

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ Djilali LIABES

Sidi Bel-Abbes (ALGERIE)

## MÉMOIRE

Présenté à la Faculté de Technologie

Département Génie Civil

Pour l'Obtention du Diplôme de

## MAGISTER

Option: Géotechnique et Ouvrages en Terre

Par

M<sup>r</sup> : MAZOUZI Djamel

## THÈME

*Caractérisation des UHPC à l'échelle  
nanomètre*

Mémoire dirigée par Le Professeur Aïssa ASROUN

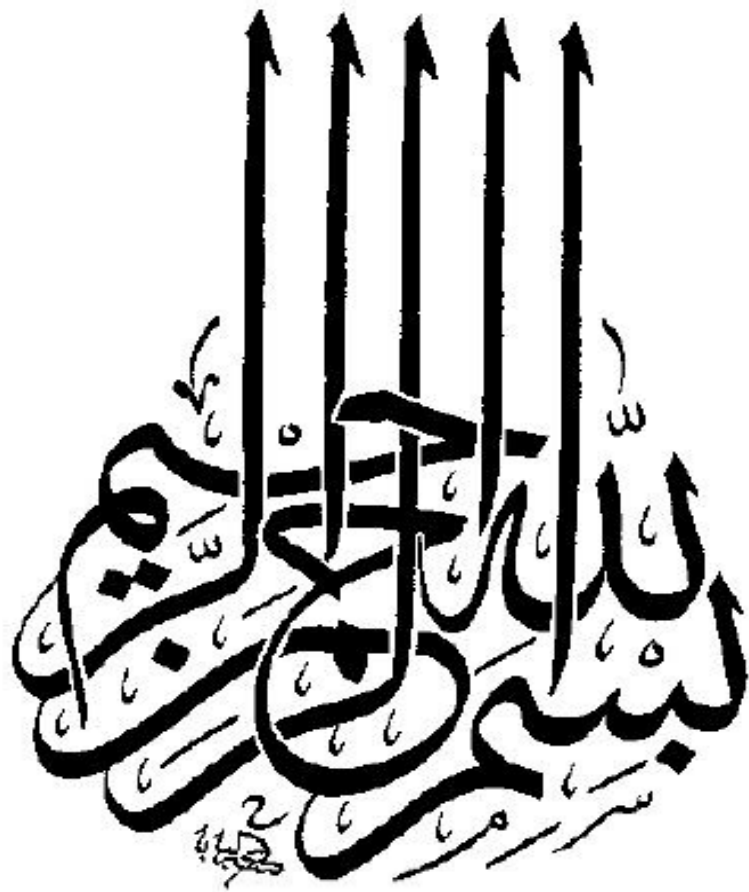
Soutenu publiquement le : 10/12/2014 devant la commission d'examen

Membre de Jury :

|                      |            |         |                      |
|----------------------|------------|---------|----------------------|
| Mr. MAKHLOUF Mohamed | Professeur | UDL SBA | Président            |
| Mr. SEBAIBI Yahya    | Professeur | UDL SBA | Examineur            |
| Mr. TROUZINE Habib   | M.C A      | UDL SBA | Examineur            |
| Mr. ASROUN Aïssa     | Professeur | UDL SBA | Directeur du mémoire |

*2014 - 2015*





## *Remerciements*

*Je commence par remercier Dieu le tout puissant qui m'a donné le courage, la force et la santé qui m'ont permis de couronner toute une carrière d'étude par ce présent travail.*

*Je voudrais avant tout remercier le Professeur Aissa ASROUN qui m'a fait confiance en acceptant de m'encadrer sur ce sujet. Je lui suis très reconnaissant de l'opportunité qu'il m'a donnée. Ses remarques pertinentes et son esprit de synthèse m'ont permis d'avoir une autre vision sur la recherche. Je le remercie pour l'intérêt et le suivi qu'il a porté à mon mémoire. J'estime avoir énormément appris à son contact.*

*Monsieur BELLA Nabil, Docteur de l'Université de Bechar trouve également ici mes sincères remerciements. Ses aides d'apprentissage du logiciel COMSOL Multiphysics m'ont été indispensables pour la réalisation et l'achèvement de ce mémoire*

*Je réserve enfin le meilleur remerciement à ma femme, qui m'a bien sur beaucoup aidé mais surtout qui m'a supporté et soutenu dans les moments difficiles. Qu'elle trouve ici ma reconnaissance de ne pas m'avoir tenu rigueur de passer plus de temps avec mon manuscrit qu'avec elle et mon petit fils Mohamed. Mes pensées vont également à toute ma famille et mes amis.*

# *Dédicace*

*À la mémoire de mes très **CHÈRES PARENTS** (que Dieu ait ses âmes)*

*Je ne saurais exprimer mon grand chagrin en vos absences*

*J'aurais aimé que vous soyez à mes côtés ce jour*

*Vous m'avez toujours fait preuve d'amour et d'affection*

*Vous êtes toujours présents dans mon esprit et dans mon cœur*

*Je vous dédie ce travail.*

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'M. M. M. M. M.' with a large flourish at the end.

## **Résumé :**

Ce travail est consacré à la caractérisation de Béton à Ultra Haute Performance «BUHP» appelés en anglais (Ultra Haut Paremente Concerte «UHPC») à l'échelle nanomètre.

Après avoir résumé l'essentiel de la littérature bibliographique sur le BUHP, nous avons exposé la technique destinée à caractériser les propriétés élastiques : La nanoindentation.

Le quatrième chapitre présente une tentative de développer un modèle numérique sous COMSOL Multiphysics par élément fini utilisé dans ce mémoire. La courbe force-déplacement obtenues numériquement sera analysé par la méthode d'Oliver et Pharr pour calculer le module de Young et la dureté et les comparer à ceux obtenus expérimentalement.

**Mots Clés :** BUHP, nanoindentation, module de Young et dureté

## **Abstract:**

This work is devoted to the characterization of Ultra High Performance Concrete «UHPC» at nanometer scale.

After summarizing the essence of bibliographic literature on UHPC, we presented the technique to characterize the elastic properties: The nanoindentation.

The fourth chapter presents an attempt to develop a numerical model in COMSOL Multiphysics by finite element used in this memory. The force-displacement curve obtained numerically will be analyzed by the Oliver and Pharr method to calculate the Young's modulus and hardness and compared with those obtained experimentally.

**Keywords:** UHPC, nanoindentation, Young's modulus and hardness.

## **ملخص:**

هذا العمل كرس لتوصيف الخرسانة فائقة الأداء «BUHP» في المقياس المتناهي الصغر. بعد تلخيص أهم ما في المراجع. تطرقنا إلى عرض تقنية لتوصيف الخصائص المرنة : النانوتسنن (La nanoindentation) الفصل الرابع يعرض محاولة لتطوير نموذج عددي تحت (COMSOL Multiphysics) المستخدم في المذكرة من قبل العناصر المحددة. سيتم تحليل منحنى القوة والتشريد التي تم الحصول عليها عدديا باستخدام طريقة (أوليفر و فار) لحساب معامل يونغ و الصلابة ومقارنتها مع تلك التي تم الحصول عليها تجريبيا.

**الكلمات المفتاحية:** الخرسانة فائقة الأداء (BUHP), النانوتسنن, معامل يونغ و الصلابة

# Table des matières

|  |    |
|--|----|
| <b>Introduction générale</b> .....                               | 6  |
| <b>I. Les Bétons à Ultra Hautes Performances (UHPC)</b> .....    | 8  |
| I.1 Introduction .....   | 8  |
| I.2 Bref historique sur les bétons .....                         | 8  |
| I.2.1 Des bétons ordinaires... ..                                | 8  |
| I.2.2 Les BUHP .....   | 10 |
| I.3 Principe de formulation des BUHP .....                       | 12 |
| I.4. Microstructure des BUHP et potentiel de cicatrisation ..... | 13 |
| I.5. Performances mécaniques .....                               | 14 |
| I.5.1. Résistance en compression .....                           | 14 |
| I.5.2. Résistance en traction .....                              | 14 |
| I.5.3. Résistance en flexion .....                               | 15 |
| I.6. Traitement thermique .....                                  | 15 |
| I.7. Propriétés des BUHP .....                                   | 15 |
| I.7.1. Ouvrabilité .....   | 15 |
| I.7.2. Ductilité .....   | 16 |
| I.7.3. Porosité .....  | 16 |
| I.7.4. Retrait fluage Cinétique de durcissement .....            | 17 |
| I.7.5. Cinétique de durcissement .....                           | 17 |
| I.7.6. Résistance au Feu .....                                   | 17 |
| I.7.7. Coefficient de dilatation thermique .....                 | 18 |
| I.7.8. Module d'élasticité .....                                 | 18 |
| I.7.9. Résistance au choc .....                                  | 18 |
| I.7.10. Conductivité thermique .....                             | 18 |
| I.7.11. Masse volumique .....                                    | 18 |
| I.8. Fabrication, transport et mise en œuvre des BUHP .....      | 18 |

|  |           |
|--|-----------|
| I.9. Durabilité des BUHP .....   | 19        |
| I.10 Domaines d'applications potentiels des BUHP .....                               | 20        |
| I.10.1. Valorisation de la résistance des BUHP .....                                 | 20        |
| I.10.2. Liberté de création et de forme .....  | 21        |
| I.10.3. Valorisation de la durabilité des BUHP .....                                 | 21        |
| I.10.4. Valorisation des qualités esthétiques des BUHP .....                         | 21        |
| <b>II. La technique de nanoindentation .....</b>                                     | <b>22</b> |
| II.1. Introduction.....  | 22        |
| II.2. Historique de la mesure de la dureté et premiers essais d'indentation .....    | 22        |
| II.3. De l'essai d'indentation à la nanoindentation instrumentée .....               | 23        |
| II.4. Dispositif expérimental .....  | 25        |
| II.5. Mesures obtenues par nanoindentation.....                                      | 28        |
| II.6. Différents types d'indenteurs utilisés .....                                   | 30        |
| II.6.1. Indenteur Bille (essai brinell) .....  | 30        |
| II.6.2. Indenteur Cône (essai Rockwell) .....  | 31        |
| II.6.3. Indenteur pyramides .....  | 32        |
| II.7. Le choix du type de pointe .....   | 33        |
| II.8. Prise en compte des erreurs systématiques .....                                | 34        |
| II.9. Expression des propriétés mécaniques mesurées par nanoindentation .....        | 35        |
| II.9.1 Expression de la dureté .....   | 36        |
| II.9.2 Expression du module d'élasticité .....                                       | 37        |
| II.10. Détermination de la raideur de contact et de l'aire de contact projetée ..... | 38        |
| II.10.1. Détermination de la raideur de contact par la méthode quasi-statique .....  | 38        |

|  |           |
|--|-----------|
| II.10.2. Calcul de l'aire de contact projetée .....  | 40        |
| II.10.2.1. Approche d'Oliver et Pharr .....  | 41        |
| II.10.2.1. Limitations de l'approche d'Oliver et Pharr et prise en compte<br>de corrections..... | 43        |
| <b>III. La Nanoindentation des UHPC .....</b>  | <b>45</b> |
| III.1. Introduction .....  | 45        |
| III.2. Matériaux d'hétérogénéité à multi-échelle .....   | 45        |
| III.3. L'hétérogénéité des matériaux de construction .....                                       | 46        |
| III.4. Echelle de séparations en nanoindentation .....   | 48        |
| III.5. La technique de la déconvolution statistique .....  | 50        |
| <b>IV. Modélisation Numérique de l'essai de Nanoindentation .....</b>                            | <b>53</b> |
| IV.1. Introduction .....   | 53        |
| IV.2. La simulation numérique de l'essai nanoindentation .....                                   | 53        |
| IV.3. Quelques hypothèses simplificatrices dans la simulation numérique .....                    | 54        |
| IV.4. Choix d'un code de calcul .....  | 54        |
| IV.4.1. Les caractéristiques du logiciel COMSOL multiphysics .....                               | 55        |
| IV.4.2. Etapes de la simulation sur COMSOL multiphysics .....                                    | 55        |
| IV.7. Construction du maillage .....   | 56        |
| IV.8. Conditions aux limites .....   | 58        |
| IV.9. Les données expérimentales de l'essai de nanoindentation sur BUHP .....                    | 58        |
| IV.9.1. Composition de l'échantillon .....   | 58        |
| IV.9.2. Caractéristiques géométriques de l'échantillon de BUHP testé .....                       | 59        |
| IV.10. Description du modèle numérique .....   | 60        |



|  |    |
|--|----|
| <b>V. Résultats et Interprétations</b> .....                                   | 63 |
| V.1. Présentation de résultats expérimentaux.....                              | 63 |
| V.2. Présentation de résultats Numériques .....                                | 65 |
| V.3. Difficultés rencontrées entre simulation et résultats expérimentaux ..... | 67 |
| V.3.1. Les Effets de taille (ISE) .....  | 68 |
| V.5. Conclusion.....   | 68 |
| <b>Conclusion Générale</b> .....   | 69 |
| <b>Bibliographie</b> .....   | 70 |
| <b>Annexe A. Description géométrique d'indenteurs</b> .....                    | 74 |
| Indenteur BERKOVICH.....   | 74 |
| Indenteur VICKERS.....   | 75 |
| Indenteur KNOOP.....   | 76 |

### Introduction Générale

Ce travail de recherche a été réalisé au **Laboratoire de Génie Civil et Environnement (LGCE)**, Université Djilali LIABES de Sidi Bel-Abbes, Faculté de Technologie, Département de Génie Civil.

La caractérisation mécanique de bétons à ultra haut performance BUHP (UHPC) à l'échelle nanomètre reste aujourd'hui un enjeu majeur pour leur développement industriel. Cette caractérisation nécessite une connaissance approfondie de l'essai de nanoindentation qui est couramment utilisé pour déterminer les propriétés mécaniques telles que le module élastique ( $E$ ) et la dureté ( $H$ ). La difficulté majeure de ce type de matériaux hétérogène, est d'interpréter les résultats expérimentaux de nanoindentation afin de faire ressortir des valeurs de dureté et de module d'Young à partir des courbes force-déplacement ( $F-h$ ) enregistrées. Le développement des outils numériques permet depuis plusieurs années de simuler cet essai et de mieux le comprendre.

L'essai de l'indentation instrumenté (en particulier la nanoindentation) consiste à appliquer progressivement une charge sur une surface d'un matériau par le biais d'une pointe rigide (de type Vickers, Berkovich ou sphérique etc...). L'avantage de cette technique et de pouvoir mesurer simultanément la pénétration de cette pointe dans le matériau, en fonction de la charge appliquée, et de déterminer localement quelques propriétés mécaniques telles que le module de Young ou la dureté du matériau. Ainsi l'indentation instrumenté est devenu aujourd'hui une technique capitale dans la caractérisation mécaniques des matériaux qu'ils soient massifs ou revêtus.

L'objectif ce mémoire est de caractériser les propriétés mécaniques d'un BUHP à l'échelle nanomètre par une tentative de simuler numériquement l'essai de nanoindentation et les comparer à ceux obtenues expérimentalement.

Ce travail est présenté en cinq chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique du béton à ultra haut performance BUHP (UHPC). Il présente également, le principe de formulation, les performances mécaniques et les domaines d'applications potentiels de BUHP.

## **Introduction Générale**

---

L'objectif du second chapitre est de présenter l'essai de nanoindentation instrumentée, et de montrer comment sont mesurées les propriétés mécaniques. Pour cela, on effectue un bref rappel historique sur la notion de dureté, et présentons les premiers appareils permettant de mesurer la dureté d'un matériau. Ensuite, nous expliquons le principe de fonctionnement d'une machine de nanoindentation et les mesures réalisées. Enfin On présente les différents types d'indenteurs utilisés, ainsi que les expressions de propriétés mécaniques mesurées par la nanoindentation.

Dans le troisième chapitre, on présentera la nanoindentation des BUHP en s'intéressant à la technique d'homogénéisation des matériaux hétérogènes.

Dans le quatrième, on présente la méthode d'Oliver et Pharr qui permet de déterminer les caractéristiques mécaniques d'un matériau étudié par la nanoindentation, les limites, les corrections qui doivent présent en compte pour cette méthode et le code de calcul.

Le dernier chapitre sera consacré à une tentative d'une simulation numérique par élément fini de l'essai de nanoindentation sur BUHP. Les résultats obtenus numériquement seront comparés à ceux obtenus expérimentalement.

Ce mémoire s'achève par une conclusion générale.

**Les Bétons à Ultra Hautes Performances (UHPC)****I.1 Introduction**

Dans cette première partie, nous nous intéressons à l'étude bibliographique des bétons à performances très élevées appelés, selon les périodes ou leurs formulations, BPR (Bétons de Poudres Réactives), BUHP (Bétons à Ultra Hautes Performances) ou BFUP (Bétons Fibrés Ultra Performants). Pour notre part, nous retiendrons dans la suite de ce manuscrit l'appellation BUHP appelé en anglais (**Ultra Haut Performance Concrete UHPC**).

Les BUHP présentent des caractéristiques hors du commun et même hors normes. De par la dimension des granulats, ils s'apparentent à la famille des bétons de sable (composés de sable, de ciment, d'eau et d'adjuvants) mais des ajouts spécifiques sont aussi exigés (ultrafines, fibres) ou peuvent être envisagés (gravillons). La mise au point et la réalisation d'un BUHP sont devenues de ce fait des opérations plus complexes que celles nécessaires pour un béton ordinaire traditionnel, voire pour un béton à hautes performances. En effet, il s'agit de combiner un nombre plus élevé de matériaux, de tailles très différentes, en limitant au maximum la teneur en eau du mélange. Cette opération nécessite de forts dosages en adjuvants ce qui peut s'accompagner de problèmes de compatibilité entre matériaux (par exemple entre le ciment, l'ultra fine et les adjuvants) [01].

On présente dans ce chapitre les constituants spécifiques de ces bétons, les exigences et les conditions posées pour atteindre ces performances élevées.

**I.2 Bref historique sur les bétons****I.2.1 Les bétons ordinaires**

Comme les roches naturelles, le béton possède une grande résistance à la compression et une faible résistance à la traction. C'est pourquoi son utilisation comme matériau de construction, qui remonte aux Romains, ne s'est véritablement développée qu'avec l'invention du béton armé. Dans ce dernier, des armatures, c'est-à-dire des barres en acier (initialement en fer), pallient son insuffisante résistance à la traction.

L'invention du béton armé est généralement attribuée à Joseph Lambot, qui, en 1848, fit flotter une barque en ciment armé, et à Joseph Monier, qui en 1849 construisit indépendamment, grâce à ce matériau, des bacs à fleurs [Picon, 1997, Bosc et al, 2001]. L'emploi du béton armé dans les structures s'étend dès lors rapidement en France sous l'impulsion de Joseph Monier, de François Hennebique et de Armand Gabriel mais aussi de l'ingénieur François Coignet qui mit au point le béton aggloméré destiné à être moulé et pilonné en place. Il s'agissait d'un mélange sans cailloux, composé de sable, de cendres, de scories, de charbon brûlé, de terre argileuse cuite et pilée, de chaux hydraulique naturelle et d'eau en faible quantité. Il construisit ainsi en béton aggloméré une vaste maison, encore visible, au n°72 de la rue Charles Michels à Saint-Denis au Nord de Paris [Sablocrete, 1994]. Dès 1906, une circulaire ministérielle fixe des instructions relatives à l'emploi du béton armé, codifiant ainsi pour la première fois la conception et le calcul des ponts et des bâtiments avec ce matériau [01].

Un nouvel essor est apporté par l'invention, vers 1930, du béton précontraint par Eugène Freyssinet. Un pas conceptuel important est alors franchi, constituant une véritable révolution dans l'art de construire, tant par la mise en pratique de la notion de précontrainte que par l'approfondissement de la compréhension du comportement mécanique et rhéologique du béton. L'utilisation de la précontrainte autorise en effet la maîtrise de la distribution des contraintes dans la matière. Elle permet, en particulier, de tirer profit de la grande résistance à la compression du béton tout en évitant les inconvénients dus à sa faible résistance à la traction. La Société Technique pour l'Utilisation de la Précontrainte (S.T.U.P.) met en œuvre les idées novatrices et les brevets d'Eugène Freyssinet et donne une forte impulsion au développement de l'emploi du béton précontraint dans le monde [01].

Les recherches menées depuis 1970 sur le béton, et particulièrement sur ses constituants actifs (ciment, ultrafines et surtout superplastifiants), conduisent à un nouveau bond qualitatif et quantitatif de ses propriétés. Ainsi, aux Etats-Unis et au Japon, on fabrique et on met en œuvre, dans les années 1980, des bétons à hautes performances dont la résistance à la compression atteint 100 MPa, et même 140 MPa dans un immeuble à Seattle aux États-Unis. En France, plusieurs ouvrages en BHP sont aussi construits (immeubles, ponts, centrales nucléaires, ...) [01].

### I.2.2 Les BUHP

Les progrès dans le domaine des adjuvants, des méthodes de formulation et de l'utilisation des ultrafines ont conduit à une évolution spectaculaire des bétons. La gamme s'est élargie: des bétons courants de résistance en compression de 30 MPa aux Bétons à Hautes Performances (BHP).

Une rupture technologique est intervenue au début des années quatre vingt dix avec la mise au point de bétons dont la résistance est de l'ordre de 200 MPa en compression et de 40 MPa en traction par flexion. Grâce à cette dernière caractéristique, on peut désormais envisager de se passer des armatures passives dans les éléments structurels et révolutionner les techniques et méthodes de construction en concevant de nouvelles structures.

Les BÉTONS À ULTRA HAUTES PERFORMANCES (BUHP), derniers nés de cette génération de bétons, sont des matériaux à matrice cimentaire, renforcés par des fibres. Leurs formulations font appel à des adjuvants superplastifiants et des compositions granulaires spécifiques ainsi qu'à des fibres (fibres métalliques, polymères ou minérales). La présence de fibres, les performances en traction et leur comportement ductile permettent de s'affranchir dans certains cas des armatures passives.

Ces bétons offrent des performances exceptionnelles [02]:

- une très grande ouvrabilité ;
- des résistances caractéristiques à la compression à 28 jours très élevées comprises entre 130 et 250 MPa, ainsi qu'à la traction (valeur comprise entre 5 et 12 MPa) ;
- de hautes résistances à court terme (24 heures) ;
- des résistances mécaniques au jeune âge très élevées ;
- une compacité très importante ;
- une durabilité exceptionnelle (ce qui permet de les utiliser dans des environnements très agressifs) ;

- une ductilité (déformabilité sous charge sans rupture fragile) importante ;
- une ténacité (résistance à la microfissuration) élevée ;
- un retrait et un fluage très faible ;
- une dureté de surface très importante ;
- une grande résistance à l'abrasion et aux chocs,
- une faible perméabilité ;
- des aspects de parements particulièrement esthétiques et une texture de parement très fine ;
- une optimisation des frais de maintenance et d'entretien des ouvrages ;
- de nouvelles perspectives constructives. L'évolution des BUHP par rapport aux Bétons à Hautes Performances (BHP) se caractérise par :
  - leurs très grandes résistances en compression mais aussi en traction ;
  - leur fort dosage en ciment (700 à 1 000 kg/m<sup>3</sup>) et en adjuvants ;
  - leur squelette granulaire spécifique (4 à 5 échelles de grains) et l'optimisation de leur empilement granulaire ;
  - l'utilisation de granulats de faibles dimensions ;
  - une teneur en eau beaucoup plus faible ;
  - la présence de fibres (à un taux élevé de l'ordre de 2 à 3 % en volume).

Les BUHP peuvent aussi être associés à de la précontrainte par pré-tension ou par post tension, ce qui permet d'accroître les performances mécaniques. Les diverses formulations des BUHP permettent de leur conférer des propriétés adaptées aux exigences spécifiques des projets.

### I.3 Principe de formulation des BUHP

L'obtention de résistances élevées et de faibles perméabilités aux agents agressifs passe par une réduction très importante de la porosité et plus précisément du réseau des pores connectés, en jouant sur deux paramètres [02].

- Une teneur en eau extrêmement faible (rapport eau/ciment  $< 0,25$  voire  $0,20$ ) grâce à l'utilisation optimisée de superplastifiants qui déflocculent les particules fines.
- Une compacité maximale, obtenue en utilisant des composants correspondant à plusieurs classes granulaires (classiquement quatre, qui incluent ciment, ultrafines, fillers et sable). La taille et la quantité des plus gros grains sont considérablement réduites (diamètre maximal variant de 1 à 7mm). L'optimisation de l'empilement granulaire permet de diminuer le volume des vides. Les BUHP présentent donc une très faible porosité capillaire.

Les ultrafines utilisées dans les BUHP sont en général des fumées de silice qui remplissent les espaces intergranulaires optimisant la compacité du matériau, et qui réagissent grâce à leur pouvoir pouzzolamique avec la chaux issue de l'hydratation du ciment. Elles participent activement à la résistance de l'ensemble et ferment le réseau des pores à la diffusion des ions et des gaz. D'autres ultrafines peuvent être également utilisées telles que les microfillers calcaires ou siliceux et les pouzzolanes naturelles ou artificielles (métakaolins).

L'emploi d'adjuvants tels que les plastifiants réducteurs d'eau et les superplastifiants fluidifiants permet de formuler les BUHP avec un très faible rapport Eau/Liant équivalent.

Les fibres, composant clé des BUHP confèrent au matériau sa ductilité. Ces fibres ont une longueur adaptée à la taille du plus gros grain et une section la plus faible possible pour garantir un bon ancrage. Elles ont en général un diamètre de 0,1 à 0,3 mm et une longueur de 10 à 20 mm. Les fibres métalliques sont utilisées pour des applications structurelles nécessitant des résistances mécaniques importantes, les fibres polymères et minérales plutôt pour des applications esthétiques. Un exemple de formulations de BUHP pour 1 m<sup>3</sup> est présenté dans le tableau I.1, [02].



| <i>Ciment</i> | <i>Sable fin</i> | <i>Quartz broyé</i> | <i>Fumée de silice</i> | <i>Fibres métalliques</i> | <i>Adjuvant (extrait sec)</i> | <i>Eau Totale</i> |
|---------------|------------------|---------------------|------------------------|---------------------------|-------------------------------|-------------------|
| 710 kg        | 1 020 kg         | 215 kg              | 230 kg                 | 160 kg                    | 10 kg                         | 710 L             |
| 1075 kg       | 1 030 kg         | /                   | 160 kg                 | 220 kg                    | 35 kg                         | 200 l             |

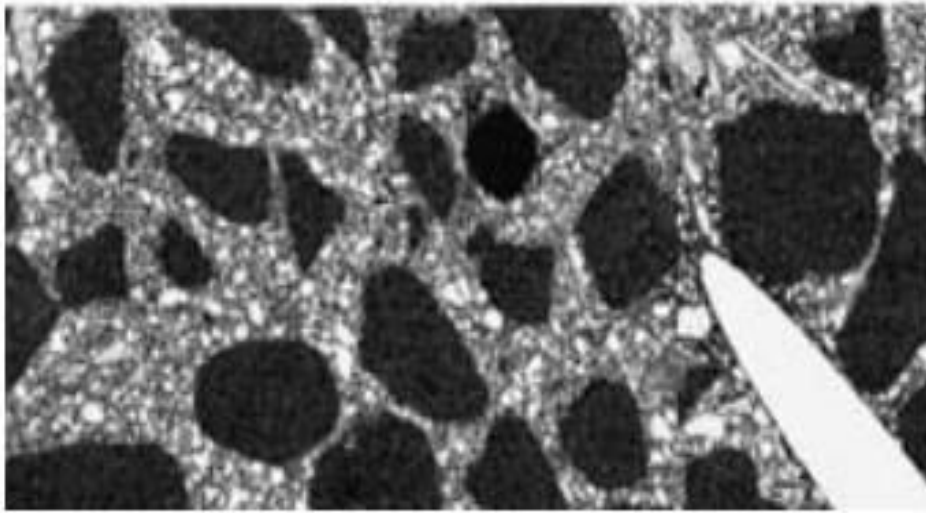
Tableau I.1- Exemples de formulations de BUHP pour 1 m<sup>3</sup> [02]

#### I.4. Microstructure des BUHP et potentiel de cicatrisation

Les BUHP sont des matériaux à structure micrométrique. La microstructure des BUHP est la clé de leurs performances. Elle leur confère une très faible porosité. Les composants des BUHP varient du millimètre au nanomètre.

À grossissement relativement faible (200 fois), la pâte d'un BUHP laisse apparaître en clair des particules de clinker non hydraté qui jouent le rôle de microgranulats à surface très active et de haut module d'élasticité (120 000 MPa). La phase grise interstitielle représente le mélange des silicates de calcium hydratés et de fumée de silice (figure I.1).

Le dosage en eau est inférieur à celui nécessaire pour l'hydratation complète du ciment. Les BUHP possèdent ainsi une réserve de ciment anhydre qui leur procure un potentiel d'autocicatrisation en cas de fissuration. L'eau pénétrant éventuellement par les fissures va permettre la formation d'hydrates au sein des microfissures en réagissant avec les grains de clinker résiduel. Ce phénomène constitue un atout particulièrement intéressant en termes de durabilité pour ce matériau [02].



**Figure I.1** -Micrographie au microscope électronique à balayage d'un BUHP (grossissement 50) : la phase grise interstitielle représente le mélange des silicates de calcium hydratés et de fumée de silice. En foncé les grains de sable ; les grains blancs sont du clinker anhydre. Les ellipses blanches sont des sections de fibres métalliques [02].

### **I.5. Performances mécaniques [02]**

Les BUHP présentent des performances exceptionnelles aussi bien en compression qu'en traction et en flexion.

#### **I.5.1. Résistance en compression**

Le comportement en compression des BUHP est caractérisé par leurs résistances en compression et leurs modules d'élasticité. La résistance caractéristique à la compression à 28 jours est comprise entre 130 et 250 MPa. Le module d'élasticité varie selon les formulations entre 40 et 80 GPa.

#### **I.5.2. Résistance en traction**

Le comportement en traction est caractérisé par :

- un domaine de déformation élastique limitée par la résistance en traction de la matrice cimentaire ;
- un domaine post-fissuration caractérisé par la résistance en traction du matériau fibré obtenue après fissuration de la matrice.

Le comportement dans le domaine post-fissuration peut permettre pour certaines structures de s'affranchir des armatures classiques de béton armé. La résistance en traction des BUHP est de l'ordre de 10 MPa.

### **I.5.3. Résistance en flexion**

Selon le type de formule, les BUHP ont une résistance en flexion de l'ordre de 30 à 50 MPa.

## **II.6. Traitement thermique**

Les BUHP peuvent faire l'objet de traitements thermiques juste après la fin de leur prise, ce qui permet [02]:

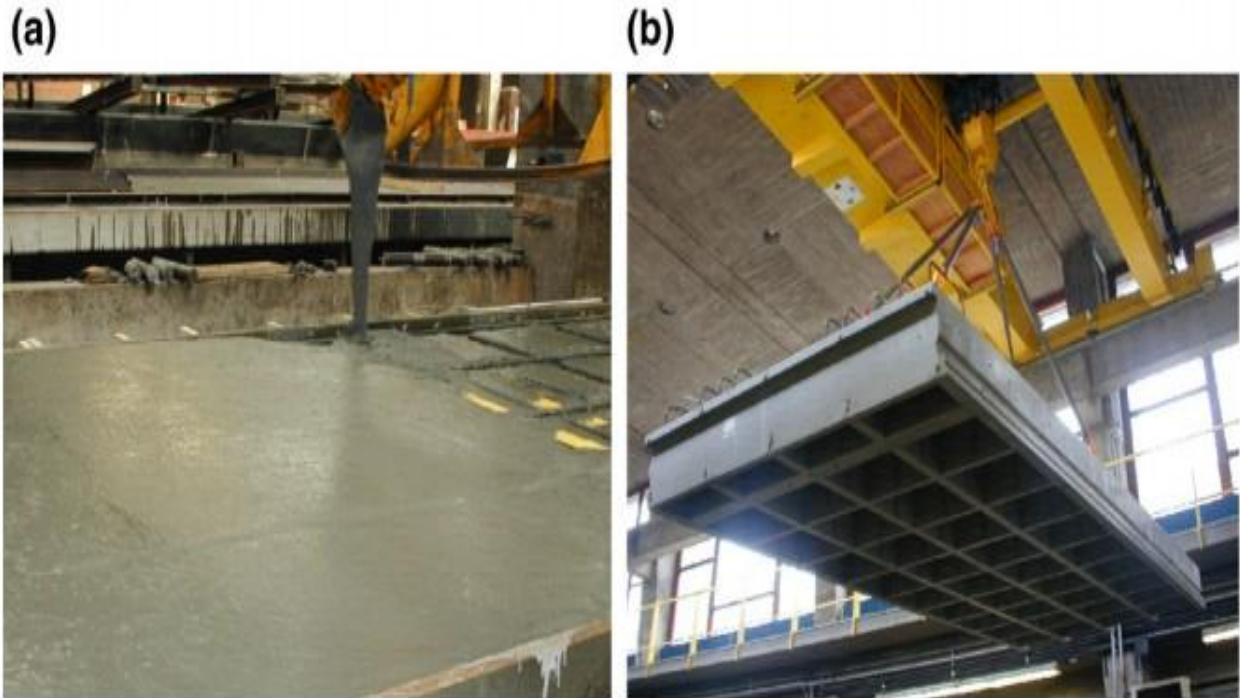
- d'obtenir des résistances mécaniques élevées très rapidement ;
- d'obtenir des performances en traction et en compression plus élevées ;
- d'améliorer la microstructure ;
- d'améliorer la durabilité grâce à une réduction de la porosité ;
- de diminuer les effets différés du retrait et du fluage ;
- d'éviter tout risque de fissuration par retrait. Après traitement thermique, le retrait est quasi inexistant et le fluage très fortement réduit.

## **I.7. Propriétés des BUHP**

Les BUHP offrent de multiples propriétés adaptables aux exigences de chaque application [02].

### **I.7.1. Ouvrabilité**

Les formules types de BUHP conduisent à des bétons, généralement, de consistance fluide ce qui permet un remplissage aisé des coffrages et des moules (figure I.2). La plage d'ouvrabilité est cependant très large. Il est possible de réaliser des BUHP par extrusion et des BUHP autoplaçants.



**Figure I.2** – (a) Préfabrication d'un élément en BUHP dans des conditions industrielles (b) Décoffrage d'un élément préfabriqué d'un pont [02]

### I.7.2. Ductilité

La ductilité (déformabilité sous charge sans rupture fragile), la résistance en traction et la ténacité (résistance à la microfissuration) des BUHP sont dues à la présence des fibres (pourcentage variant généralement entre 2 et 3 % en volume) et à l'interaction fibre-matrice. Ces propriétés permettent au matériau de se déformer et de supporter des charges importantes même après apparition des premières micro-fissures. Il devient donc possible de concevoir des structures sans armatures passives et plus fiables.

### I.7.3. Porosité

Les BUHP présentent une porosité très faible et non connectée à l'échelle du nanomètre ainsi qu'une absence de porosité capillaire.

### I.7.4. Retrait - fluage

Dans les BUHP, le retrait endogène de la matrice cimentaire est de l'ordre de 300 à 500  $\mu\text{m}/\text{m}$ , comme pour les BHP, suite au faible rapport eau/ciment qui conduit à un diamètre des pores réduit. Ce retrait endogène n'est pas gêné par le squelette granulaire, et la formation de microfissures est extrêmement faible.

#### Nota

- Retrait endogène : 300 à 500  $\mu\text{m}/\text{m}$ .
- Retrait de dessiccation : 50 à 100  $\mu\text{m}/\text{m}$ .
- Retrait total : 5 000 à 1 000  $\mu\text{m}/\text{m}$ .

Grâce à la faible teneur en eau du matériau et à l'utilisation de fumées de silice, la déformation sous charges permanentes (fluage) est très fortement réduite. Les valeurs de coefficient de fluage à long terme sont de 0,8 pour les matériaux sans traitement thermique et 0,2 dans le cas d'un traitement thermique sont pris en compte pour le dimensionnements des ouvrages en BUHP.

Les propriétés spécifiques en termes de retrait (quasiment nul) et fluage (très faible) permettent de maîtriser toutes les difficultés de conception liées aux déformations différées. Elles sont particulièrement intéressantes pour la réalisation d'ouvrages précontraints par post-tension ou pré-tension car les pertes de précontrainte sont ainsi fortement réduites.

### I.7.5. Cinétique de durcissement

Selon les conditions du chantier ou le procédé de préfabrication, on recherchera plutôt une résistance à la compression à 16 heures de 50 MPa qui permet la mise en tension précoce de câbles de précontrainte par post-tension, ou une résistance à la compression de 200 MPa après un traitement thermique adapté.

**I.7.6. Résistance au Feu**

Les lois de comportement et de tenue au feu des BUHP sont différentes de celles des bétons courants. Comme les autres bétons, le BUHP est incombustible (MO). Les dispositions constructives doivent être étudiées au cas par cas au regard de la résistance au feu. Les BUHP n'ont aucune contribution au développement d'un feu.

L'utilisation de fibres organiques permet de réaliser des BUHP très résistants au feu. La nature des fibres, leurs dimensions ainsi que leur dosage doivent être déterminés en fonction de l'application visée.

**I.7.7. Coefficient de dilatation thermique**

Le coefficient de dilatation thermique des BUHP est fonction du type de formulation. Généralement une valeur de  $1,1 \times 10^{-5} \text{ m/}^\circ\text{C}$  peut être prise en compte.

**I.7.8. Module d'élasticité**

La valeur courante du module d'élasticité des BUHP est de l'ordre de 50 à 80 GPa.

**I.7.9. Résistance au choc**

Les BFUP présentent compte tenu de la présence de fibres une grande capacité de dissipation d'énergie, ce qui leur permet d'offrir une résistance au choc important.

**I.7.10. Conductivité thermique**

Les BUHP ont une faible conductivité thermique (1,6 W/m/k).

**I.7.11. Masse volumique**

La masse volumique des BUHP est de l'ordre de 2 400 à 2 600 kg/m<sup>3</sup>

**I.8. Fabrication, transport et mise en œuvre des BUHP**

Les BFUP sont, en général, manufacturés en sacs ou en Big Bag (de 500 kg ou 1 tonne) sous la forme de pré-mélange à sec de poudres et de fibres (les fibres et les divers adjuvants peuvent être

conditionnés séparément). Le processus industriel de conditionnement bénéficie de procédures qualité garantissant la régularité et l'homogénéité des formulations et des performances.

La fabrication des BUHP nécessite une grande précision du dosage et de la régularité des constituants, des contrôles rigoureux et une méthodologie parfaitement respectée. Une maîtrise parfaite de la quantité d'eau et du rapport eau/ciment est indispensable. Pour certains BUHP, les fibres sont incorporées en cours de malaxage. La durée entre la fabrication du BUHP et sa mise en place doit rester compatible avec les moyens de production et de mise en œuvre. Aucun ajout d'adjuvant ou d'eau n'est autorisé après la fabrication du béton.

La fabrication nécessite en général des malaxeurs à fort gradient de cisaillement et possédant un grand pouvoir dispersant et une procédure de malaxage spécifique.

Les BUHP peuvent être adaptés à toutes les techniques de mise en œuvre. Ils sont en général autobloquants, leur mise en place dans les coffrages, à la benne avec une manchette ou par pompage ne nécessite donc pas de vibration. Comme pour tous les bétons, des précautions particulières doivent être prises pour l'utilisation des BUHP à des températures basses ou à l'inverse élevées. La cure doit être systématique et particulièrement soignée afin d'éviter la dessiccation du béton.

Le caractère autoplaçant des BUHP permet le coulage des pièces à géométrie complexe ou de parois de faible épaisseur [02].

### **I.9. Durabilité des BUHP**

Du fait de leur microstructure extrêmement dense, de leur porosité capillaire très faible et de leur compacité, les BUHP présentent des caractéristiques de durabilité exceptionnelles, quel que soit l'environnement, notamment dans les domaines suivants : résistance aux cycles gel-dégel, résistance aux sels de déverglaçage, à l'eau de mer, aux sulfates, résistance à la carbonatation, résistance à la pénétration d'ions agressifs et des acides faibles, résistance à l'abrasion, aux chocs, excellente tenue aux températures élevées ainsi qu'aux ultraviolets.

La matrice cimentaire des BUHP constitue un milieu quasi imperméable à l'air et à la pénétration des divers agents agressifs [02].

**I.10 Domaines d'applications potentiels des BUHP**

Les nombreuses qualités des BUHP, permettent d'envisager une multitude d'applications aussi bien en structure de génie civil (poutres précontraintes par pré ou post tension, canalisations, conteneurs, ouvrages offshore, couvertures de grande portée, silos, réservoirs, cuves de rétention, tours de refroidissement, murs de soutènement, dalles, structures triangulées, voussoirs de tunnels, etc.) qu'en bâtiment (poutres, poteaux élancés, planchers de grande portée, etc.) et leur utilisation dans des applications innovantes jusque là inaccessibles au matériau béton et réservées à d'autres matériaux.

En règle générale les BUHP à base de fibres métalliques sont destinées à des applications structurelles, ceux à base de fibres organiques à des applications architectoniques (éléments architecturaux, panneaux de façade, corniches, parements d'ouvrage, lames pare-soleil, mobiliers urbains, panneaux acoustiques, sculptures, etc.).

Les BUHP sont utilisés aussi bien par l'industrie du béton pour constituer des produits préfabriqués que directement sur chantier. Ils sont en général autobloquants et parfaitement pompables.

On peut définir les domaines d'applications en fonction des caractéristiques du matériau principalement valorisées : résistances (mécaniques, à l'abrasion, au choc, etc.), durabilité (porosité nulle, compacité élevée, etc.), esthétique et flexibilité des formes [02].

**I.10.1. Valorisation de la résistance des BUHP**

Le comportement mécanique du matériau permet de concevoir des ouvrages particulièrement élancés et légers et une grande variété de formes, notamment avec des concepts innovants tels que des structures en treillis. Il permet de réduire les volumes de béton à mettre en œuvre, d'affiner les structures et donc de réduire le poids des ouvrages et leur impact sur les fondations.

Pour les bâtiments de grande hauteur, par exemple, la réduction de section des poutres permet de construire à coûts et à hauteur égaux un étage supplémentaire. De même, il devient possible de réaliser des portées plus grandes et des plateaux libres ou encore d'accroître la surface d'habitation.



Leurs performances mécaniques à court terme contribuent à optimiser les procédés de construction. L'utilisation de la précontrainte valorise au maximum les très hautes résistances en compression, en traction ou en flexion du matériau.

**I.10.2. Liberté de création et de forme**

L'absence d'armatures passives variées et les résistances élevées du matériau facilitent la réalisation de formes variées pour la construction de structures légères et élancées, et l'élaboration de formes complexes (coques, voiles minces, sculptures, etc.) Les BUHP offrent une nouvelle dimension à la création de formes et de volumes.

**I.10.3. Valorisation de la durabilité des BUHP**

Les BUHP sont particulièrement adaptés aux environnements sévères tels que de fortes variations de température ou d'hygrométrie ; des agressions chimiques par des ions chlorure ou des acides, des cycles de gel-dégel, etc. Ils permettent d'envisager la réalisation d'ouvrages offrant de grandes durées de service pratiquement sans entretien ni réparation. Les gains sur la porosité du béton limitent l'enrobage nécessaire des armatures éventuelles (armatures passives ou actives).

**I.10.4. Valorisation des qualités esthétiques des BUHP**

La gamme des BUHP fluides, au besoin complété par des pigments, permet d'obtenir des textures très variées et des parements lisses, satinés, mats, brillants, homogènes et très réguliers présentant d'excellentes qualités esthétiques. Leur capacité à être moulé permet de reproduire les détails très précis de la microtexture de la peau du coffrage ou du moule.

## La technique de nanoindentation

### II.1. Introduction

La technique de nano-indentation existe depuis une quarantaine d'années. Elle est donc récente si l'on compare aux premières mesures de dureté qui datent d'avant J-C [03]. L'objectif de ce chapitre est de rappeler brièvement l'histoire des notions de dureté, puis de présenter l'évolution de la technique de mesure de dureté jusqu'à la nano-indentation instrumentée actuelle. Dans la première partie de ce chapitre est rappelé brièvement l'histoire du mot dureté avec la description des premiers tests réalisés. Ensuite, le dispositif expérimental de nano-indentation instrumentée est présenté, montrant les caractéristiques globales d'un nano-indenteur et les propriétés mécaniques mesurées avec ce dispositif. Ensuite, on présente les différents types d'indenteurs utilisés et erreurs systématiques à prendre en compte. Enfin, le dernier paragraphe est consacré aux expressions des deux principales propriétés mesurées par nano-indentation.

### II.2. Historique de la mesure de la dureté et premiers essais d'indentation

Les premiers tests de dureté publiés ont été réalisés plus de 200 ans avant J-C [03]. Ils étaient alors appliqués à des minéraux. Ce n'est qu'à partir du 18<sup>ième</sup> siècle qu'on chercha à mesurer la dureté de métaux, la mesure étant effectuée par rayage avec différents matériaux répertoriés dans [03], et observation à l'œil de la taille de la rayure. Au 19<sup>ième</sup> siècle, Mohs établit une classification des minéraux suivant leur dureté, celle-ci étant obtenue par rayage [05]. Cette classification est encore utilisée aujourd'hui dans le domaine scientifique en raison de sa simplicité. Elle est présentée dans le tableau II.1.

| Echelle de Mohs |          |                                     |
|-----------------|----------|-------------------------------------|
| Dureté          | Minéral  | Test                                |
| 1               | Talc     | Friable sous l'ongle                |
| 2               | Gypse    | Rayé par l'ongle                    |
| 3               | Calcite  | Rayé par une pièce de monnaie       |
| 4               | Fluorite | Facilement rayable avec un couteau  |
| 5               | Apatite  | Rayé avec un couteau                |
| 6               | Orthose  | Rayable à la lime                   |
| 7               | Quartz   | Raye une vitre                      |
| 8               | Topaze   | Rayable par le carbure de tungstène |
| 9               | Corindon | Rayable par le carbure de silicium  |
| 10              | Diamant  | Rayable avec un autre diamant       |

Tableau II.1 - Echelle de Mohs d'après [06].

Concernant les métaux, le premier essai de dureté reconnu est celui inventé par Brinell au début du 20<sup>ième</sup> siècle [07]. L'essai consiste à appuyer une sphère de géométrie connue, appelée indenteur, sur un métal de surface plane avec une force contrôlée, et à mesurer de façon optique la surface hémisphérique de l'empreinte après essai. La dureté du matériau testé est ensuite calculée en faisant le rapport de la force appliquée sur la surface mesurée. Cette mesure est appelée dureté Brinell (ou dureté HB). En 1922, Rockwell établit aussi un test portant son nom en faisant varier la charge et le diamètre de l'empreinte. Un indenteur conique (dureté HRC) ou sphérique (dureté HRB) peuvent être utilisés. On peut noter aussi la dureté Knoop utilisant un indenteur de forme pyramidale avec pour base un losange, et l'essai Vickers qui utilise un indenteur pyramidal à base carrée nommé indenteur Vickers. Quelques tests de dureté sont résumés sur la figure II.1. Pour identifier les valeurs de dureté obtenues avec les différents essais, la norme ISO a introduit des unités spécifiques pour chaque essai (par exemple, Brinell : HB, Vickers : HV) [08].

Actuellement, les différents essais présentés sont utilisables sur des machines expérimentales. Elles représentent les premiers appareils d'indentation. Ces essais d'indentation nécessitent la maîtrise de la force appliquée sur un indenteur de géométrie connue, et la mesure optique après test de la surface de l'empreinte, cette surface étant définie par le type d'essai utilisé. En calculant le rapport de la charge appliquée sur la surface mesurée, nous obtenons la dureté du matériau. Ces essais sont très utilisés pour une caractérisation mécanique à l'échelle du millimètre, voire du micron.

### **II.3. De l'essai d'indentation à la nanoindentation instrumentée**

La sensibilité de la technique, le système d'acquisition des données ainsi que le haut niveau des commandes ont conduit à de nombreuses avancées en science des matériaux, en particulier concernant les mécanismes fondamentaux du comportement mécanique à l'échelle micrométrique. L'indentation instrumentée a été utilisée pour étudier par exemple le comportement des dislocations des métaux [09,10], le comportement de rupture dans la céramique [11,12], le comportement mécanique des couches minces [13-14] et de l'os [15], les efforts résiduels [16], le comportement dépendant du temps pour les métaux mous et les

polymères [17-18]. Par ailleurs, le mouvement latéral du capteur est utilisé pour exploiter le comportement tribologique des surfaces, y compris la résistance au rayage des revêtements [8] et la résistance à l'usure des métaux [19].

Ces dernières années, l'étude des propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique a suscité beaucoup d'attention. Ces études ont été motivées d'une part, par le développement des nano composites et de l'application des films minces pour la miniaturisation de la technologie et des composants électroniques et d'autre part, par le développement de l'indentation instrumentée qui permet la détermination des propriétés mécaniques des petits volumes. En général, il existe trois grands domaines d'utilisation de l'indentation instrumentée :

- 1- L'essai de dureté classique : Utilisé pour la détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux massifs. Les forces varient entre quelques dizaines et centaines de newtons.
- 2- La micro indentation : Concerne des forces de l'ordre de quelques milli newtons à quelques newtons. Elle s'applique à la caractérisation de couches minces d'au moins une dizaine de microns d'épaisseur.
- 3- La nano indentation : Permet la mesure des propriétés de surfaces à des profondeurs inférieures au micromètre. On peut utiliser des charges inférieures au milli newton. Elle permet, en plus de la caractérisation de E et H, l'étude de phénomènes liés à la physique des matériaux (propriétés mécaniques de la microstructure, forces attractives de type van der Waals,...)

La dureté obtenue en considérant ces trois types d'utilisations est souvent différente. En effet, chaque échelle fait intervenir ses propres phénomènes physiques (densité de dislocations, taille de grains, aspérités). A l'heure actuelle, il est possible de mesurer avec suffisamment de précision la dureté et le module d'élasticité des matériaux à ces différentes échelles. Un des enjeux actuel réside dans le développement de méthodes permettant de relier ces mesures de dureté au comportement mécanique des matériaux étudiés. Ainsi, il serait possible d'identifier les propriétés mécaniques des matériaux localement à l'aide de cet essai [20].

#### II.4. Dispositif experimental

De nombreux dispositifs expérimentaux ont été développés pour accéder aux matériels microéconomiques. Récapitulons certains d'entre eux dans trois groupes. Le premier groupe inclut des techniques mesurant la microstructure et la composition matérielles comme : microscopie électronique (ESEM), microscopie atomique de force (AFM), spectroscopie infrarouge de transformée de Fourier (FTIR), magnétique nucléaire résonance (RMN), diffraction des rayons X (XRD) et d'autres. Le second groupe couvre des analyses thermiques très importantes comme l'Analyse Thermique Différentielle (DTA) ou calorimétrie. Le troisième groupe comprend des analyses micromécanique. La position unique entre ces méthodes est occupé par la nanoindentation qui est la seule technique usiner qui peut accéder au nano/aux propriétés de micro-niveau des composants matériels tel que la dureté H et le module d'élasticité E.

Pour cette manuscrit, un type est relativement nouveau de l'instrumentation d'indentation appelé Triboindenteur (Hysitron). Ce dernier un appareil d'indentation instrumentée du type CSM [8]. Ce dispositif est un instrument très précis, utilisé pour la détermination des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires et des couches minces. Des propriétés comme la dureté (H) et le module élastique (E) peuvent être déterminées pour la plus part des matériaux doux, durs, ductiles et fragiles. Les appareils d'indentation CSM sont les seuls instruments commercialisés qui emploient une technique de mise en référence extérieure. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon. Cet appareil d'indentation permet d'effectuer des indentations à multi cycles progressifs et constants.

Il est constitué essentiellement de trois parties schématisées sur la figure II.1ci-après :

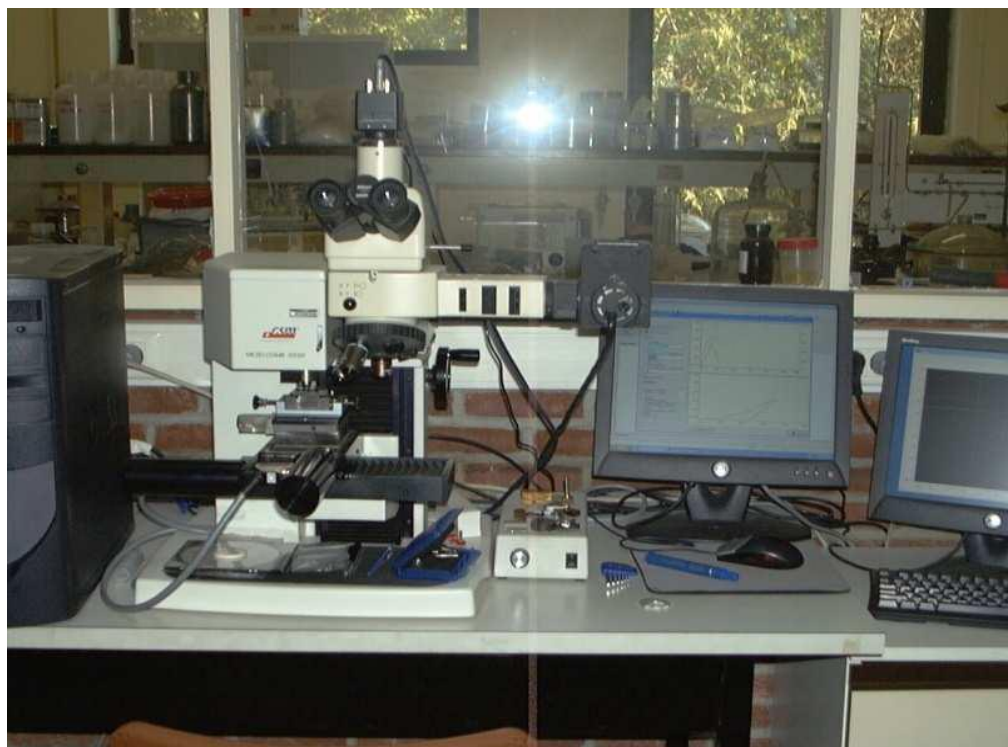


Figure II.1 - Appareil d'indentation CSM [20].

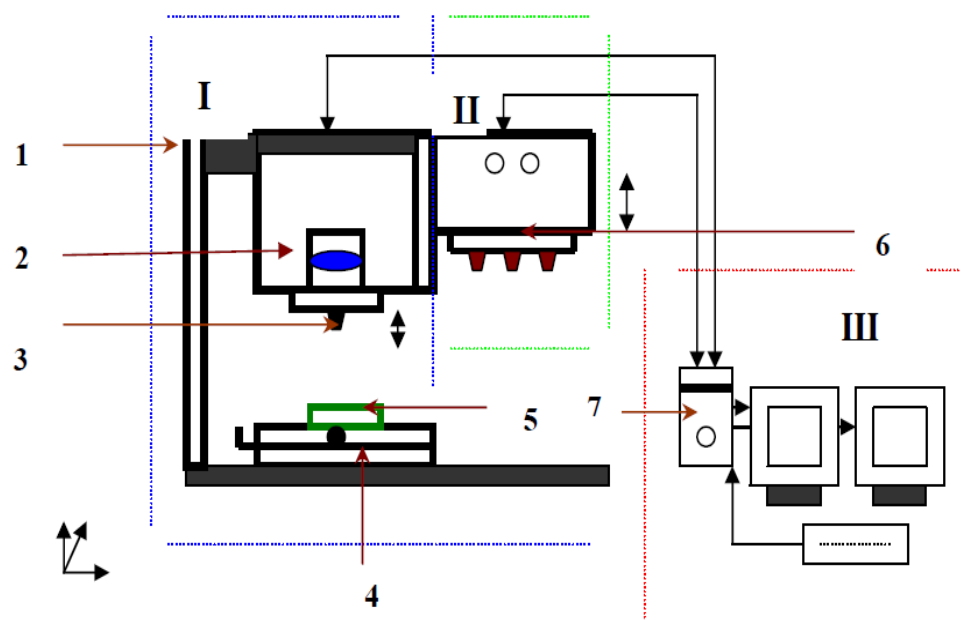


Figure II.2 - Schéma descriptif du CSM [20].

- **Partie I (partie indentation):** C'est le dispositif de l'indentation. Elle est constituée d'une table porte - échantillon (4), un porte - indenteur (3), relié à un système d'amplification et de transformation du signal (1). Il est muni d'un capteur acoustique (2) (Figure II.2).

La figure II.3 représente un agrandissement de la partie Indenteur-Echantillon.

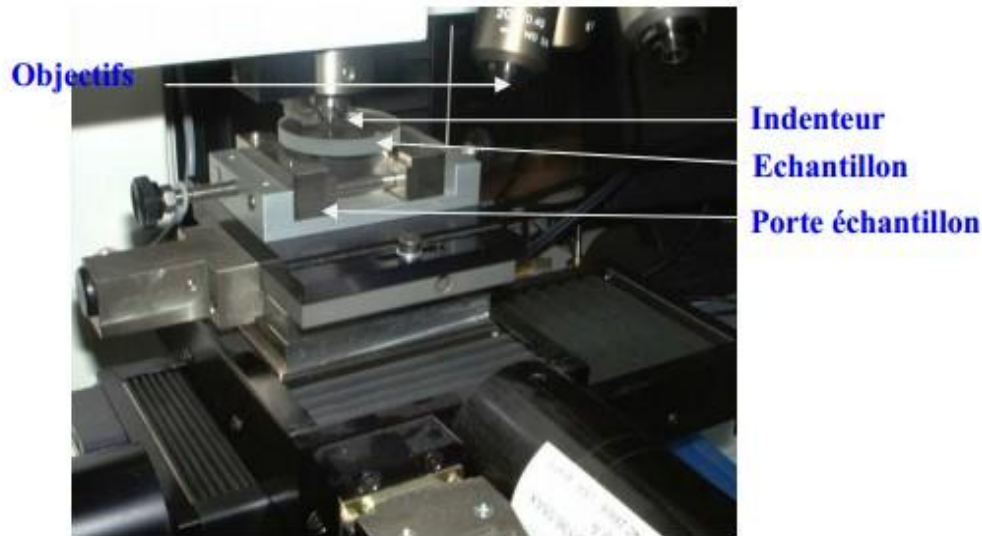
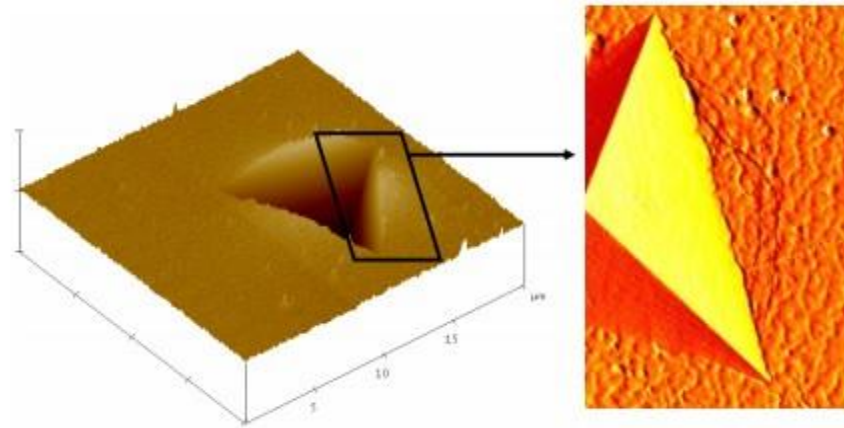


Figure II.3 Montage expérimental des essais effectués sur CSM [20].

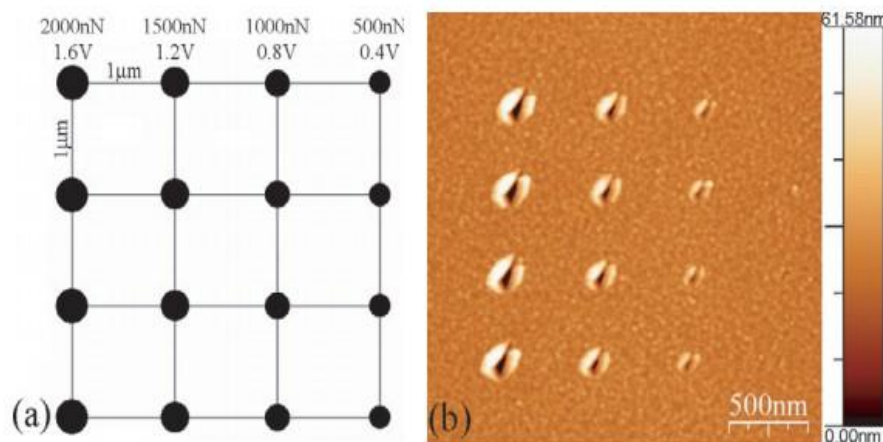
- **Partie II (partie optique):** Elle comprend le dispositif qui permet l'agrandissement et la visualisation de l'empreinte (6) grâce à plusieurs objectifs avec différents grossissements et un écran figure II.2.
- **Partie III (partie informatique):** Elle est constituée de deux écrans, d'un clavier, d'une souris ainsi que d'une unité centrale (7). L'ordinateur est muni de plusieurs logiciels permettant de programmer la matrice de mesures (paramètres d'entrée) et de traiter les résultats obtenus lors des essais d'indentation figure II.2.

L'avantage d'utiliser un Triboindenteur est qu'il combine les principes de nano-indentation avec la microscopie à force atomique (AFM) (Figure II.4). Ainsi La fonction d'imagerie du Triboindenteur offre la possibilité d'identifier les différentes phases et de positionner la sonde de l'indenteur dans les dix nanomètres (en fonction de la spécification de l'appareil) de l'emplacement de test désiré (Figure II.5). La formation d'image de post -test fournit également la

capacité de vérifier que l'essai a été réalisé dans l'endroit prévu, qui maximise la fiabilité des données [8].



**Figure II.4** Observation d'une empreinte par microscopie à AFM réalisée avec une pointe Berkovich [21].



**Figure II.5** – (a) Représentation schématique d'une matrice d'indentation, (b) Image AFM de matrice l'indentation [21].

## II.5. Mesures obtenues par nano-indentation

Sur la figure II.6 ci-après, représente un exemple schématique du dispositif expérimental de nano indentation. Ce schéma est utilisé car il correspond à celui des dispositifs expérimentaux qui sont largement utilisés. Son principe est simple. L'échantillon à caractériser est fixé sur un porte-échantillons, soit avec une colle, soit par bridage.



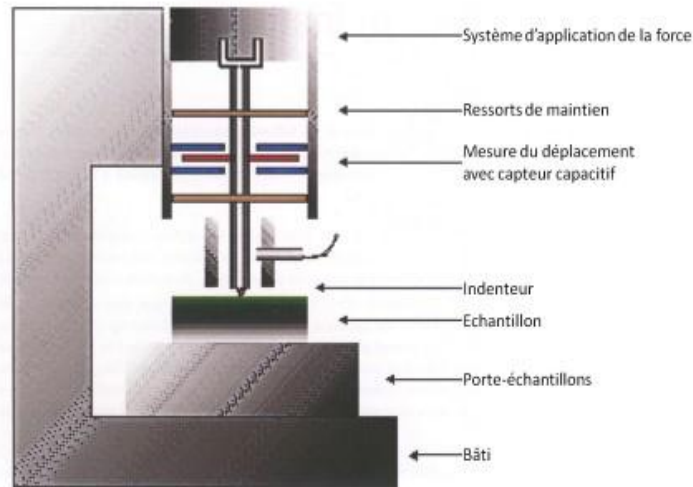


Figure II.6 : Représentation schématique du dispositif expérimental de nano-indentation [06].

L'indenteur servant à la caractérisation mécanique est fixé sur une colonne. L'indenteur utilisé est, dans la majorité des cas, en diamant, mais d'autres matériaux tels que le saphir peuvent être utilisés. Il est en général pyramidal. Le plus utilisé est la pointe Berkovich, mais des poinçons cylindriques à base plane ou des indenteurs sphériques sont également utilisés. La figure II.7 représente quelques indenteurs utilisés.

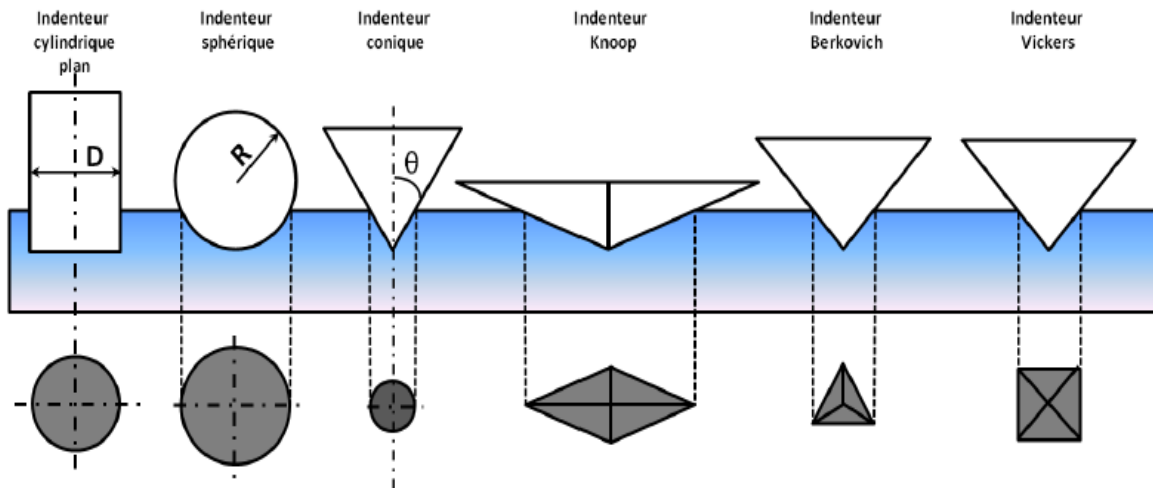
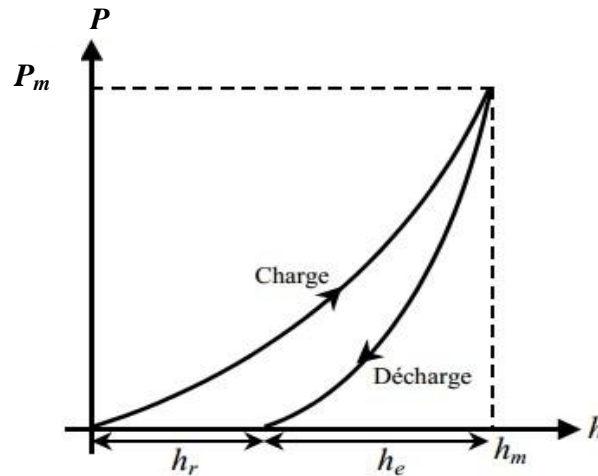


Figure II.7 - Principaux indenteurs [06]

La force  $P_m$  nécessaire pour indenter le matériau est appliquée sur l'indenteur par l'intermédiaire d'une bobine magnétique, permettant de connaître la valeur de la force par la mesure du courant circulant dans la bobine. Le déplacement  $h_m$  de l'indenteur est mesuré avec un capteur capacitif. Les données brutes sont obtenues en force et en déplacement permettent de tracer une courbe force-pénétration, ou courbe d'indentation, dont un exemple est présenté sur la figure II.8.



**Figure II.8** - Courbe d'écharge/décharge typique issue d'indentation:  $F_m$  est la charge maximale appliquée  
 $h_e$ ,  $h_m$  et  $h_r$  sont respectivement les profondeurs élastique, maximale et résiduelle.'

De cette courbe, on extrait la dureté ( $H$ ) et le module d'élasticité ( $E$ ) en grandeurs sont déterminées à partir de la phase de décharge de la courbe d'indentation. On considère que cette décharge est élastique et on applique les résultats du contact élastique entre deux solides. Cet avantage de pouvoir accéder aux propriétés élastique et plastique du matériau sans recourt à l'image de l'empreinte résiduelle, a suscité un engouement particulier dans le monde scientifique. Ainsi de nouveaux modèles sont vus le jour dans la littérature.

## II.6. Différents types d'indenteurs utilisés

### II.6.1. Indenteur Bille (essai brinell)

Le pénétrateur est une bille en acier trempé en carbure de tungstène ou en diamant, de diamètre  $D$ . l'essai consiste à imprimer la bille sous l'action d'une charge  $P$  à la surface d'un matériau (Figure II.9). La charge est appliquée pendant une durée normalisée de quelques

secondes. Par le retrait de l'indenteur, on mesure le diamètre  $d$  de l'empreinte à l'aide d'un microscope.

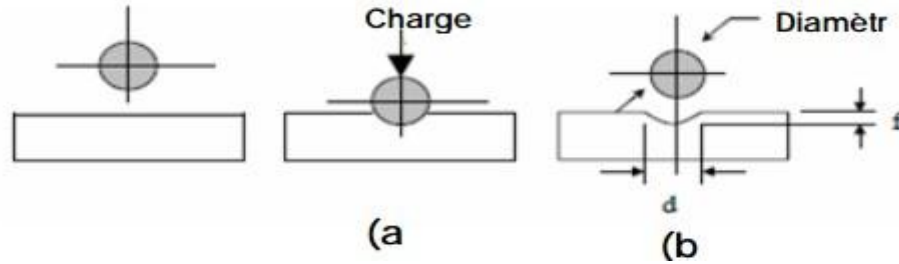


Figure II.9 - Schéma de l'indentation Brinell[23].

(a) Etape de chargement

(b) Empreinte résiduelle

L'aire superficielle de la calotte sphérique  $S$  laissée par la pénétration de l'indenteur bille est fonction du diamètre initial de la bille  $D$  et du diamètre de l'empreinte résiduelle  $d$ .

### II.6.2. Indenteur Cône (essai Rockwell)

Le pénétrateur est un cône en diamant d'angle  $120^\circ$  au sommet. La profondeur de l'empreinte résultante est déterminée comme étant la différence entre les positions atteintes en précharge et à pleine charge. La Figure II.10 schématise le principe de cet essai.

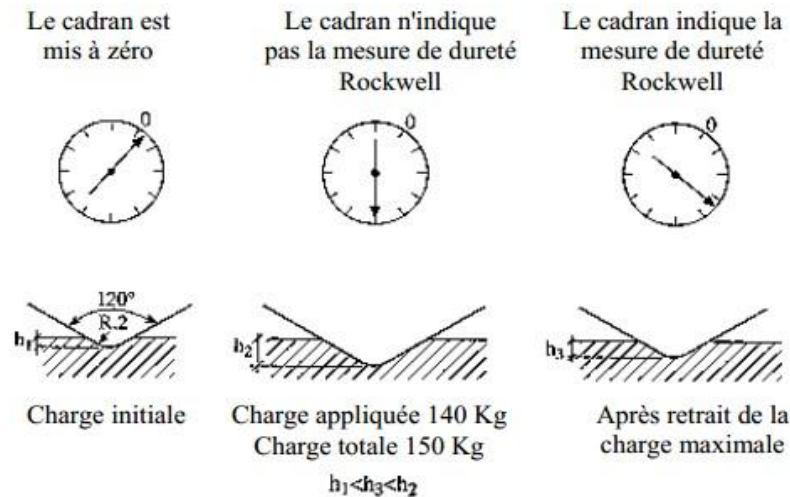


Figure II.10 Schéma de l'indentation Rockwell [23].

Un des avantages de l'essai Rockwell est que le nombre de dureté peut se lire directement sur un cadre gradué.

**II.6.3. Indenteur pyramides**

**a. Indenteur Vickers :**

Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carré. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de  $136^\circ$  et entre deux arêtes opposées de  $148^\circ$  (La Figure II.11).

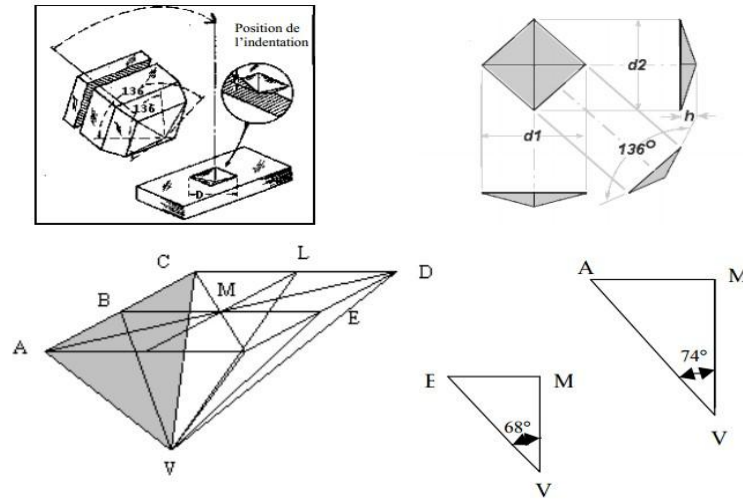


Figure II.11 - Schéma de l'indenteur Vickers [23]

**b. Indentation knoop**

L'indenteur knoop est une pyramide en diamant à base losange. Le plus petit angle entre les deux arêtes opposées à  $130^\circ$  et le plus grand angle entre les deux arêtes opposées est de  $172^\circ 30'$  (Figure II.12).

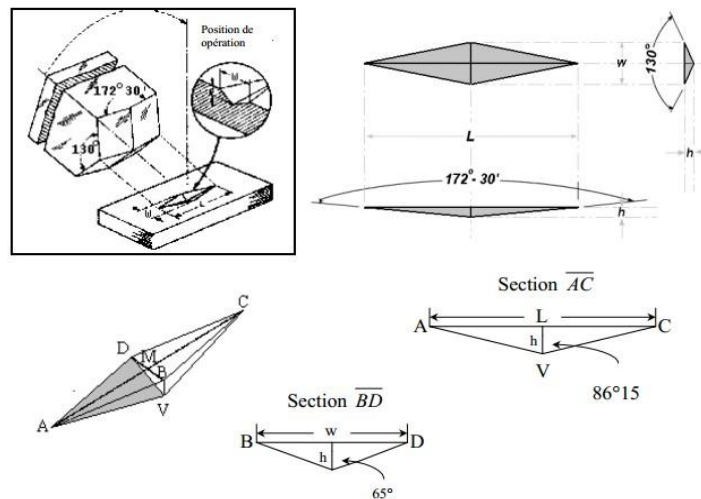


Figure II.12 - Schéma de l'indenteur Knoop [23].

### c. Indenteur Berkovich

L'indenteur Berkovich est une pointe pyramidale à base triangulaire. A titre d'exemple, la figure II.13 montre une empreinte Berkovich et des déformations rémanentes après l'essai. C'est l'indenteur le plus utilisé sur les machines de nano-indentation, pour plus de détail descriptif géométrique (voir Annexe A).

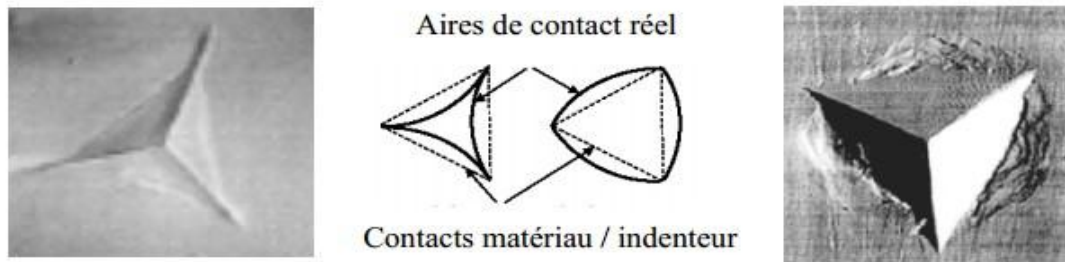


Figure II.13 - Empreinte Berkovich pyramidale à base triangulaire [23].

## II.7. Le choix du type de pointe

Le choix du type de pointe est essentiel, il doit répondre strictement de l'utilisation que l'on veut en faire. La pointe Berkovich est la plus utilisée en nanoindentation. Les trois raisons principales sont :

- Le caractère «plat» de cette pointe qui offre une surface de contact importante entre l'échantillon et l'indenteur ;
- Une aire de contact projetée identique à celle de pointe Vickers très utilisé en micro et macroindentation ;
- Ses surfaces qui facilite son usinage par rapport à une pyramide à quatre faces et permettent un petit rayon de courbure.

En nanoindentation, la dureté est défini à partir de l'aire projetée  $A_p$ , en fonction de la nature de l'échantillon et la profondeur d'indentation choisie, le choix de la géométrie de la pointe devra être considéré. En effet, ses pointes sont conçues pour une gamme de profondeurs données.

### II.8 Prise en compte des erreurs systématiques

L'essai de nanoindentation présente des inconvénients. Elle donne des informations sur le matériau à une seule valeur d'enfoncement. Plusieurs essais à différents enfoncements sont donc à réaliser lorsqu'on désire des informations sur l'homogénéité d'un matériau en fonction de la profondeur. Par ailleurs, il existe des artefacts de mesure dont il faut tenir compte [24]:

#### a) le défaut de pointe

Le défaut de pointe est un paramètre qui influence les résultats obtenus. La pointe initialement dite « parfaite » se détériore au fur et à mesure des essais et présente alors un rayon de courbure à son extrémité qui croît, comme représenté sur la figure II.14.

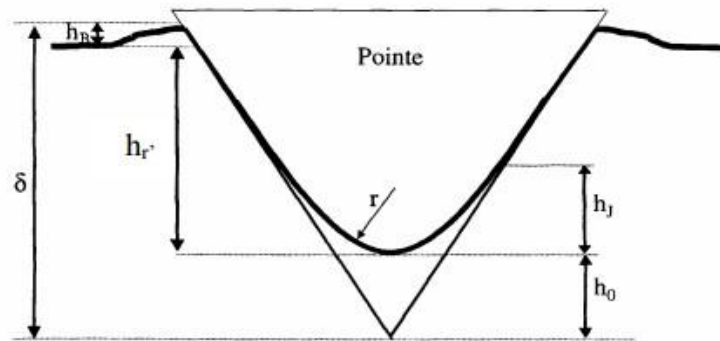


Figure II.14 - Schématisation du défaut de pointe d'un indenteur [24].

Sur la figure II.14, la pointe présente un rayon de courbure  $r$  à son extrémité, le terme  $h_r$  représente l'enfoncement plastique sous charge,  $h_0$  le défaut de pointe,  $h_B$  la hauteur des bourrelets et  $h_j$  la longueur de coupure.

Afin de tenir compte du défaut de pointe, il peut être montré que la correction à appliquer à l'enfoncement plastique sous charge mesuré consiste à lui ajouter le défaut de pointe pour obtenir l'enfoncement vrai ( $\delta$ ) suivant la relation :

$$\delta = h_0 + h_r \quad (II.1)$$

Cette relation est valable si on ne tient pas compte des effets des bourrelets autour de l'indenteur (voir section IV.2). Ici, la mesure est encore incorrecte puisque la ligne de base se situe au niveau de la surface de l'échantillon. Si la ligne de base est prise au niveau des bourrelets, il vient :

$$\delta = h_B + h_0 + h_r \quad (II.2)$$

si on admet que la hauteur des bourrelets est proportionnelle à l'enfoncement plastique sous charge, on établit la relation suivante :

$$\delta = \alpha. (h_0 + h_r) \quad (II.3)$$

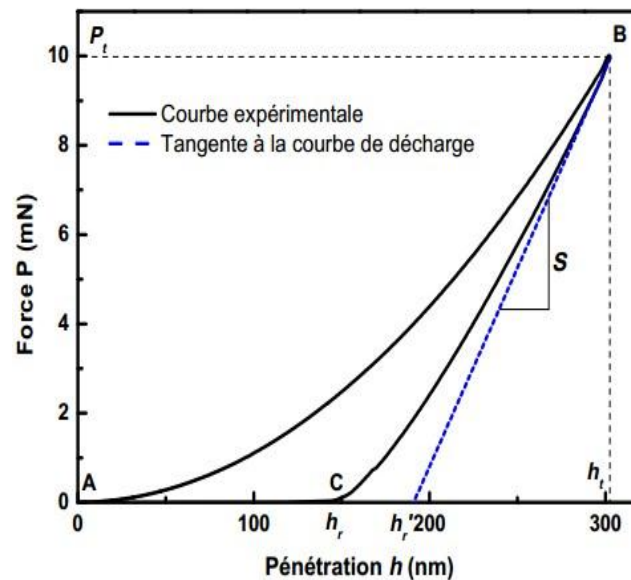
qui permet ainsi de corriger le défaut de pointe de l'indenteur. Un coefficient  $\alpha$  est appliqué de manière à tenir compte des effets du défaut de pointe.

### b) La dérive thermique

La dérive thermique des appareils doit être déterminée et contrôlée avec précision car c'est un paramètre qui influence considérablement la mesure. Pour cela, l'appareil doit être placé dans un endroit où les variations de température sont limitées. Selon le type de capteur de déplacement et de force, la dérive thermique peut être mesurée immédiatement avant la mesure ou faire l'objet d'une consigne avant que ne démarre la mesure [24].

## II.9 Expression des propriétés mécaniques mesurées par nano-indentation

Après chaque essai d'indentation, on peut tracer une courbe force-pénétration, ou courbe d'indentation, dont un exemple est présenté sur la Figure II.15.



**Figure II.15 :** Courbe force-pénétration obtenue par un essai de nano-indentation. La partie (AB) correspond à la charge et la partie (BC) correspond à la courbe de décharge [06].

la courbe précédente possède deux parties distinctes : la première partie (AB) est la courbe de charge correspondant à la pénétration de l'indenteur. La courbe de charge peut être représentée mathématiquement par l'équation suivante [25] :

$$P = K h^n \quad (II.4)$$

Avec  $h$  la pénétration et  $n$  l'exposant de la loi puissance qui décrit la courbe de charge. Celle-ci se termine au point (B), où l'indenteur atteint sa charge maximale  $P_t$  à la pénétration  $h_t$  représentant l'enfoncement maximum de la pointe.

La deuxième partie (BC) représente la courbe de décharge. Elle correspond au retrait de l'indenteur. Au point (C),  $h_r$  représente la profondeur résiduelle de l'indent dans l'échantillon. En traçant la tangente à la courbe de décharge au point de charge maximum  $P_t$ , et en considérant l'intersection de cette tangente avec l'axe des abscisses, on peut obtenir l'enfoncement plastique  $h_p$ . Cet enfoncement sera utilisé dans la section IV.2. A partir de la tangente à la courbe de décharge, on peut aussi déterminer la raideur de contact  $S$  entre l'indenteur et l'échantillon. Ce calcul est possible car le contact entre l'indenteur et l'échantillon est considéré comme purement élastique lors de la décharge. On expliquera dans la section IV.2 comment déterminer la raideur de contact  $S$  et on verra aussi que ce dernier permet de calculer le module d'élasticité du matériau indenté. Par conséquent, à partir de la courbe d'indentation, il est possible de déterminer les propriétés élastiques et plastiques du matériau testé. On présente ces propriétés dans le chapitre IV.

### II.9.1 Expression de la dureté

On peut obtenir différentes valeurs de dureté. Ceci est dû, soit à la géométrie de l'indenteur, soit à la procédure expérimentale utilisée. Dans le cadre de la nano-indentation, du fait de la mesure en continu du déplacement de l'indenteur, on mesure la dureté ou pression moyenne de contact, ce qui signifie que la dureté est mesurée sous charge. L'expression de la dureté, qu'on appelle par la suite  $H$ , est définie comme le rapport entre la force appliquée  $P$  sur l'indenteur et l'aire de contact sous charge projetée  $A_c$ . Elle est définie par l'équation suivante [26] :

$$H = P/A_c \quad (II.5)$$



La valeur de la dureté, ou pression moyenne de contact n'est pas une propriété intrinsèque du matériau, parce qu'elle dépend de la géométrie de l'indenteur, et des paramètres d'essai. Certains auteurs ont montré qu'il est possible de relier la dureté mesurée à la loi de comportement du matériau. Tabor et Johnson ont proposé, à partir d'une étude sur des matériaux métalliques, dans le cas d'indenteurs respectant le principe de similarité géométrique, une expression de la contrainte représentative  $\sigma_r$  et de la déformation représentative  $\varepsilon_r$  de l'essai d'indentation en fonction de paramètres liés à l'essai [27] :

$$\sigma_r = H/3 \quad (II.6)$$

$$\varepsilon_r = 0,2 \cot(\theta)$$

Avec  $\theta$  est le demi-angle au sommet d'un indenteur conique. Pour les indenteurs pyramidaux, l'angle  $\theta$  correspond au demi-angle au sommet d'un cône équivalent, c'est à dire ayant une surface de contact identique à celle de l'indenteur pyramidal. Par exemple, pour l'indenteur Berkovich,  $\theta = 70,32^\circ$  (voir annexe A). Cette définition est une bonne approximation lorsque les matériaux peuvent être considérés comme rigides plastiques (avec ou sans écrouissage) et lorsque  $\theta$  est suffisamment grand. On constate avec l'équation (II.6) qu'à partir d'un essai de nano-indentation, il est possible d'obtenir un couple de points  $(\sigma_r, \varepsilon_r)$  de la loi de comportement du matériau testé, pour une géométrie d'indenteur donnée.

### II.9.2 Expression du module d'élasticité

Il est possible de déterminer le module d'élasticité réduit de contact entre l'indenteur et l'échantillon  $E'_c$  partir de données issues de la courbe de décharge. En supposant que le début de la courbe de décharge est dominé par l'élasticité du matériau, nous pouvons calculer le module d'élasticité réduit de contact avec l'expression suivante [28, 29, 30, 31] :

$$E'_c = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} \quad (II.7)$$

Cette expression est obtenue à partir des équations de Sneddon qui a calculé, à partir des transformées de Hankel, les expressions de la force et de la pénétration d'indenteurs coniques, sphériques et cylindriques [32]. Pharr a montré que l'équation (II.7) est utilisable pour tout indenteur axisymétrique.

Cependant, les indenteurs du type tétraédrique ou quadratique ne sont pas axisymétriques. Afin d'en tenir compte, certains auteurs préconisent d'introduire un coefficient multiplicateur dans l'équation (II.7). Pour un tétraèdre, par exemple l'indenteur Berkovich,  $\beta = 1,034$ , et pour un indenteur pyramidal à base carrée, par exemple l'indenteur Vickers,  $\beta = 1,012$  [23, 24]. Etant donné que le module d'élasticité réduit de contact est une contribution de l'élasticité de l'échantillon et de l'indenteur, nous en déduisons le module d'Young du matériau  $E'$  à partir de la relation suivante :

$$\frac{1}{E'^*} = \frac{1 - \nu^2}{E'} = \frac{1}{E'_c} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E'_{ind}} \quad . \quad (II.8)$$

Où  $E'_c$  est le module d'élasticité réduit du matériau testé,  $E'_{ind}$  est le module d'élasticité de l'indenteur,  $\nu$  et  $\nu_{ind}$  sont les coefficients de Poisson de l'échantillon testé et de l'indenteur respectivement.

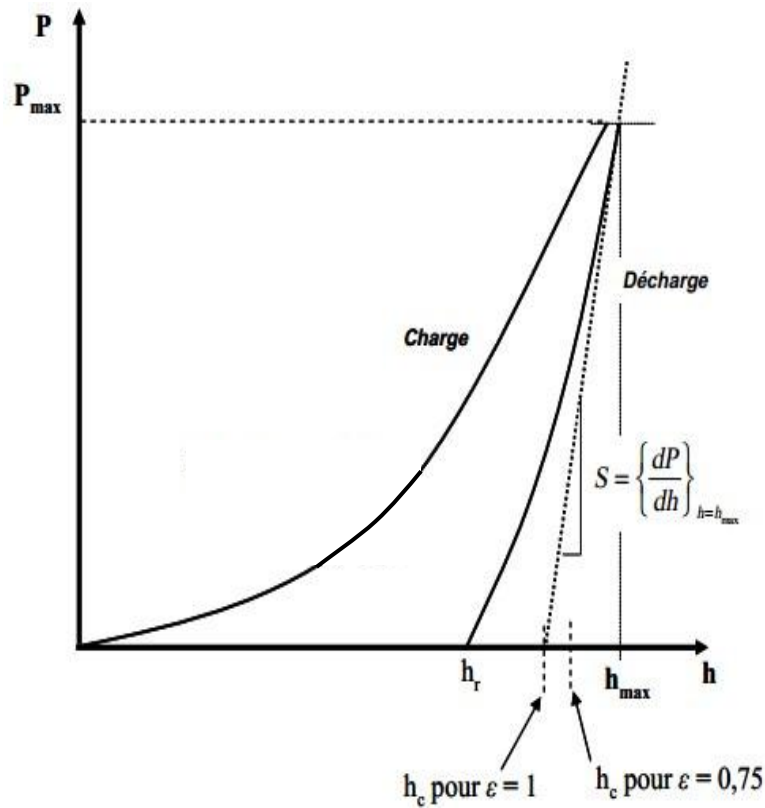
On vient de présenter les deux propriétés mécaniques principales mesurées par la technique de nano-indentation : le module d'élasticité  $E'^*$  et la dureté  $H$ . Pour les calculer, il est nécessaire de connaître la force  $P$ , la raideur de contact  $S$ , l'aire de contact projetée  $A_c$  et les propriétés élastiques de l'indenteur. La force est directement mesurée, et les propriétés élastiques de l'indenteur sont supposées connues. En revanche, la raideur de contact  $S$  et l'aire de contact projetée  $A_c$  ne sont pas obtenues directement. On expliquera dans la section suivante comment les calculer.

## II.10. Détermination de la raideur de contact et de l'aire de contact projetée

Dans cette partie, nous commençons par présenter la détermination de la raideur de contact. Elle peut être obtenue par une méthode dite quasi-statique, reposant sur l'expression de la courbe de décharge. En deuxième partie, nous présentons comment calculer l'aire de contact projetée avec l'approche d'Oliver et Pharr.

### II.10.1. Détermination de la raideur de contact par la méthode quasi-statique

La raideur de contact  $S$  peut être mesurée de façon quasi-statique, la raideur est alors calculée en un seul point de la courbe charge-décharge, à force max  $P_{max}$ . On explique en détail dans cette partie la détermination de la raideur de contact par cette méthode.



**Figure II.16** - Courbe force-pénétration et grandeurs utilisées dans l'analyse mécanique O&P [42]

La méthode quasi-statique consiste à calculer la raideur de contact à partir de la courbe de décharge. Ce calcul est possible car le début de la courbe de décharge est supposé élastique [12]. Doerner et Nix ont montré, pour un indenteur Berkovich, que le début de la décharge pouvait être considéré comme linéaire. Le début de la courbe de décharge suit alors la loi du poinçon cylindrique plan établie par Sneddon [18] :

$$S = 2a E_c'^* \quad (\text{II.9})$$

où  $a$  est le rayon de contact. Le modèle de Doerner et Nix n'est pas exempt d'imperfections, c'est ce que vont montrer Oliver et Pharr.

A partir d'expériences d'indentation réalisées sur six matériaux différents, Oliver et Pharr [19] montrent que l'hypothèse de la linéarité du début de la courbe de décharge n'est pas satisfaite. Par conséquent ils suggèrent l'utilisation d'une fonction puissance pour mieux représenter la courbe de décharge et déterminer ainsi la valeur de  $S$ . Elle est inspirée de la théorie de Sneddon (voir équation (II.9)). A la décharge, la force est reliée à l'enfoncement par

$$P = \alpha (h - h_r)^m \quad (\text{II.10})$$

$P$  étant la force appliquée sur la pointe d'indentation,  $h$  est son déplacement total,  $\alpha$  est un coefficient à appliquer de manière à tenir compte des effets du défaut de pointe. et  $m$  est aussi une constante qui est fonction de la géométrie de la pointe d'indentation. Les valeurs de  $m$  pour les pointes d'indentation habituelles sont :  $m = 1$  pour un cylindre plat,  $m = 1,5$  pour une sphère ou un parabolôïde et  $m = 2$  pour un cône.

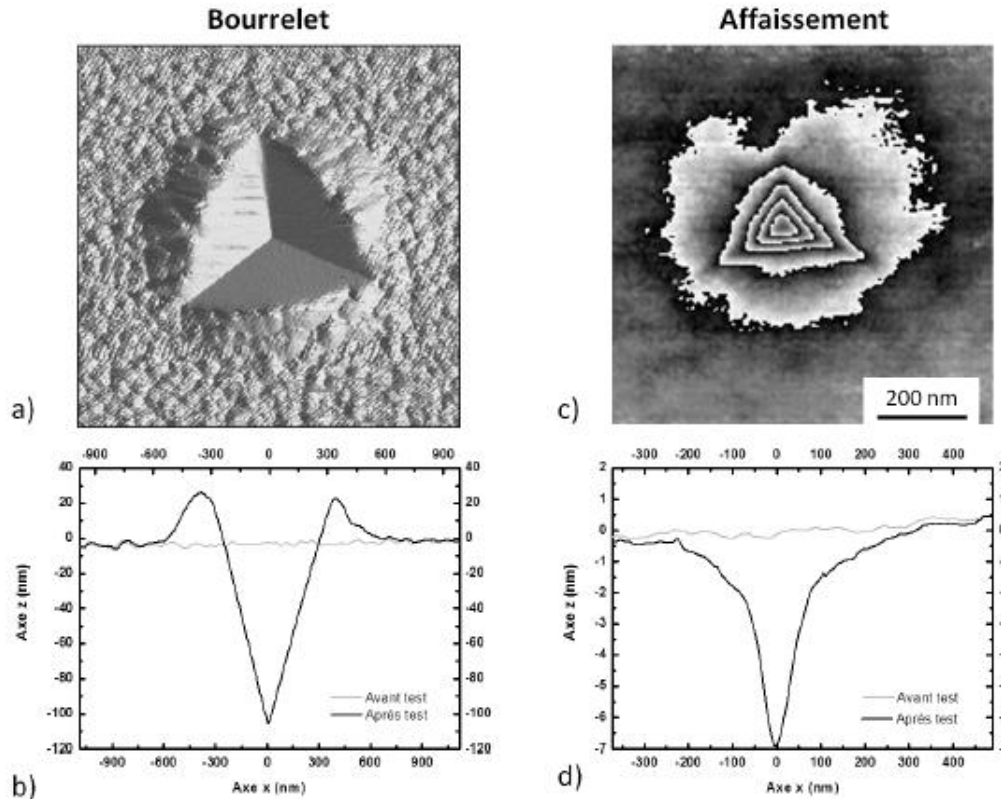
Le calcul de la raideur de contact  $S$  se fait à  $h = h_{max}$ , en dérivant l'équation (II.10) par rapport à  $h$ , nous obtenons l'équation suivante :

$$S = (dp/dh)_{h = h_{max}} = m.\alpha. (h_{max} - h_r)^{m-1} \quad (\text{II.11})$$

avec l'équation (II.9), le module d'élasticité réduit de contact  $E_c$  peut être calculé.

### II.10.2. Calcul de l'aire de contact projetée

Le calcul de l'aire de contact projetée est sans doute le calcul le plus délicat. En effet, nous n'avons pas accès directement à l'aire de contact projetée  $A_c$ , mais à la pénétration  $h$  de l'indenteur. La relation entre  $h$  et  $A_c$  n'est pas simple, notamment parce que la pénétration ne tient pas compte de l'affaissement ou du bourrelet présent autour de l'indenteur (figure II.17). L'une des fameuses approches qui sont principalement utilisées pour établir cette relation est l'Approche d'Oliver et Pharr.



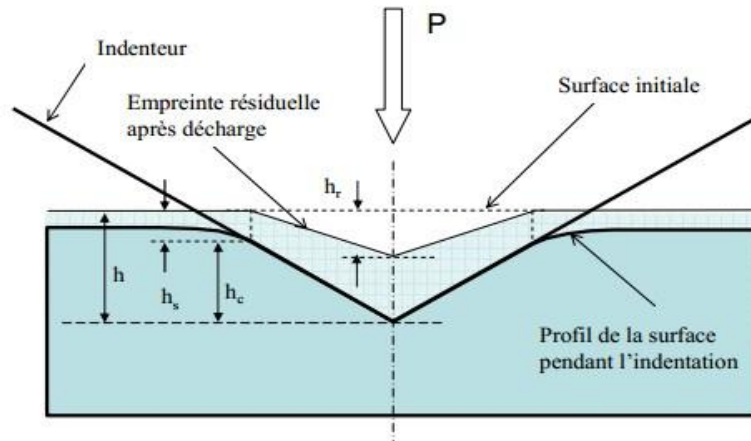
**Figure II.17** : Images d'indents présentant un bourrelet ou un affaissement. **a)** Image ombrée d'un indent réalisé sur une couche d'or déposée sur un substrat de silicium. **b)** Profil mesuré avant et après test sur le même indent (d'après [25]). **c)** Image en courbes de niveau d'un indent réalisé sur une couche DLC (Diamond Like Carbon) déposée sur un substrat de silicium ; l'écart entre chaque ligne noire est de 1,3 nm. **d)** Profil mesuré avant et après test sur le même indent (d'après [28]). Ces images ont été obtenues à l'aide d'une machine à force de surface. La pointe utilisée est un indenteur Berkovich.

### II.10.2.1. Approche d'Oliver et Pharr

Pour Oliver et Pharr, la pénétration de l'indenteur  $h$  comprend la hauteur de contact  $h_c$ , entre l'indenteur et l'échantillon, et d'autre part, l'enfoncement  $h_s$  causé par la déflexion élastique à l'extérieur du contact [15, 24] :

$$h = h_c + h_s \quad (\text{II.12})$$

La définition de la hauteur de contact selon Oliver et Pharr est illustrée sur la figure II.18.



**Figure II.18 :** Description de la géométrie du contact utilisée dans l'analyse O&P [42]

La pénétration  $h$  est mesurée lors de l'essai. Il est donc nécessaire de déterminer  $h_s$ . Oliver et Pharr supposent que l'affaissement autour de l'indenteur est purement élastique. Ils utilisent donc les équations de Sneddon pour calculer l'enfoncement  $h_s$  [18]. Dans le cas d'un indenteur conique, ils obtiennent alors l'équation suivante :

$$h_s = 2/\pi (\pi-2). (h - h_r) \quad (\text{II.13})$$

De plus, l'expression de la courbe force-pénétration pour un indenteur conique indentant un milieu élastique permet d'obtenir l'expression suivante :

$$h - h_r = 2P/S \quad (\text{II.14})$$

En combinant les équations (II.13) et (II.14), nous obtenons l'expression suivante :

$$h_s = 2/\pi (\pi-2)P/S \quad (\text{II.15})$$

En remplaçant  $h_s$  obtenu avec l'équation (II.15) dans l'équation (II.12) nous obtenons l'expression de la hauteur de contact d'après Oliver et Pharr :

$$h_c = h - \varepsilon P/S \quad (\text{II.16})$$

Où  $\varepsilon = 2/\pi (\pi-2) = 0,727$  est une constante obtenue par la théorie du contact élastique. Cette relation donne de bons résultats pour des matériaux très élastiques.

Pour relier la hauteur de contact  $h_c$  à l'aire de contact projetée, Oliver et Pharr proposent d'utiliser une fonction d'aire pour tenir compte de l'imperfection géométrique à l'extrémité de la pointe. La relation est la suivante [15, 24] :

$$A_c = 24,5h_c^2 + C_1h_c + C_2h_c^{1/2} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (\text{II.17})$$

Avec  $C_0$  représentant la relation géométrique simple entre  $A_c$  et  $h_c$  et  $C_{1...8}$  des coefficients pour tenir compte de l'imperfection de l'extrémité de la pointe. Pour déterminer ces coefficients, un essai de nanoindentation est réalisé sur un matériau homogène dont on connaît exactement le module d'élasticité (la silice en général), puis les coefficients sont calculés pour que le module d'élasticité calculé soit constant dès le contact.

Pour une pointe de type Berkovich parfaite (pyramidale de à trois faces),  $A_c$  s'écrit [26] :

$$A_c = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \theta \quad (\text{II.18})$$

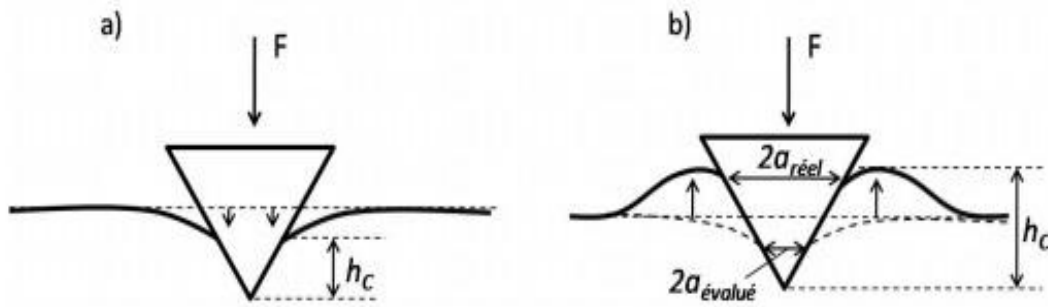
où  $\theta$  représente le demi angle au sommet de la pointe d'indentation. En général,  $\theta$  est égal à  $65,27^\circ$ , ce qui permet réécrire l'équation ci-dessus sous la forme :

$$A_c = 24,5h_c^2 \quad (\text{II.19})$$

### II.10.2.1. Limitations de l'approche d'Oliver et Pharr et prise en compte de corrections

Pour calculer l'aire de contact, Oliver et Pharr considèrent un effondrement de matière lors de l'indentation ; ce phénomène est appelée sink-in. Or, certains matériaux, lorsqu'ils sont indentés, révèlent une accumulation de matière sur les bords de l'empreinte (bourrelet): c'est le phénomène de pile-up. Ces deux phénomènes sont représentés à la figure II.19. Quand le phénomène de pile-

up se produit, l'aire réelle de contact est plus grande que celle prédite par la méthode d'Oliver et Pharr (voir figure II.19). Il en résulte une surestimation de la dureté d'après l'équation (II.10) et du module de Young d'après les équations (II.7) et (II.8) qui peut atteindre 50% [19], [45].



**Figure II.19** : Représentation schématique des comportements de type a) sink-in et b) pile-up [46]

En introduisant le facteur  $\beta$  dans l'équation (II.8), il est tenu compte du fait que les pointes d'indentation pyramidales ne sont pas idéalement axisymétriques. Les valeurs utilisées par Oliver et Pharr sont issues de travaux préalables [10] où elles sont évaluées au moyen de simulations par éléments finis. Depuis, de nombreux auteurs se sont intéressés à l'évaluation de  $\beta$  [8][20][21] pour une meilleure estimation de la dureté et du module de Young. Leurs travaux ont montré une dépendance de  $\beta$  avec le demi-angle au sommet de la pointe  $\phi$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau indenté selon la formule suivante :

$$\beta = \pi \frac{\left[ \frac{\pi}{4} + 0,1548 \cot \phi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]}{\left[ \frac{\pi}{2} + 0,8312 \cot \phi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]^2} \quad (\text{II.20})$$

Dans le cas d'une pointe de type Berkovich,  $\beta$  varie entre 1,02 et 1,08 [19].



## La Nanoindentation des UHPC

### III.1. Introduction

Les progrès de l'ingénierie de la microstructure des matériaux composites à base de ciment ont conduit au développement de bétons à ultra haute performance renforcés par des fibres (BUHP). A cet effet dans la décennie passée, la recherche sur les matériaux hétérogènes sur différentes échelles de longueur a accompli un progrès significatif à partir de l'expérimental aussi bien que des points de vue théoriques. Quelques nouvelles techniques et approches expérimentales ont été établies. Un des outils micromécaniques les plus puissants telque le nano-indentation qui, de nos jours, peut être avec succès employé également pour l'analyse des solides non homogènes. Plusieurs approches expérimentales sont présentées dans ce manuscrit en même temps que l'évaluation numérique et statistique, telle que la grille de nano-indentation statistique, les algorithmes de déconvolution ou la nano-indentation pointue.

La nanoindentation peut être avec succès employé pour l'analyse des matériaux structuraux compliqués comme les matériaux composés ou les matériaux à base de ciment (mortier, béton et BUHP...etc). Pour ces genres de matériaux, des propriétés mécaniques intrinsèques des phases matérielles distinctes sont habituellement traitées à l'aide de nano-indentation statistique. Quelques phases de matériel, telles que le clinker, ou C-S-H à haute densité, peuvent être mesurés par la méthode directe (la nanoindentation pointu) [33].

La nanoindentation joue un rôle indispensable dans l'identification des propriétés de phase des matériaux hétérogènes et son application aux matériaux structuraux ouvrent un chemin à une large variété de domaines de recherche intéressants qui peuvent être à peine résolus par l'utilisation de quelques autres essais mécaniques.

### III.2. Matériaux d'hétérogénéité à multi-échelle

En générale, certaines matières fines sont considérées, mesuré et aussi modélisé comme homogène. Mais leur homogénéité doit être considérée du point de vue de différentes échelles de longueur. Par exemple, si l'on considère l'ensemble de la structure d'un bâtiment, le matériau comme l'acier ou le béton peut être considéré comme homogène, sans aucun problème. Mais si

l'on réduire l'échelle de notre point de vue pour un élément de structure, nous pouvons voir des articulations, des couches, du matériel de l'homogénéité, etc

En cas d'analyse de la matière, la situation est sensiblement la même. Strictement parlant, chaque matériau est hétérogène à l'échelle de certaine longueur. Dans le cas d'un matériau de construction comme le BUHP, il est généralement considéré comme matériau à multi-échelle dite dans laquelle on peut distinguer certains niveaux typiques d'échelle de longueur. Sur ces niveaux distincts le matériau est considéré comme homogène. Donc, nous nous sommes séparés de la matière à des niveaux (par exemple, Fig.III.1) qui sont supposés homogènes ou des propriétés homogènes sont calculées à partir des propriétés intrinsèques de leurs composants en utilisant une technique d'homogénéisation pour obtenir ces propriétés mécaniques (E et H) effective globale (voir [34] pour une revue).

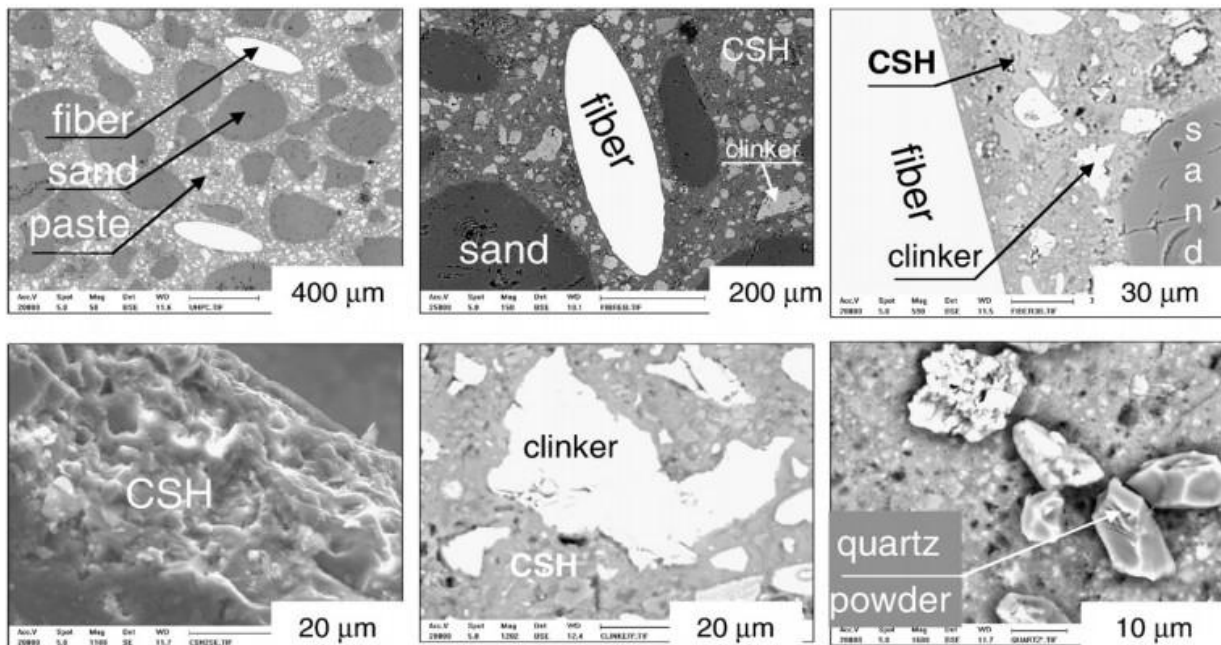


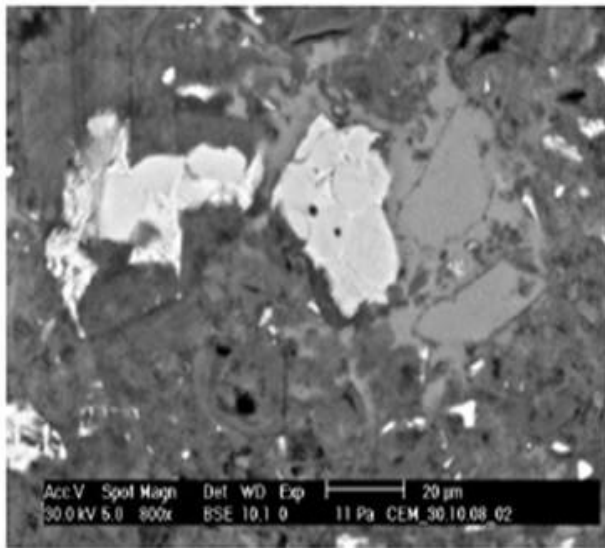
Figure III.1: BUHP considéré comme un matériau à multi-échelles (Image microscopique) [36].

### III.3. L'hétérogénéité des matériaux de construction

Les matériaux de construction présentent plusieurs types d'hétérogénéité à échelle microscopique. Le premier type d'hétérogénéité provient de mélange des composants qui ne réagissent pas chimiquement dans la matrice comme du sable, des fibres et d'autres additifs.

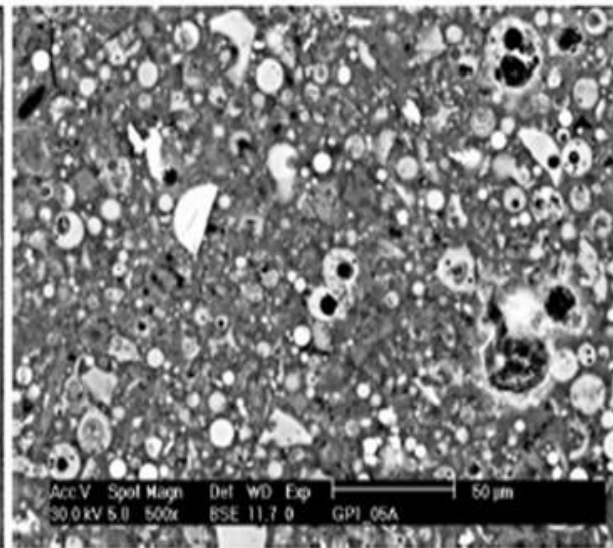
Cette hétérogénéité est généralement connue à l'avance et est donnée par les proportions de mélange. Le deuxième type d'hétérogénéité provient de réactions chimiques qui évoluent après le mélange des composants. À la suite de ces réactions, de nouvelles phases sont produites et il est difficile de définir rigoureusement leurs volumes et leur distribution.

Les matériaux de construction à base de ciment (comme pâte de ciment, béton et BUHP, etc) ou de résidus (comme les cendres volantes, laitier de haut fourneau, etc) comprennent généralement deux types de l'hétérogénéité. Un exemple de deux matériaux de structure est montré dans les figures III.2 et III.3. On peut voir à partir de ces images microscopiques que nous sommes face à un degré élevé d'hétérogénéité.



**Figure III.2** – Image microscopique des pâte de ciment. [36]

- ✓ les zones sombres = pores,
- ✓ les zones gris foncées = C-S-H gels,
- ✓ les zones gris claires = portlandite;
- ✓ les zones de lumière qui n'a pas réagi = clinker.



**Figure III.3** – Image microscopique d'alcali actif des cendres volantes [35]

- ✓ les zones sombres = pores,
- ✓ les zones gris foncées = C-S-H gels,
- ✓ les zones gris claires = portlandite;
- ✓ les zones de lumière qui n'a pas réagi = clinker.

*La troisième étape* consiste à mise à l'échelle des propriétés au niveau supérieur. Plusieurs techniques d'homogénéisation analytiques ou numériques peuvent être utilisées pour atteindre cet objectif. Contrairement à d'habitude de l'indentation sur les matériaux homogènes comme les

films, les revêtements, les métaux ou les céramiques, des matériaux de construction tels que la pâte de ciment, le béton ou les BUHP sont beaucoup plus complexes. Leur hétérogénéité est encore compliquée aussi par leur dépendance du temps de chargement, le vieillissement et l'établissement des fluctuations dues à la température ou de l'humidité [37].

La méthode d'évaluation est toutefois actuellement limitée à des systèmes homogènes. Son application directe sur des matériaux multi-échelles pose plusieurs difficultés, comme l'analyse sous-jacente repose sur la similitude de soi de l'essai d'indentation qui ne vaut que pour des matériaux homogènes [38]. L'interaction des phases dans les matériaux multi-échelles est inévitable, mais en fonction des échelles de longueur, il peut être plus ou moins important comme on le verra dans la section suivante.

#### III.4. Echelle de séparations en nanoindentation

L'analyse de nano-indentation des matériaux homogènes est indépendante sur des échelles de longueur et ainsi de la profondeur d'enfoncement  $h$  [38]. Afin de décrire des systèmes hétérogènes et de leurs propriétés efficaces dans un sens statistique, soit un volume élémentaire représentatif (VER) a été mis en place [39, 40]. La transition d'un matériau hétérogène à un niveau inférieur à un matériau homogène à un niveau supérieur est assurée par une séparation à l'échelle l'inégalité:

$$d \ll L \ll (h, D) \quad (\text{III.1})$$

Où  $d$  est la dimension caractéristique de la plus grande homogénéité micro-structurale,  $L$  est la taille de (VER) et  $D$  est une échelle de longueur caractéristique microstructurale. Si l'équation. (III.1) est satisfaite, une expérience réalisée sur une empreinte à une profondeur de pénétration  $h$  permet d'accéder aux propriétés des matériaux qui sont des caractéristiques de la matière à une échelle de longueur  $L$  dont les inhomogénéités sous-jacente.

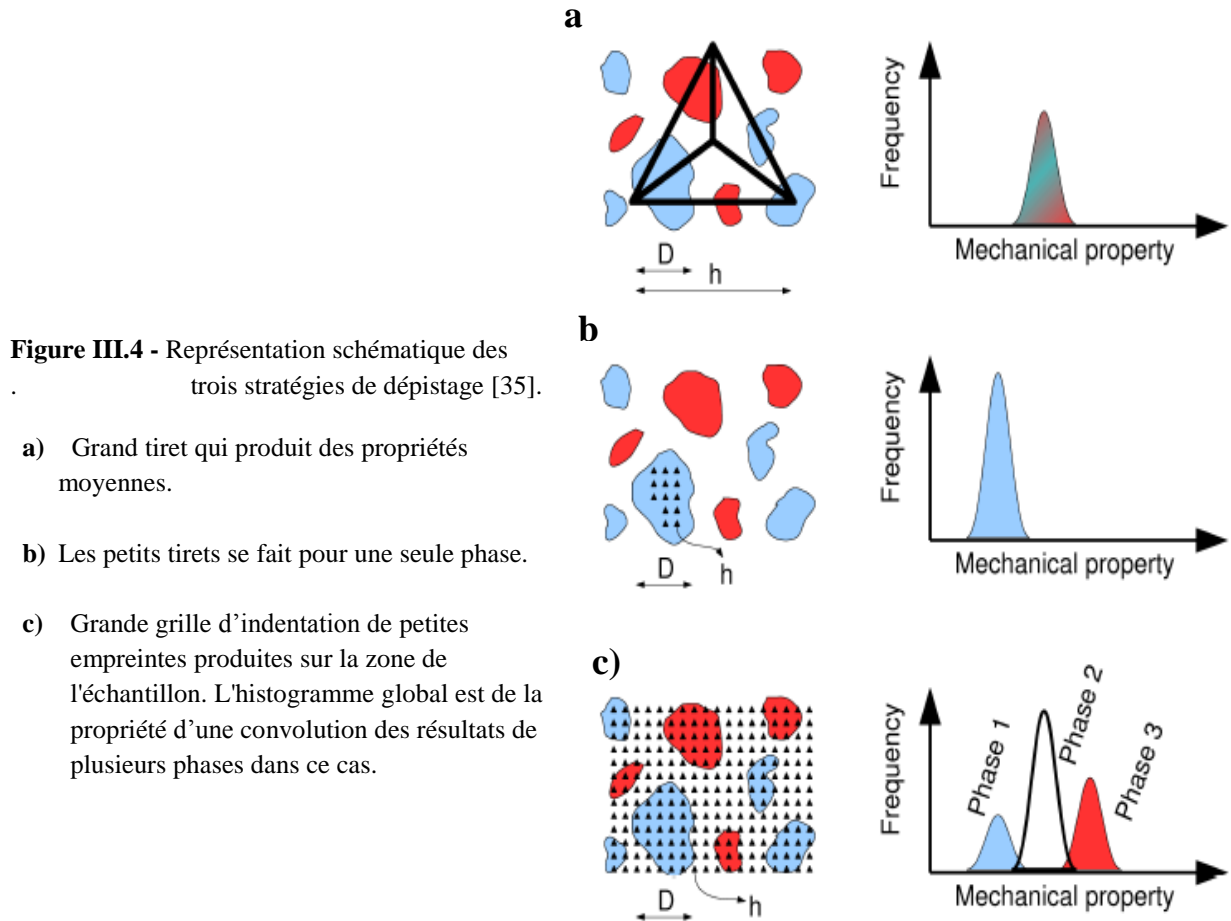
Comme déjà mentionné, l'indentation standard de traitement de données (Oliver et Pharr [31]) est basée sur homogénéité comme des solutions sans limite d'échelle, où l'autosimilarité s'applique. Par conséquent, les propriétés extraites de données de nano-indentation d'un solide hétérogène sont en moyenne des quantités dépendant de la profondeur  $h$ . Par exemple, le volume effectif affecté par un tiret peut être estimée à trois fois de la profondeur  $h$  de pénétration de

l'indenteur Berkovich [38]. Par conséquent, le choix d'une profondeur d'indentation détermine directement l'échelle de longueur du matériau (VER).

Les matériaux composites sont des matériaux multiphasiques dans lequel les phases distinctes sont mélangées spatialement et chimiquement. Si on prend l'hétérogénéité microstructurale en compte, on peut formuler essentiellement trois stratégies de dépistage afin d'obtenir des propriétés mécaniques ( $E$  et  $H$ ) d'un composite ou ses propriétés de phase.

1. Moyennes (en vigueur) propriétés du composite peut être trouvée si la profondeur d'enfoncement est supérieure à la dimension caractéristique de la phase ( $h \gg D$ ). Dans ce cas, un composé en phase est en retrait et donc, les propriétés physiques moyennes seront obtenues. Cette stratégie ne donne pas accès ni aux propriétés des phases distinctes, ni à leurs fractions volumiques.
2. Une autre possibilité consiste à réaliser l'indentation pointu à une phase de matériau spécifique avec tiret de dimension plus petite que la dimension caractéristique de la phase de test ( $h \ll D$ ). Dans ce cas, les propriétés intrinsèques de la phase distincte (mais y compris la phase intrinsèque de porosité, par exemple, qui se situe en dessous de la taille testée  $h$ ) seront obtenus. Cette stratégie peut être utilisée, à condition que la phase de la matière puisse être distinguée avant l'indentation par d'autres moyens (par exemple, microscope optique, ESEM ou AFM) qui n'est pas toujours le cas. Elle permet d'accéder aux propriétés des phases distinctes mais pas de fraction volumique de la phase par rapport aux autres phases.
3. Le dernier, mais pour les matériaux de construction la technique de la nanoindentation est probablement la plus puissante en se basant sur la statistique d'une grille massive d'indentation dans lequel les tirets sont produits sur une grande surface pour capturer l'hétérogénéité de l'échantillon, mais la dimension d'un simple tiret est encore plus petite que la dimension caractéristique d'une phase individuelle ( $h \ll D$ ). Dans ce cas, les résultats fournissent des informations sur les propriétés de toutes les phases ainsi que leurs rapports de volume mais sans aucune connaissance qu'un tiret appartient à quelle phase. Les propriétés peuvent être évaluées en termes de propriété des histogrammes pour lesquels des techniques de déconvolution suivantes peuvent être utilisées et les propriétés de phases individuelles évaluées [38].

Toutes ces approches sont représentées schématiquement sur la Figure III.4 pour un support à trois phases. L'histogramme de différentes propriétés sont reçus et, comme il est expliqué, elles doivent être considérées du point de vue de la séparation à l'échelle appropriée.



### III.5. La technique de la déconvolution statistique

Pour les matériaux hétérogènes (BUHP), les propriétés individuelles d'une phase peut être déterminée par la technique de la déconvolution statistique appliqué aux histogrammes de toute propriété mécanique comme module  $E$ , par exemple. La procédure de déconvolution ici a été adoptée à partir de [38], mais différents critères et en minimisant une autre génération d'ensembles aléatoires de fonctions de probabilité ont été utilisés comme il sera démontré ci-après.

Les histogrammes expérimentaux sont construits à partir de toutes les mesures dont le nombre est  $N^{exp}$ , en utilisant également un espacés bacs  $N^{bins}$  de la taille  $b$  (voir Figure III.5). Chaque casier est associé avec une fréquence d'occurrence  $f_i^{exp}$  qui peut être étalonnée par rapport au nombre total de mesures comme le rapport  $f_i^{exp} / N^{exp}$ . De cela, on peut calculer expérimentalement la fonction de probabilité de densité (FPD) comme un ensemble de valeurs discrètes:

$$P_i^{exp} = \frac{f_i^{exp}}{N^{exp}} \cdot \frac{1}{b}. \tag{III.2}$$

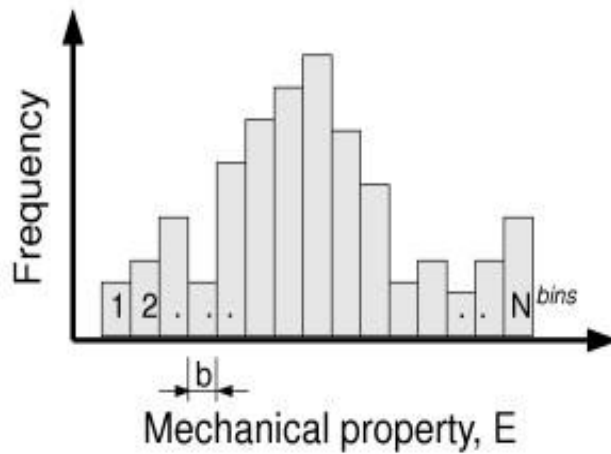


Figure III.5 – Exemple de Construction d'un histogramme de propriété mécanique de avec une dimension  $b$  [35]

La tâche de déconvolution en phases  $M$  représente trouver  $j = 1 \dots M$  fichiers de la fonction de probabilité de densité (FPD) individuels liés à des phases d'un matériau unique. Si nous supposons que la normale (Gauss) des distributions, le fichier (FPD) pour une seule phase peut être écrite comme:

$$p_j(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi s_j^2}} \exp \frac{-(x - \mu_j)^2}{2s_j^2} \tag{III.3}$$

dans lequel  $\mu_j$  et  $s_j$  sont la valeur moyenne et l'écart type de la  $j$ -ième phase de calcul de valeurs  $n_j$  en tant que:

$$\mu_j = \frac{1}{n_j} \sum_{k=1}^{n_j} x_k \quad s_j^2 = \frac{1}{n_j - 1} \sum_{k=1}^{n_j} (x_k - \mu_j)^2 \tag{III.4}$$

avec  $x$  est la quantité approximative, à savoir le module  $E$ , dans notre cas. La (FPD) globale couvrant toutes les phases  $M$  est alors:

$$C(x) = \sum_{j=1}^M f_j p_j(x) \quad (\text{III.5})$$

où  $f_j$  est la fraction volumique d'une phase unique:

$$f_j = \frac{n_j}{N^{exp}} \quad (\text{III.6})$$

il a été proposé de trouver les distributions individuelles en minimisant la fonction d'erreur suivant:

$$\min \sum_{i=1}^{N^{bins}} \left[ \left( P_i^{exp} - C(x_i) \right) P_i^{exp} \right]^2 \quad (\text{III.7})$$

dans lesquels les écarts quadratiques entre les fichiers (FDP) expérimentaux et théoriques sont calculées dans un ensemble de points discrets qui est en outre pondérés par la probabilité expérimentale afin de mettre l'accent sur les mesures avec une occurrence plus élevée.

Pour les calculs pratiques, le nombre de phases  $M$  est mécaniquement distinct et doit être connu à l'avance afin de réduire la charge de calcul et de donner les résultats d'une signification physique. Il est généralement évalué par des mesures indépendantes, en utilisant la connaissance d'échantillon de la chimie ou tout simplement par la détection de plusieurs pics significatifs dans l'histogramme de propriété. Aussi la taille  $b_{bin}$  doit être choisie en avance. La plus grande valeur de  $b$  conduit aux plus histogrammes flous avec des pics étant lissée tandis que la faible valeur de  $b$  entraîne des plus précis distributions mais la distinction entre les phases peut être plus difficile. En cas des matériaux de construction inclus dans ce travail une taille raisonnable  $bin$  a été trouvée pour être  $b = 1 \text{ GPa}$  et le nombre de phases distinctes  $M$  est 1 à 5 en fonction d'un échantillon. La minimisation de l'équation. (III.7) a été fondée sur l'aléatoire de génération de Monte Carlo de la fonction  $M$  de probabilité de densité. Ils doivent satisfaire la condition de compatibilité:

$$\sum_{j=1}^M f_j = 1. \quad (\text{III.8})$$



## Modélisation Numérique de l'essai de Nanoindentation

### IV.1. Introduction

Jusqu'à nos jours, on se base sur l'expérimentation pour caractériser le comportement des matériaux à tel ou tel phénomène (compression, traction,...) Ces techniques expérimentales fournissent des indications parfois insuffisantes aux ingénieurs qui calculent les structures et s'assurent de leur mise en service après que les grandeurs théoriques (calculées) sont comparées à celles expérimentales (mesurées). Cependant la réponse aux essais expérimentaux souvent globale fournit peu de détails à une échelle locale. En plus elle nécessite du matériel (appareillages d'essai) et de la matière première et sa mise en œuvre (échantillons d'essai), à cela s'ajoute le temps de préparation et de mise en service des équipements. Ces facteurs influencent le prix de revient des opérations d'essais. De nos jours une alternative plus économique est apportée par les modélisations analytiques et numériques. Plusieurs logiciels de plus en plus performants ont gagné le terrain. Ils permettent de donner en plus les caractéristiques recherchées et plusieurs informations lors des différentes étapes. Les résultats de la simulation confrontée à ceux des résultats expérimentaux permettent d'enrichir l'étude.

Le but de ce chapitre est de tenter de développer un modèle numérique permettant le calcul des propriétés élastiques représentatives d'un échantillon de BUHP durcie et les comparer avec ceux obtenus expérimentalement.

### IV.2. La simulation numérique de l'essai nanoindentation

L'apparente simplicité du test de nanoindentation est contrebalancée par les difficultés à interpréter les données : ce test met en jeu une sollicitation complexe qui reste mal comprise. Jusqu'à récemment, les données du test de nanoindentation étaient uniquement interprétées à l'aide de formules semi-empiriques ou empiriques, comme le soulignent les travaux de Tabor [41] majoritairement basés sur des observations expérimentales. Les récents progrès en informatique et ingénierie ont conduit à l'apparition d'un nouvel outil pour l'étude des phénomènes mécaniques : la simulation numérique. A travers l'étude d'une dizaine d'articles, nous avons tenté de comprendre

comment le test d'indentation doit être simulé et quels sont les effets des conditions choisies sur les résultats.

### IV.3. Quelques hypothèses simplificatrices dans la simulation numérique

Dans la simulation numérique nous sommes sensibles à des considérations telles que les temps de calcul. Un certain nombre de paramètres jouent sur ce temps, en particulier le nombre de nœuds, le type d'éléments utilisés et le nombre de degrés de liberté associés à chaque nœud. Pour minimiser la taille du maillage, trois hypothèses sont proposées :

- *Réduction du domaine simulé* : Le massif semi infini est remplacé par une boîte aux bornes de laquelle des conditions en déplacement minimales sont imposées. Le rapport entre les dimensions de la boîte et la pénétration maximale est choisi suffisamment grand pour ne pas modifier significativement le champ de déplacement.
- *Choix d'un essai axisymétrique* : Les essais réalisés avec la pointe conique sont choisis, le problème est donc axisymétrique et se modélise en 2 dimensions. Le temps de calcul global est considérablement réduit.
- *Déformations de l'indenteur* : Dans la majorité des cas, l'indenteur est considéré comme indéformable. Cette hypothèse a pour conséquence d'éliminer le temps de calcul liée à la prise en compte du contact entre deux surfaces déformables. En conséquence, il est nécessaire d'estimer l'erreur induite et le cas échéant la corriger.

### IV.4. Choix d'un code de calcul

L'objet de ce manuscrit n'étant pas le développement de nouvelles techniques numériques, il s'agit de sélectionner un code capable de résoudre efficacement ce type de problèmes. En effet, la gestion du contact entre l'indenteur et l'échantillon est un problème intéressant en lui-même et certains codes commerciaux proposent des algorithmes performants à cet effet. Nous avons choisi pour notre étude le code **COMSOL Multiphysics** qui est connu pour sa gestion efficace du contact, ainsi que pour sa résolution à l'échelle nanomètre.

#### IV.4.1. Les caractéristiques du logiciel COMSOL Multiphysics

COMSOL Multiphysics est un logiciel commercial développé au (Royal Institute of Technology en Suède) qui permet de modéliser une large gamme de phénomènes physiques (électromagnétisme, contraintes mécaniques, problèmes de contact, corrosion, transferts de chaleur,...) couplés ou séparés. Il est basé sur la méthode des éléments finis (FEM) qui permet de discrétiser le problème étudié en découpant les différents domaines en mailles appelées éléments finis. La FEM recherche des solutions locales sur tous les sommets des mailles appelés nœuds, et la solution finale est donc la réunion de ces solutions locales interpolées.

COMSOL Multiphysics est constitué d'un noyau sur lequel viennent se greffer différents modules. Selon le problème étudié, il convient donc de se doter du module adéquat. Dans le cadre de notre étude de caractériser les caractéristiques mécaniques nous avons utilisé le module « Solid Mechanics » et nous avons choisi un modèle purement élastique « linear Elastic Material Model ». Les différentes étapes suivies pour étudier ces caractéristiques (E et H) sont les suivantes :

- Définition de la structure étudiée en 2D (géométrie, dimensions, matériaux).
- Définition du maillage.
- Définition des conditions aux limites.

Les solutions sont obtenues sous forme de graphiques en 2D, courbes ou tableaux de valeurs. Il est important de vérifier que ces solutions ne dépendent pas d'une manière significative du maillage, et qu'elles sont analogues aux résultats obtenus expérimentalement ou rapportés dans la littérature.

#### IV.4.2. Etapes de la simulation sur COMSOL Multiphysics

COMSOL multiphysics est divisé en unités fonctionnelles appelées modules. Chaque module contient les outils qui sont propres à une partie de la tâche de modélisation :

- 1- Le module « PART » : Permet de créer tous les objets géométriques nécessaires à notre problème.

- 2- Le module « PROPERTY » : Permet, de définir toutes les propriétés d'un objet géométrique ou d'une partie de ces objets.
- 3- Le module « ASSEMBLY » : Permet d'assembler les différents objets géométriques créés dans un même repère de coordonnées global.
- 4- Le module « STEP » : Ce module permet de définir toutes les étapes et les requêtes pour le post traitement, c'est à dire le moment à partir duquel une force est appliquée et jusqu'à quand.
- 5- Le module « INTERACTION » : Il est possible de spécifier toutes les interactions entre les différentes parties et régions du modèle, qu'elles soient mécaniques, thermiques ou autres.
- 6- Le module « LOAD » : Le module Load permet de spécifier tous les chargements, conditions limites et champs d'application.
- 7- Le module « MESH » : Ce module contient tous les outils nécessaires pour générer un maillage en éléments finis du matériau (voir le paragraphe suivante).
- 8- Le module « JOB » : Une fois que toutes les tâches de définition du modèle ont été réalisées, le module Job permet d'analyser le modèle.
- 9- Le module « VISUALIZATION » : Ce module permet de visualiser le modèle et les résultats, les courbes de charges, les déformations...

#### **IV.7. Construction du maillage**

L'utilisation d'un maillage simple, reproductible et efficace est avantageuse. Le domaine maillé est de forme quadrangle libre et donc facilement discrétisé. Pour rendre compte de la richesse du champ de déplacement, il est judicieux d'adapter la taille du maillage en fonction des zones de contact, des éléments de petite taille sont nécessaires dans les zones de contact entre l'indenteur et l'échantillon et des éléments de grande taille sont suffisants dans les zones qui sont loin du contact entre l'indenteur et l'échantillon. Dans le cas présent, on distingue deux zones particulières.

La figure IV.5 montre la structure du maillage sélectionné. La zone A y est située sous le contact où les gradients de déformation sont potentiellement importants et la zone B située loin du contact où les déformations sont principalement élastiques et leurs gradients plus faibles. Au cours des simulations, les éléments situés sous le contact subissent des déformations importantes, et c'est la zone qui nous intéresse pour ce manuscrit.

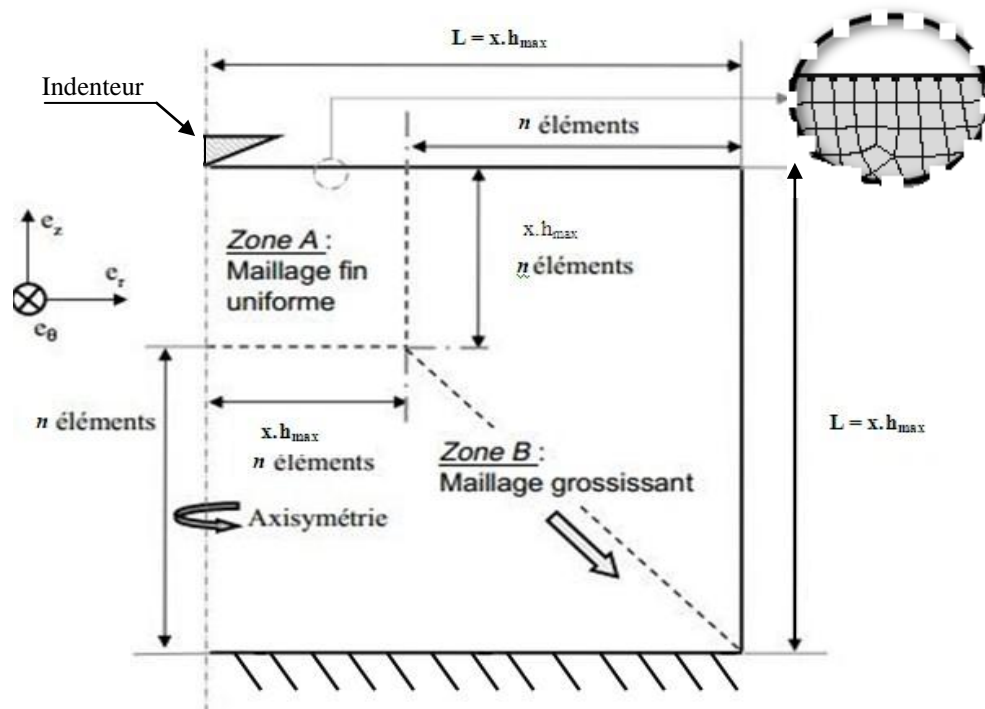


Figure. IV.1 - Construction d'un maillage type d'éléments finis.

#### IV.8. Conditions aux limites

Différentes conditions aux limites sont utilisées dans la modélisation numérique par éléments finis de l'essai de nanoindentation. Si le modèle est en deux dimensions (2D) alors des conditions de symétrie sont inévitablement présentes. Pour les autres faces du substrat, plusieurs cas sont envisageables. Les plus simples sont :

- (i) « bloquer » toutes les faces du modèle, à l'exception de la surface indentée. Le terme « bloquer » signifie ici l'emploi de d'encastrement ou d'une condition de glissement,

(ii) « bloquer » la face du dessous et laisser les côtés libres.

La première condition reste très peu utilisée dans les simulations du test d'indentation car elle tend à augmenter la rigidité du modèle, même si cet effet tend à disparaître si les dimensions du modèle sont assez grandes [42]. La seconde condition reste la plus utilisée actuellement [43-44]. Dans certains cas, les conditions aux limites utilisées ne sont pas ou peu précisées en justifiant que le modèle a été testé et est insensible aux conditions aux limites [45,46]. Dans d'autres cas, l'absence des effets associés aux conditions aux limites est justifiée en arguant que les dimensions du modèle sont grandes devant l'aire de contact étudiée, ce qui permet de supposer que le substrat étudié semi-infini et donc insensible aux conditions aux limites [47-48].

D'après ces différents résultats, il semble que la simulation du test de nanoindentation soit globalement peu affectée par le choix des conditions aux limites si les dimensions du substrat sont suffisamment grandes devant la profondeur indentée.

## IV.9. Les données expérimentales de l'essai de nanoindentation sur BUHP

### IV.9.1. Composition de l'échantillon

Un échantillon du BUHP a été préparé avec un ciment de type CEM I et de rapport E/C entre 0.19 et 0.21, d'un super-plastifiant, les fumées de silice, la poudre de quartz, du sable de silice et environ 2,15% en volume de fibres d'acier d'après [36]. Les Composés de ces dimensions et ces densités sont résumés dans le tableau IIV.1 ci-après.

| Matériau             | Taille moyenne ( $\mu\text{m}$ ) | Densité $\text{Kg/m}^3$ |
|----------------------|----------------------------------|-------------------------|
| Ciment de type CEM I | 10 - 25                          | 3150                    |
| Fumées de silice     | 0.1 - 1                          | 2220                    |
| Poudre de quartz     | 0.1 - 100                        | 2650                    |
| Sable de quartz      | 150 - 600                        | 2650                    |
| Fibre d'acier        | 200 (diamètre)                   | 7850                    |
| Super-plastifiant    | -                                | 1070                    |
| Eau                  | -                                | 1000                    |

**Tableau IV.1** : Les tailles moyennes des particules et la densité apparente de composés BFUP [36]

### IV.9.2. Caractéristiques géométriques de l'échantillon de BUHP testé

Pour l'essai expérimental de nanoindentation effectué il a été utilisé un échantillon de forme cylindrique de 20 mm et 5 mm de diamètre et d'épaisseur respectivement [36] (figure IV.2)

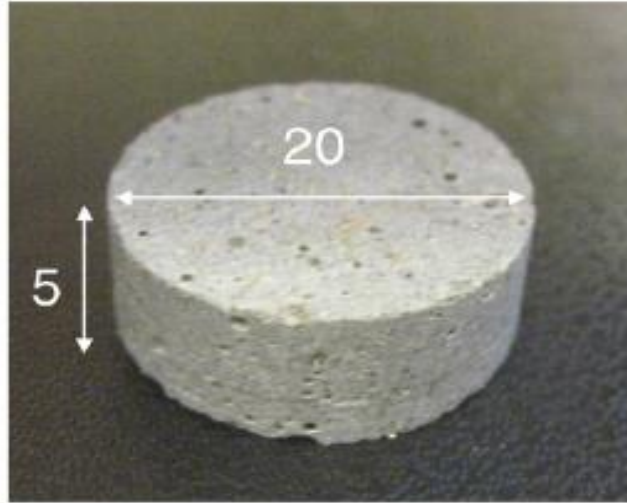
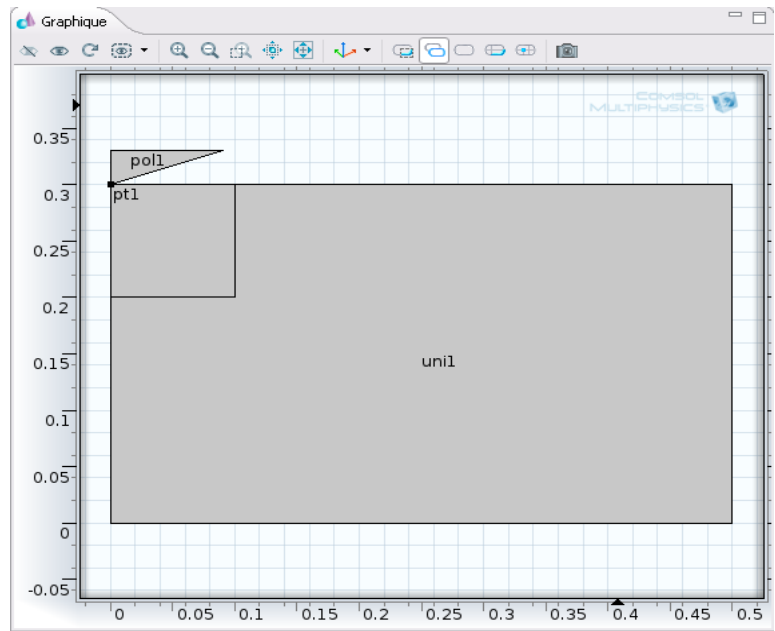


Figure IV.2 : Echantillon de BUHP indenté [36]

### IV.10. Description du modèle numérique

La simulation numérique, établie à l'aide du code éléments finis **COMSOL Multiphysics version 4.3**, a été utilisée dans cette étude afin de mieux comprendre le comportement élastoplastique d'un BUHP pendant un essai de nanoindentation. Dans ce chapitre, un modèle axisymétrique 2D (voir la figure IV.3) a été retenu en utilisant un indenteur conique, rigide, d'angle au sommet  $70,3^\circ$  qui permet d'obtenir une empreinte dont l'aire est équivalente à celle obtenue en faisant une indentation expérimentale avec un indenteur Berkovich [49]. De plus, un rayon de pointe de  $0,2 \mu\text{m}$  a été modélisé afin de se rapprocher au mieux des conditions expérimentales. L'échantillon a été considéré homogène et son interaction avec l'indenteur a été modélisée par une paire de contact sans frottement. Le chargement simulé a le même profil que celui appliqué expérimentalement avec 10 s de charge, 5 s de maintien et 10 s de décharge (Figure IV.4).

Figure IV.3 : Model 2D axisymétrique de l'échantillon du BUHP étudié



Les paramètres de la loi élastique de l'indenteur en diamant sont  $E = 1141\text{GPa}$  et  $\nu = 0.07$ . Un seul tiers de l'échantillon et de la pointe de nanoindentation ont été modélisés dont les dimensions sont celle de l'échantillon utilisée dans l'expérimentale, avec une épaisseur et une largeur 5 mm, 20 mm respectivement pour l'échantillon.

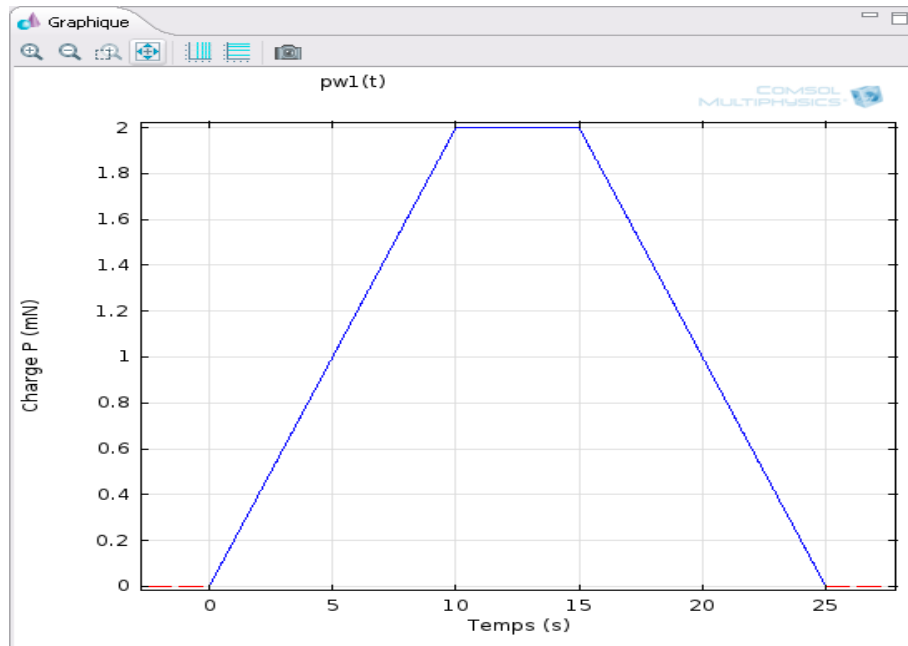
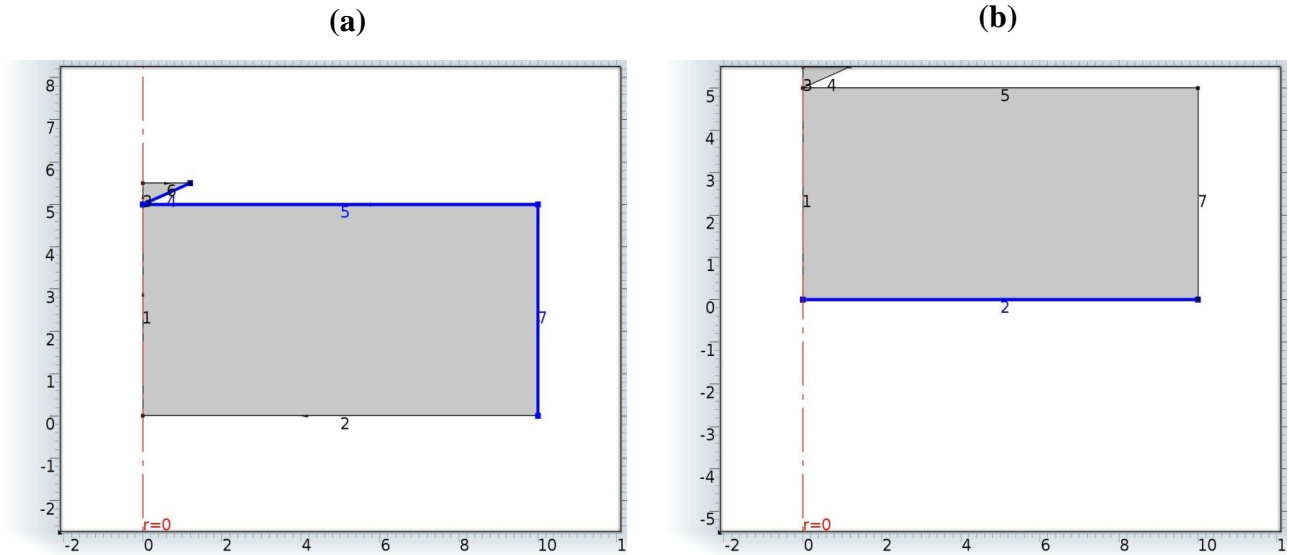


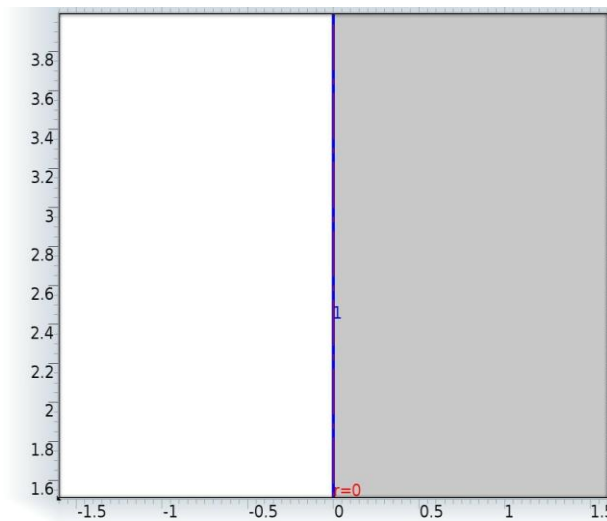
Figure IV.4 : Cycle de chargement simulé



Les conditions aux limites l'échantillon est définie comme libre pour les frontières 4, 5 et 7 dans les deux directions X et Z et la partie inférieure appelé frontière 2 du modèle est encastré (Figure IV.5), la frontière 1 représente l'axisymétrie du notre modèle dont le déplacement est bloqué suivant X (Figure IV.6).

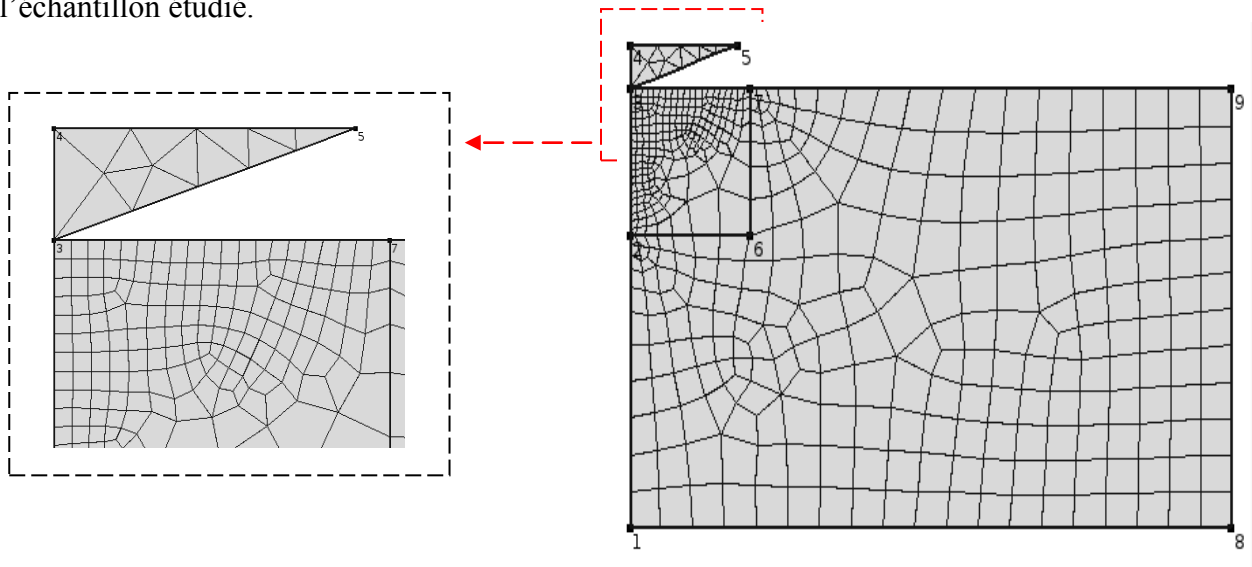


**Figure IV.5 :** Condition aux limites (a) les frontières 4, 5 et 7 sont LIBRES, (b) La frontière 2 est ENCASTRÉ,



**Figure IV.6 :** la frontière 1 représente l'axisymétrie du modele

Une fois le maillage conçu (Figure IV.7), il suffit de définir un chargement mécanique, dans notre cas la charge d'indentation maximale appliquée est de 2 mN. Les résultats obtenus sont représentés sous forme de courbe force-déplacement (Figure IIV.6). L'analyse de cette courbe à l'aide de l'approche d'Oliver et Pharr qui nous a permis de déterminer les propriétés mécaniques de l'échantillon étudié.

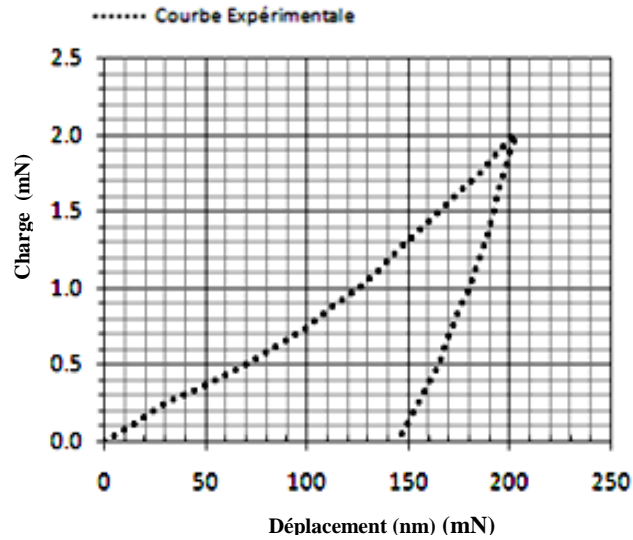


*Figure IV.7 : Représentation du maillage retenu de l'échantillon du BUHP modélisé.*

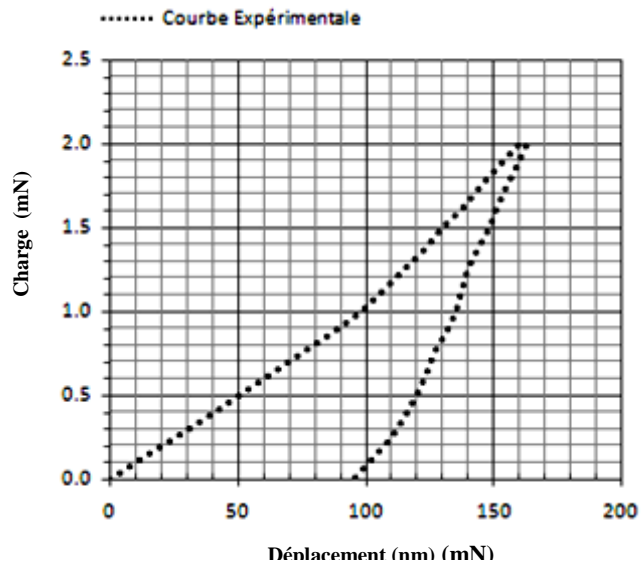
## Résultats et Interprétations

### V.1. Présentation de résultats expérimentaux

Les courbes expérimentales de force déplacement obtenues par l'essai de nanoindentation réalisé sur un échantillon de BUHP pour chaque phase sont représentés sur les figures V.1, V.2, V.3 et V.4 ci-après d'après [36] :



**Figure V.1** Courbe expérimentales force déplacement nanoindentation pour la phase de Haut Densité de C-S-H [36].



**Figure V.2** Courbe expérimentales force déplacement nanoindentation pour la phase Faible Densité de C-S-H [36].

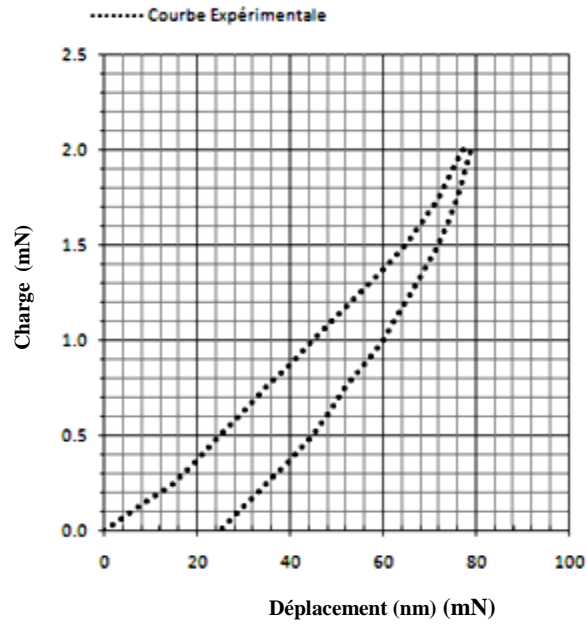


Figure V.3 Courbe expérimentales force déplacement de nano-indentation pour la phase sable de quartz [36].

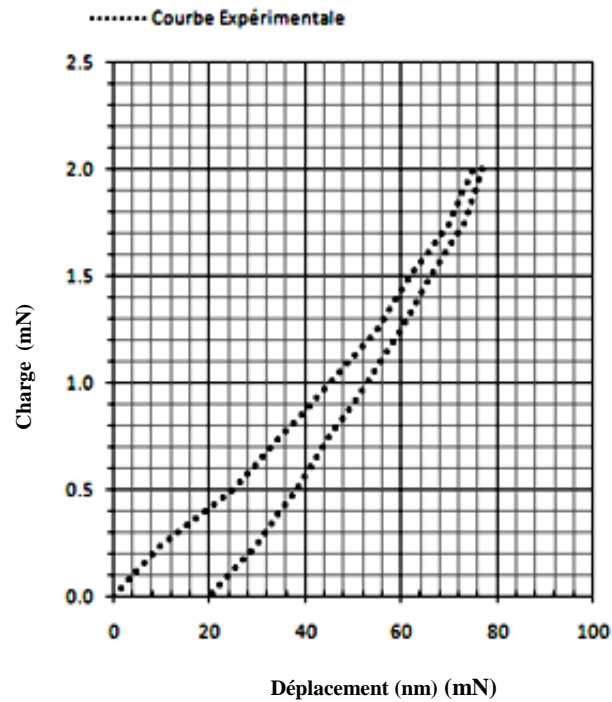


Figure V.4 Courbe expérimentales force déplacement de nanoindentation pour la phase de Clinker [36].

Les valeurs moyennes du module d'élasticité (E) et la dureté (H) obtenues par l'essai de nanoindentation réalisé sur un échantillon de BUHP pour chaque phase sont regroupées dans le tableau V.1 d'après [36] :

| Phase               | Haut Densité<br>(HD C-S-H) |        | Faible Densité<br>(LD C-S-H) |        | Sable de quartz |        | Clinker |        |
|---------------------|----------------------------|--------|------------------------------|--------|-----------------|--------|---------|--------|
|                     | E                          | H      | E                            | H      | E               | H      | E       | H      |
| Valeurs moyennes    | 34.20 ±                    | 0.36 ± | 19.70 ±                      | 0.55 ± | 76.30 ±         | 5.14 ± | 141.10  | 2.12 ± |
| Expérimentaux (GPa) | 5.0                        | 0.05   | 2.50                         | 0.03   | 15.10           | 3.08   | ± 34.80 | 0.90   |

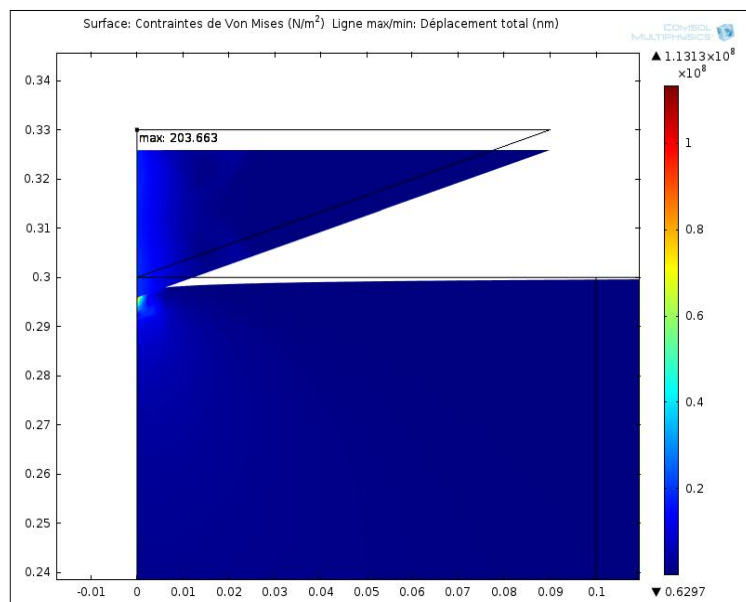
**Tableau V.1 :** Valeurs moyennes de propriétés mécaniques pour chaque phase d'un BUHP testé [36]

Ces résultats sont obtenus sous une charge de pointe maximale d'indentation de 2 mN [36].

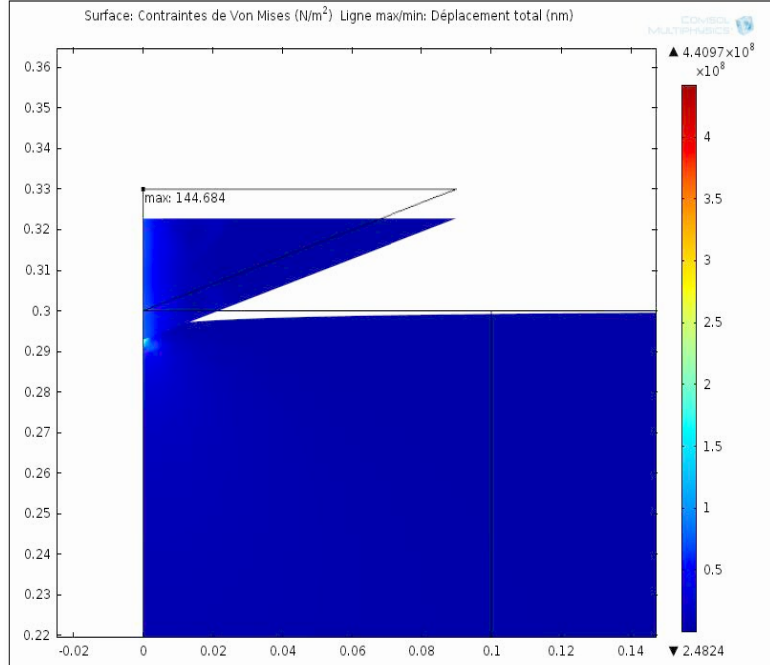
## V.2. Présentation de résultats Numériques

Après avoir procédé les étapes de modélisation citée en chapitre précédent et analysé notre modèle par le biais du logiciel COMSOL Multiphysics (voir la figure V.5 à titre d'exemple), on a pu avoir les champs de déformation et de contrainte obtenues numériquement pour chaque phases de BUHP testé voir figures ci-après.

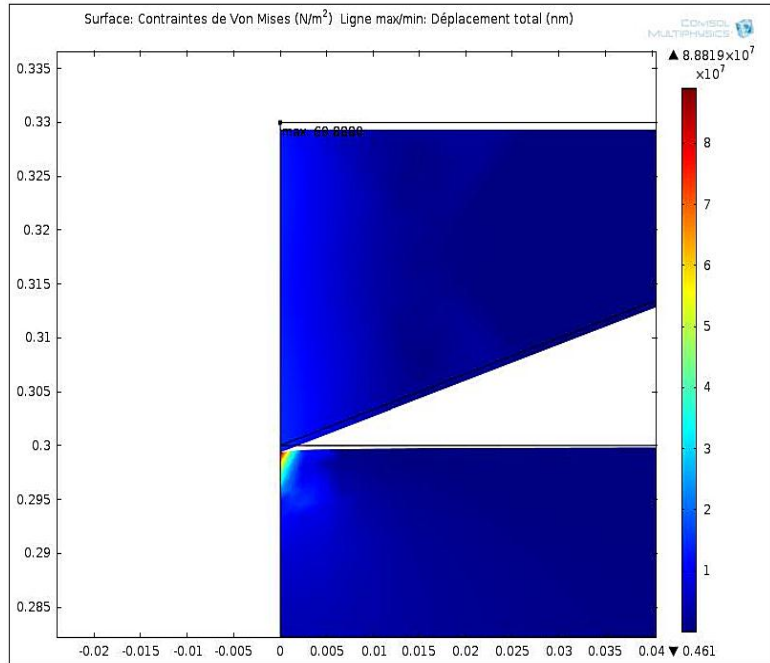
**Figure V.5 :** Déplacement maximal  $h_{max} = 203.663 \text{ nm}$  ( $t=10s$ ) dans la phase Haut Densité C-S-H.



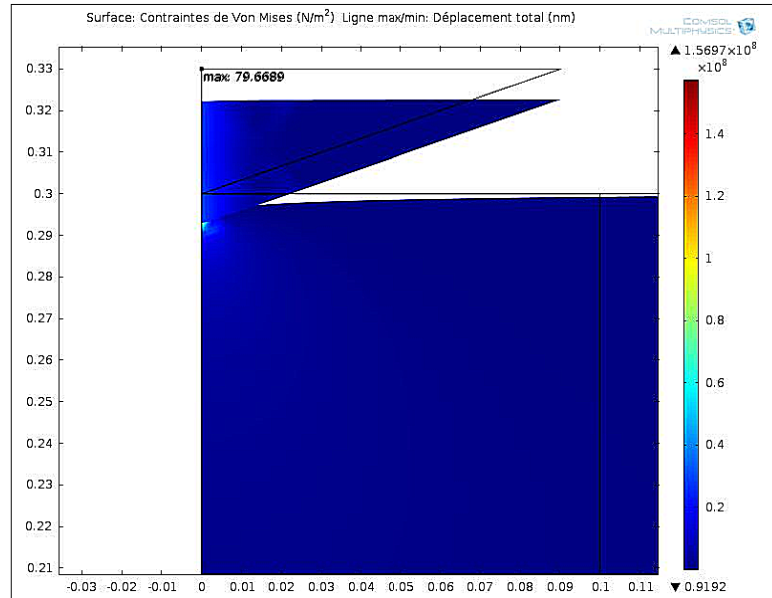
**Figure V.6 :** Déplacement maximal  $h_{max} = 144.68 \text{ nm}$  (  $t=10s$  ) dans la phase Faible Densité C-S-H.



**Figure V.7 :** Déplacement maximal  $h_{max} = 69.88 \text{ nm}$  (  $t=10s$  ) dans la phase Faible Densité C-S-H.



**Figure V.8 :** Déplacement maximal  $h_{max} = 79.66 \text{ nm}$  (  $t=10s$  ) dans la phase Ciment de Clinker.



Lors de la modélisation de l'essai de nanoindentation pour chaque phase du BUHP, la déformation du matériau augmente avec la pénétration. Cet effet peut être visualisé sur les cartes de déformation au chargement maximal ( $t=10s$ ) présentées en figures précédentes. Les franges correspondent aux valeurs moyennes de la déformation plastique dans chaque élément, du bleu pour les valeurs les plus faibles au rouge pour les plus élevées. On constate clairement que les déplacements maximaux sont différents pour chaque phase comparant à ceux obtenus expérimentalement ainsi que pour les déplacements résiduels d'une part, et d'autre part qu'il y a de concentration de contraintes au bord de l'indenteur.

Notre modèle numérique n'est pas valide pour avoir les courbes effort-déplacement souhaitées à cause de difficultés rencontrées en phase de modélisation de cet essai.

### V.3. Difficultés rencontrées entre simulation et résultats expérimentaux

Nous avons vu que différentes conditions peuvent être utilisées pour simuler l'essai de nanoindentation instrumentée. Certaines de ces conditions ont un impact non négligeable sur les résultats (courbe Effort-Déplacement), citons par exemple l'effet de taille qui perturbe largement les résultats obtenus.

### V.3.1. Les Effets de taille (ISE)

A de faibles profondeurs, un effet de taille, ou ISE (*Indentation Size Effect* – ISE), est observé en indentation traditionnelle et en indentation instrumentée. Cet effet correspond à une augmentation de la dureté avec une diminution de la profondeur d'indentation, pour des profondeurs inférieures au micromètre (Figure V.9). Toutefois, dans certains cas, une décroissance de la dureté a été observée [50].

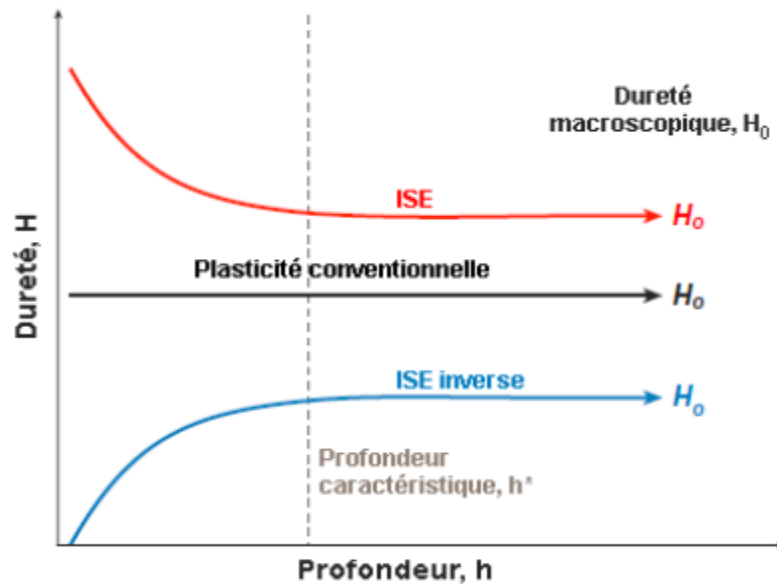


Figure V.8 : Schéma illustrant l'ISE, d'après [51].

### V.4. Conclusion

D'une manière générale, la comparaison de la courbe P-h numérique avec la courbe P-h expérimentale est souvent difficile à mettre en pratique car l'ensemble des données de la simulation n'est pas toujours complètement accessible (taille du maillage, conditions aux limites, taille du modèle).



### **Conclusion Générale**

Dans notre travail, nous avons tenté ici de simuler la technique de la nanoindentation pour un béton ultra haut performance (BUHP), car la littérature est pauvre en termes de recherche expérimentale sur ces effets. Les résultats obtenus par la simulation numérique ont donné des déplacements maximaux et résiduels significatifs à ceux obtenus expérimentalement dues aux difficultés citées dans le cinquième chapitre.

A travers de ce manuscrit, nous avons également surligné que les avantages essentiels de la technique de nanoindentation n'exige aucune mesure subjective de l'empreinte laissée par l'indenteur d'une part et d'autre part que ces avantages apportés par rapport aux essais mécaniques conventionnels permettent d'envisager l'étude de matériaux dont on ne dispose que d'une faible quantité de matière. N'importe quelle information appropriée est directement extraite à partir des courbes charge-déplacement. C'est pour cela qu'elle est devenue une méthode très utilisée pour mesurer les propriétés mécanique d'un matériau notamment le module de Young  $E$  et la dureté  $H$ .

Au final, Ce mémoire a non seulement permis de mieux comprendre la technique de nanoindentation à l'échelle nanomètre et les étapes de simulation avec le logiciel COMSOL Multiphysics mais aussi d'ouvrir donc des perspectives intéressantes de poursuivre notre travail dans l'avenir.

## **Bibliographies**

- [01] TAFRAOUI Ahmed. Thèse de doctorat sous titre Contribution à la valorisation du sable de dune de l'erg occidental (Algérie). Application aux nouveaux bétons), p.15, 2009
- [02] Fichier technique Tome 2 sous titre Les béton : formulation, fabrication et mise en œuvre réalisé par les experts de CIMBETON du centre d'information sur le ciment et ces applications, p.126.
- [03] E. R. Caley et J. C. Richards, Theophrastus on Stones. Ohio State University Press, 1956. (Gaylord GUILLONNEAU, these de doctorat sous titre Nouvelles techniques de nanoindentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température, p.13).
- [04] R. A. F. de Reaumur, L'art de convertir le fer forgé en acier et l'art d'adoucir le fer fondu : ou de faire des ouvrages de fer fondu aussi bons que de fer forgé. Michel Brunet, 1722.
- [05] F. Mohs, Treatise on mineralogy : or, The natural history of the mineral kingdom. A.Constable and co, 1825.
- [06] Gaylord GUILLONNEAU. Thèse de doctorat sous titre (Nouvelles techniques de nanoindentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température, p.13,16 2012).
- [07] Tabor D., «The hardness of solids », Reviews of Physics in Technology, vol. 1, no. 3, p145-179, 1970.
- [08] J. Barralis et G. Maeder, Précis de métallurgie. Nathan, 2001.
- [09] W.D. Nix, H. Gao., Indentation size effects in crystalline materials., J. Mech. Phys. Solids, 46 (3), p.411, 1998.
- [10] S.G. Corcoran, R.J. Colton, E.T. Lilleodden, W.W. Gerberich., Anomalous plastic deformation at surfaces: Nano-indentation of gold single crystals., Phys. Rev. B 55 (24), p.16057, 1997.
- [11] D.R. Clarke, R. Tandon., Factors affecting the fracture resistance of silicon- nitride ceramics., Mater. Sci. Eng., A 195,p.207, 1995.
- [12] G.M. Pharr., Measurement of mechanical properties by ultra load indentation. Mater. Sci.Eng, A 253 (1-2), p.151, 1998.
- [13] T.Y. Tsui, G.M. Pharr., Substrate effects on nanoindentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates., J. Mater. Res. 14 (1), p.292, 1999.
- [14] R. Saha and W. D. Nix., Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation., Acta Mater., 50 (1) , p.23, 2002.

## **Bibliographies**

---

- [15] Z. Fan, J. G. Swadener, J. Y. Rho, M. E. Roy, and G. M. Pharr., Anisotropic properties of human tibial cortical bone as measured by nanoindentation., *J. Orthopaed. Res.*, 20 (4), p.806, 2002.
- [16] J.G. Swadener, B. Taljat, G.M. Pharr., Measurement of residual stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters., *J. Mater. Res.*, 16 (7), p.2091, 2001.
- [17] S.A.S Asif and J.B. Pethica., Nano-scale indentation creep testing at non-ambient temperature., *J. Adhesion.*, 67 (1-4): p.153, 1998.
- [18] B. J. Briscoe, L. Fiori, and E. Pelillo., Nano-indentation of polymeric surfaces., *J. Phys. D-Appl. Phys.*, 31 (19), p.2395, 1998.
- [19] W.C. Oliver, G.M. Pharr., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments., *J. Mater. Res.*, 7 (4), p.1564, 3-20, 1992.
- [20] CHORFA ABDELLAH. Thèse de doctorat sous titre Etude de la fissuration du verre par l'indentation instrumentée, p.8-9,43-44, 2010
- [21] Ludovic CHARLEUX. Thèse de doctorat sous titre Micromécanique de l'essai d'indentation : expériences et simulations, p.50, 2006.
- [22] Nanoindentation shape effect: experiments, simulations and modelling, p.6 downloaded from IOPscience (<http://iopscience.iop.org/0953-8984/19/39/395002>)
- [23] Alberto PERTUZ. Thèse de doctorat sous titre L'indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : Dureté, tenacité et Adhérence, p.9-11, p.13-14, 2003.
- [24] Anne-Sophie LOIR. Thèse de doctorat sous titre Elaboration de couches minces de carbone par ablation laser femto seconde pour application aux biomatériaux implantables p.86-87, 2004.
- [25] J.-L. Loubet, J. M. Georges, et G. Meille, «Vickers indentation curves of elastoplastic materials», in *Microindentation techniques in materials science and engineering*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia : Blau, PJ, Lawn BR, 1986, p. 72-89.
- [26] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. Springer-Verlag New York Inc., 2002
- [27] K. L. Johnson, *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, 1987.
- [28] M. F. Doerner et W. D. Nix, « A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments », *Journal of Materials Research*, vol. 1, no. 4, p. 601-609, 1986.
-

## **Bibliographies**

---

- [29] J.-L. Loubet, J. M. Georges, et G. Meille, «Vickers indentation curves of elastoplastic materials », in Microindentation techniques in materials science and engineering. American Society for Testing and Materials, Philadelphia : Blau, PJ, Lawn BR, 1986, p. 72-89
- [30] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. K. Shorshorov, A. P. Ternovskii, et G. D. Shnyrev, « Determining Young modulus from the indenter penetration diagram », Industrial Laboratory (USSR) (English translation of Zavodskaya Laboratoriya), vol. 41, no. 9, p. 1409-1412,1975.
- [31] W. C. Oliver et G. M. Pharr, « An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments », Journal of Materials Research, vol. 7, no. 6, p. 1564-1583, 1992.
- [32] I. N. Sneddon, « The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile », International Journal of Engineering Science, vol. 3, no. 1, p. 47-57, 1965.
- [33] Ing. Jiri Nemecek, Ph.D. Principals of Nanoindentation on Heterogeneous Systems, p.2, (August 2009)
- [34] A. Zaoui, Continuum Micromechanics: Survey, Journal of Engineering Mechanics 128 (8) (2002) 808–816.
- [35] Ing. Jiri Nemecek, Ph.D « Principals of Nanoindentation on Heterogeneous Systems », p13,
- [36] Luca Sorelli, Georgios et Constantinides, Franz-Josef Ulm et François Toutlemonde «The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques »,p1447-1455, (2008)
- [37] N. Randall, Mechanical properties of cementitious materials, Application Bulletin 29, CSM Instruments, <http://www.csminstruments.com/> (2009).
- [38] G. Constantinides, F.-J. Ulm, The nanogranular nature of C-S-H, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 55 (2007) 64–90, 189–202.
- [39] F. M. Borodich, L. M. Keer, C. S. Korach, Analytical study of fundamental nanoindentation test relations for indenters of nonideal shapes, Nanotechnology 14 (2003) 803808.
- [40] R. Hill, Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals,J. Mech. Phys. Solids 13 (1965) 89–101.
- [41] Kick F. (1885) Das Gesetz der proportionalen Widerstände und seine Anwendungen : Nebst Versuchen über das Verhalten verschiedener Materialien bei gleichen Formänderungen sowohl unter der Presse als dem Schlagwerk Verlag von Arthur Felix.

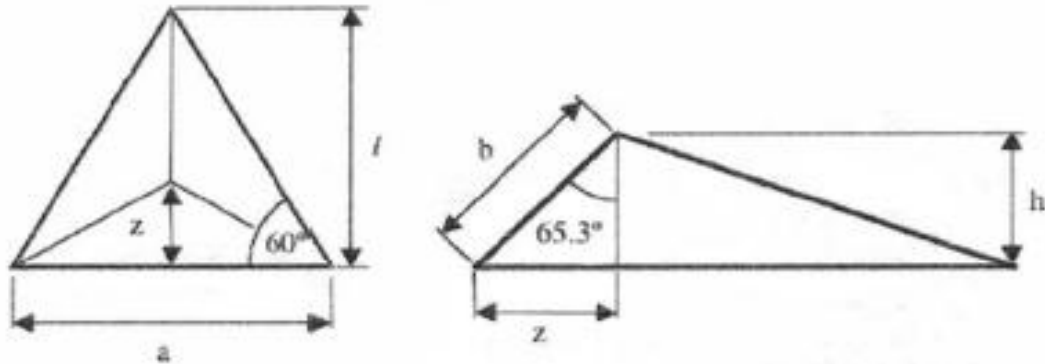
## **Bibliographies**

---

- [42] Marquardt D. (1963) An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *SIAM Journal on Applied mathematics* 11: 431-441.
- [43] Levenberg K. (1944) A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares. *The Quarterly of Applied Mathematics* 2: 164-168.
- [44] Jeng Y.-R. et Tan C.-M. (2005) Static Atomistic Simulations of Nanoindentation and Determination of Nanohardness. *Journal of Applied Mechanics* 72: 738-743.
- [45] Bucaille J.L., Stauss S., Felder E. et Michler J. (2003) Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Mater* 51: 1663-1678.
- [46] Giannakopoulos A.E. et Suresh S. (1999) Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scripta Mater* 40: 1191-1198.
- [47] Pulecio S.A.R., Farias M.C.M. et Souza R.M. (2010) Finite element and dimensional analysis algorithm for the prediction of mechanical properties of bulk materials and thin films. *Surf Coat Technol* 205: 1386-1392.
- [48] Marteau J., Mazeran P.E., Bouvier S. et Bigerelle M. (2012) Zero-Point Correction Method for Nanoindentation Tests to Accurately Quantify Hardness and Indentation Size Effect. *Strain* 48: 491- 497.
- [49] S. Giljean, C. Belon, G. Arnold, C. Croutxe-BARGHORN. Caractérisation des propriétés mécaniques de vernis photopolymères par micro-indentation et simulation par éléments finis.p3, 2009
- [50] Bückle H. (1959) Progress in micro-indentation hardness testing. *Metallurgical Reviews* 4: 49-100.
- [51] Oliver W.C. et Pharr G.M. (2004) Review: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res* 19: 3-20.

# Description géométrique d'indenteurs

## Indenteur Berkovich



### Projected area

$$\tan 60 = \frac{l}{a/2}$$

$$l = \frac{\sqrt{3}}{2}a$$

$$A_{\text{proj}} = \frac{al}{2}$$

$$= \frac{\sqrt{3}}{4}a^2 \quad 0.433a^2$$

$$\cos 65.27 = \frac{h}{b}$$

$$h = \frac{a \cos 65.3}{2\sqrt{3} \sin 65.3}$$

$$= \frac{a}{2\sqrt{3} \tan 65.3}$$

$$a = 2\sqrt{3}h \tan 65.3$$

$$A_{\text{proj}} = 3\sqrt{3}h^2 \tan^2 65.3$$

$$24.56h^2$$

### Surface area

$$A_{\text{surf}} = 3 \frac{ab}{2}$$

$$\sin 65.3 = \frac{z}{b}$$

$$z = \frac{a}{2} \tan 30$$

$$= \frac{a}{2\sqrt{3}}$$

$$b = \frac{a}{2\sqrt{3} \sin 65.3}$$

$$A_{\text{surf}} = 3 \frac{a^2}{4\sqrt{3} \sin 65.3}$$

$$0.477a^2$$

$$a = 2\sqrt{3}h \tan 65.3$$

$$A_{\text{surf}} = 27.05h^2$$

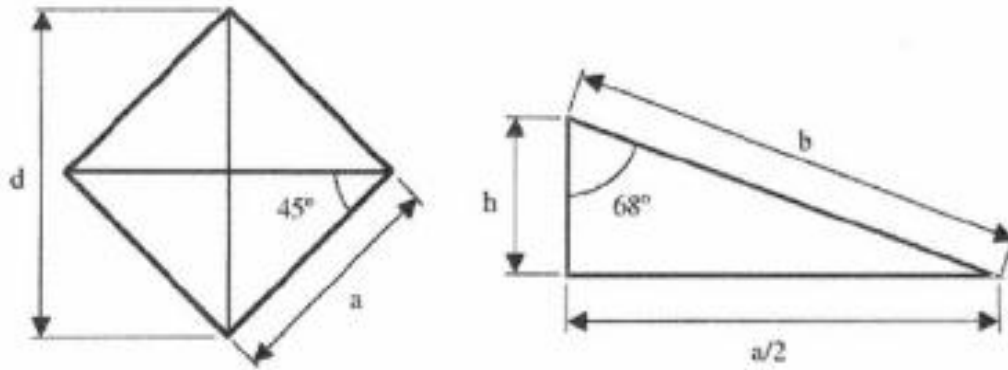
### Equivalent

cone angle:

70.32°

Figure A.1 : Indenteur Berkovich, d'après [57].

### Indenteur Vickers



#### Projected area

$$\begin{aligned} \sin 45 &= \frac{d}{2a} \\ a &= \frac{d}{\sqrt{2}} \\ A_{\text{proj}} &= a^2 \\ &= \frac{d^2}{2} \\ \tan 68 &= \frac{a}{2h} \\ a &= 2h \tan 68 \\ A_{\text{proj}} &= a^2 \\ &= 4h^2 \tan^2 68 \\ &= 24,504h^2 \end{aligned}$$

#### Surface area

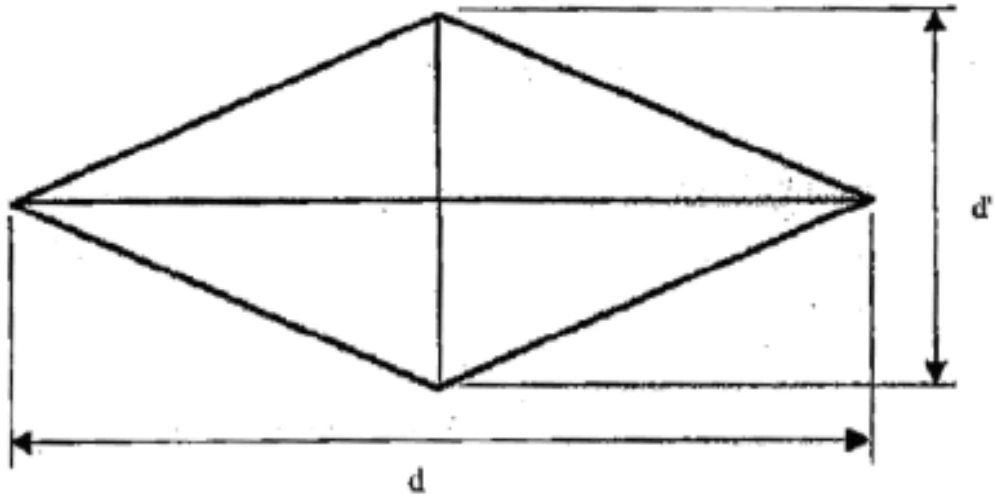
$$\begin{aligned} A_{\text{surf}} &= 4 \frac{ab}{2} \\ \sin 68 &= \frac{a}{2b} \\ b &= \frac{a}{2 \sin 68} \\ A_{\text{surf}} &= \frac{a^2}{\sin 68} \\ &= \frac{4h^2 \tan^2 68}{\sin 68} \\ &= 26,429h^2 \end{aligned}$$

Equivalent  
cone angle:  
70.3°

For cube corner,  
replace 68° with  
35.264°  
Equivalent cone  
angle: 42.28°

Figure A.2 : Indenteur Vickers, d'après [57].

Indenteur Knoop



Projected area

$$A_{proj} = 2 \frac{d}{2} \frac{d'}{2}$$

$$d = 2h \tan \alpha_1$$

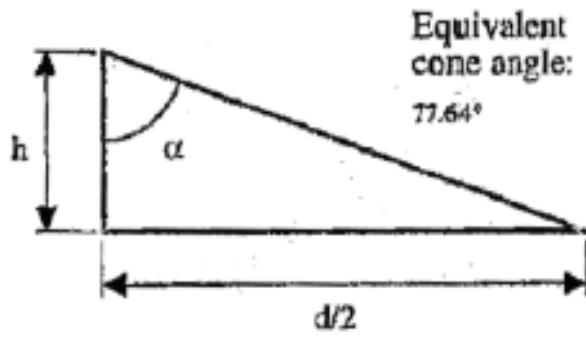
$$d' = 2h \tan \alpha_2$$

$$d' = d \frac{\tan \alpha_2}{\tan \alpha_1}$$

$$A_{proj} = \frac{d^2}{2} \cot \alpha_1 \tan \alpha_2$$

$$0.070275d^2$$

$$A_{proj} = 2h^2 \tan \alpha_1 \tan \alpha_2$$



$$\alpha_1 = 86.25^\circ$$

$$\alpha_2 = 65^\circ$$

Figure A.3 : Indenteur Knoop, d'après [57].