'Young varie entre $E_{sat} = 0,59$ GPa (craie saturée) et $E_{sec} = 0,96$ GPa (craie sèche). Le ratio E_{sec}/E_{sat} obtenu, égal à 1,6 et indépendant du dispositif de chargement utilisé, est en bon accord avec les

données de la littérature. Les différences observées sur les valeurs des modules entre les essais au MEBE et les essais de laboratoire (environ 10 % pour les échantillons à l'état sec et 20 % à l'état saturé) sont probablement la conséquence des différentes rigidités caractéristiques des deux systèmes de chargement (presse mécanique et module de chargement du MEBE). On note une correspondance assez satisfaisante entre les valeurs

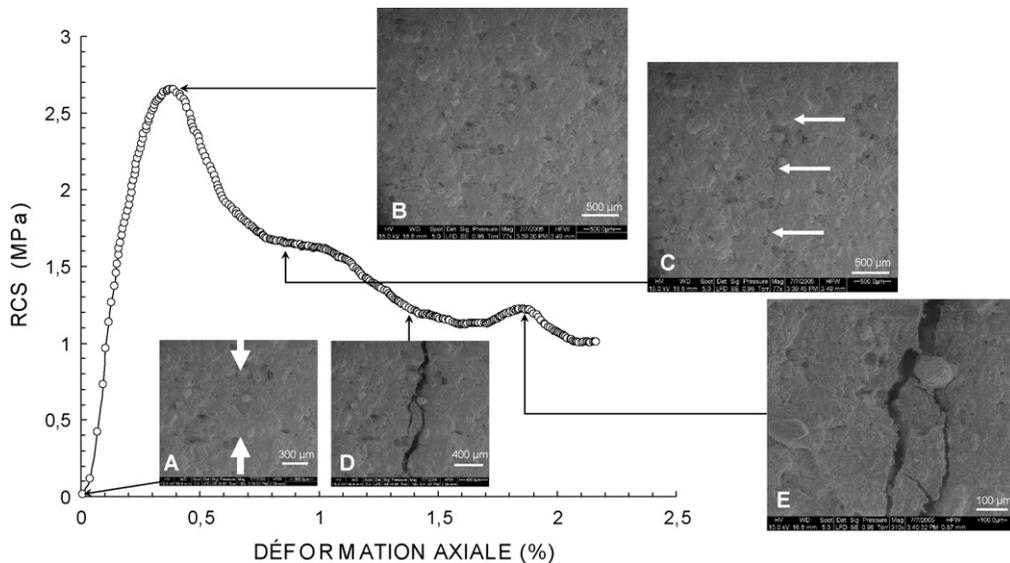


Fig. 9. Essai micromécanique de compression uniaxiale au MEBE d'un échantillon de craie saturée en eau. La direction d'application du déplacement imposé est verticale (A) ; au pic de résistance, la surface de l'échantillon est identique à celle de l'échantillon intact (B) ; à environ 0,9 % de déformation axiale, en phase de radoucissement, une fracture pseudo-verticale devient apparente (C), avec une ouverture progressive dans la phase post-rupture (D et E).

Fig. 9. ESEM in-situ unconfined compression test on water-saturated chalk. The direction of compression is vertical (A); at peak stress, the sample surface is identical to that of the intact sample (B); at about 0.9% axial strain, in softening regime, a pseudo-vertical fracture is visible (C), followed by a progressive opening in the post-peak phase (D and E).

du rapport des résistances à la compression simple (RCS) à l'état saturé et sec ($RCS_{\text{sec}}/RCS_{\text{sat}}$). Ce rapport avoisine 2 aux deux différentes échelles (tests laboratoire et MEBE), ce qui est en accord avec les valeurs fournies dans la littérature pour les craies du Nord (par exemple, [5]).

Pour terminer, on présente pour l'échantillon saturé l'évolution du mode de rupture au cours du processus de chargement (Fig. 9). Les images sont réalisées avec un grossissement de $37 \times$ (A) à $310 \times$ (E). Elles concernent donc à la fois la mésostructure et la microstructure de la craie. L'instabilité du matériau se développe initialement par une rupture en mode I (écartement sans glissement relatif des deux parties), avec l'ouverture d'une fissure parallèle à la direction de la contrainte principale majeure (indiquée par les flèches sur l'image A, Fig. 9). Il est intéressant d'observer qu'au pic de résistance et dans la phase de radoucissement jusqu'à une déformation axiale d'environ 1 %, aucune fissure n'est visible sur la surface d'observation de l'échantillon. Cela suggère que les phénomènes de décohérence et de glissement relatif entre les grains prennent d'abord place à l'intérieur de l'échantillon, pour ensuite se propager en surface. La définition du lien existant entre les phénomènes de décohérence et glissement internes (en volume) et leur apparition en surface est une difficulté majeure de cette expérimentation. Une étude plus détaillée est envisagée pour analyser la nature des phénomènes de décohérence et glissement, dès leur apparition en surface, en relation avec l'état de saturation du matériau et le niveau de sollicitation (constant) imposé (fluage).

La caractérisation de ces mécanismes nécessite en général des techniques sophistiquées (par exemple, micro-tomographie, radiation synchrotron). Une alternative possible, offerte par les essais micromécaniques de compression simple au MEBE, consisterait à analyser les phénomènes de surface qui se développent à proximité de la condition de rupture (pic de résistance) sous contrainte constante. Un modèle numérique de surface pourrait être employé pour caractériser la propagation de cette microfissuration et mieux définir les conditions de passage, à l'échelle microstructurale, du comportement homogène au comportement hétérogène.

5. Conclusions et perspectives

Dans cet article, les résultats préliminaires d'observations réalisées au MEB environnemental ont été présentés. L'intérêt de l'utilisation de cette technique pour l'observation des géomatériaux multiphasiques, tels que les craies de carrière, a été mis en évidence.

Grâce au mode environnemental, un détecteur de signaux des électrons secondaires en phase gazeuse (GSED) travaillant à faible vide (1,33–66,8 mbar) permet d'observer des échantillons dans leur état naturel, sans recourir au traitement préalable de déshydratation et métallisation, nécessaire avec le MEB classique, qui peut parfois conduire à des altérations de la microstructure. De plus, il est possible d'effectuer l'observation d'échantillons à température, pression et composition d'atmosphère contrôlées. Cela permet d'imposer une hygrométrie constante dans la chambre et d'étudier les évolutions microstructurales induites sur l'échantillon.

Trois exemples d'application ont été proposés : l'observation d'échantillons de craie en milieu environnemental variable à partir de l'état de saturation naturel ; l'observation d'échantillons de craie en milieu environnemental variable, traités auparavant par cryodessiccation ; la réalisation d'essais micromécaniques de compression simple sur échantillons de craie secs et saturés.

Les essais réalisés ont permis d'observer des phénomènes tels que la création de fissures lors des cycles de saturation/désaturation, l'approfondissement et l'élargissement de dépressions à l'échelle de la macroporosité, le développement du mode de rupture sous l'effet d'un chargement mécanique. L'utilisation de techniques d'analyse d'image par stéréophotogrammétrie parallèle a permis la reconstruction de la surface et une première quantification des modifications induites par les changements de saturation.

Ces premiers résultats encouragent l'utilisation de cet outil dans le domaine de la géomécanique. Néanmoins, des développements sont encore nécessaires pour pouvoir caractériser quantitativement, et non seulement phénoménologiquement, les processus d'origine hydromécanique et physicochimique qui entrent en jeu dans l'interaction eau-roche. Dans le cas spécifique des roches carbonatées, ces développements pourraient permettre de mieux caractériser les figures de dissolution, de précipitation (cristallisation) et de transport sous contrainte, souvent associées aux mécanismes de dégradation de la roche sous l'effet d'agents environnementaux et mécaniques.

Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier MM. P. Delalain (Ineris), J.-M. Taulemesse (École des mines d'Alès, France) et H.D. Nguyen (ENPC) pour leur support technique lors des observations au MEB environnemental.

Références

- [1] L. Allais, M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material, *Acta Met. Mater.* 42 (11) (1994) 3865–3880.
- [2] J.C. Baker, ESEM study of authigenic chlorite acid sensitivity in sandstone reservoirs, *J. Pet. Sci. Eng.* 8 (1993) 269–277.
- [3] A.W. Bishop, G.E. Blight, Some aspects of effective stress in saturated and partially saturated soils, *Géotechnique* 13 (1963) 405–430.
- [4] D. Boivin, J.-L. Pouchou, M. Poulain, P. Beauchêne, M.-H. Ritti, G. Le Besneray, F. Vignon, Reconstruction 3D de la surface d'une sous-couche à partir de paires d'images stéréoscopiques, Actes de la journée scientifique Onera « Barrières thermiques », 2002, pp. 27–32
- [5] J. Bonvallet, Une classification géotechnique des craies du Nord, utilisée pour l'étude de stabilité des carrières souterraines, *Rev. Fr. Geotech.* 8 (1979) 5–14.
- [6] J.O. Buckman, A.C. Todd, P.I. Hill, Observations on reservoir rock wettability using an environmental scanning electron microscope, *Microsc. Anal.* (2000) 35–37.
- [7] Burgert, K. Fruhmann, J. Keckes, P. Fratzl, S.E. Tschegg, Microtensile testing of wood fibers combined with video extensometry for efficient strain detection, *Holzforschung* 57 (2003) 661–664.
- [8] J.D. Coleman, Stress strain relations for partly saturated soils, *Corresp. Geotech.* 12 (4) (1962) 348–350.
- [9] R. Combes, M. Robin, G. Blavier, M. Aidan, F. Degrève, Visualization of imbibition in porous media by environmental scanning electron microscopy: application to reservoir rocks, *J. Pet. Sci. Eng.* 20 (1998) 133–139.
- [10] O. Coussy, *Poromechanics*, John Wiley & Sons, 2004, p. 298.
- [11] P. Dangla, L. Malinski, O. Coussy, Plasticity and imbibition–drainage curves for unsaturated soils: a unified approach, 6th Int. Symp. on Numerical Models in Geomechanics (NUMOG VII), 1997, pp. 141–146
- [12] G.D. Danilatos, Foundations of environmental scanning electron microscopy, *Adv. Electron. Electron Phys.* 71 (1998) 109–250.
- [13] V. De Gennaro, C. Sorgi, P. Delage, Water retention properties of a mine chalk, in : 4th International Conference on Unsaturated Soils (UNSAT 2006), Phoenix, USA, 2006, 1371–1381.
- [14] P. Delage, D. Tessier, M. Marcel-Audiguier, Use of the Cryoscan apparatus for observation of freeze-fractured planes of a sensitive Quebec clay in scanning electron microscopy, *Can. Geotech. J.* 19 (1982) 111–114.
- [15] P. Delage, M. Howat, Y.-J. Cui, The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay, *Eng. Geol.* 50 (1–2) (1998) 31–48.
- [16] J. Desrues, G. Viggiani, Strain localization in sand: an overview of the experimental results obtained in Grenoble using stereophotogrammetry, *Int. J. Numer. Anal. Methods Geomech.* 28 (4) (2004) 279–321.
- [17] M. Donald, C. He, C.P. Royall, M. Sferrazza, N.A. Stelmashenko, B.L. Thiel, Applications of environmental scanning electron microscopy to colloidal aggregation and film formation, *Physicochem. Eng. Aspects* 174 (2000) 37–53.
- [18] M. Ebert, M. Inerle-Hof, S. Weinbruch, Environmental scanning electron microscopy as a new technique to determine the hygroscopic behaviour of individual aerosol particles, *Atmos. Environ.* 36 (2002) 5909–5916.
- [19] D.G. Fredlund, D.N. Morgenstern, Stress state variables for unsaturated soils, *J. Soil Mech. Found. Eng., ASCE, GT5* (1977) 447–476.
- [20] G.T. Houlsby, The work input to an unsaturated granular material, *Geotechnique* 47 (1) (1997) 193–196.
- [21] H. Komine, N. Ogata, Predicting swelling characteristics of bentonites, *J. Geotech. Geoenviron. Eng.* (2004) 818–829.
- [22] M. Masson, Pétrophysique de la craie, *Bull. Lab. Ponts et Chaussées*, volume spécial, 1973, pp. 23–48.
- [23] H. Meller, C. Hall, J. Crawshaw, ESEM evidence for through-solution transport during brownmillerite hydration, *J. Mater. Sci.* 39 (2004) 6611–6614.
- [24] MeX 3D, 3D Measurements in Scanning Electron Microscopy, User Manual, Alicona Imaging GmbH, 2006.
- [25] J.K. Mitchell, K. Soga, *Fundamentals of Soil Behavior*, 3rd Edition, John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, 2005, p. 577.
- [26] H.-G. Montes, Étude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et analyse digitale d'images, thèse, université Louis-Pasteur, Strasbourg, 2002 (151 p.).
- [27] H.-G. Montes, Influence of interlayer cations on the water sorption and swelling-shrinkage of MX80 bentonite, *Appl. Clay Sci.* 23 (2003) 309–321.
- [28] H.-G. Montes, J. Duplay, L. Martinez, S. Escoffier, D. Rousset, Structural modifications of Callovo-Oxfordian argillite under hydration/dehydration conditions, *Appl. Clay Sci.* 25 (2004) 187–194.
- [29] A.M. Ridley, W.K. Wray, Suction measurements: a review of current theory and practices, in : *Unsaturated Soils (UNSAT'95) Conference*, Paris, 1996, 1293–1322.
- [30] C. Rodriguez-Navarro, The role of sepiolite-palygorskite in the decay of ancient Egyptian limestone sculptures, *Clays Clay Miner.* 46 (4) (1998) 414–422.
- [31] B. Shi, Z. Wu, H. Inyang, J. Chen, B. Wang, Preparation of soil specimens for SEM analysis using freeze-cut-drying, *Bull. Eng. Geol. Env.* 58 (1999) 1–7.
- [32] C. Sorgi, Contribution méthodologique et expérimentale à l'étude de la diminution de la résistance des massifs rocheux par vieillissement, BCRD, rapport final (2001-01111), INERIS-DRS, 2004 (132 p.).
- [33] D.J. Stokes, A.M. Donald, *In situ* mechanical testing of dry and hydrated breadcrumb in the environmental scanning electron microscope (ESEM), *J. Mater. Sci.* 35 (2000) 599–607.
- [34] D. Tessier, J. Berrier, Observation d'argiles hydratées en microscopie électronique à balayage. Importance et choix de la technique de préparation, in : 5th Int. Work. –Meet. on Soil Micromorphology, 1978, 117–135.
- [35] B.L. Thiel, A.M. Donald, In situ mechanical testing of fully hydrated carrots (*Daucus carota*) in the environmental SEM, *Ann. Bot.* 82 (1998) 727–773.
- [36] D. Tovey, K. Wong, The preparation of soils and other geological materials for the SEM, in : *Int. Symp. on Soil Structure*, 1973, 59–67.
- [37] B.A. Wilson, E.D. Case, Effect of humidity on crack healing in glass from in-situ investigations using an ESEM, *Chem. Mater. Sci. Eng* 2 (34) (1999) 247–250.
- [38] J. Williams, C.F. Shaykewich, An evaluation of polyethylene glycol (PEG) 6000 and PEG 20000 in the osmotic control of soil water matrix potential, *Can. Geotech. J.* 102 (6) (1969) 394–398.