



HAL
open science

Nouvelle méthodologie d'identification des propriétés mécaniques locales d'un matériau hétérogène par nanoindentation : application aux matériaux du génie civil

Dac Loi Nguyen

► **To cite this version:**

Dac Loi Nguyen. Nouvelle méthodologie d'identification des propriétés mécaniques locales d'un matériau hétérogène par nanoindentation : application aux matériaux du génie civil. Matériaux. Université Paris-Est, 2017. Français. NNT : 2017PESC1028 . tel-01730567

HAL Id: tel-01730567

<https://pastel.hal.science/tel-01730567>

Submitted on 13 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTEUR

de l'Université Paris-Est

Spécialité : Structures et Matériaux

par

Dac Loi NGUYEN

intitulée

**Nouvelle méthodologie d'identification des propriétés
mécaniques locales d'un matériau hétérogène par
nanoindentation - application aux matériaux du génie
civil**

soutenue le 5 décembre 2017

devant le jury composé de

Rapporteurs :	M. Albert GIRAUD	Université de Lorraine
	M. Jean-Claude MOREL	Coventry University
Examineurs :	M. Laurent JEANNIN	Storengy
Encadrants :	M. Denis GARNIER	École des Ponts ParisTech
	Mlle Camille CHATEAU	École des Ponts ParisTech
Directeur :	M. Luc DORMIEUX	École des Ponts ParisTech

Remerciements

J'adresse tout d'abord ma sincère reconnaissance aux Professeurs Albert Giraud, Jean-Claude Morel et Monsieur Laurent Jeannin pour l'honneur qu'ils me font de juger cette thèse.

J'adresse mes remerciements les plus respectueux à mon directeur de thèse, Professeur Luc Dormieux. Grâce à sa grande expérience, ses qualités scientifiques et pédagogiques, il m'a donné des conseils précieux et une très bonne direction pour ma thèse.

J'exprime de sincères remerciements à mes encadrants Denis Garnier et Camille Chateau, pour m'avoir fait confiance malgré les connaissances plutôt légères que j'avais au début sur l'ensemble des travaux de la thèse, puis pour m'avoir écouté, guidé, encouragé, conseillé tout en me laissant une grande liberté.

J'aimerais remercier tous mes amis du laboratoire Navier et ailleurs pour leur bonne humeur, leurs encouragements, leurs soutiens et tous les moments très agréables que j'ai eus avec eux.

Je ne pourrai finir ces remerciements sans penser à ma famille, et très particulièrement à mes parents et à mon frère. Je leur adresse toute ma profonde gratitude pour leur amour, leur encouragement et leur soutien permanent.

Un très grand merci à ma chère épouse Linh sans qui je n'aurai jamais réussi. Je la remercie pour son soutien de chaque instant, pour son amour de tous les jours et pour le bonheur qu'elle a rempli dans notre vie.

Table des matières

Introduction générale	1
1 Technique de nano-indentation	3
1.1 Présentation générale	5
1.2 Pointes d'indentation	5
1.3 Courbe d'indentation	6
1.4 Propriétés principales mesurées de la technique d'indentation	8
1.4.1 Dureté (H)	8
1.4.2 Module d'indentation élastique (E_{IT})	9
1.5 Méthodes d'analyse	10
1.5.1 Détermination de l'aire de contact projetée	10
1.5.2 Détermination de la raideur de contact	13
1.6 Facteurs affectant les mesures d'essais d'indentation	16
1.6.1 Instruments d'essai	16
1.6.2 Échantillon d'essai	18
1.6.3 Autres facteurs d'influence	19
1.7 Conclusion	21
2 Expérimentation sur la pâte de ciment	23
2.1 Microstructure de la pâte de ciment	25
2.1.1 Présentation générale	25
2.1.2 Modèle multi-échelle de la pâte de ciment	26
2.1.3 Caractéristiques des phases du modèle multi-échelle	27
2.1.3.1 Niveau 0 : Solide C-S-H	27
2.1.3.2 Niveau I : Matrice C-S-H	29
2.1.3.3 Niveau II : Pâte de ciment	32
2.2 Préparation des échantillons	35
2.2.1 Échantillons d'essai	35
2.2.2 Parallélisme et planéité	37
2.2.3 Critère de rugosité	38
2.2.3.1 Critère pour la pâte de ciment	38
2.2.3.2 Procédure de polissage	38
2.2.3.3 Détermination des paramètres de polissage	39
2.3 Essais de nano-indentation	45
2.3.1 Grille d'indentation pour matériaux hétérogènes	45
2.3.2 Technique de déconvolution	46
2.3.3 Paramètres expérimentaux	47
2.3.3.1 Paramètres d'indentation	47

2.3.3.2	Paramètres géométriques de la grille d'indentation	50
2.4	Analyse des résultats obtenus par le programme expérimental	52
2.4.1	Répétabilité du programme expérimental	52
2.4.1.1	Étude de répétabilité pour l'échantillon P28-0SV	52
2.4.1.2	Vérification sur les autres échantillons	57
2.4.2	Identifications des phases obtenues	59
2.5	Conclusion	61
3	Modélisation du problème d'indentation	63
3.1	Solution semi-analytique d'une indentation axisymétrique dans matériau purement cohérent	65
3.1.1	Détermination du champ de taux de déformation dans le massif	65
3.1.2	Calcul de la charge limite P_{UB}	67
3.1.3	Évolution de géométrie	72
3.2	Approche numérique	74
3.2.1	Formulation du problème d'indentation	74
3.2.2	Méthodes numériques	76
3.2.2.1	Linear matching method (LMM) pour matériaux purement cohérents	76
3.2.2.2	Cas d'un critère de résistance elliptique	81
3.2.3	Mise en œuvre de la méthode numérique	87
3.2.3.1	Matériaux purement cohérents	88
3.2.3.2	Matériaux doués d'un critère de résistance elliptique	94
3.2.4	Simulations avec évolution de géométrie	106
3.2.4.1	Matériaux purement cohérents	107
3.2.4.2	Matériaux doués d'un critère de résistance elliptique	110
3.3	Conclusion	113
4	Dialogue entre résultats expérimentaux et résultats numériques	115
4.1	Méthodologie	117
4.2	Détermination des propriétés élastiques du solide C-S-H	119
4.2.1	Détermination du coefficient de poisson ν_s	119
4.2.2	Détermination du module d'indentation m_s	120
4.2.2.1	Échantillons sans FS ajoutée	120
4.2.2.2	Échantillons avec FS ajoutée	122
4.3	Détermination des propriétés de résistance	127
4.4	Conclusion	133
	Conclusion générale et perspectives	135
	Annexes	137
A	Équipements expérimentaux	139
A.1	Nano-indenteur NHT^2	139
A.2	Microscopes	142
A.3	Polisseuse Tegramin-25	144
A.4	Tronçonneuse Secotom-15	145

B Résultats expérimentaux obtenus par la TNS	147
B.1 Effet de la profondeur d'indentation	147
B.2 Résultats obtenus pour l'échantillon P28-0SV	151
B.3 Résultats obtenus pour les autres échantillons	153
C Effet de la formulation de mélange	157
C.1 Influence du rapport de gâchage e/c	157
C.2 Influence de la fumée de silice	159
C.3 Influence du ciment utilisé	160
D Théorie du calcul à la rupture	163
D.1 Problème de calcul à la rupture	163
D.2 Approche statique par l'intérieur de K	164
D.3 Approche cinématique par l'extérieur de K	164
D.4 Théorème d'association	165
E Critère de résistance elliptique	167
E.1 Présentation générale	167
E.2 Matériaux de critère de résistance elliptique	168
E.3 Simulation numérique d'un essai d'indentation	172
F Résultats de la simulation numérique	175
F.1 Simulation sans évolution de géométrie	175
F.2 Simulation avec évolution de géométrie	176
F.3 Interpolation des résultats numériques	177
G Résultats d'identification	181
G.1 Densité des phases C-S-H	181
G.2 Propriétés de résistance du solide C-S-H	181
G.3 Paramètres de résistance des phases LD et HD C-S-H	183
Bibliographie	185

Introduction générale

Le développement et l'utilisation d'approches multi-échelles pour prévoir le comportement macroscopique des matériaux hétérogènes se heurte souvent à une difficulté majeure qui est celle de la détermination des propriétés locales des phases constitutives. La technique de nano-indentation, qui permet de sonder la réponse mécanique d'un élément de matière à l'échelle du micromètre, fournit des éléments de réponses à cette question fondamentale. Mais les dépouillements classiques (Cariou *et al.* [21], Gathier [46]) utilisés pour interpréter les mesures réalisées avec un tel dispositif posent encore beaucoup de questions, notamment lorsqu'il s'agit d'analyser des matériaux du génie civil, présentant de multiples échelles d'hétérogénéité et des comportements locaux fortement non linéaires.

Le laboratoire Navier est sur le point d'acquérir un tel dispositif de nano-indentation, particulièrement adapté à ces matériaux (par notamment les possibilités offertes de contrôler l'environnement de l'échantillon). Le présent travail de thèse s'inscrit dans ce projet et vise à améliorer l'interprétation mécanique des mesures issues de ce dispositif.

Rappelons que la nano-indentation est une technique permettant de déterminer la dureté et les caractéristiques élastiques (y compris les modules dynamiques) d'un matériau par l'enfoncement d'une pointe. La mesure consiste à appliquer et à contrôler avec une précision de l'ordre du micronewton des charges allant de quelques dizaines de micronewtons à quelques centaines de millinewtons et à mesurer, avec une résolution nanométrique, la profondeur de pénétration allant jusqu'à quelques dizaines de nanomètres.

L'interprétation pertinente de la courbe ainsi obtenue nécessite le recours à un modèle mécanique des phénomènes en jeu au voisinage de la pointe. Les approches classiques reposent sur des hypothèses simplificatrices et l'on se propose, dans le cadre de ce travail, d'aller au delà, en combinant simulation numérique de l'essai et mesures cinématiques au voisinage de l'indentation.

L'objectif principal de cette étude est donc de profiter de la performance de la technique de nano-indentation afin de caractériser des propriétés locales de matériaux du génie civil que la dernière technique présente sa limite pour des mesures directes. Pour cela, deux champs d'investigation ci-dessous seront poursuivis et combinés :

- Un volet de modélisation visant à réinterpréter des résultats obtenus par cette technique expérimentale au travers d'une modélisation mécanique en transformation finie, tenant compte des non-linéarités du problème et de la nature localement hétérogène du matériau sollicité.
- Une partie expérimentale ayant pour but de déterminer des propriétés d'indentation à l'échelle micrométrique du matériau du génie civil qui font déjà l'objet d'études au sein de l'équipe Multi-échelle du laboratoire Navier, et ce nouveau champs d'investigation

permettra de nourrir les recherches actuelles. Le matériau étudié est la pâte de ciment, qui est un matériau multi-échelle et multi-phasique très complexe et qui joue le rôle du liant dans le béton - le matériau le plus fabriqué sur Terre.

Répondant à l'objectif de la thèse, le présent travail s'articule donc de la façon suivante :

Le chapitre 1 est dédié à la présentation générale de la technique de nano-indentation, qui sera utilisée dans la partie expérimentale de la thèse.

Le chapitre 2 est consacré à l'étude expérimentale de la thèse en utilisant la technique de nano-indentation pour déterminer des propriétés d'indentation de différents échantillons de pâte de ciment. Plus précisément, il s'agit de la recherche d'un programme expérimental complet permettant de caractériser des phases principales à l'échelle micrométrique de ce matériau, parmi lesquelles nous nous intéressons surtout à celles plus importantes correspondantes à des phases de la matrice C-S-H. Des difficultés relatives à la réalisation d'essais d'indentation à l'échelle petite sont surmontées grâce à une procédure de préparation dite "optimale", développée pour des équipements disponibles au laboratoire Navier. L'application de la technique de nano-indentation statistique nous permettra d'obtenir des propriétés d'indentation ainsi que la fraction volumique des phases principales à l'échelle micrométrique comprenant la matrice C-S-H, d'autres produits d'hydratation et la phase non-hydratée. La comparaison des résultats obtenus pour les échantillons de différente formulation du mélange de la pâte de ciment, nous aidera également à prévoir l'effet de paramètres variés dans cette formulation sur les résultats expérimentaux.

Le chapitre 3 présente la modélisation du problème lié à l'enfoncement d'une pointe d'indentation dans le matériau étudié. Pour cela, la première voie, basée sur l'approche cinématique du calcul à la rupture, consistera à tenter de construire des mécanismes de ruine analytiquement, puis à les faire évoluer en fonction du changement de la géométrie initiale, afin d'obtenir la charge de ruine correspondante. La seconde voie consistera ensuite à suivre la même approche, mais en construisant numériquement ces mécanismes de ruine. La charge obtenue dépendra naturellement des paramètres de critères retenus, que l'on déterminera grâce à la combinaison avec les résultats expérimentaux. Les critères de résistance de Von-Mises et de Tresca valables pour des matériaux purement cohérents ainsi que celui de forme elliptique seront examinés dans notre travail. La résolution numérique pour les deux premiers critères sera réalisée en utilisant la "Linear Matching Method" tandis qu'une méthode efficace sera proposée pour le critère restant. Ces méthodes seront donc intégrées dans un code de calcul par éléments finis, par exemple le Castem.

Le chapitre 4 propose une méthode d'identification pour caractériser les propriétés de résistance du matériau à l'échelle micrométrique, par résolution des relations nano-micro pour les propriétés d'indentation dont les valeurs peuvent être obtenues expérimentalement par nano-indentation. Ces relations sont les fruits du travail numérique par calcul à la rupture et de celui théorique par homogénéisation. Dans le cas précis de la pâte de ciment, il s'agit de la détermination des propriétés de résistance des phases de la matrice C-S-H, qui varient possiblement en fonction de la formulation du mélange des échantillons de pâte de ciment.

Chapitre 1

Technique de nano-indentation

Sommaire

1.1	Présentation générale	5
1.2	Pointes d'indentation	5
1.3	Courbe d'indentation	6
1.4	Propriétés principales mesurées de la technique d'indentation	8
1.4.1	Dureté (H)	8
1.4.2	Module d'indentation élastique (E_{IT})	9
1.5	Méthodes d'analyse	10
1.5.1	Détermination de l'aire de contact projetée	10
1.5.2	Détermination de la raideur de contact	13
1.6	Facteurs affectant les mesures d'essais d'indentation	16
1.6.1	Instruments d'essai	16
1.6.2	Échantillon d'essai	18
1.6.3	Autres facteurs d'influence	19
1.7	Conclusion	21

1.1 Présentation générale

L'essai d'indentation est une méthode compliquée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux massifs ou couches minces. Il consiste à étudier le contact entre un matériau connu (la pointe) et le matériau étudié dont les propriétés sont inconnues. L'origine de la technique de l'essai de dureté (1822), connu sous le nom "échelle de Mohs" a permis de classer dix minéraux ordonnés de plus dur en 10 (diamant) à plus douce en 1 (talc). Les autres essais connus de Brinell, Knoop, Vickers et Rockwell sont établis, après le travail de Mohs, pour étudier la dureté du matériau par l'indentation d'une pointe de géométrie connue dans un autre matériau plus doux. La première méthode pour standardiser la dureté a été inventée par Brinell en 1900 par la compression d'une bille, généralement en acier, sur le matériau que l'on désire tester. A la suite de ce dernier, la dureté Vickers a été développée en 1921 à Vickers Ltd comme une alternative de la méthode Brinell qui était considéré comme imprécis et limité en application. Cet essai utilise un indenteur pyramidal à quatre face à base carré dont la géométrie peut être obtenue avec une bonne précision. L'indenteur Vickers est largement utilisé pour la micro-indentation comme la pointe Knoop de forme d'une pyramide à base losange dans l'essai de même nom. L'indenteur Knoop a l'avantage de proposer une grande diagonale par rapport à la profondeur d'indentation. Lors de la mesure de la dureté Knoop, la plus grande diagonale de l'empreinte est mesurée et est utilisée dans le calcul de la dureté Knoop et al. [67]. A la différence des essais présentés ci-dessus, l'essai Rockwell détermine la dureté par la mesure de la profondeur d'indentation sous une charge importante par rapport à celle due à la précontrainte initiale. Il existe en fait 7 échelles alternatives définies par le type d'indenteur (soit le cône en diamant soit une bille d'acier) et la force appliquée.

En se basant sur les essais de la dureté, les machines comprises comme les premiers appareils d'indentation sont produits pour le but initial d'identifier la dureté macroscopique du matériau. Cette dernière exprime la pression moyenne de contact qui est obtenue en calculant le rapport entre la force appliquée et l'aire projetée de l'empreinte résiduelle laissée dans le matériau. Dans le passé, cette aire de contact est mesurée optiquement après l'essai mais cette façon présente encore des limites si l'on veut exécuter des expérimentations à l'échelle très petite ou bien si l'on caractérise des élastomères sur lesquelles l'empreinte résiduelle est disparue après l'essai. Afin de résoudre ces problèmes, la technique dite d'indentation instrumentée est inventée. La force appliquée ainsi que la profondeur de pénétration qu'elle engendre pendant l'essai sont mesurées continuellement pour obtenir la courbe charge-déplacement. L'aire de contact peut être calculée à partir de cette courbe grâce à des méthodes d'analyse inverse, par exemple la méthode d'Olivier & Pharr [94,95] ou de Loubet [78].

Deux formes essentielles de cette technique sont présentées à l'échelle micrométrique et nanométrique. Suivant la charge mise en jeu, la micro-indentation comprend les charges de 0.1 à 10 N tandis que la charge maximale de la nano-indentation est inférieure à 1 N. Grâce au développement technologique, on peut actuellement fabriquer les capteurs de haute résolution ayant le très faible niveau de bruit. La nouvelle génération de nano-indenteur est présentée dans le marché comme l'ultra-nano-indenteur fabriqué par CSM Instruments (charge comprise entre 0.025 et 50 mN) ou le nano-indenteur de la série TI développé par Hysitron.

1.2 Pointes d'indentation

La pointe d'indentation (appelée l'indenteur) est une pointe de géométrie simple qui est utilisée dans l'essai d'indentation pour pénétrer dans les matériaux dont les propriétés mécaniques

sont à déterminer. Ces matériaux sont toujours supposés beaucoup plus mous par rapport à l'indenteur. Pour réduire maximale-ment l'erreur due à cette hypothèse, l'indenteur est façonné à partir de matériaux très dur. Le matériau choisi est, dans la plupart des cas, le diamant (dureté 10) qui est au sommet dans l'échelle de Mohs. Dans quelque cas comme la pointe sphérique, le saphir (dureté 9) peut être utilisé. Au niveau de la forme, on distingue deux types principaux de pointe :

- Indenteurs à symétrie axiale (figure 1.1a) : ces pointes (poinçon cylindrique, pointe sphérique et conique de révolution) laisse une empreinte projetée en forme d'un rond sur le matériau. Grâce à son caractère symétrique, elles sont recommandées pour les essais mécaniques avec l'existence d'une dimension privilégiée comme la nano-rayure ou les essais d'usure.
- Pointes pyramidales (figure 1.1b) : La forme des empreintes est variée avec les pointes. Elle peut être un losange (Pointe Knoop), un triangle (Pointe Berkovich ou coin-cube) ou un carré (Pointe Vickers). Le caractère plat de ces pointes nous permet d'avoir une surface de contact importante entre l'indenteur et le matériau.

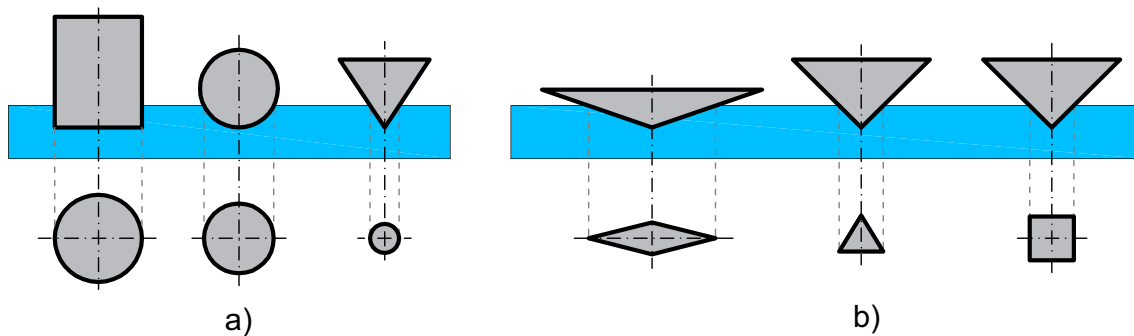


Figure 1.1 – Géométrie des différents indenteurs

Parmi les indenteurs présentés ci-dessus, la pointe Berkovich est la plus utilisée pour l'essai de nano-indentation parce qu'elle est tout d'abord facilement usinée par rapport aux autres pointes pyramidales à quatre faces lors de l'évidence que ses trois faces se voient à un point unique. De plus, elle possède le petit rayon de courbure qui varie de 50 à 150 nm. Enfin, son aire de contact projetée est identique à celle de la pointe Vickers qui est standard pour la micro-indentation et macro-indentation.

1.3 Courbe d'indentation

Un essai d'indentation typique comporte deux phases principales (phase de charge et de décharge) durant lesquelles l'appareillage d'indentation mesure la force appliquée et la profondeur de pénétration de l'indenteur. Le résultat obtenu est une courbe charge-déplacement dont la charge varie continuellement, dans la première phase, de 0 (correspondant au premier contact physique entre l'indenteur et le matériau) à une valeur maximale choisie puis diminue vers 0 (correspondant au dernier contact entre l'indenteur et le matériau) dans la phase de

décharge. La figure 1.2 présente la courbe de résultat lors d'un essai d'indentation sur le silicium monocristallin¹. Cet essai a été effectué avec la force maximale de 25 mN et les vitesses de chargement/déchargement de 50 mN/min.

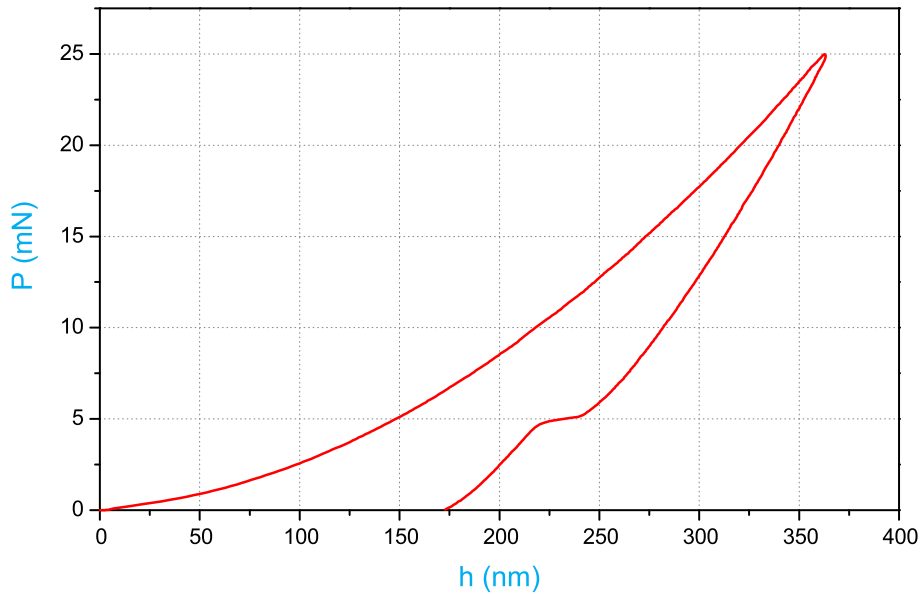


Figure 1.2 – Courbe charge-déplacement de l'essai sur le silicium

La technique de nano-indentation peut être, en général, appliquée pour une grande variété de matériaux. La courbe d'indentation nous donne non seulement la valeur des propriétés mécaniques de matériaux mais aussi la présence des phénomènes caractéristiques de matériaux comme la transformation de phase, la fissuration... En effet, la figure 1.3 extraite de [43] montre les courbes de résultat de quelque type de matériaux et leurs phénomènes communément observés. Pour le cas d'essai sur le silicium cristallin (figure 1.3d), le changement de phase selon l'auteur est également trouvé par notre essai (figure 1.2).

1. Cet échantillon est découpé d'un wafer (un disque fin de 525 microns et de 10 cm de diamètre) qui sert de support à la fabrication de microstructures. Il est fourni par M. Tarik BOUROUINA du laboratoire d'Électronique, SYstème de COmmunication et Microsystèmes (ESYCOM). Cette aide nous a permis d'avancer nos travaux expérimentaux après l'arrivée de nano-indenteur. Plus précisément, le silicium monocristallin était considéré comme un matériau homogène (à l'échelle qu'on effectue des essais) qui était le premier type de matériau choisi pour tester la machine.

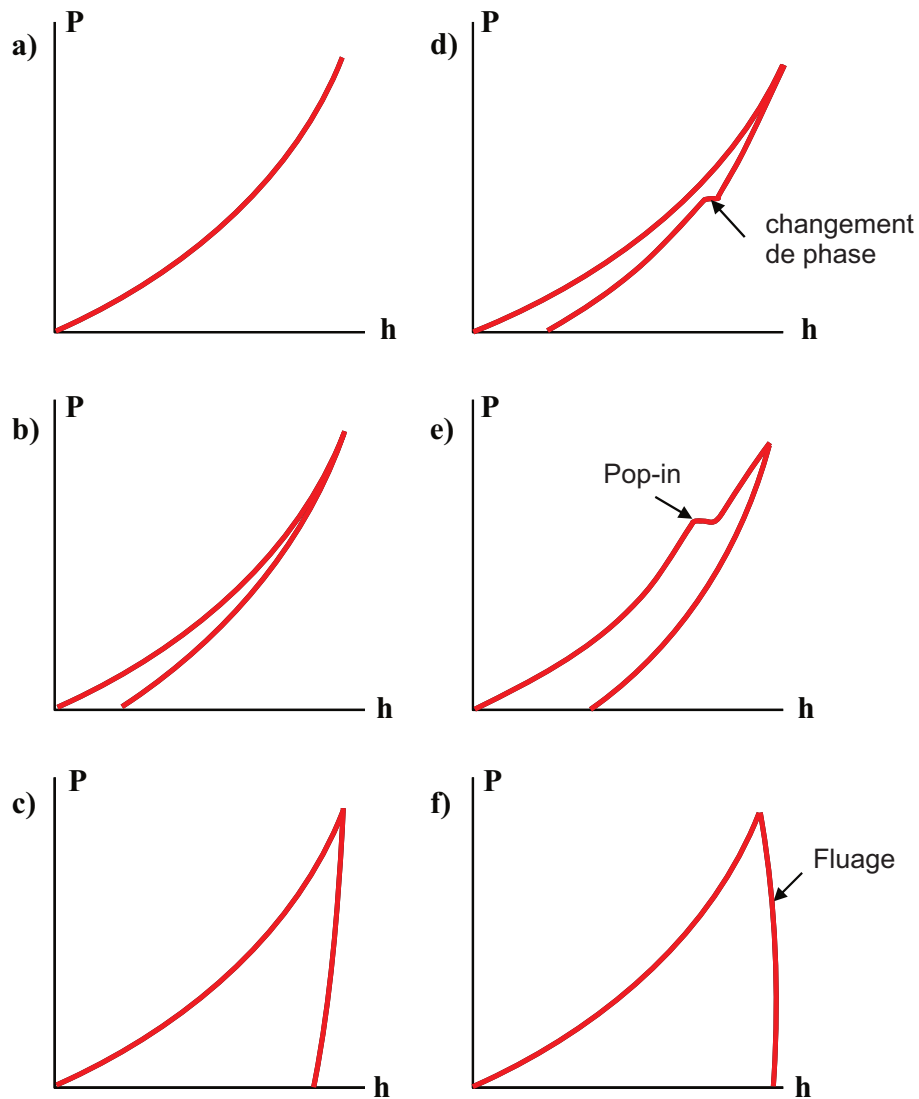


Figure 1.3 – Courbe d’indentation pour différents matériaux : a) Solide élastique, b) Solide fragile (silice fondue), c) Solide ductile (acier), d) Solide cristallin (silicium cristallin), e) Solide fragile avec fissuration durant la phase de charge et f) polymère

1.4 Propriétés principales mesurées de la technique d’indentation

En analysant la courbe d’indentation des essais d’indentation, des propriétés mécaniques de matériaux peuvent, via des modèles d’analyse, être déterminés. Les deux propriétés principales sont la dureté et le module d’indentation.

1.4.1 Dureté (H)

La dureté d’un matériau représente la pression moyenne au contact entre l’indenteur et le matériau sollicité. Elle est définie par le rapport entre la force appliquée (P) et l’aire de contact projetée (A_c) de l’indenteur :

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (1.1)$$

Dans l'équation (1.1), la taille de la zone de contact est estimée à partir de la profondeur de contact (h_c) de la géométrie connue de l'indenteur. Dans le cas des indenteurs parfaites lorsque leurs défauts ne sont pas pris en compte dans les calculs, la relation $A_c=f(h_c)$ est montrée dans le tableau 1.1. Ce tableau indique les formules pour les indenteurs de géométrie "fixe". Dans le cas de l'indenteur sphérique, l'aire de contact projetée dépend non seulement la profondeur de contact mais aussi la grandeur du rayon de courbure R :

$$A_c = 2\pi R h_c - \pi h_c^2 \quad (1.2)$$

S'agissant de l'indenteur conique de révolution, la formule générale est :

$$A_c = \pi h_c^2 \tan^2 \theta \quad (1.3)$$

où θ est le demi-angle de la pointe.

Indenteurs	Vickers	Berkovich	Coin-cube	Knoop
A_c/h_c^2	24.50	24.50	2.60	65.44

Tableau 1.1 – Relation entre l'aire de contact projetée et la profondeur de contact des indenteurs

Les relations dans le tableau ci-dessus ainsi que celles pour les indenteurs coniques ($2\theta = 60^\circ$ et 90°) sont également représentées sur la figure 1.4 extraite de [4].

1.4.2 Module d'indentation élastique (E_{IT})

Le module d'indentation élastique d'un matériau a précisément la même signification que l'expression "module élastique" ou "module d'Young" (mais ce n'est pas le cas pour certains matériaux d'après [43]). Il peut être déterminé à partir de la pente du déchargement de la courbe d'indentation. Le calcul du module d'indentation du matériau doit tenir compte également des propriétés mécaniques de l'indenteur. En introduisant le module d'élasticité réduit E_r (ce module est également appelé le module d'indentation M par plusieurs études dans la littérature) du matériau testé, la valeur d' E_{IT} est calculée par :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E_{IT}} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (1.4)$$

où E_i est le module d'élasticité de l'indenteur, ν et ν_i sont les coefficients de Poisson de l'échantillon testé et de l'indenteur respectivement. Grâce à [19, 37, 80] le module d'élasticité réduit E_r (ou M) est montré par la relation suivante :

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (1.5)$$

où S est la raideur de contact qui est mesurée expérimentalement de la partie supérieure de la phase de décharge de l'essai d'indentation. Pharr et al. [98] ont montré que l'équation (1.5)

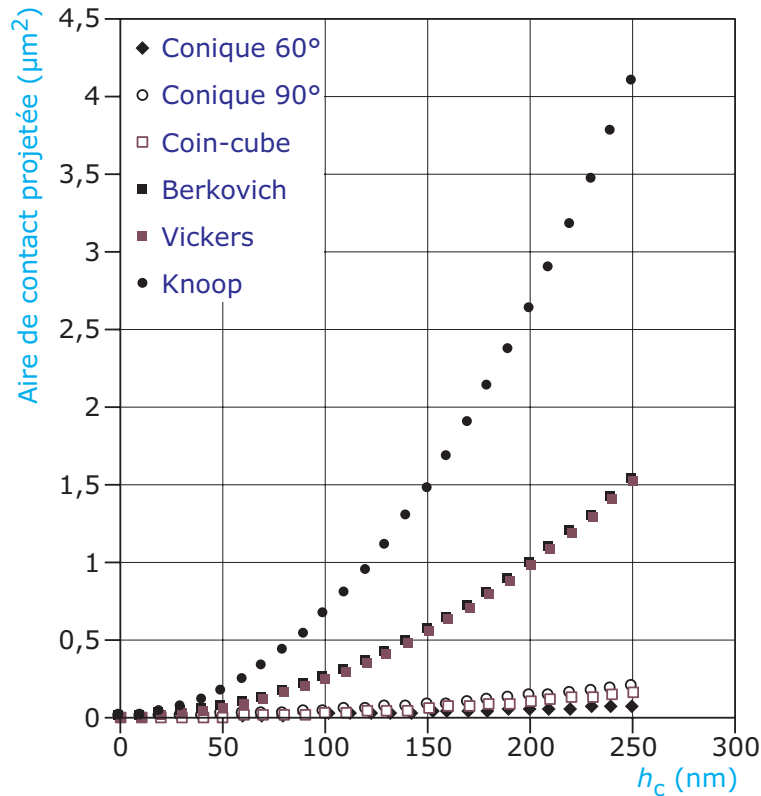


Figure 1.4 – Fonction d’aire de pointes parfaites

est applicable pour tout indenteur qui peut être décrit comme un corps de révolution d’une fonction lisse.

1.5 Méthodes d’analyse

Dans la section 1.4, les formules principales de la dureté et du module d’indentation sont indiquées. Concernant la dureté, la force est directement mesurée mais il reste encore à chercher l’estimation de l’aire de contact projetée (A_c). Quant au module d’indentation, il est communément obtenu à partir du module d’élasticité réduit qui est fonction d’ A_c et de la raideur de contact (S). En résumé, ces deux derniers paramètres doivent être déterminés à partir des données d’indentation. De ce fait, des méthodes d’analyse, qui peuvent être implémentées dans des codes de calcul ou bien des logiciels industriels pour l’appareillage d’indentation, sont étudiées.

1.5.1 Détermination de l’aire de contact projetée

L’aire de contact projetée est liée directement à la profondeur de contact comme indiqué dans la section 1.4.1. Deux méthodes courantes pour déterminer cette dernière dans le cas d’indenters coniques ont été établies par Oliver & Pharr et par Loubet. Le premier modèle est le plus souvent utilisé dans la littérature, même si la méthode de Loubet est utilisée pour des matériaux dont la surface présente un bourrelet plastique autour de l’indenteur (phénomène “pile-up”).

1. Modèle d’Oliver & Pharr :

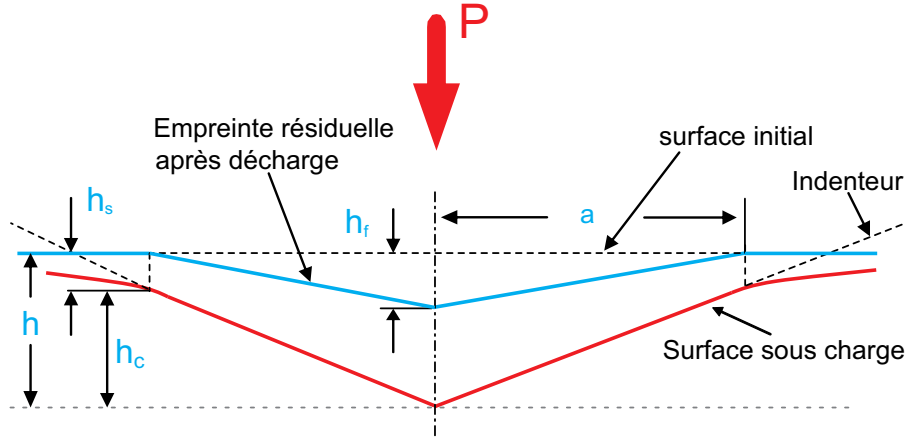


Figure 1.5 – Description de la géométrie du contact dans le modèle d'Oliver & Pharr pour l'indenteur parfait

Dans ce modèle, la pénétration de l'indenteur h est plus grande que la profondeur de contact h_c (figure 1.5). A tout moment, h_c peut donc être définie par :

$$h_c = h - h_s \quad (1.6)$$

où h_s représente le déplacement vertical de la surface à la limite du contact entre l'indenteur et l'échantillon. Il est également compris comme la quantité de "sink-in" d'après [95]. La valeur de h_s , dépendant naturellement de la géométrie de l'indenteur, peut être déterminée à partir de la courbe d'indentation. Pour l'indenteur conique, l'expression de Sneddon [119] est utilisée pour donner :

$$h_s = \frac{\pi - 2}{\pi} (h - h_f) \quad (1.7)$$

En outre, la courbe charge-déplacement de l'indenteur conique lors de l'indentation dans un massif élastique est décrite par l'expression :

$$h - h_f = 2 \frac{P}{S} \quad (1.8)$$

En combinant les deux équations (1.7) et (1.8), on trouve l'expression de h_s en fonction de la force appliquée et la raideur de contact S :

$$h_s = \varepsilon \frac{P}{S} \quad (1.9)$$

où $\varepsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2)$ est la constante géométrique caractérisant l'indenteur conique. Cette valeur devient $\varepsilon = 1$ pour le poinçon plat et $\varepsilon = 0.75$ pour les indenteurs de forme parabolöide de révolution.

La profondeur de contact, calculée à partir de (1.6) et (1.9), permet de déterminer l'aire de contact projetée. Pour les indenteurs de géométrie parfaite, cette surface est obtenue par les relations dans la section 1.4.1. Dans le cas contraire, Oliver et Pharr ont proposé la forme suivante :

$$A_c = \sum_{i=0}^n C_i h_c^{2^{1-i}} \quad (1.10)$$

où C_i sont les constantes déterminées par la procédure de calibration en réalisant une série d'indents dans un matériau homogène de propriétés connues.

2. Modèle de Loubet :

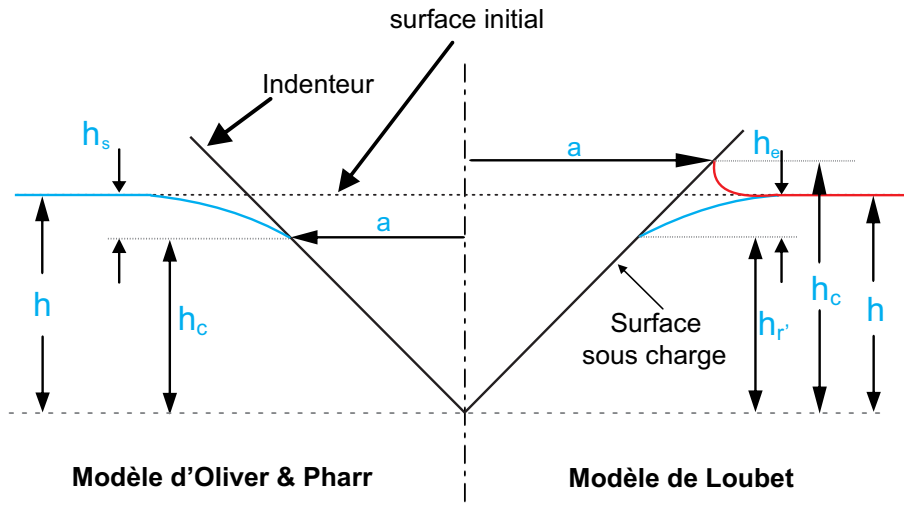


Figure 1.6 – Description de la géométrie du contact dans les modèles d'Oliver & Pharr et de Loubet pour l'indenteur parfait (d'après [48])

Dans ce modèle, la pénétration de l'indenteur h est plus petite que la profondeur de contact h_c (figure 1.6). En prenant en compte le défaut de la pointe h_0 qui est la partie manquante de l'indenteur réel par rapport au cône parfait [78], l'expression de h_c est donnée par [54] :

$$h_c = \alpha (h_{r'} + h_0) \quad (1.11)$$

où h_0 est trouvé en prolongeant la partie linéaire de la courbe $S = f(h_{r'})$ jusqu'à l'axe des abscisses et $h_{r'}$ représente la pénétration plastique du matériau qui est définie par :

$$h_{r'} = h - \frac{P}{S} \quad (1.12)$$

Dans l'équation (1.11), la valeur $\alpha = 1.2$ est donnée par [9] pour une pointe de Berkovich en comparant l'aire de contact projetée mesurée par le microscope à force atomique (AFM)

avec celle théorique. De façon théorique, il a été montré que $\alpha = 1.28$ pour un matériau purement élastique à l'aide des équations de Sneddon [48]. De plus, une étude par éléments finis pour un matériau à comportement rigide plastique a permis d'obtenir pour un indenteur conique équivalent à la pointe Berkovich, $\alpha = 1.24$. Après avoir choisi la valeur de α , l'aire de contact projetée pour l'indenteur conique est ensuite calculée par l'équation (1.3).

1.5.2 Détermination de la raideur de contact

La raideur de contact peut être déterminée par une méthode quasi-statique ou dynamique. La première méthode permet de calculer la raideur de contact à partir du point de la courbe d'indentation au début de la phase de décharge. En revanche, la raideur de contact est mesurée continuellement pendant l'essai d'indentation dans la méthode dynamique.

1. Méthode quasi-statique :

Loubet et al. [79] ont effectué des études sur l'indenteur Vickers et ont établi une expression de la raideur de contact en supposant que la première partie de la courbe de décharge restait linéaire comme dans le cas d'un poinçon plat. La même hypothèse a été utilisée par Doerner & Nix [37] lors de leur travail sur la pointe Berkovich. Toutefois, Oliver et Pharr [95, 98] ont montré que cette courbe n'a pas de partie linéaire et ont fait l'hypothèse qu'elle suivait une loi puissance de la forme suivante :

$$P = \alpha (h - h_f)^m \quad (1.13)$$

où α et m sont deux constantes qui sont déterminées par une procédure d'ajustement par moindres carrés et h_f est la profondeur finale correspondant à l'état de décharge entière (figure 1.5). La raideur de contact est donc :

$$S = \alpha m (h - h_f)^{m-1} \quad (1.14)$$

En ce qui concerne l'exposant m dans les équations (1.13) et (1.14), Oliver & Pharr ont établi que ce paramètre variait dans un intervalle de 1.2 à 1.6 en faisant des essais sur 6 matériaux différents en utilisant une pointe Berkovich. Ce résultat est un paraît surprenant car la pointe de révolution équivalente de cet indenteur est un cône dont la valeur est $m = 2$. Pour expliquer cette incohérence, ils ont fait appel à un concept de "forme efficace d'indenteur" (figure 1.7). On voit en effet que la forme de décharge n'est pas parfaitement conique mais présente une courbure convexe. De plus, Sneddon [119]) a montré, pour les poinçons de la forme d'un parabolôïde de révolution, que $m = 1.5$. Cette valeur est bien incluse dans l'intervalle ci-dessus d'Oliver & Pharr.

2. Méthode dynamique :

La méthode est connue sous le nom anglais "Continuous Stiffness Measurement (CSM)" [94]. Dans cette méthode, la mesure en continu de la raideur de contact durant l'indentation est effectuée en appliquant une petite oscillation de la force à une fréquence donnée.

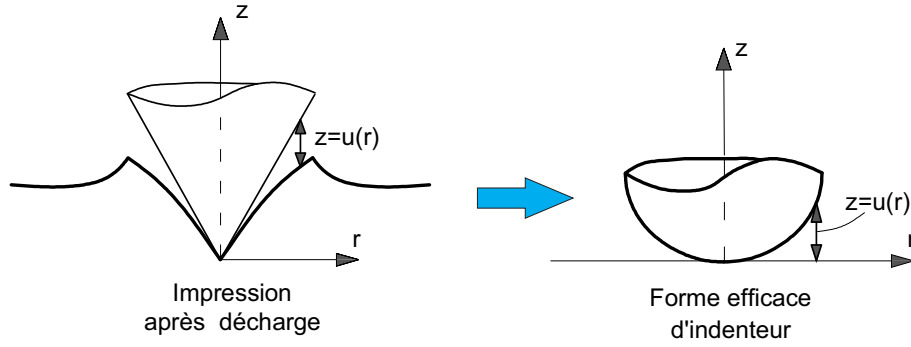


Figure 1.7 – Description du concept de la “forme efficace d’indenteur”

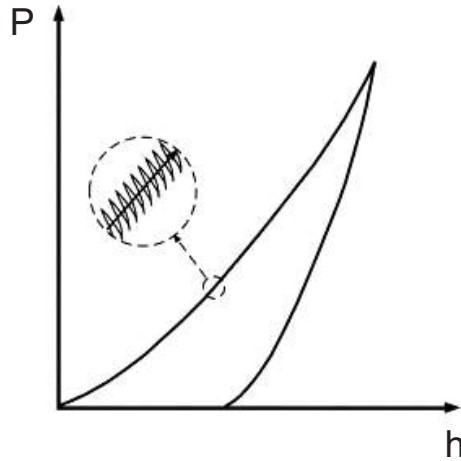


Figure 1.8 – Schématisation du cycle de chargement (d’après [76])

$$P(t) = P_{os}e^{i\omega t} \quad (1.15)$$

où $P(t)$ et P_{os} sont alternativement la force harmonique et l’amplitude d’oscillation en force. ω est la fréquence de l’oscillation et t est le temps. Le déplacement harmonique $h(t)$ s’écrit donc :

$$h(t) = h(\omega)e^{(i\omega t + \phi)} \quad (1.16)$$

où $h(\omega)$ est l’amplitude d’oscillation du déplacement. ϕ est l’angle déphasé entre les signaux de force et de déplacement. La raideur de contact S peut être calculée à partir du signal de déplacement (équation (1.17)) ou de la phase ϕ (équation (1.18)) :

$$\left| \frac{P_{os}}{h(\omega)} \right| = \sqrt{\left\{ (S^{-1} + C_f)^{-1} + K_s - m\omega^2 \right\}^2 + \omega^2 D^2} \quad (1.17)$$

$$\tan \phi = \frac{\omega D}{(S^{-1} + C_f)^{-1} + K_s - m\omega^2} \quad (1.18)$$

où C_f est la complaisance du cadre de charge, K_s est la raideur des ressorts supportant la colonne d'indentation, D est le coefficient d'amortissement et m est la masse du système. Le modèle dynamique du système est présenté sur la figure 1.9².

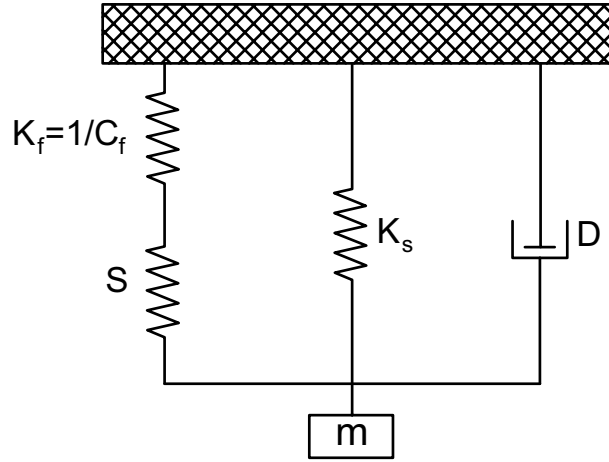


Figure 1.9 – Modèle dynamique pour le système d'indentation (d'après [94])

En résolvant les deux équations précédentes, la raideur de contact est trouvée sous la forme (d'après [76]) :

$$S = \left[\frac{1}{\frac{P_{os}}{h(\omega)} \cos \phi - (K_s - m\omega^2)} - K_f^{-1} \right]^{-1} \quad (1.19)$$

Un autre modèle dynamique, appelé “Universal dynamic mechanical” (figure 1.10) a été également présenté par Burnham et al. [20]. Il représente les caractéristiques des différents types d'instruments d'indentation et celui de l'interaction entre l'indenteur et l'échantillon.

$$\frac{d-t}{P} = \sqrt{\left[\left(1 + \frac{k_i}{k_b}\right)^2 + \left(\frac{\omega b_i}{k_b}\right)^2 \right] [K^2 + (\omega B)^2]^{-1}} \quad (1.20)$$

$$\tan \phi = \omega \left[\frac{b_i}{k_b} K - \left(1 + \frac{k_i}{k_b}\right) B \right] \left[\left(1 + \frac{k_i}{k_b}\right) K + \omega^2 \frac{b_i}{k_b} B \right]^{-1} \quad (1.21)$$

où K , B sont la valeur efficace de la raideur et de l'amortissement pour le système. k_h , k_b sont les raideurs de la tête et de la base du cadre de charge. k_t et k_i représentent respectivement la raideur de l'actionneur de force et la raideur de contact (dP/dh) avec les amortissements b_t , b_i .

2. Un autre modèle dynamique [81], qui est similaire au modèle d'Oliver et Pharr, est utilisé pour plusieurs appareillages de nano-indentation. Dans ce modèle, le contact entre l'échantillon et l'indenteur est représenté non seulement par le ressort S mais aussi par l'amortisseur D_s .

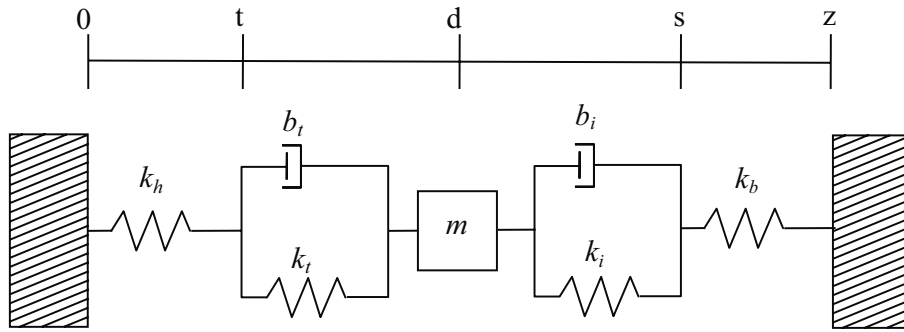


Figure 1.10 – Modèle “Universal dynamic mechanical”

La méthode CSM, offre de nombreux avantages et permet de s’affranchir de la limite des méthodes statiques qui calculent la raideur de contact à partir d’un seul point. Elle permet notamment de s’affranchir des effets de fluage car il n’est pas nécessaire d’utiliser le début de la courbe de décharge. En outre, les propriétés mécaniques des couches minces en fonction du déplacement de l’indenteur peuvent être également mesurées par cette méthode.

1.6 Facteurs affectant les mesures d’essais d’indentation

Comme indiqué dans les sections précédentes, l’essai d’indentation nous permet de déterminer les propriétés mécaniques à partir des mesures précises de la force et du déplacement de la pointe. Cependant, il existe des facteurs qui influencent les résultats d’essai. L’effet de ces facteurs est d’autant plus important pour les essais que l’échelle est petite. Dans cette section, les facteurs principaux affectant l’essai de nano-indentation seront abordés.

1.6.1 Instruments d’essai

Les essais de nano-indentation présentent les mêmes imprécisions que les instruments d’indentation classiques. Concernant les erreurs dues à l’utilisation de ces outils, on peut prendre en compte des facteurs principaux comme : la complaisance de l’instrument, des défauts de forme de l’indenteur et la détermination du point de contact.

- **Complaisance de l’instrument**

Dans un instrument d’indentation, la profondeur de pénétration est reliée au déplacement de l’indenteur dans l’échantillon mais aussi aux déplacements de l’appareil, dus aux forces de réaction au cours de l’essai d’indentation. En effet, la rigidité de déchargement mesurée (dP/dh) est due à la fois aux réponses de l’échantillon et de l’instrument. Lorsque la combinaison dans le modèle est considérée comme des ressorts en série, l’équation (1.5) peut être réécrite par :

$$\frac{dh}{dP} = \frac{1}{S} + C_f = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_r \sqrt{A_c}} + C_f \quad (1.22)$$

où C_f est la complaisance de la machine. Il est possible de déterminer ce paramètre par des essais d’indentation (avec des charges différentes) dans un matériau dont les propriétés mécaniques sont connues comme la silice fondue. Par exemple, pour un indenteur Berkovich parfait, l’équation précédente, lorsque le module d’élasticité réduit E_r est constant, devient :

$$\frac{dh}{dP} = f\left(\frac{1}{h_c}, C_f\right) \quad (1.23)$$

En traçant la relation de dh/dP en fonction de $1/h_c$, on trouve la complaisance C_f dans l'axe des ordonnées comme sur la figure 1.11. Cette courbe passe donc par le centre du repère quand C_f égale à 0. Ce qui revient à dire que la raideur de l'appareil est considérée comme une valeur infinie.

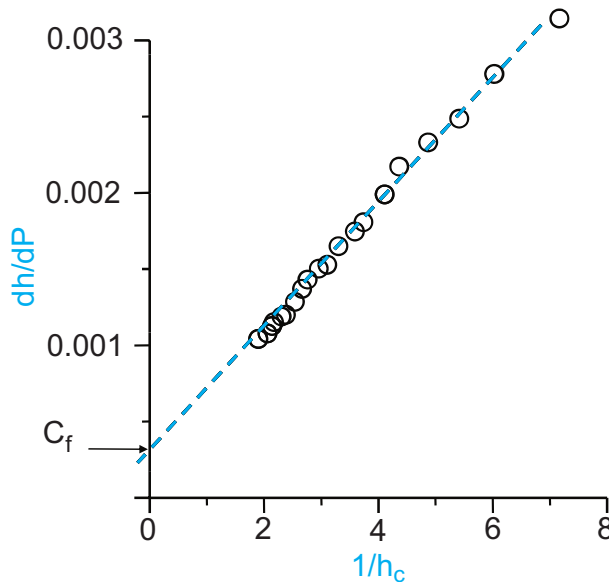


Figure 1.11 – Détermination expérimentale de la complaisance de l'appareillage de nano-indentation (d'après [43])

• Défauts de forme de l'indenteur

Les défauts de l'indenteur influencent directement la détermination de l'aire de contact et donc les résultats attendus de l'essai d'indentation. Ces défauts sont initialement causés par les difficultés d'usinage (spécialement pour les indenteurs sphériques) mais également provoqués par l'usure des indenteurs lors de la caractérisation de matériaux rigides. Ils se situent à la surface ainsi qu'à la pointe de l'indenteur où il apparaît des courbures de petit rayon pour les indenteurs coniques et pyramidaux.

Pour mettre en évidence l'effet des imperfections de l'indenteur sur les résultats d'indentation, plusieurs études ont été effectuées en utilisant des outils numériques. Pour les pointes Vickers et Berkovich, les auteurs ont réalisé des simulations numériques dans le cadre d'une modélisation axisymétrique en étudiant un indenteur conique rigide dont le défaut a été modélisé par un cône (Bouzakis et al. [14]) ou par une sphère (Bressan et al. [16]). Une modélisation 3D de la pointe Vickers a été également donnée par Antunes et al. [2, 3]. Dans ce modèle, ils ont considéré le défaut de la pointe comme un méplat avec variation de taille. S'agissant de la modélisation 3D de la pointe Berkovich, Warren et al. [140] l'ont modélisée en appliquant un défaut de forme sphérique de rayon 150 nm. En ce qui concerne l'indenteur sphérique, plusieurs travaux [15, 65, 129] ont été présentés pour montrer l'importance de la prise en compte des défauts dus à la fabrication, leurs effets sur les résultats d'essais ainsi que les méthodes de correction.

Selon les résultats des études ci-dessus, il est nécessaire de prendre en compte la correction de forme pour les indenteurs sphériques. Pour les indenteurs coniques et pyramidaux, cette correction est obligatoire si l'on effectue des essais à faible profondeur. Comme il est montré dans la section 1.5.1, les imperfections de l'indenteur conique sont prises en compte dans les deux modèles. Oliver & Pharr ont présenté la relation entre l'aire de contact projetée et la profondeur de contact tandis que Loubet a proposé l'ajout d'une partie manquante à la pointe de l'indenteur.

- **Point de contact**

Dans le principe de l'essai d'indentation, la surface de l'échantillon, supposée comme parfaitement plane, détermine l'origine du déplacement de l'indenteur que l'on mesure. Le point de contact correspondant au déplacement nul dans la courbe d'indentation définit cette surface. Cependant, la détection de ce point dépend de la résolution de l'appareillage d'indentation. En réalité, lorsque ce point est détecté par la machine, l'indenteur est déjà enfoncé dans l'échantillon. Ainsi la profondeur de pénétration initiale h_i doit être ajoutée à tous les déplacements mesurés h_m . La pénétration réelle est donc :

$$h = h_i + h_m \quad (1.24)$$

Cette erreur et celle due au défaut de la pointe de l'indenteur génèrent donc une sous-estimation de l'aire de contact entre l'indenteur et l'échantillon. Elle peut causer des résultats imprécis qui peuvent être importants dans des essais à faible pénétration. Toutefois, on peut aujourd'hui fabriquer des capteurs à haute résolution qui sont installés dans les machines d'indentation. L'erreur due à la détermination du point de contact diminue considérablement.

1.6.2 Échantillon d'essai

Les propriétés mécaniques des matériaux sont déterminées à l'aide de la technique de nano-indentation en laissant pénétrer l'indenteur dans l'échantillon. De ce fait, outre les erreurs dues aux instruments de mesure, des facteurs concernant l'échantillon causent également des erreurs de mesure.

- **Rugosité de l'échantillon**

L'essai de nano-indentation est effectué idéalement sur une surface parfaitement lisse. Cependant, cette situation est très difficile à obtenir en réalité. L'état de cette surface, présente de nombreuses irrégularités, dépendant forcément de la préparation de l'échantillon. La rugosité de la surface est un problème important qui influence la détermination de la surface de contact. Deux situations peuvent se présenter dans la pratique : 1) Dans le cas si l'indenteur est en contact avec un pic sur la surface de l'échantillon, le contact non-uniforme augmente les contraintes localisées au niveau de la zone de contact qui conduit à une pénétration plus profonde du matériau. Ceci conduit donc à une plus grande profondeur de contact de l'indenteur ; 2) Dans le cas contraire si l'indenteur entre en contact avec une vallée, la profondeur de contact est donc sous-estimée et la dureté calculée est logiquement surestimée.

De manière à étudier l'effet de la rugosité sur les mesures effectuées par des essais d'indentation, des études numériques [25, 64, 137, 138] et expérimentales [38, 86, 105, 139] sur plusieurs matériaux, dont la qualité de la surface est caractérisée principalement par sa rugosité, ont été

réalisées. Ces études ont bien montrées que la rugosité peut fortement affecter la mesure de la dureté, du module d'élasticité et d'autres paramètres mécaniques des matériaux, mesurés à partir d'essai d'indentation. Les influences de la rugosité sont particulièrement significatives pour des essais à faible profondeur.

Pour améliorer la qualité de la surface de l'échantillon, il est nécessaire d'exécuter une procédure de polissage. Cette procédure peut faire abaisser significativement la rugosité initiale de la surface. Elle se compose d'une ou de plusieurs étapes de polissage, dépendant de plusieurs facteurs comme le matériau d'essai lui-même, la valeur attendue de la rugosité, la polisseuse...Cependant, le polissage peut provoquer une quantité importante de déformation, voire des défauts importants sur la surface de l'échantillon.

• **Comportement du matériau de l'échantillon**

Les propriétés mesurées des matériaux à l'aide de la technique de nano-indentation sont influencées par les phénomènes connus de "pile-up" et de "sink-in" (figure 1.12) lors de l'évolution de la surface de contact réelle. Ces phénomènes dépendent du comportement du matériau de l'échantillon. Pour l'indentation dans un matériau élastique, la surface de l'échantillon est généralement tirée vers l'intérieur en dessous de l'indenteur, correspondant au "sink-in". Lorsque le contact implique des déformations plastiques, la surface présente soit un "sink-in", soit un "pile-up" autour de l'indenteur.

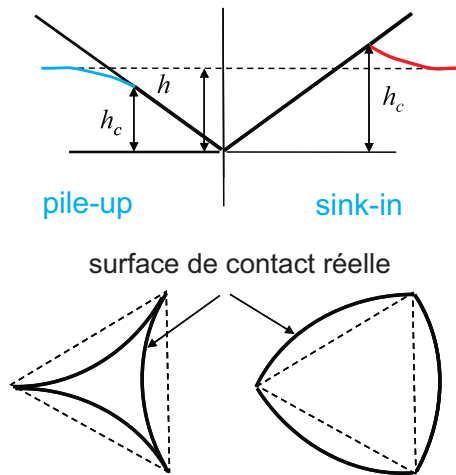


Figure 1.12 – Effet des phénomènes de "Pile-up" et "sink-in" sur la surface de contact réelle (d'après [43])

De nombreuses études sur ces phénomènes existent dans la littérature. Dans les deux modèles présentés dans la section 1.5.1, celui d'Olivier & Pharr prend en compte le "sink-in", alors que l'approche de Loubet se consacre à l'autre phénomène.

1.6.3 Autres facteurs d'influence

Parallèlement aux facteurs présentés ci-dessus, les résultats d'indentation peuvent être également affectés par d'autres raisons. Dans le cadre de ce travail, on présente ci-après deux facteurs importants : l'effet de taille en indentation et la dérive thermique.

• **Effet de taille en indentation**

L'objectif principal de la technique de nano-indentation est de déterminer les propriétés mécaniques de matériaux dont la valeur obtenue est fiable. Néanmoins, des résultats expérimentaux montrent souvent une variation de la dureté ou du module d'indentation avec la profondeur d'indentation. Cet effet peut se produire en raison de la présence des contraintes résiduelles à la surface de l'échantillon ou du frottement entre l'indenteur et l'échantillon. En outre, une mauvaise détermination de l'aire de contact peut également engendrer des erreurs sur la détermination des mesures. Nix & Gao [92] ont montré que l'effet de taille en indentation pour les matériaux cristallins peut être modélisé avec précision en utilisant le concept de dislocations géométriquement nécessaires (GNDs). Ce modèle, développé pour un indenteur conique, conduit à la relation entre la dureté d'indentation H et la profondeur d'indentation h :

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (1.25)$$

où H_0 est la dureté en l'absence de GNDs et h_0 est la longueur caractéristique qui dépend de la forme de l'indenteur.

Un modèle analytique pour la dureté obtenue par nano-indentation, basé sur la densité maximale admissible de GNDs, a été présenté par Huang et al. [58]. La relation obtenue est la suivante :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \begin{cases} \frac{2h_{micro}}{3h_{nano}} & \text{si } h < h_{nano} \\ \frac{h_{micro}}{h} - \frac{h_{micro}h_{nano}^2}{3h^3} & \text{si } h \geq h_{nano} \end{cases} \quad (1.26)$$

où h_{micro} et h_{nano} sont les longueurs caractéristiques pour la micro-indentation et la nano-indentation.

En étudiant l'influence de la rugosité sur l'effet de taille en indentation, Kim et al. [66] ont présenté un nouveau modèle tenant compte de présence de la rugosité dans la relation sollicitée. Par ailleurs, Zhang et al. [142] ont également modifié l'équation (1.25) du modèle de Nix & Gao. De ce fait, ils ont clairement démontré l'influence de la rugosité sur l'effet de taille.

• Dérive thermique

Une autre source d'erreur vient de la variation de la température lors d'un essai d'indentation. Ce changement thermique entraîne la dilatation ou la contraction de tous les instruments d'essai ainsi que l'échantillon. En effet, le terme "dérive thermique" dans un essai d'indentation est généralement compris comme la variation du signal de déplacement lorsque la force normale sur l'indenteur est maintenue constante et le matériau ne présente pas des propriétés mécaniques dépendant du temps. L'effet de ce facteur est là encore plus important lors d'un essai à faible profondeur.

Afin de prendre en compte l'effet de la dérive thermique, Oliver & Pharr [94] ont effectué un maintien à 10% de la charge maximale durant une durée de 100 s en supposant que la vitesse de dérive est constante durant l'essai. L'évolution de la pénétration, qui est donc mesurée lors de cet essai, est utilisée pour corriger le signal de déplacement dans l'essai. En réalité, la dérive thermique est presque inévitable si la température de l'environnement entourant l'instrument

n'est pas maintenue dans des limites très étroitement contrôlées. Ce défaut peut être minimisé en installant l'instrument d'indentation dans une enceinte ayant des propriétés d'isolation thermique très élevées.

1.7 Conclusion

L'essai de nano-indentation, qui est considéré comme un essai quasi non-destructif, est généralement très utile pour déterminer les propriétés mécaniques du matériau (dureté et module d'indentation). Il consiste à faire pénétrer un indenteur rigide de géométrie et propriétés mécaniques connues dans un matériau que l'on veut tester. Les mesures obtenues après chaque essai sont présentées par la courbe d'indentation à partir de laquelle on déduit les caractéristiques mécaniques recherchées. Lorsque la technique d'indentation peut être appliquée pour les essais à petite échelle, il est également important de prendre en compte les facteurs affectant le résultat d'essai.

En réalité, la nano-indentation est une méthode très polyvalente pour les essais mécaniques. A côté de la fonction principale de la technique, elle est également utilisée pour les conditions difficiles à haute température ou pour étudier l'émission acoustique, la ténacité, les contraintes résiduelles, la force de surface...Cependant, dans le cadre de notre travail, on s'intéresse à la fonction classique de la technique pour déterminer des propriétés mécaniques de matériaux.

Chapitre 2

Expérimentation sur la pâte de ciment

L'objectif de ce chapitre est d'obtenir les propriétés mécaniques d'indentation de pâte de ciment à l'échelle micrométrique en utilisant la technique de nano-indentation présentée dans le chapitre 1. Tout d'abord, la microstructure de la pâte de ciment sera introduite par une étude bibliographique. En particulier, la caractérisation des phases sera présentée suivant un modèle multi-échelle. Ensuite, après avoir recensé les échantillons de pâte de ciment étudiés, leur procédure de préparation adaptée aux essais de nano-indentation sera étudiée. La validation de la procédure de polissage sera effectuée par deux méthodes : une méthode grossière avec le nano-indenteur et une méthode fine avec le microscope à force atomique. Enfin, les échantillons obtenus par cette procédure seront utilisés dans une étude utilisant la technique de nano-indentation statistique (TNS) qui permet d'estimer, par déconvolution des résultats issus d'une série d'essais, les propriétés mécaniques d'indentation et la fraction volumique des phases principales de la pâte de ciment. Les résultats obtenus seront utilisés afin d'estimer la répétabilité du programme expérimental et d'identifier ces phases.

Sommaire

2.1	Microstructure de la pâte de ciment	25
2.1.1	Présentation générale	25
2.1.2	Modèle multi-échelle de la pâte de ciment	26
2.1.3	Caractéristiques des phases du modèle multi-échelle	27
2.1.3.1	Niveau 0 : Solide C-S-H	27
2.1.3.2	Niveau I : Matrice C-S-H	29
2.1.3.3	Niveau II : Pâte de ciment	32
2.2	Préparation des échantillons	35
2.2.1	Échantillons d'essai	35
2.2.2	Parallélisme et planéité	37
2.2.3	Critère de rugosité	38
2.2.3.1	Critère pour la pâte de ciment	38
2.2.3.2	Procédure de polissage	38
2.2.3.3	Détermination des paramètres de polissage	39
2.3	Essais de nano-indentation	45
2.3.1	Grille d'indentation pour matériaux hétérogènes	45
2.3.2	Technique de déconvolution	46

2.3.3	Paramètres expérimentaux	47
2.3.3.1	Paramètres d'indentation	47
2.3.3.2	Paramètres géométriques de la grille d'indentation	50
2.4	Analyse des résultats obtenus par le programme expérimental . .	52
2.4.1	Répétabilité du programme expérimental	52
2.4.1.1	Étude de répétabilité pour l'échantillon P28-0SV	52
2.4.1.2	Vérification sur les autres échantillons	57
2.4.2	Identifications des phases obtenues	59
2.5	Conclusion	61

2.1 Microstructure de la pâte de ciment

2.1.1 Présentation générale

La pâte de ciment joue le rôle du liant dans le béton qui est le matériau artificiel le plus répandu dans le domaine de génie civil. Cette pâte est le produit du mélange d'eau et de ciment. Le rapport de gâchage e/c exprime le rapport en masse de l'eau et du ciment à la situation initiale (avant l'hydratation). Le ciment est composé de clinker issu de la combinaison chimique à très haute température des éléments constitutifs du calcaire et de l'argile. Le ciment le plus utilisé est le ciment Portland (80 % de calcaire et 20 % d'argile) dont les compositions minéralogiques sont détaillées dans le tableau ci-dessus :

Nom	Notation	Compositions (1)	Masse (2)
Alite	C_3S	73.7%C + 26.3%S	60 - 65 %
Belite	C_2S	65.1%C + 34.9%S	20 - 25 %
Aluminate	C_3A	62.3%C + 37.7%A	8 - 12 %
Ferrite	C_4AF	46.1%C + 21%A + 32.9%F	8 - 10 %

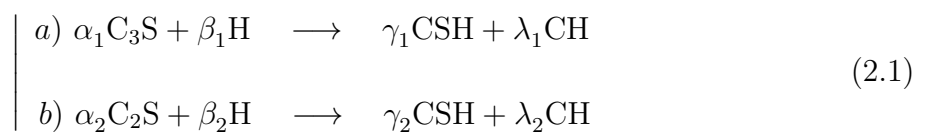
Tableau 2.1 – Compositions minéralogiques du ciment Portland, d'après [22]. (1) pourcentage en masse des composants chimiques dans les compositions minéralogiques et (2) pourcentage en masse des compositions minéralogiques dans le ciment. Les abréviations C, S, A et F sont explicitées dans le tableau 2.2.

Formulation	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	H ₂ O
Notation	C	S	A	F	\bar{S}	H
Formulation	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	CO ₂
Notation	M	K	N	T	P	\bar{C}

Tableau 2.2 – Notation des compositions chimiques du ciment Portland d'après Taylor [124]

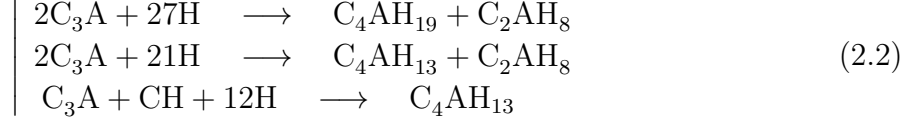
Les produits hydratés de la pâte de ciment sont obtenus lors de réactions entre les minéraux du clinker et l'eau. L'hydratation se poursuit longtemps après la prise du ciment (il s'agit le passage de la pâte de ciment de l'état de suspension à celui de solide). Pour le ciment standard ayant des compositions similaires à celles décrites dans le tableau 2.1, deux types d'hydratation peuvent être distingués :

- *Hydratation des silicates* : Il s'agit des réactions qui se produisent entre les silicates tricalciques (alite) ou bicalciques (belite) et l'eau. Elles conduisent donc aux produits principaux de l'hydratation du ciment car ces deux compositions occupent plus de 80% de la masse du ciment. Les réactions peuvent s'écrire :

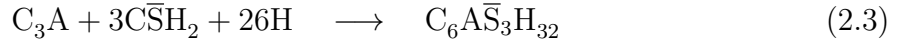


où CH est la portlandite et $\alpha_i, \beta_i, \gamma_i, \lambda_i$ ($i=1,2$) sont des paramètres qui varient en fonction de la stoechiométrie des silicates de calcium hydratés (abrégés par C-S-H ou par CSH dans (2.1)).

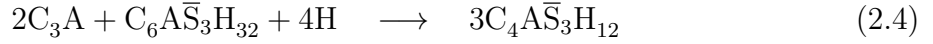
- *Hydratation des aluminates* : L'hydratation de l'aluminate (C_3A) et de la ferrite (C_4AF), dérivée d'aluminate, produit les aluminates de calcium et l'ettringite (respectivement notée AFm et AFt d'après [124]). Les phases AFm (ensemble des produits formés par les réactions (2.2)) sont obtenues à partir des réactions avec l'aluminate :



De plus, en présence de sulfate de calcium, l'AFt est obtenu par :



En outre, l'AFt peut produire un autre type de phase AFm selon la réaction (2.4) :



La ferrite réagit également avec l'eau, plus lentement que l'aluminate, formant les mêmes produits d'hydratation. Par exemple, la réactivité de la ferrite avec l'eau donne consécutivement : $C_2F \rightarrow C_6AF_2 \rightarrow C_4AF \rightarrow C_6A_2F$. Ensuite, la réaction entre C_6A_2F avec l'ion OH^- , présentée par [72], produit également C_4AH_{19} et C_2AH_8 .

2.1.2 Modèle multi-échelle de la pâte de ciment

Pour un matériau multi-échelle et multi-phasique comme la pâte de ciment, différentes tailles caractéristiques peuvent être déterminées à partir de sa microstructure. Chaque taille représente un niveau du modèle multi-échelle et doivent satisfaire la condition de séparation d'échelle définie par :

$$d_i \ll d_{i+1} \quad (2.5)$$

où $i=0, n-2$; n est le nombre de niveaux du modèle dont le premier est le niveau 0 ; d_i et d_{i+1} sont les tailles caractéristiques du niveau i et $i+1$.

Compte tenu de ce qui précède, un modèle de 3 niveaux microstructuraux pour la pâte de ciment est présenté par plusieurs auteurs [28, 130, 132]. La figure 2.1 présente ce modèle dont les 3 niveaux sont :

- **Niveau 0** : il s'agit du niveau de la plus petite échelle du modèle. La phase solide C-S-H est représentée à ce niveau à l'échelle nanométrique.
- **Niveau I** : il s'agit du niveau de la matrice C-S-H (aussi appelée gel C-S-H), comprenant les solides C-S-H et des pores. La taille caractéristique de ce niveau est de l'ordre du micron. C'est à cette échelle que les essais de nano-indentation seront effectués.
- **Niveau II** : le plus haut niveau du modèle est le niveau de la pâte de ciment. En plus de la matrice de C-S-H, on trouve également d'autres produits d'hydratation ainsi que le clinker non-hydraté.

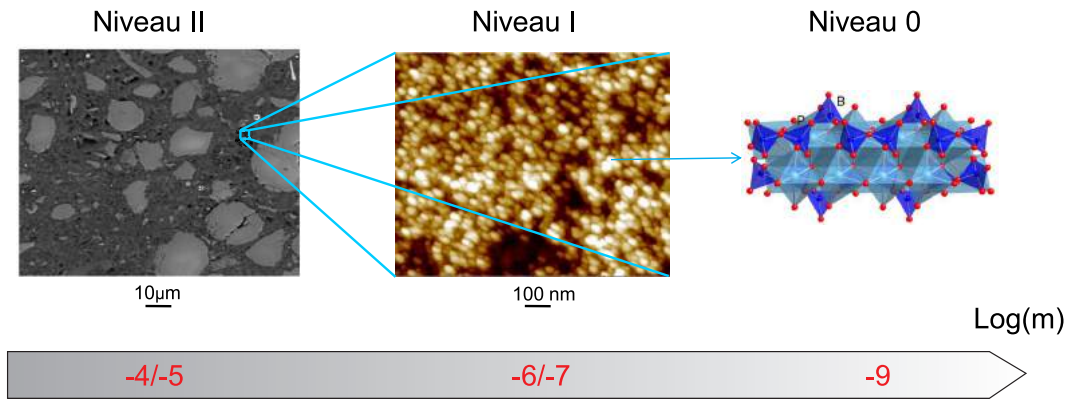


Figure 2.1 – Modèle des 3 niveaux microstructuraux de la pâte de ciment d’après [132]. Les images des niveaux II, I, 0 sont respectivement extraites de [86], [93] et [108].

2.1.3 Caractéristiques des phases du modèle multi-échelle

Nous présentons dans ce paragraphe une étude bibliographique plus détaillée concernant chaque niveau du modèle présenté précédemment. Les propriétés mécaniques ainsi que les propriétés structurales et morphologiques seront abordées.

2.1.3.1 Niveau 0 : Solide C-S-H

Structure atomique et stoechiométrie : La formule générale du solide, appelé solide C-S-H, est connue sous la forme $C_xS_yH_z$. Cependant, les valeurs de (x,y,z) , correspondant à la stoechiométrie du solide, ne sont pas fixées. Le rapport Ca/Si est couramment utilisé pour exprimer la composition du solide C-S-H. L’effet de ce rapport sur la structure moléculaire ainsi que sur des propriétés mécaniques du solide C-S-H est mis en évidence par [106]. Une grande variabilité de $Ca/Si = [0.44 - 2.5]$, en fonction de la nanostructure du solide C-S-H, a été mise en évidence par Richardson *et al.* [107–110]. En réalité, il existe différents modèles pour décrire cette nanostructure. La structure minéralogique la plus répandue est la tobermorite. Elle existe sous 3 formes caractéristiques qui se distinguent par leur espacement caractéristique de 9 Å, 11 Å et 14 Å (figure 2.2a pour un espacement de 14 Å), lié au rapport $Ca/Si = [0.67 - 1]$, d’après [50, 109]. Un second modèle de structure cristalline, la jennite (figure 2.2b), est proposé par [24, 93, 110, 111, 122, 123] pour décrire le solide C-S-H contenant un rapport fixe $Ca/Si = 1.5$.

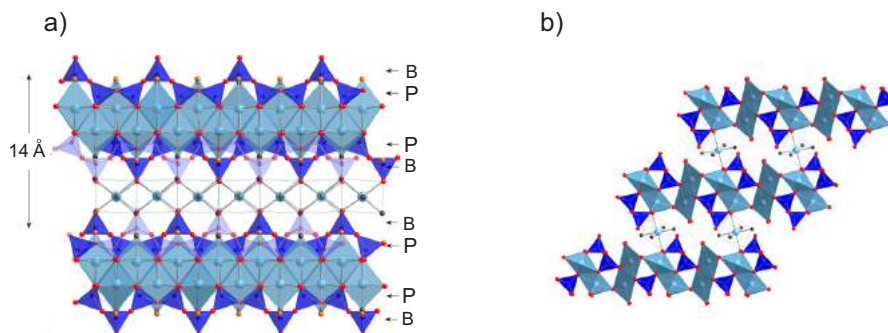


Figure 2.2 – Schéma montrant d’après [109] : a) les chaînes de “dreierketten” présents dans la tobermorite 14 Å (la structure cristalline donnée par [11]) et b) la structure cristalline pour la jennite par [12].

Propriétés mécaniques : Shahsavari *et al.* [117] ont déterminé par simulation atomistique le tenseur d'élasticité de la tobermorite et de la jennite, à partir duquel ils calculent leurs propriétés élastiques (voir le tableau 2.3). En effet, ces résultats montrent notamment l'influence de l'espacement caractéristique de la tobermorite ainsi que du rapport Ca/Si sur les propriétés élastiques.

Structures	Ca/Si=0.83 (9 Å)	Ca/Si=0.67 (11 Å)	Ca/Si=0.83 (14 Å)	Ca/Si=0.67 (11 Å)	Ca/Si=0.83 (11 Å)	Ca/Si=1 (11 Å)	Ca/Si=1.5 (-)
	(1)	(1)	(1)	(2)	(2)	(2)	(3)
k_s (GPa)	71.42	66.65	35.91	52.86	58.00	60.84	31.83
g_s (GPa)	37.18	32.03	20.61	29.81	32.56	35.97	21.96
m_s (GPa)	103.03	90.59	55.64	80.77	88.44	96.31	56.26
e_s (GPa)	95.06	82.82	51.90	75.23	82.29	90.14	53.55
ν_s	0.28	0.29	0.26	0.26	0.26	0.25	0.22

Tableau 2.3 – Propriétés élastiques moyennes, adaptées de [117], pour les structures : **(1)** la structure de Merlino [85] de la tobermorite, **(2)** la structure de Hamid [50] de la tobermorite et **(3)** la structure de la jennite. k_s , g_s , m_s , e_s et ν_s représentent respectivement le module d'élasticité isostatique, le module de cisaillement, le module d'indentation, le module d'Young et le coefficient de Poisson des structures.

Récemment, l'effet du rapport Ca/Si sur les propriétés mécaniques d'indentation du solide C-S-H a également été mis en évidence par l'étude d'Abdolhosseini Qomi *et al.* [106] par la simulation atomistique. La tendance des données acquises montre une diminution du module d'indentation m_s et de la dureté h_s avec l'augmentation de Ca/Si (figure 2.3). Les valeurs minimale et maximale de m_s sont de l'ordre de 60 GPa ($\text{Ca/Si} \geq 1.8$) et 100 GPa ($\text{Ca/Si} \approx 1$) lorsque la dureté varie entre 3 GPa et 9 GPa.

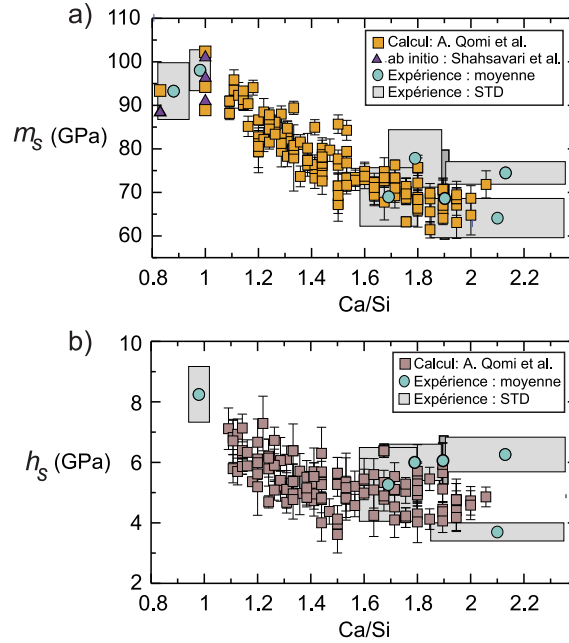


Figure 2.3 – Effet du rapport Ca/Si sur les propriétés mécaniques d'indentation du solide C-S-H à l'échelle nanométrique, d'après [106] : a) module d'indentation et b) dureté. A. Qomi *et al.* correspond à [106].

2.1.3.2 Niveau I : Matrice C-S-H

Morphologie de la matrice C-S-H : Les solides C-S-H au niveau 0 et un milieu poreux forment les différentes phases de la matrice C-S-H¹ au niveau I du modèle multi-échelle de la pâte de ciment. Tennis & Jennings [60,125] ont proposé deux phases C-S-H en fonction de leur densité, connues sous les noms de C-S-H de basse densité (LD C-S-H) et de C-S-H de haute densité (HD C-S-H). Parallèlement à cette classification, Richarson [108] distingue l'*inner* et *outer product* (Ip C-S-H et Op C-S-H respectivement) selon leur emplacement dans la pâte de ciment. Par ailleurs, Constantinides & Ulm [30] les a distingués les phases C-S-H_a et C-S-H_b (correspondant respectivement à LD et HD C-S-H) en fonction de leurs propriétés mécaniques obtenues par nano-indentation. D'après les auteurs, la formation de la phase C-S-H_a a lieu lors des premiers stades de l'hydratation dans des conditions d'eau saturée tandis que la phase C-S-H_b est formée à des stades ultérieurs, poussés par des processus de diffusion complexes qui favorisent un meilleur arrangement de particules pour une configuration plus dense que celle de C-S-H_a. En plus de ces deux phases, une troisième forme de la phase C-S-H, dont les propriétés mécaniques d'indentation (M,H) sont plus grandes que celles des phases LD et HD C-S-H, est mise en évidence par [87] et appelée C-S-H de haute rigidité. Elle est également désignée par Vandamme [132] sous le terme de C-S-H ultra-haute densité (UHD C(-S)-H). Dans le cas d'échantillons à faible rapport de gâchage ($e/c = 0.2$), Chen *et al.* [23] ont montré que cette phase était un nano-composite de HD C-S-H et CH.

Des micro-pores (< 2 nm) sont formés par l'espacement de couches intermédiaires à l'intérieur de la structure des phases C-S-H (d'après [84]). Parce qu'il est difficile de les observer directement à cette échelle, différents modèles ont été proposés pour les phases C-S-H. Deux types de structure connus sont la structure en feuillet et la structure de colloïde. Par exemple, en suggérant que des feuilles de C-S-H s'empilent en groupes de quelques couches d'épaisseur (figure 2.4), le modèle de type feuillet de Feldman & Sereda [42] suppose un espace intermédiaire variant entre 0.5 et 2.5 nm. En ce qui concerne le type colloïdal, Jennings [60,61] présente un modèle à deux échelles poreuses (figure 2.5) où, à l'échelle la plus grande, les deux phases LD et HD C-S-H sont constituées d'éléments de taille caractéristique de 5.6 nm, appelés globules. Un globule, assimilé au solide C-S-H du niveau 0, est lui même constitué de plusieurs blocs de base et de nano-porosités (18%). La différence entre les deux phases C-S-H est la porosité du milieu poreux : 37% pour le LD C-S-H et 24% pour le HD C-S-H.

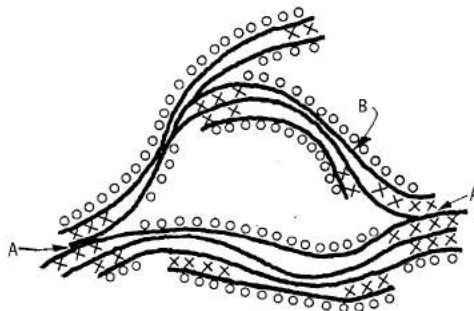


Figure 2.4 – Modèle simplifié pour le ciment Portland hydraté, d'après Feldman & Sereda [42], où A : adhérence entre les couches, B : feuillet de tobermorite, X : eau interfeuillet et O : eau absorbée physiquement.

1. A partir d'ici, les phases de la matrice C-S-H sont appelées, de façon plus concise, les phases C-S-H.

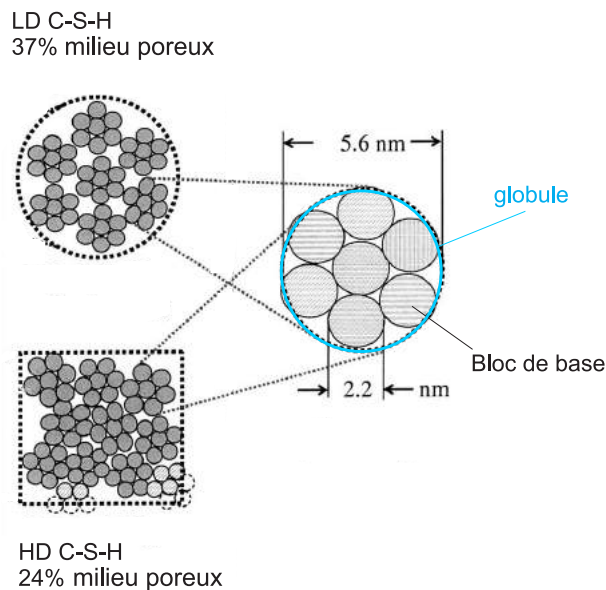


Figure 2.5 – Modèle de Jennings pour les deux types de C-S-H (adapté de Constantinides [28]).

Propriétés mécaniques : La technique de nano-indentation a été largement utilisée à cette échelle pour déterminer les propriétés mécaniques locales de la pâte de ciment. En effet, de nombreuses études (tableau 2.4) ont été effectuées pour obtenir le module d'indentation M et la dureté H , des phases C-S-H. En visualisant la zone indentée au microscope électronique à balayage (MEB), les études [23,59] ont donné des estimations des propriétés d'indentation pour les phases de *inner* et *outer product* dans la matrice C-S-H. La plupart des résultats ont sinon été obtenus par la technique de nano-indentation statistique (TNS) [131]. L'analyse statistique a alors été utilisée pour estimer les paramètres mécaniques de différentes phases par déconvolution à partir de très nombreuses valeurs obtenues par des essais de nano-indentation sur l'échantillon sollicité. Les résultats recensés dans la littérature sont résumés dans le tableau 2.4 ci-dessous. Les valeurs moyennes du module d'indentation M pour LD et HD C-S-H sont respectivement de [18.1 - 26.8] GPa et [29.1 - 36.1] GPa tandis que celles de la dureté H sont respectivement de [0.45 - 0.93] GPa et [0.83 - 1.27] GPa. Par ailleurs, une étude sur plusieurs échantillons de pâte de ciment dont le rapport de gâchage e/c varie de 0.15 à 0.4 a été effectué par Vandamme [132]. Les résultats obtenus sont similaires à ceux présentés dans le tableau 2.4. Les propriétés de UHD C(-S-)H ont également été estimées à $M = [41.0 - 54]$ GPa et $H = [1.15 - 2.35]$ GPa.

Échantillons	C-S-H	M (GPa)	H (GPa)	Méthode	Références
e/c = 0.42	Ca/Si<1	20 ± 2	0.8 ± 0.2	-	Acker [1]
	Ca/Si>1	31 ± 4	0.9 ± 0.3		
e/c = 0.45 1 mois dans l'eau	OP	25.74 ± 10.84	0.88 ± 0.36	NI/MEB	Hughes & Trtik [59]
	IP	22.97	0.88		
e/c = 0.2 1 an d'hydratation scellée	OP	≈ 44	≈ 1.3	NI/MEB	Chen <i>et al.</i> [23]
	IP/I	≈ 50	≈ 1.7		
e/c = 0.45 1 mois dans l'eau à 25°C	LS	22.89 ± 0.76	0.93 ± 0.11	NI/MEB	Mondal <i>et al.</i> [87]
	MS	31.16 ± 2.51	1.22 ± 0.07		
	HS	41.45 ± 1.75	1.43 ± 0.29		
e/c = 0.5	LD	21.7 ± 2.2	-	TNS	Constantinide & Ulm [30]
	HD	29.4 ± 2.4	-		
e/c = 0.35 28 jours dans l'eau à 20 ± 3°C	LD	23.4 ± 3.4	0.73 ± 0.15	TNS	Zhu <i>et al.</i> [144]
	HD	31.4 ± 2.1	1.27 ± 0.18		
e/c = 0.5 30 jours à 20°C	LD	18.1 ± 4	-	TNS	Jennings <i>et al.</i> [63]
	HD	31 ± 4	-		
e/c = 0.5 5 mois	LD	18.2 ± 4.2	0.45 ± 0.14	TNS	Constantinides & Ulm [31]
	HD	29.1 ± 4	0.83 ± 0.18		
e/c = 0.3	LD	23.7 ± 5.9	0.68 ± 0.18	TNS	Vandamme & Ulm [133]
	HD	36.1 ± 3.4	1.01 ± 0.16		
e/c = 0.4 7 jours	LD	26.84 ± 3.62	0.88 ± 0.13	TNS	Howind <i>et al.</i> [55]
	HD	32.92 ± 3.36	1.21 ± 0.2		
e/c = 0.4	LD	23.03 ± 4.48	0.561 ± 0.121	TNS	Vandamme & Ulm [134]
	HD	31.35 ± 3.84	0.812 ± 0.131		
e/c = 0.4	HP1	18.3 ± 8	0.45 ± 0.2	TNS	Hu <i>et al.</i> [57]
	HP2	31.7 ± 11.4	1.17 ± 0.46		
	HP3	39.2 ± 12.8	1.99 ± 0.71		

Tableau 2.4 – Résumé des propriétés mécaniques des phases C-S-H rapportées dans la littérature (valeur moyenne ± écart-type), adapté de [56] avec les notations suivantes : (LD,HD) = C-S-H de basse et de haute densité, (IP,OP) = *Inner product et Outer product*, IP/I = *Inner product avec interface*, (LS,MS,HS) = C-S-H de basse, de moyenne et de haute rigidité, (HP1,HP2,HP3) = produits d'hydratation 1, 2 et 3. NI/MEB : méthode d'analyse en couplant la technique de nano-indentation et le MEB et TNS : technique de nano-indentation statistique.

Proportion volumique des phases C-S-H : Dans le cas où seulement deux phases LD et HD C-S-H sont distinguées, leur fraction volumique peut s'écrire :

$$\begin{cases} V_{LD} = \frac{M_r M_t}{\rho_{LD}} \\ V_{HD} = \frac{M_t(1 - M_r)}{\rho_{HD}} \end{cases} \quad (2.6)$$

où ρ_{LD} et ρ_{HD} désignent respectivement la densité de LD et HD C-S-H et M_r est le rapport entre la masse de LD C-S-H et la masse totale M_t des phases C-S-H.

Tennis & Jennings [125] ont estimé expérimentalement la valeur M_r à :

$$M_r = 3.017 \frac{e}{c} \xi - 1.347 \xi + 0.538 \quad (2.7)$$

où e/c est le rapport de gâchage et ξ est le degré d'hydratation.

En utilisant la TNS pour la pâte de ciment Portland, Vandamme [135] a estimé la fraction volumique de trois phases C-S-H pour des échantillons ayant un rapport e/c différent (figure 2.6). Dans le cas d'un faible $e/c = 0.15$, la TNS montre un volume quasiment nul de LD C-S-H et la domination de UHD C(-S-)H. A partir de $e/c = 0.2$, la fraction volumique de LD C-S-H croît avec l'augmentation de e/c tandis que la tendance inverse est observée pour HD C-S-H. Concernant la phase UHD C(-S-)H, son volume occupé est à peu près constant (de l'ordre de 20%).

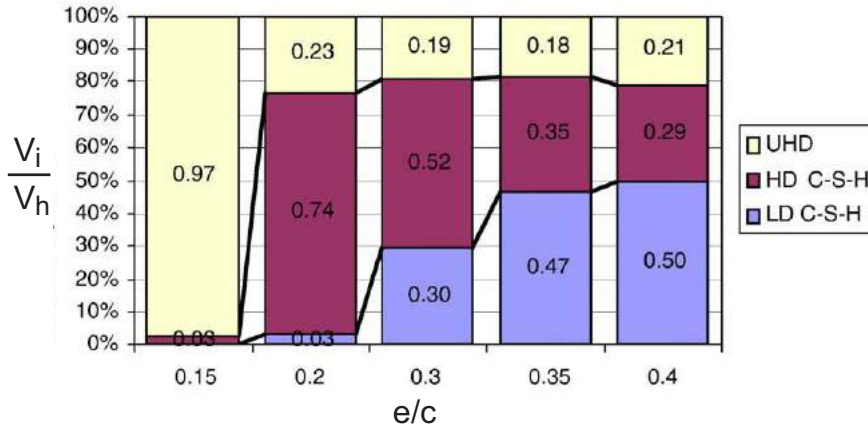


Figure 2.6 – Répartition de la fraction volumique des phases C-S-H pour les échantillons sans traitement thermique, d'après [135]. V_i est le volume de la phase i et V_h est la somme des V_i .

2.1.3.3 Niveau II : Pâte de ciment

Les phases principales de la pâte de ciment sont le clinker non-hydraté et les produits d'hydratation (matrice C-S-H, portlandite, aluminates de calcium AFm et ettringite AFt). La matrice C-S-H (niveau I) représente 50 à 60% du volume des solides constituant la pâte de ciment. Elle est donc la phase la plus importante qui domine les propriétés mécaniques de la pâte (d'après Mehta *et al.* [84]). Cependant, il est également important d'étudier les phases restantes de la pâte de ciment.

Clinker non-hydraté : En fonction de la quantité d'eau utilisée, une partie des grains de clinker dans le ciment peut rester non-hydraté après les réactions d'hydratation. L'étude expérimentale de Powers & Brownyard [104] sur des matériaux de pâte de ciment montre qu'une hydratation complète peut être attendue pour le rapport $e/c \geq 0.38$. Cette valeur peut aller jusqu'à $e/c = 0.44$ dans le cas d'un durcissement dans des conditions scellés. En outre, la couche de produits d'hydratation formée pendant les réactions sépare le noyau de la particule de clinker (qui n'a pas encore réagi) avec l'eau environnante. Plus cette couche s'épaissit, plus la vitesse d'hydratation ralentit. La taille initiale des particules de clinker est donc en relation inverse avec le degré d'hydratation, d'après Costoya Fernández [32]. Par conséquent, plus cette taille est grande, plus la taille finale des clinkers non-hydratés est grande.

Les propriétés mécaniques d'indentation des phases majeures de clinker ont notamment été mesurées par nano-indentation par Velez *et al.* [136] et sont rappelées dans le tableau 2.5.

Nom	Notation	M (GPa)	H (GPa)
Alite	C_3S	135 ± 7	8.7 ± 0.5
Belite	C_2S	130 ± 20	8 ± 1
Aluminate	C_3A	145 ± 10	10.8 ± 0.7
Ferrite	C_4AF	125 ± 25	9.5 ± 1.4

Tableau 2.5 – Propriétés mécaniques des constituants du clinker non-hydraté, d'après [136]

Portlandite CH : La portlandite est un des produits formés lors de l'hydratation des silicates dans le ciment (équation (2.1)). Elle occupe 20 à 25% du volume des solides dans la pâte hydratée [84]. C'est un composé avec une stoechiométrie définie $Ca(OH)_2$. Elle a tendance à former de grands cristaux avec une morphologie distinctive de forme prisme-hexagonale dont la taille dépend de plusieurs facteurs comme la température ou le temps d'hydratation et varie de quelques microns à plusieurs centaines de micromètres.

Plusieurs études dans la littérature ont été effectuées afin de déterminer les propriétés mécaniques de la portlandite. Les résultats sont rappelés dans le tableau 2.6.

M (GPa)	H (GPa)	Méthodes	Références
47.36 ± 3.51 (1)	-	DB	Monteiro [88]
39.45 ± 0.71 (2)	2.786	E	Beaudoin [8]
38 ± 5	1.2 ± 0.4	TNS	Constantinides & Ulm [30]
40.3 ± 4.2	1.31 ± 0.23	TNS	Constantinides & Ulm [31]

Tableau 2.6 – Résumé des propriétés mécaniques de la portlandite rapportées dans la littérature, mesurées par la diffusion Brillouin (DB), par l'extrapolation (E) ou par la technique de nano-indentation statistique (TNS). Nous recalculons les valeurs M : (1) à partir des propriétés élastiques obtenues par [88] et (2) à partir du module d'Young obtenu par [8] en prenant $\nu = 0.3 - 0.35$.

Aluminates de calcium (AFm) et ettringite (AFt) : Produits de l'hydratation des aluminates, les phase AFm et AFt occupent 15 à 20% du volume des solides dans la pâte hydratée [84]. Alors que l'ettringite (AFt) a souvent une forme distinctive d'aiguilles de longueurs

variables en fonction des conditions d'hydratation, les aluminates de calcium (AFm) forment des plaques hexagonales bien cristallisées de l'ordre du micromètre. Les informations concernant les propriétés mécaniques de ces produits dans la littérature restent très limitées, leur quantité dans la pâte de ciment étant la plus faible. Cependant, Zohdi *et al.* [145] ont déterminé les propriétés élastiques de l'ettringite par extrapolation de mesures expérimentales pour des échantillons de porosités différentes. Cette étude donne un module d'élasticité isostatique $K = 47.9$ GPa et un module de cisaillement $G = 19.9$ GPa.

Proportion volumique des phases : Le volume de chaque phase dans la pâte de ciment peut être déterminé grâce au modèle de Powers & Brownnyard [104] comme présenté sur figure 2.7.

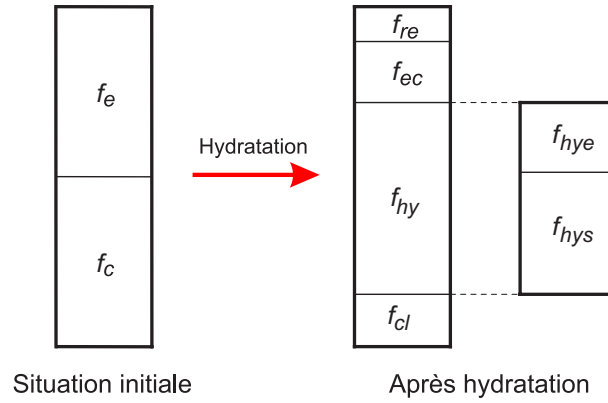


Figure 2.7 – Composition avant et après l'hydratation, d'après le modèle de [104].

Ce modèle donne, d'après [132], des relations empiriques pour calculer les fractions volumiques du retrait chimique f_{rc} , de l'eau capillaire f_{ec} , des produits d'hydratation f_{ph} (comporte le "hydratation-eau" f_{phe} et le "hydratation-solide" f_{phs}) et du clinker non-hydraté f_{cl} comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} a) f_{rc} = 0.2(1-p)\xi \\ b) f_{ec} = p - 1.32(1-p)\xi \\ c) f_{ph} = 2.12(1-p)\xi \\ d) f_{phe} = 0.6(1-p)\xi \\ e) f_{phs} = 1.52(1-p)\xi \\ f) f_{cl} = (1-p)(1-\xi) \end{array} \right. \quad (2.8)$$

où ξ et p sont respectivement le degré d'hydratation du clinker et la porosité initiale, qui sont calculés par :

$$\left\{ \begin{array}{l} a) \xi = \frac{m_{cl,hy}}{m_0} \\ b) p = \frac{e/c}{e/c + \rho_e/\rho_{ck}} \end{array} \right. \quad (2.9)$$

où $m_{cl,hy}$ et m_0 sont respectivement la masse du clinker hydraté et du clinker initial, ρ_{ck} et $\rho_e = 1$ g/cm³ sont respectivement la masse volumique du clinker et de l'eau.

Le modèle de Powers & Brownyard est le premier qui étudie systématiquement la réaction entre le ciment et l'eau ainsi que la formation de la pâte de ciment [17]. Cependant, il présente des limites puisque, d'une part, il ne comporte qu'une seule phase générale pour tous les produits d'hydratation et, d'autre part, il n'examine pas les compositions minéralogiques du ciment. Un modèle plus complet pour prévoir quantitativement le volume des phases principales de la pâte de ciment hydratées est proposé par Jennings & Tennis [62]. Ce modèle prend en compte non seulement le degré d'hydratation et le rapport e/c mais aussi les compositions minéralogiques du ciment (C_3S , C_2S , C_3A , et C_4AF).

2.2 Préparation des échantillons

L'objectif de cette préparation est d'obtenir des échantillons assurant au mieux la condition idéale pour un essai de nano-indentation à l'aide des équipements expérimentaux présentés en détails dans l'annexe A. Étant donné que cette condition consiste à faire pénétrer perpendiculairement l'indenteur dans l'échantillon dont la surface est parfaitement lisse, il est primordial d'assurer, d'une part, le parallélisme des faces (inférieures et supérieures) et, d'autre part, une surface supérieure lisse.

2.2.1 Échantillons d'essai

Matériau : Les échantillons de pâte de ciment utilisés dans cette étude ont été fabriqués en 2011 dans le cadre de la thèse de Zhang [141]. Ils ont été réalisés à partir du ciment Portland (classe CEM I 52.5) dont les deux clinkers viennent de Saint Vigor ou de Saint-Pierre-la-Cour. Une petite quantité de fumée de silice² est également ajoutée dans la formulation du mélange de quelques échantillons. Les compositions chimiques des clinkers et de la fumée de silice sont présentées dans le tableau 2.7 et leurs propriétés physiques sont fournies dans le tableau 2.8. La proportion des phases principales dans les clinkers sont également données dans le tableau 2.9. En comparant les estimations pour les deux ciments, on remarque une proportion identique de la phase majeure C_3S mais des proportions différentes pour les phases restantes, notamment le C_3A .

	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	PAF (*)
Ciment SV (1)	64.76	20.87	3.58	4.45	2.45	1.06
Ciment LC (2)	63.94	20.06	4.93	2.86	3.67	1.45
Fumée de silice	-	93.31	-	-	-	3.43

Tableau 2.7 – Pourcentage en masse de composants chimiques dans les clinkers et dans la fumée de silice, adapté de Zhang [141]. Seuls les composants dont les pourcentages en masse sont supérieurs à 1% pour les clinkers et à 3% pour la fumée de silice, sont donnés. (*) perte au feu ; (1) ciment de Saint Vigor et (2) ciment de Saint-Pierre-la-Cour.

2. La fumée de silice un matériau cimentaire supplémentaire dont les particules de très petite taille sont essentiellement des amorphes SiO_2 . Elle est ajoutée en petites quantités (5 à 10%) dans la pratique afin d'améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité du béton. De plus, à l'échelle micrométrique, ce matériau peut non seulement réagir avec la portlandite pour produire des C-S-H, mais aussi modifier la microstructure de la pâte de ciment grâce à sa petite taille (d'après Muller *et al.* [91]).

	Surface spécifique (m ² /g)	Densité (g/cm ³)
Ciment SV	0.35	3.18
Ciment LC	0.45	3.11
Fumée de silice	21.3	-

Tableau 2.8 – Propriétés physiques des clinkers et de la fumée de silice, adapté de [141].

	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	gypse (*)
Ciment SV	60.0	22.4	1.20	12.9	1.30
Ciment LC	59.9	17.6	7.40	9.40	0.30

Tableau 2.9 – Proportion des phases principales dans les clinkers, adapté de [141]. (*) le gypse est une espèce minérale composée de sulfate dihydraté de calcium de formule CaSO₄.2H₂O.

Fabrication d'échantillons : Les échantillons sont de forme cylindrique de 20 mm de diamètre et de 160 mm de hauteur (figure 2.8). Différents types d'échantillons se distinguent par le type de clinker utilisé, par le rapport de gâchage e/c et par le rapport en masse de la fumée de silice et du clinker s/c. Quelques échantillons contiennent également un super-plastifiant afin de faciliter la fabrication. La formulation des mélanges pour chaque échantillon est détaillée dans le tableau 2.10. La dénomination des échantillons est identique à celle utilisée par Le Roy [75], qui est sous la forme PX-YZ où P signifie pâte de ciment, X désigne le rapport e/c (en %), Y désigne le rapport s/c (en %) et Z = SV si le ciment vient de Saint Vigor et Z = LC dans le cas contraire. Sur les 7 échantillons étudiés, un seul est fabriqué à partir de ciment de Saint-Pierre-la-Cour (P38-0LC). Parmi les 6 échantillons restants, trois contiennent de la fumée de silice.



Figure 2.8 – Photo des 7 échantillons utilisés dans cette étude. Certains échantillons ont déjà été utilisés dans la thèse de Zhang, leur hauteur est donc inférieure à 160 mm.

En ce qui concerne la procédure de fabrication des échantillons, les matières premières solides, l'eau et un tiers du super-plastifiant ont d'abord été mélangés pendant 3 minutes. Puis, le super-plastifiant restant a été ajouté et l'on a mélangé pendant encore 2 minutes. Enfin, le mélange a été versé dans des moules avant d'être vibré sur une table de vibration afin d'évacuer des bulles de gaz incorporées. Les échantillons ont été démoulés 1 jour après le mélange et enveloppés dans deux couches de papier d'aluminium autocollant.

Échantillons	Ciments	e/c	s/c	p/c (%)
P28-0SV	SV	0.28	0.0	1.5
P38-0SV	SV	0.38	0.0	0.0
P50-0SV	SV	0.50	0.0	0.0
P28-10SV	SV	0.28	0.1	1.5
P33-10SV	SV	0.33	0.1	1.5
P38-10SV	SV	0.38	0.1	1.5
P38-0LC	LC	0.38	0.0	1.5

Tableau 2.10 – Formulations de mélange des échantillons de pâte de ciment, adapté de [141]. e/c : rapport (eau/ciment) en masse, s/c : rapport (fumée de silice/ciment) en masse et p/c : rapport entre le super-plastifiant et le ciment.

2.2.2 Parallélisme et planéité

Le but de cette section est d’obtenir des échantillons aux dimensions adéquates pour effectuer le prépolissage et le polissage fin ainsi que les essais de nano-indentation en respectant les conditions de parallélisme et de planéité. Pour cela, les 3 étapes suivantes ont été effectuées :

- **Découpe** : Des échantillons d’environ 20 mm de long ont été coupés avec la tronçonneuse Secotom-15 (voir annexe §A.4) en utilisant la meule en diamant et le liquide spécial de refroidissement (condition sans eau). En effet, la hauteur maximale conseillée pour obtenir une bonne planéité lors de l’utilisation du porte-échantillons à pression individuelle (porte-échantillon II, annexe §A.3) est de 21 mm pour un échantillon de 30 mm de diamètre.
- **Enrobage** : Le diamètre des échantillons initiaux (20 mm) est plus petit que celui demandé lors de l’utilisation du porte-échantillons à pression individuelle (30 mm, voir figure 2.9d) qui sera utilisé pour le prépolissage et le polissage fin. Les échantillons ont donc été enrobés à froid par une résine à base d’époxy (EpoFix, Struers) dans des moules de 30 mm de diamètre.
- **Polissage plan** : Les échantillons sont fixés dans le porte échantillon à pression centrale (porte-échantillons I, annexe §A.3) comme présenté sur la figure 2.9b. Chacune des deux surfaces sont polies à grande vitesse avec un papier abrasif grossier (SiC Foil #220) afin d’enlever la couche superficielle endommagée par le tronçonnage et imprégnée de résine. Nous avons choisi la même vitesse de rotation pour le disque et la tête de la polisseuse (150 tr/min), qui tournent en sens inverse. En fonction de l’état initial de surface des échantillons, le temps de polissage (de l’ordre de minutes) ainsi que l’épaisseur enlevée des deux surfaces peut varier légèrement. Enfin, les échantillons sont nettoyés dans un bain d’alcool à ultrasons³ pendant 5 minutes et ils sont ensuite séchés dans un courant d’air froid avant de passer à l’étape suivante. Un exemple d’échantillon obtenu ainsi que son état dans les porte-échantillons et dans la polisseuse est présenté sur la figure 2.9.

3. Lors de l’utilisation du bain à ultrasons, les échantillons sont placées dans un petit cristalliseur contenant de l’isopropanol qui est placé dans l’appareil de nettoyage aux ultrasons contenant de l’eau. La machine équipée au laboratoire Navier est la *BRANSONIC 200* dont la fréquence est de 46 kHz.

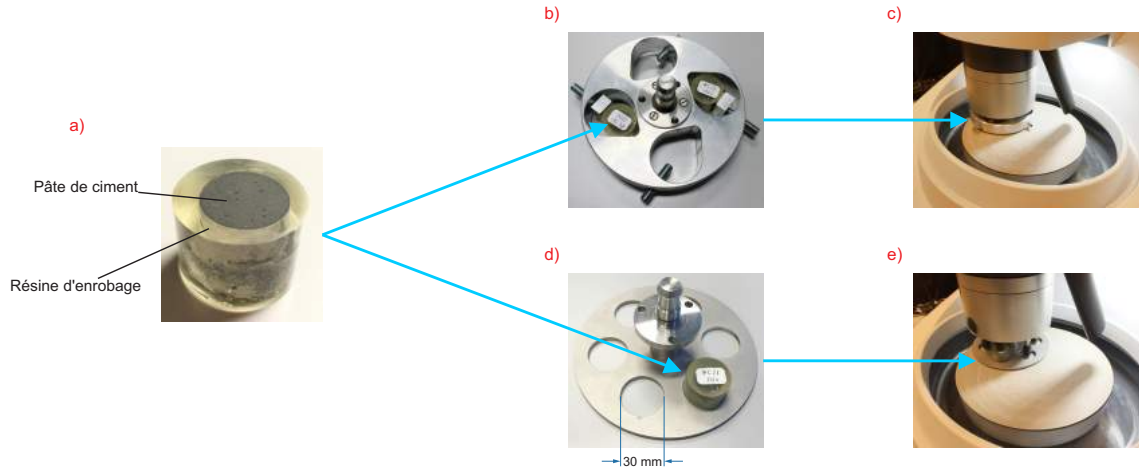


Figure 2.9 – a) exemple d'un échantillon de pâte de ciment enrobé, b) échantillon fixé dans le porte-échantillons à pression centrale, c) porte-échantillons à pression centrale mis dans la polisseuse, d) échantillon mis dans le porte-échantillons à pression individuelle et e) porte-échantillons à pression individuelle mis dans la polisseuse.

2.2.3 Critère de rugosité

2.2.3.1 Critère pour la pâte de ciment

Dans le but de trouver un critère de rugosité de surface pour la pâte de ciment lors de l'utilisation de la technique TNS, Miller *et al.* [86] ont montré l'évolution des propriétés mécaniques obtenues par TNS en fonction de la rugosité de la surface. Les auteurs concluent que la moyenne quadratique de la rugosité de l'échantillon, mesurée sur une zone carrée dont les bords sont 200 fois plus grands que la profondeur de pénétration moyenne de la phase dominante du matériau, doit être inférieure à un cinquième de cette profondeur. Autrement dit, ce critère sur la rugosité quadratique moyenne $R_q^{l \times l}$ peut s'écrire :

$$\left(R_q^{l \times l} = \sqrt{\frac{1}{N^2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N z_{ij}^2} \right)^{l=200\bar{h}} \leq \frac{\bar{h}}{5} \quad (2.10)$$

où N est le nombre de points de mesure contenus dans un bord de la zone de côté l , z_{ij} est la hauteur à la position (i,j) à partir du plan moyen et \bar{h} est la profondeur de pénétration moyenne de la phase dominante du matériau.

Ce critère a beaucoup été utilisé après sa publication dans d'autres études [23, 34, 132–134] sur la pâte de ciment. Dans le cadre de notre étude, une procédure de polissage sera développée afin que la rugosité de surface des échantillons satisfasse ce critère.

2.2.3.2 Procédure de polissage

Afin d'obtenir une surface suffisamment lisse pour les essais de nano-indentation, plusieurs auteurs [30, 31, 55, 59, 63, 87, 144] décrivent une procédure contenant plusieurs étapes de polissage dont les dernières nécessitent l'utilisation des suspensions diamantées dont la taille peut varier. Nous développerons ici une procédure de polissage optimale à partir de papiers abrasifs (SiC Foil #1200, #2000 et #4000) et des suspensions diamantées (3 μm et 1 μm) présentés en annexe §A.3. Le porte-échantillon à pression individuelle sera utilisé dans cette procédure.

La qualité de l'état de surface dépend également de différents paramètres du polissage qu'il reste à optimiser :

- **Vitesse de rotation V_r** : On unifie les vitesses du disque et de la tête de la polisseuse en prenant la même valeur V_r pour eux. Des vitesses lentes sont prévues pour le polissage diamant afin de minimiser la perturbation de la surface de l'échantillon (d'après Miller *et al.* [86]).
- **Force appliquée F** : Une force trop élevée peut provoquer des dommages mécaniques et thermiques dus à la friction au contact entre l'échantillon et le disque de polissage. Au contraire, une force trop faible peut entraîner un temps de polissage trop long.
- **Temps de polissage t_p** : Classiquement, le prépolissage fin (avec papiers abrasifs SiC Foil) est réalisé pendant un temps relativement court (1 à 2 minutes). Le polissage fin (avec suspensions diamantées) peut au contraire durer beaucoup plus longtemps (jusqu'à obtenir l'état de surface désiré), notamment à cause de la faible vitesse V_r et en fonction de la force F .

La procédure décrite dans le tableau 2.11 a été retenue pour préparer la surface des échantillons. Ces paramètres de certaines étapes seront optimisés pour obtenir la rugosité visée. Plus précisément, les paramètres à optimiser sont : la force F pour tous les étapes de polissage, la vitesse V_r pour les polissages avec suspension diamantée et le temps t_p correspondant à l'utilisation de la suspension 1 μm .

Étape	Abrasif	Support	Force (N)	Vitesse (tr/min)	t_p (min)	Lub
PF	#1200		F	150	1	Non
PF	#2000		F	150	1	Non
PF	#4000		F	100	2	Non
PD	3 μm	MD-Dur 1	F	V_r	10	Oui
PD	1 μm	MD-Dur 2	F	V_r	t_p	Oui

Tableau 2.11 – Détail de la procédure de polissage examinée où PF : prépolissage fin avec les papiers abrasifs, PD : polissage fin avec suspensions diamantées et Lub : lubrifiant.

2.2.3.3 Détermination des paramètres de polissage

La microscopie à force atomique (AFM) est une technique couramment utilisée pour caractériser la topologie de surface d'un échantillon à de très petites échelles comme celle considérée ici. Cependant, cet équipement n'a été installé au laboratoire qu'en Février 2015. Une technique préliminaire utilisant la nano-indentation a donc été utilisée pour optimiser la procédure de polissage, qui a ensuite été validée par AFM.

1) Détermination par méthode par nano-indentation

Estimation de la rugosité : La rugosité de la surface peut être estimée à partir du déplacement mesuré aux points de contact (entre l'indenteur et la surface du matériau) d'une grille d'indentation. La figure 2.10 présente un exemple de la grille d'indentation de type 5x5 (25 indentations) et une coupe verticale de cette grille.

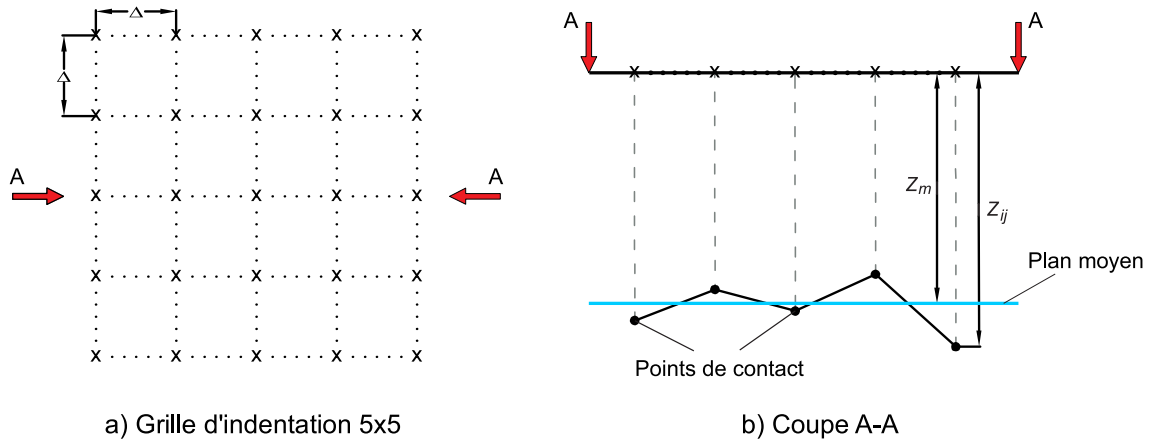


Figure 2.10 – Description de la grille d'indentation 5x5 et d'une coupe verticale de la grille.

Avec les conventions sur la figure 2.10, la rugosité quadratique moyenne R_q pour une grille de type $m \times n$ est calculée par :

$$R_q^{m \times n} = \sqrt{\frac{1}{m \times n} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (Z_m - Z_{ij})^2} \quad (2.11)$$

où m et n sont respectivement le nombre d'indentations par ligne et par colonne de la grille d'indentation, Z_m et Z_{ij} sont respectivement la profondeur du plan moyen et celle mesurée à chaque point de contact (i,j) , le plan moyen étant déterminé à partir des profondeurs mesurées pour tous les points de contact.

D'après le critère de rugosité (équation (2.10)), le côté de la grille doit être égal à 200 fois la profondeur d'indentation moyenne \bar{h} des essais de nano-indentation réalisés. Ainsi, pour la profondeur de 200 nm choisie (voir §2.3.3.1), la mesure sera effectuée sur une grille de $40 \times 40 \mu\text{m}^2$. Cette grille sera composée de 8×8 (64) indentations avec un espacement Δ entre deux indentations contiguës de $5 \mu\text{m}$. Bien que cette méthode soit moins fine qu'une mesure AFM, elle permet d'obtenir une estimation de la rugosité suffisamment précise pour estimer l'effet des paramètres de polissage.

Zones indentées : La présence de micro-pores dans les phases hydratées de la pâte de ciment pourrait fausser la mesure pour certains points de contact. Compte-tenu du faible nombre de points de mesure contenus dans une grille, il a été choisi d'effectuer la grille d'indentation sur la phase de clinker non-hydraté qui peut être considérée homogène à l'échelle des essais d'indentation (figure 2.11). L'échantillon P28-0SV (dit échantillon de référence) est choisi pour étudier la procédure de polissage car cet échantillon présente le plus petit rapport e/c. Il contient donc une part importante de clinker non-hydraté (et avec les surfaces les plus importantes) et présente les conditions les plus défavorables au polissage (contraste de dureté).

Paramètres testés : Différentes vitesses de rotation et forces d'appui (toutes peu élevées) ont été testées et sont rassemblées dans le tableau 2.12. La vitesse de rotation de la tête V_t est identique à celle de la disque V_d sauf pour $V_d = 40 \text{ tr/min}$ où $V_t = 50 \text{ tr/min}$. Pour chaque couple de paramètre $[F, V_d]$, on mesurera l'évolution de la rugosité au cours du polissage pour choisir le temps t_p optimisé.

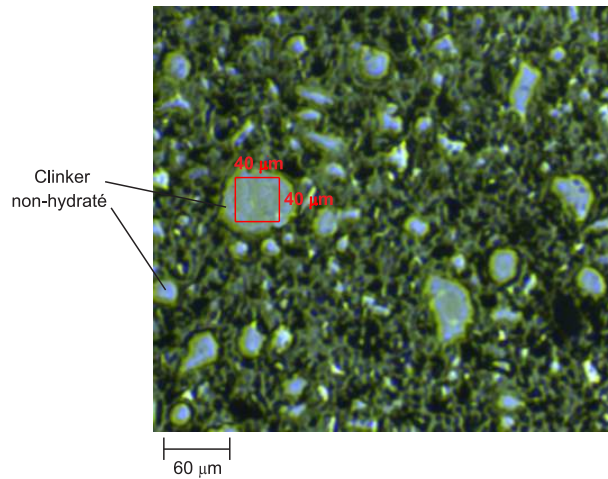


Figure 2.11 – Image de la microstructure de la pâte de ciment obtenue par le microscope optique en utilisant l’objectif x5.

Paramètres	I-a	I-b	I-c	II-a	II-b	II-c	III-a	III-b	III-c
F (N)	10	10	10	20	20	20	30	30	30
V_d (tr/min)	80	60	40	80	60	40	80	60	40
V_t (tr/min)	80	60	50	80	60	50	80	60	50

Tableau 2.12 – Dénomination des paramètres de polissage

Résultats obtenus : Les courbes présentant l’évolution de la rugosité quadratique moyenne estimée sur une grille de $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ en fonction du temps de polissage sont présentées sur la figure 2.12. L’objectif étant d’obtenir la rugosité minimale pour un temps de polissage t_p minimal, la procédure se termine lorsque la rugosité mesurée par le dernier pas de temps est supérieure ou égale à celle du pas précédent. En conséquence, la valeur minimale de la rugosité pour un échantillon est mesurée lors de l’avant dernier pas de mesure. La plus faible rugosité (27 nm) est obtenue avec les paramètres II-b et III-b après 90 min de polissage avec la suspension de $1 \mu\text{m}$. La rugosité obtenue avec les paramètres III-b étant toujours plus petite que celle obtenue avec les paramètres II-b dès 30 min de polissage jusqu’à 90 min de polissage, nous choisissons donc la procédure de polissage présentée dans le tableau 2.12 avec les paramètres III-b ($F = 30\text{N}$, $V_d = 60 \text{tr/min}$) pour les études suivantes.

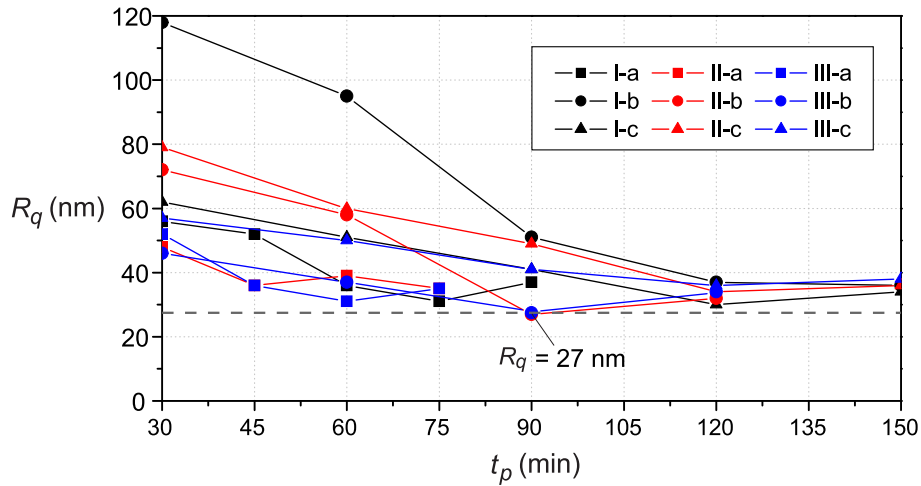


Figure 2.12 – Évolution de la rugosité quadratique moyenne en fonction du temps de polissage pour les 9 couples de paramètres de polissage pour la grille $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ ($8 \times 8 = 64$ indentations). Chaque point sur les courbes correspond à un point de mesure.

2) Validation par AFM

L'AFM permet d'effectuer des mesures à très haute résolution. Cette technique a été utilisée pour valider la méthode par nano-indentation ainsi que la procédure de polissage III-b ci-dessus.

Validité de la méthode par nano-indentation : Différentes mesures ont été effectuées par AFM sur la même zone de clinker (taille $40 \times 40 \mu\text{m}^2$) en faisant varier la résolution (figure 2.13). La rugosité R_q mesurée converge vers une valeur stable de $24.8 \pm 0.1 \text{ nm}$ à partir de la résolution 64×64 pixels ($N = 64$). L'écart observé avec la mesure effectuée par nano-indentation est donc faible (7%). De plus, à la résolution équivalente (8×8 pixels), les mesures effectuées par AFM ($R_q = 26.6 \text{ nm}$) et par nano-indentation ($R_q = 27 \text{ nm}$) sont très proches.

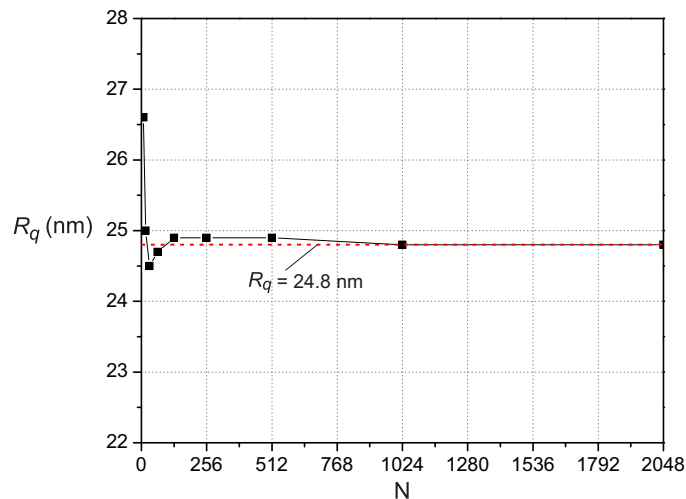


Figure 2.13 – Influence de la résolution du balayage sur la rugosité. N désigne le nombre des points de mesure par AFM sur un côté d'une zone de mesure de $40 \times 40 \mu\text{m}^2$.

Validité des paramètres III-b : Afin de valider le choix des paramètres III-b déterminés par la méthode par nano-indentation, des mesures de rugosité en fonction du temps de polissage

ont été effectuées par AFM à la dernière étape de la procédure de polissage (avec la suspension diamantée 1 μm). Le balayage est à présent effectué sur une zone quelconque de la surface de l'échantillon qui comprend non seulement le clinker non-hydraté mais aussi des produits d'hydratation de la pâte de ciment. Nous avons choisi des zones présentant le moins possible de pores capillaires qui perturbent la détermination de la rugosité R_q (par exemple, la zone rouge sur la figure 2.14). Les zones poreuses⁴ contenues dans la zone de mesure seront éliminées dans le calcul de R_q .

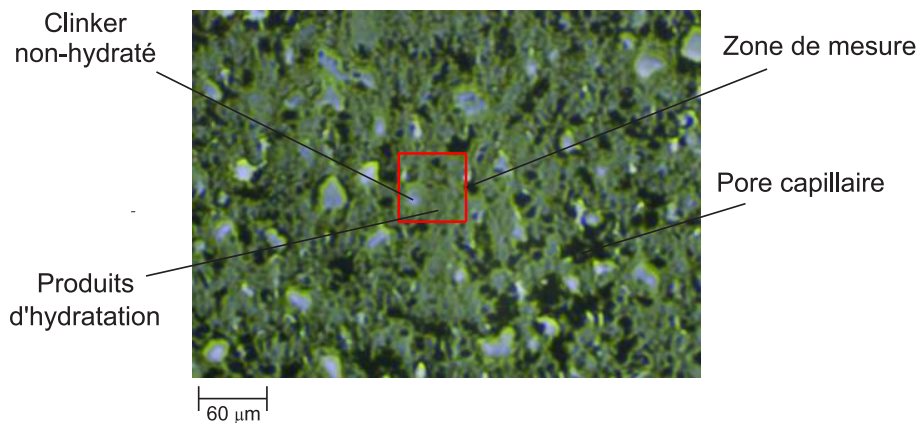


Figure 2.14 – Exemple d'une zone choisie pour la mesure par AFM.

Les essais de nano-indentation seront principalement effectués pour une profondeur d'indentation de 200 nm. Cependant, des mesures seront également effectuées à 100 nm et à 300 nm afin d'estimer l'influence de la profondeur d'indentation. La résolution maximale de balayage 2048x2048 pixels sur une zone de taille de 60x60 μm^2 (correspondant à $h_m = 300$ nm) a donc été choisie. La rugosité a également été mesurée sur deux zones de 40x40 μm^2 et 20x20 μm^2 , extraites⁵ de la zone initiale. Ces mesures ont été effectuées tous les 30 minutes lors de la dernière phase de polissage avec la suspension diamantée de taille 1 μm .

Trois zones différentes de 60x60 μm^2 de la surface de l'échantillon ont été étudiées. Pour chaque zone, l'évolution de la rugosité en fonction du temps de polissage est présentée pour les trois tailles de balayage (figure 2.15). Ainsi nous confirmons que la rugosité la plus faible est obtenue après 90 minutes de polissage pour les trois zones étudiées. Par ailleurs, la rugosité mesurée diminue avec la taille de la zone de mesure. Sur la figure 2.16, nous présentons une mesure par AFM pour une zone de 40x40 μm^2 (zone 2) après 90 minutes de polissage. La rugosité R_q mesurée (en ne tenant pas compte de la zone rouge, agrandie sur la figure 2.16a, dont la profondeur est supérieure à 0.5 μm) est de 31.8 nm.

4. Ces zones sont déterminées si la profondeur est plus grande de 0.5 μm .

5. Ces zones extraites de la zone 60x60 μm^2 ont été choisies pour contenir le moins de pores capillaires possible (figure 2.14).

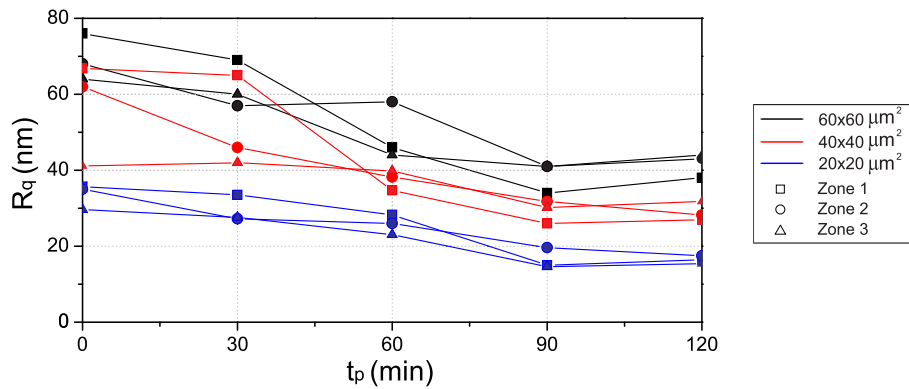


Figure 2.15 – Évolution de la rugosité quadratique moyenne en fonction du temps de polissage (à $1 \mu\text{m}$). Les 3 zones de mesure contiennent 3 tailles de balayage : a) $60 \times 60 \mu\text{m}^2$ (2048×2048 pixels) ; b) $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ (1365×1365 pixels) et c) $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ (683×683 pixels). Chaque point sur les courbes correspond à un point de mesure.

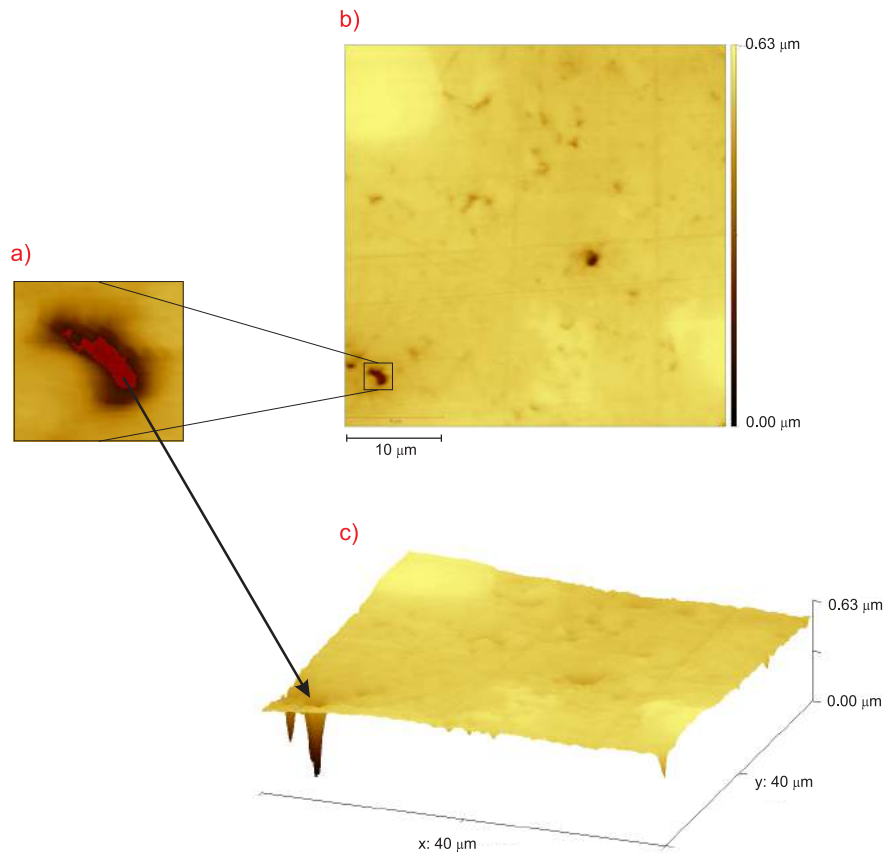


Figure 2.16 – Image de la mesure par AFM pour la taille $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ de la zone 2 après 90 minutes de polissage (suspension diamantée $1 \mu\text{m}$). Les figures (b) et (c) présentent respectivement les vues en 2D et 3D tandis que la figure (a) présente un agrandissement de la zone dont la profondeur est supérieure à $0.5 \mu\text{m}$.

Les valeurs moyennes de la rugosité (à $t_p = 90 \text{ min}$) sont répertoriées dans le tableau 2.13. Les rugosités maximales requises sont également reportées selon le critère de Miller *et al.* présenté précédemment (équation (2.10)). Le critère de rugosité est donc respecté.

Taille	l (μm)	h (nm)	R_q demandée (nm)	R_q mesurée (nm)
1	60	300	≤ 60	37.5 ± 3.5
2	40	200	≤ 40	28.9 ± 2.9
3	20	100	≤ 20	17.1 ± 2.5

Tableau 2.13 – Vérification de la rugosité R_q obtenue par les mesures d’AFM pour les trois tailles de balayage dont la longueur du bord l est de 60, 40 et 20 μm .

La procédure finale utilisée pour préparer des échantillons pour les essais de nano-indentation est donc validée et récapitulée dans le tableau 2.14.

Étape	Abrasif	Support	Force (N)	Vitesse (tr/min)	t_p (min)	Lub
PF	#1200		30	150	1	Non
PF	#2000		30	150	1	Non
PF	#4000		30	100	2	Non
PD	3 μm	MD-Dur 1	30	60	10	Oui
PD	1 μm	MD-Dur 2	30	60	90	Oui

Tableau 2.14 – Procédure optimale de polissage.

Des mesures similaires par AFM ont été effectuées sur les autres échantillons afin de vérifier le critère de rugosité de Miller *et al.*, sur une zone de $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ (1365x1365 pixels). Le critère de rugosité $R_q \leq 40$ nm (voir tableau 2.15) est donc respecté pour chaque échantillon.

Échantillon	P28-0SV	P38-0SV	P50-0SV	P28-10SV	P33-10SV	P38-10SV	P38-0LC
R_q (nm)	28.9	28.6	32.5	34.8	24.5	30.0	36.0

Tableau 2.15 – Rugosité R_q obtenue par AFM sur une zone de $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ pour tous les échantillons étudiés.

2.3 Essais de nano-indentation

Des essais de nano-indentation seront effectués à la surface des échantillons de pâte de ciment afin d’obtenir des propriétés d’indentation des phases C-S-H au niveau I du modèle multi-échelle §2.1.2. Pour déterminer ses propriétés, la technique de nano-indentation statistique (TNS) sera utilisée, nécessitant une technique de déconvolution afin d’analyser les nombreuses valeurs obtenues par les essais effectués sous forme de grille d’indentation.

2.3.1 Grille d’indentation pour matériaux hétérogènes

A la différence des matériaux homogènes, les propriétés mécaniques des phases d’un matériau hétérogène ne peuvent pas être déterminées par un seul essai d’indentation si l’on ne connaît pas la phase exacte sur laquelle on indente. De plus, dans le cas où l’indenteur pénètre dans une zone à l’interface entre plusieurs phases, le résultat ne permet pas de caractériser une phase unique. Dans ce contexte, il est exigé d’effectuer un grand nombre d’essais d’indentation sur

une zone quelconque de la surface de l'échantillon. Ces essais sont distribués sous la forme d'une grille dans la littérature [29].

Les paramètres principaux de la grille d'indentation sont constitués des paramètres d'indentation, identiques pour chaque essai d'indentation, et des paramètres géométriques de la grille (taille $L_{g1} \times L_{g2}$ et espacement entre chaque indentation Δ). La figure 2.17 présente une grille d'indentation illustrant le cas où $h \ll D$ où D est l'échelle de longueur caractéristique des hétérogénéités de la microstructure. Le choix de la profondeur d'indentation par rapport à la taille des hétérogénéités est crucial pour identifier correctement leurs propriétés mécaniques.

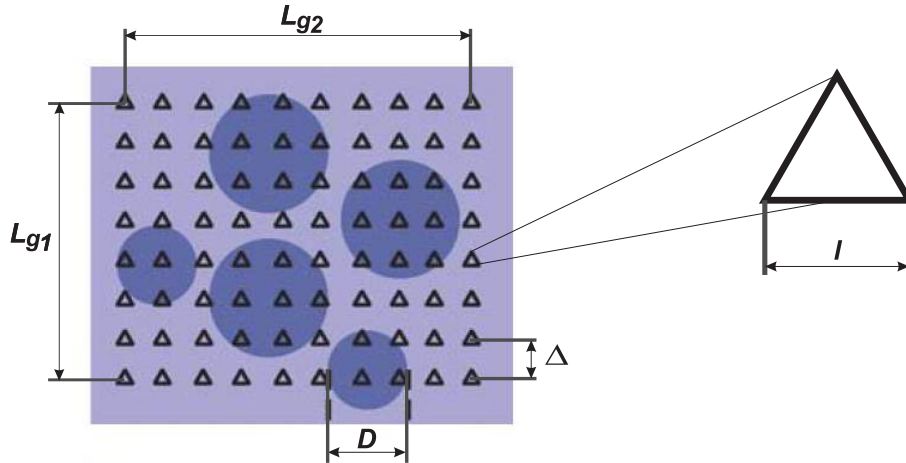


Figure 2.17 – Description d'une grille d'indentation pour matériaux hétérogènes (adapté de [29]). La valeur l est fonction de la profondeur d'indentation h (pour la pointe Berkovich : $l = 2\sqrt{3} \tan(65.3)h \approx 7.53h$).

2.3.2 Technique de déconvolution

Un ensemble de caractéristiques mécaniques (module d'indentation, dureté, propriétés de fluage ...) peut être obtenues après les essais de la grille d'indentation. A partir de ces valeurs, les propriétés de chaque phase peuvent être quantifiées par déconvolution des données hétérogènes en identifiant leur distribution statistique. Historiquement, la technique de déconvolution a d'abord été utilisée pour analyser des essais d'indentation dans les études de Constantinides *et al.* [28, 29]. Elle est réalisée manuellement en ajustant un certain nombre de fonctions de densité de probabilité (PDF) à la distribution expérimentale en faisant l'hypothèse que la distribution des propriétés mécaniques de chaque phase est approchée par une loi normale. Afin d'automatiser ce processus, Ulm *et al.* [131, 132] ont proposé une technique similaire en remplaçant le rôle de la PDF par celle de la fonction de répartition (CDF). En effet, il est analytiquement plus commode de déconvoluer la CDF plutôt que la PDF car la génération de la PDF expérimentale exige toujours un bon choix de l'intervalle d'échantillonnage pour la construction de l'histogramme (d'après [131]).

La déconvolution consiste donc à identifier simultanément la CDF de plusieurs propriétés mécaniques du matériau. Cependant les deux paramètres M et H sont fréquemment choisis pour ce type d'analyse. Les résultats attendus sont obtenus en minimisant la différence entre la superposition des CDFs expérimentales et leur modèle en phase comme suit :

$$\min \sum_{i=1}^N \sum_{X=(M,H)} \left(\sum_{j=1}^n f_j D(X_i; \mu_j^X, s_j^X) - D_X(X_i) \right)^2 \quad (2.12)$$

$$\text{avec : } \sum_{j=1}^n f_j = 1$$

où N est le nombre d'essais d'indentation utilisés pour la déconvolution, n est le nombre de phases matérielles avec un contraste suffisant entre les propriétés mécaniques, $\{X_i\}_{i=1..N}$ est l'ensemble des valeurs triées des propriétés mesurées ($X = M$ ou H) à déconvoluer, f_j est la fraction volumique de la phase j , μ_j^X et s_j^X présentent respectivement la valeur moyenne et l'écart-type des lois de probabilité des M et H pour chaque phase j . Les CDFs expérimentales $D_X(X_i)$ et la distribution normale de chaque phase $D(X_i; \mu_j^X, s_j^X)$ sont données par :

$$\begin{cases} D_X(X_i) = \frac{i}{N} - \frac{1}{2N} \\ D(X_i; \mu_j^X, s_j^X) = \frac{1}{s_j^X \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{X_i} \exp\left(\frac{-(u - \mu_j^X)^2}{2(s_j^X)^2}\right) du \end{cases} \quad (2.13)$$

$$\text{avec : } i \in [1, N], j \in [1, n], X = (M, H)$$

En outre, afin d'assurer que les phases sont suffisamment contrastées, le problème d'optimisation est limité par les relations supplémentaires :

$$\mu_j^X + s_j^X \leq \mu_{j+1}^X - s_{j+1}^X \quad (2.14)$$

$$\text{avec : } j \in [1, n - 1], X = (M, H)$$

Dans ces circonstances, il y a au total $5n$ variables à identifier avec l'application de la technique de déconvolution : $\{\mu_j^M, s_j^M, \mu_j^H, s_j^H, f_j\}_{j=1..n}$. En effet, nous pouvons obtenir les valeurs moyennes, les écart-types et les fractions volumiques des propriétés mécaniques (M,H) pour chaque phase du matériau. La figure 2.18 présente un exemple de CDF et de PDF pour la propriété X d'une phase quelconque du matériau dont la valeur moyenne et l'écart-type sont respectivement de 40 et 10.

2.3.3 Paramètres expérimentaux

Comme indiqué §2.3.1, les paramètres expérimentaux peuvent être divisés en deux types : les paramètres d'indentation et les paramètres géométriques de la grille.

2.3.3.1 Paramètres d'indentation

Profondeur d'indentation h : Nous souhaitons déterminer ici les propriétés mécaniques des phases présentées au niveau I du modèle multi-échelle de la pâte de ciment. A ce niveau, nous étudierons la matrice C-S-H ou plus précisément, les phases de pur C-S-H (dont les phases

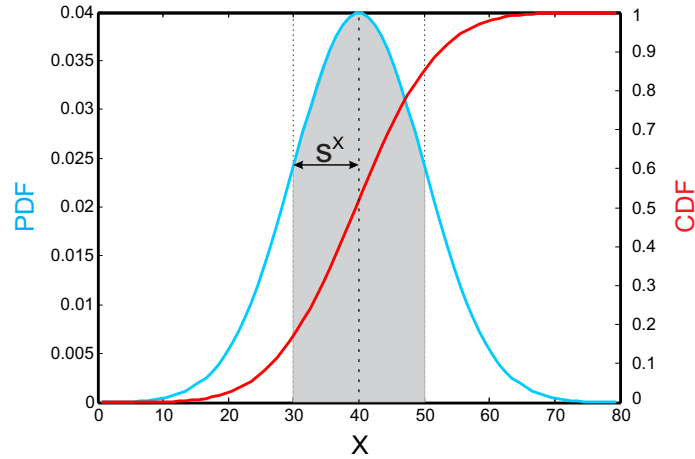


Figure 2.18 – CDF (courbe rouge) et PDF (courbe bleue) de la propriété X . La partie grise présente l'intervalle $[\mu^X - s^X, \mu^X + s^X]$. Cette plage de normalité est théoriquement au niveau de confiance de 68.27 %

LD et HD C-S-H, identifiées ultérieurement). Ces phases comportent les solides C-S-H et des pores. La profondeur d'indentation choisie doit, d'après Constantinides *et al.* [28, 29], satisfaire la condition de séparation d'échelle ainsi que la règle de Buckle. Ces deux conditions peuvent être respectivement comprises comme les bornes inférieure et supérieure de la profondeur d'indentation :

- *Borne inférieure* : L'analyse d'indentation continue étant fondée sur une réponse mécanique spatialement homogène, le volume élémentaire représentatif (VER) de taille caractéristique L doit, d'une part, inclure suffisamment d'hétérogénéités pour que la réponse composite à l'échelle du VER soit représentative de la matière et, d'autre part, être beaucoup plus petit que les échelles de longueur d'un essai d'indentation (profondeur d'indentation h , rayon d'indentation de l'empreinte a présentés sur la figure 2.19). La condition de séparation d'échelle est présentée par :

$$d \ll L \ll (h, a) \quad (2.15)$$

où d est la taille caractéristique de la plus grande hétérogénéité contenue dans le VER.

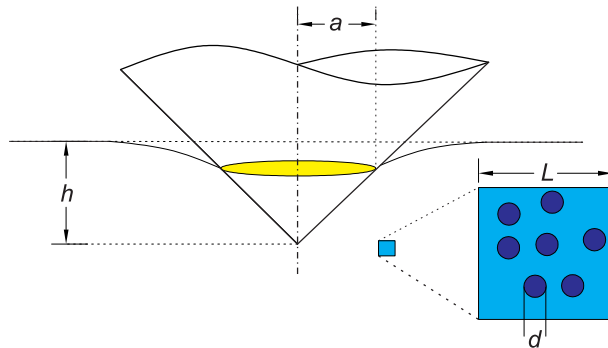


Figure 2.19 – Indentation conique sur un matériau composite, d'après [29]

- *Borne supérieure* : Il s'agit de la règle de Buckle [18] définie pour la détermination du module élastique du matériau. Afin de pouvoir appliquer l'analyse d'indentation continue

à des systèmes hétérogènes, c'est à dire en négligeant les effets d'interaction entre phases, la profondeur d'indentation devrait être inférieure ou égale à $1/10$ de la taille caractéristique de la microstructure D . En effet, Constantinides *et al.* [29]⁶ montrent que l'erreur du module d'indentation n'excède pas 10% lors de l'application de cette règle. En ce qui concerne la dureté, Durst *et al.* [40] ont effectué des simulations de l'indentation conique sur des systèmes bi-phasiques (particules noyées dans une matrice, couches minces sur un substrat) rigide-parfaitement plastique. Ils ont montré qu'une mesure correcte de la dureté d'indentation de la phase d'inclusion est obtenue lorsque $h/D < \min(1/4; 1/2 \tan\theta)$ soit $h/D < 1/4$ pour la pointe Berkovich, donnant un critère moins fort que celui pour le module d'indentation. La condition retenue pour la borne supérieure de la profondeur d'indentation est donc :

$$\frac{h}{D} \leq \frac{1}{10} \quad (2.16)$$

En résumé, la condition nécessaire pour définir la profondeur d'indentation afin de déterminer les propriétés mécaniques au niveau I par grille d'indentation peut s'écrire :

$$d_0 \ll h \leq d_I/10 \quad (2.17)$$

où d_0 et d_I sont les tailles caractéristiques des hétérogénéités au niveau 0 (solide C-S-H) et niveau I (matrice C-S-H) de la pâte de ciment. D'après le modèle de Tennis & Jennings [125], la taille d_0 est de l'ordre de 5.6 nm. De plus, grâce à des images obtenues par MEB obtenues par [41, 108], Vandamme [132] a estimé la taille $d_I \simeq 2 \mu\text{m}$. La profondeur d'indentation choisie est donc $h = 200 \text{ nm}$.

En plus des indentations jusqu'à $h = 200 \text{ nm}$, l'effet de h sur les propriétés (M,H) obtenues par la technique TNS a également été étudié en effectuant des essais à $h = 100 \text{ nm}$ et 300 nm (annexe §B.1) pour les 3 échantillons P28-0SV, P38-0SV et P50-0SV. Par rapport aux résultats obtenus pour $h = 200 \text{ nm}$, les valeurs du module M obtenues pour $h = 300 \text{ nm}$ (écart relatif maximum de 8%) sont plus similaires que celles pour $h = 100 \text{ nm}$ (écart relatif maximum de 23%) alors que les écarts relatifs pour la dureté H sont presque pareils pour ces deux cas (écart relatif maximum de 19%). Par conséquent, le choix de la profondeur h est important afin de bien déterminer les propriétés mécaniques des matériaux hétérogènes par TNS.

Choix des paramètres d'indentation : Les essais de nano-indentation peuvent être effectués en limitant la charge maximale appliquée P_{max} ou la profondeur d'indentation maximale h_{max} . La plupart des études pour la pâte de ciment utilisent la limitation de P_{max} . Par exemple, Vandamme [132] a montré que l'application de la charge $P_{max} = 2 \text{ mN}$ sur la pâte de ciment correspond en moyenne à $h_{max} = 200 \text{ nm}$. Cependant, l'application d'une charge maximale constante sur toute la grille d'indentation provoque une variation locale de h_{max} à cause de la hétérogénéité de la microstructure. Nous préférons donc imposer $h_{max} = 200 \text{ nm}$ dans cette étude.

Pour compléter le profil de chargement, il nous faut définir également les vitesses de charge v_L , de décharge v_U et le temps de maintien t_H (à h_{max}). Ces vitesses sont de manière classique

6. Constantinides *et al.* [29] ont utilisé l'analogie de couches minces (de type composite dur-sur-mou et l'inverse) pour déterminer un rapport critique h/D en dessous de laquelle les propriétés élastiques du matériau composite (dans lequel on fait des essais d'indentation) ne divergent pas de plus de 10% par rapport aux propriétés élastiques de la phase.

choisies identiques. Une valeur de vitesse intermédiaire $\|v_L\| = \|v_U\| = 12$ mN/min (comme dans [33]) a été choisie pour limiter le temps total d'essais sur une grille d'indentation, tout en évitant de possibles erreurs de mesure dues à une vitesse trop rapide. Le temps de maintien concerne directement le fluage de la pâte de ciment. Cependant, le choix d'une valeur nulle de t_H n'élimine pas l'effet du fluage sur les propriétés d'indentation. Au contraire, ce temps doit être suffisamment long pour assurer que la raideur de contact S mesurée soit représentative des propriétés élastiques du matériau. De plus, il doit être le plus court possible pour que la dureté mesurée soit représentative des propriétés de résistance du matériau car plus la durée de maintien est grande, plus l'aire de contact projetée est grande mais la charge maximale reste constante. Conformément à la valeur déterminée par essais de micro-indentation par [132], la durée $t_H = 5$ s a été choisie.

2.3.3.2 Paramètres géométriques de la grille d'indentation

Les deux paramètres géométriques principaux de la grille d'indentation sont l'espacement entre deux indentations contiguës Δ et la taille de la grille $L_{g1} \times L_{g2}$. A titre d'exemple, quelques valeurs utilisées dans la littérature pour caractériser de la pâte de ciment sont représentées dans le tableau 2.16. La valeur Δ varie de l'ordre de quelques microns à quelques dizaines de microns alors que la longueur de chaque côté de la grille varie d'une centaine à quelques centaines microns. Il est donc intéressant d'étudier les paramètres de la grille d'indentation.

Références	Espacement Δ (μm)	Taille $L_{g1} \times L_{g2}$ (μm^2)
da Silva <i>et al.</i> [33]	8	120x136
Constantinide et Ulm [31]	10	90x90
Zhu <i>et al.</i> [144]	10	140x140
Vandamme <i>et al.</i> [132, 134, 135]	20	380x380
Davidov <i>et al.</i> [34]	30	270x270

Tableau 2.16 – Paramètres géométriques de grilles d'indentation utilisées dans la littérature.

Choix des paramètres initiaux : Avant de déterminer les valeurs optimales, les valeurs initiales des paramètres de la grille d'indentation sont choisies. Le choix de ces valeurs est séparément effectué pour chaque paramètre comme suit :

- *Espacement Δ* : Pour éviter l'influence d'une indentation sur l'autre, les essais doivent être séparés par une distance minimale (figure 2.20). La distance recommandée pour éliminer le chevauchement des domaines élastiques de chaque indentation est d'au moins 30 fois la profondeur maximale, soit $\Delta_{min} > 6 \mu\text{m}$ pour $h = 200$ nm. Par ailleurs, Δ doit également être suffisamment faible pour assurer que l'on ne néglige pas de phases entre deux indentations contiguës. Toutefois, pour une taille de grille donnée, la diminution de Δ engendre l'augmentation du nombre d'essais et donc le temps total de l'expérience. Nous choisissons donc $\Delta = 10 \mu\text{m}$.
- *Taille de la grille* : Elle est caractérisée par les longueurs de chaque côté de la grille (L_{g1} d'une colonne et L_{g2} d'une ligne). Nous utilisons ici une grille carrée où $L_g = L_{g1} = L_{g2}$. Pour être représentative de la microstructure à l'échelle II, la grille doit être beaucoup plus grande que la taille caractéristique de la plus grande hétérogénéité du niveau II de la pâte de ciment (clinker non-hydraté). Le diamètre moyen typique du clinker est de l'ordre

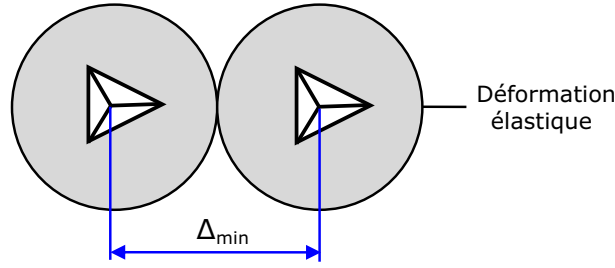


Figure 2.20 – Espacement minimal entre deux indentations, d'après [113].

de 10 à 12 μm pour le ciment Portland moderne (d'après Diamond [36]). Les plus grands grains de clinker observés pour nos échantillons sont de l'ordre de 60 μm de diamètre. Une zone de 390x390 μm^2 (correspondant au nombre d'essais de la grille d'indentation $N_g = 40 \times 40 = 1600$ indentation pour $\Delta = 10 \mu\text{m}$) est donc suffisamment grande. Nous choisissons donc comme valeur initiale $L_g = 390 \mu\text{m}$.

Détermination de la taille optimale de la grille : Deux grandes grilles d'indentation avec les paramètres initiaux ont été effectuées sur deux zones distinctes de la pâte de ciment. Étant donnée que nous nous intéressons à des propriétés moyennes de M et H des phases C-S-H au niveau I du modèle multi-échelle (seront identifiées §2.4.2), l'effet du nombre d'essais N_g (effectués sur une grille carrée) sur ces valeurs est mis en évidence en étudiant l'évolution des propriétés mesurées en fonction de N_g . Sur la figure 2.21, l'erreur relative (ou écart relatif) E_X des valeurs moyennes de $X = (M, H)$ obtenues pour la grille G_i (extraite de G_0) par rapport à la grille initiale G_0 est définie par :

$$E_X = \frac{X_i - X_0}{X_0} \quad (2.18)$$

où X_i et X_0 désignent respectivement les propriétés X des grilles G_i et G_0 .

La valeur absolue de l'erreur relative E_X augmente, de façon générale, avec la diminution de N_g . Cependant, cette variation reste petite dans le cas où $N_g = 400$ et $N_g = 900$ (erreur maximum de 5%). Cette remarque est valable pour les deux grilles d'indentation. La valeur $N_g = 400$ (correspondant une taille de 190x190 μm^2) est donc choisie puisqu'elle permet de diminuer le temps de l'expérience en conservant une approximation correcte des valeurs moyennes de (M,H) des phases C-S-H.

En conclusion, les paramètres utilisés pour notre étude sont $\Delta = 10 \mu\text{m}$ et $L_g = 190 \mu\text{m}$ (grilles de 400 indentations). L'exemple d'une grille utilisant ces paramètres sur l'échantillon P28-0SV est présenté sur la figure 2.22.

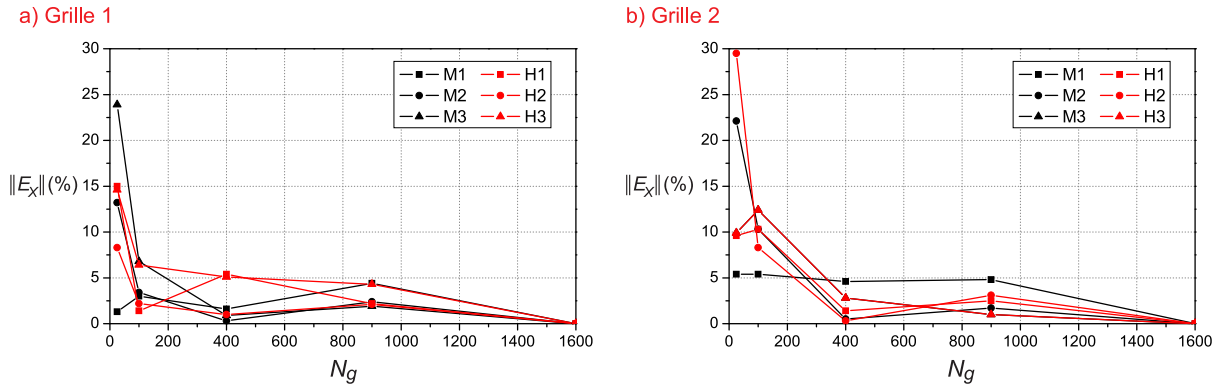


Figure 2.21 – Évolution de la valeur absolue de l’erreur relative de E_X en fonction du nombre d’essais N_g . $X = (M,H)$ et $X1, X2, X3$ sont respectivement montrés pour les phases 1 (LD C-S-H), 2 (HD C-S-H), 3 (UHD C(-S-)H), identifiées ultérieurement. Chaque point sur les courbes correspond à la mesure d’une grille G_i .

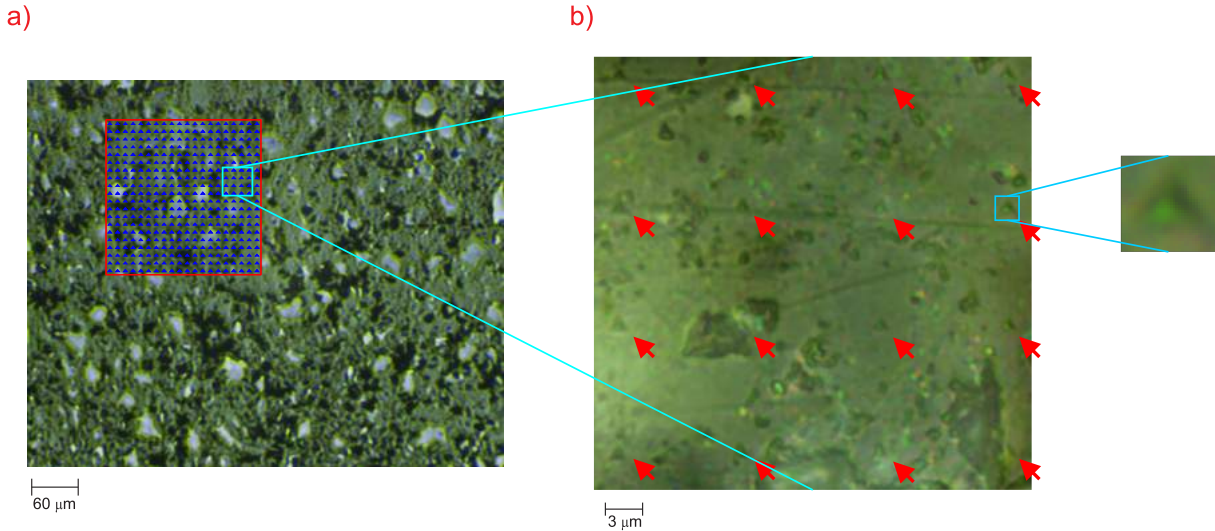


Figure 2.22 – Exemple d’une grille avec les paramètres retenus. Les figures (a) et (b) sont obtenues à l’aide du microscope optique en utilisant respectivement les objectifs x5 et x100.

2.4 Analyse des résultats obtenus par le programme expérimental

2.4.1 Répétabilité du programme expérimental

Afin de vérifier la fiabilité des résultats obtenus par le programme expérimental défini ci-dessus, des tests préliminaires de répétabilité ont été effectués. L’étude de répétabilité sera d’abord menée pour l’échantillon de référence P28-0SV et sera ensuite étendue à l’ensemble des échantillons (présentés §2.2.1).

2.4.1.1 Étude de répétabilité pour l’échantillon P28-0SV

Le programme expérimental est composé de deux parties principales : la préparation de l’échantillon et la mise en oeuvre de la TNS. La répétabilité des résultats expérimentaux sera vérifiée pour ces deux parties. Concernant la préparation de l’échantillon, le respect du critère

de rugosité (équation (2.10)) devrait être suffisant pour obtenir des mesures répétables (d'après Miller *et al.* [86]). Nous vérifions cette conclusion pour l'échantillon P28-0SV en réalisant deux procédures de préparation indépendantes P1 et P2. De plus, nous comparons les résultats obtenus pour deux grilles d'indentation différentes par préparation pour estimer la répétabilité de la technique TNS.

En résumé, quatre grilles d'indentation pour deux préparations P1 et P2 ont été effectuées au total, dont les notations sont présentées dans le tableau 2.17.

	Zone 1	Zone 2	Zone (1+2)
Préparation P1	G_11	G_12	G_1
Préparation P2	G_21	G_22	G_2
Préparation (P1+P2)	-	-	G_tot

Tableau 2.17 – Notations des grilles d'indentation. Les grilles G_1 et G_2 contiennent respectivement toutes les mesures pour les préparations P1 et P2 ($G_i = G_{i1} + G_{i2}$). La grille G_tot contient les mesures des 4 grilles d'indentation. Les valeurs X_i, X_ij et X_tot correspondent à ces notations où $X = (M, H, f)$ et f est à titre d'information.

Déconvolution pour chaque grille d'indentation : Nous supposons l'existence de 4 phases : LD C-S-H, HD C-S-H, UHD C(-S-)H et le clinker non-hydraté. Comme présenté §2.3.2, la déconvolution permet d'obtenir les valeurs moyennes μ de M et H, leur écart-type et la fraction volumique pour chaque phase, soit un ensemble de 20 grandeurs $\{\mu_j^M, s_j^M, \mu_j^H, s_j^H, f_j\}_{j=1,4}$. A titre d'exemple, les résultats de la déconvolution pour la grille G_1 sont donnés dans le tableau 2.18 et les histogrammes de CDF et de PDF de M et H sont présentées sur la figure 2.23.

		M (Gpa)	H (Gpa)	f
Phase 1	μ	25.11	0.716	0.122
	s	4.07	0.141	-
Phase 2	μ	34.03	1.103	0.498
	s	4.84	0.247	-
Phase 3	μ	46.6	1.894	0.213
	s	7.73	0.521	-
Phase 4	μ	95.82	7.531	0.168
	s	24.09	2.816	-

Tableau 2.18 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions gaussiennes pour la grille G_1 de l'échantillon P28-0SV.

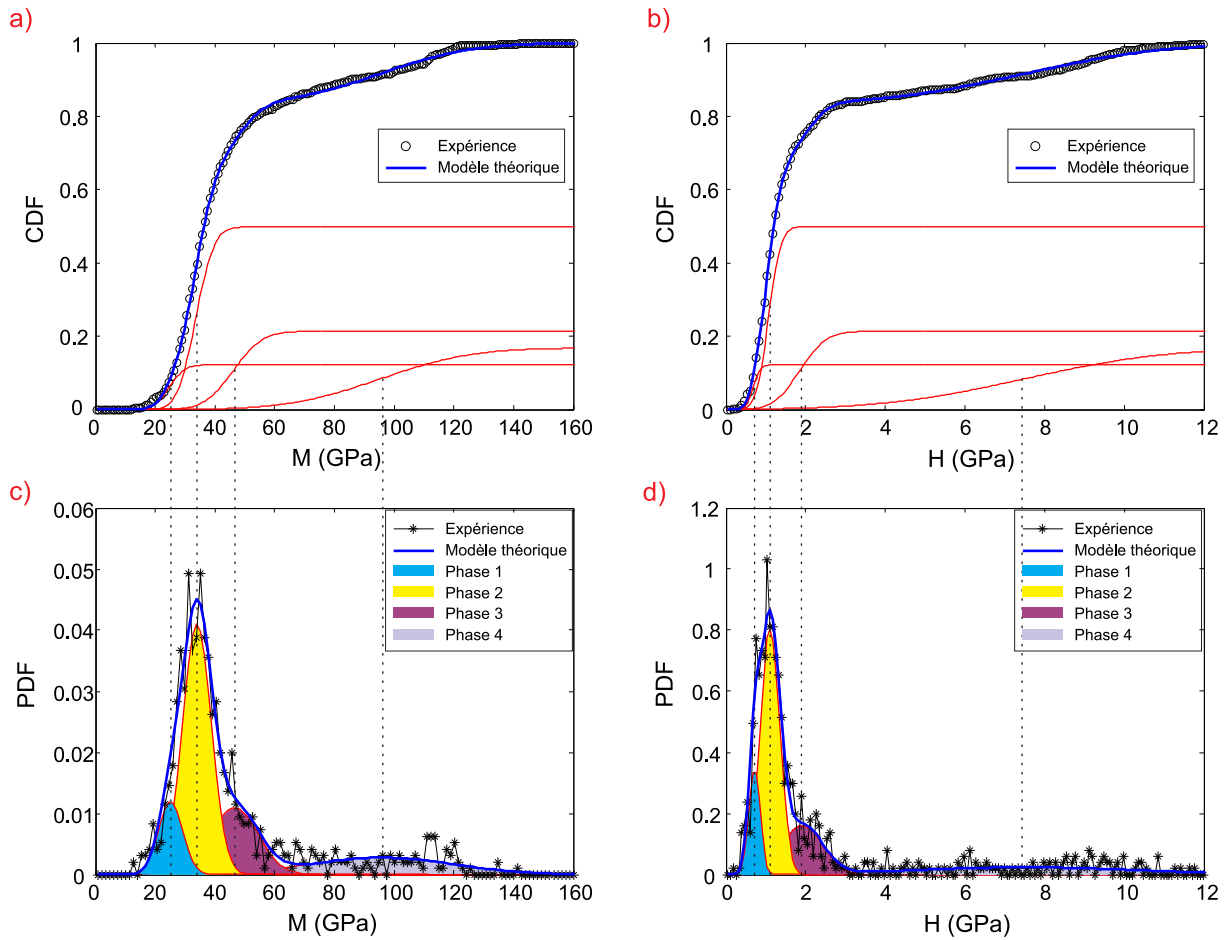


Figure 2.23 – Illustration de la technique de déconvolution de 4 distributions gaussiennes pour la grille G_1 de l'échantillon P28-0SV.

Les résultats de déconvolution obtenus pour l'ensemble des grilles d'indentation définies ci-dessus sont donnés en annexe §B.2. Les valeurs moyennes de M et H ainsi que les fractions volumiques des phases obtenues pour chaque grille sont reportées sur la figure 2.24 (a,c,e), et comparées aux résultats moyens obtenus par préparation d'échantillon. Ceux-ci sont eux-mêmes comparés au résultat obtenu pour l'ensemble des grilles sur la figure 2.24 (b,d,f). Enfin, les écarts relatifs E_X (équation (2.18)) des valeurs moyennes de $X = (M, H, f)$ obtenues pour les grilles G_{i1} , G_{i2} par rapport aux grilles G_i ($i=1,2$) et celles pour les grilles G_i par rapport à la grille G_{tot} (voir le tableau 2.17) sont présentés sur la figure 2.25, où M_{11}/M_1 désigne par exemple l'écart relatif du module d'indentation obtenu pour la grille G_{11} par rapport au module obtenu pour la grille G_1 ($X_i = M_{11}$ et $X_0 = M_1$).

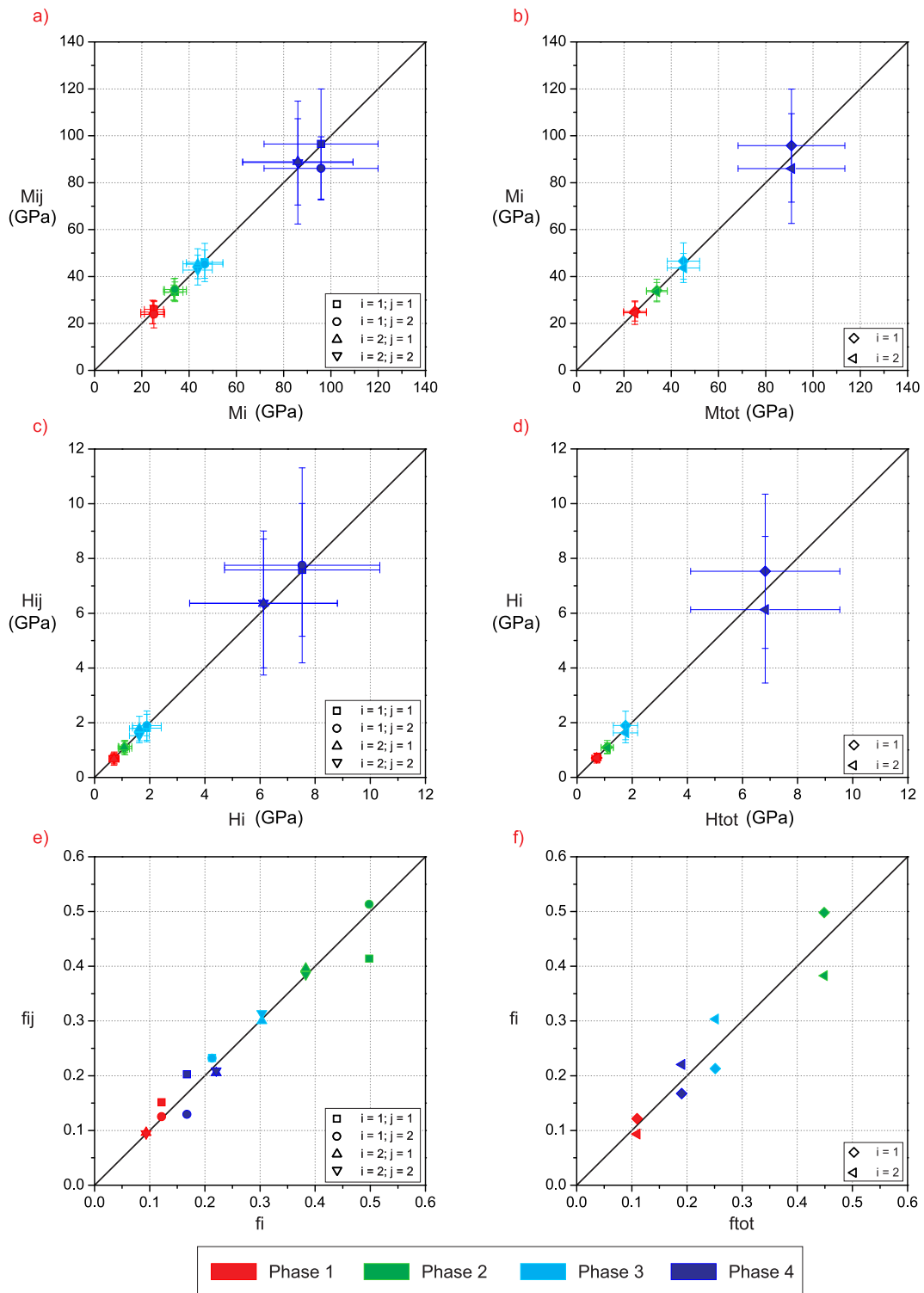


Figure 2.24 – Comparaison des résultats obtenus par déconvolution des mesures expérimentales sur les grilles d’indentation pour l’échantillon P28-0SV. Les trois figures (a,c,e) présentent la comparaison des résultats obtenus pour les grilles G_{-ij} (M_{ij}, H_{ij}, f_{ij}) par rapport aux grilles G_{-i} (M_i, H_i, f_i). Les trois figures (b,d,f) présentent la comparaison des résultats obtenus pour les grilles G_{-i} (M_i, H_i, f_i) par rapport à G_{-tot} ($M_{tot}, H_{tot}, f_{tot}$).

Concernant les propriétés d’indentation M et H (figures 2.24 (a,b,c,d)), la valeur des écarts-types sont généralement en relation direct avec celle de la valeur moyenne de X. En prenant en

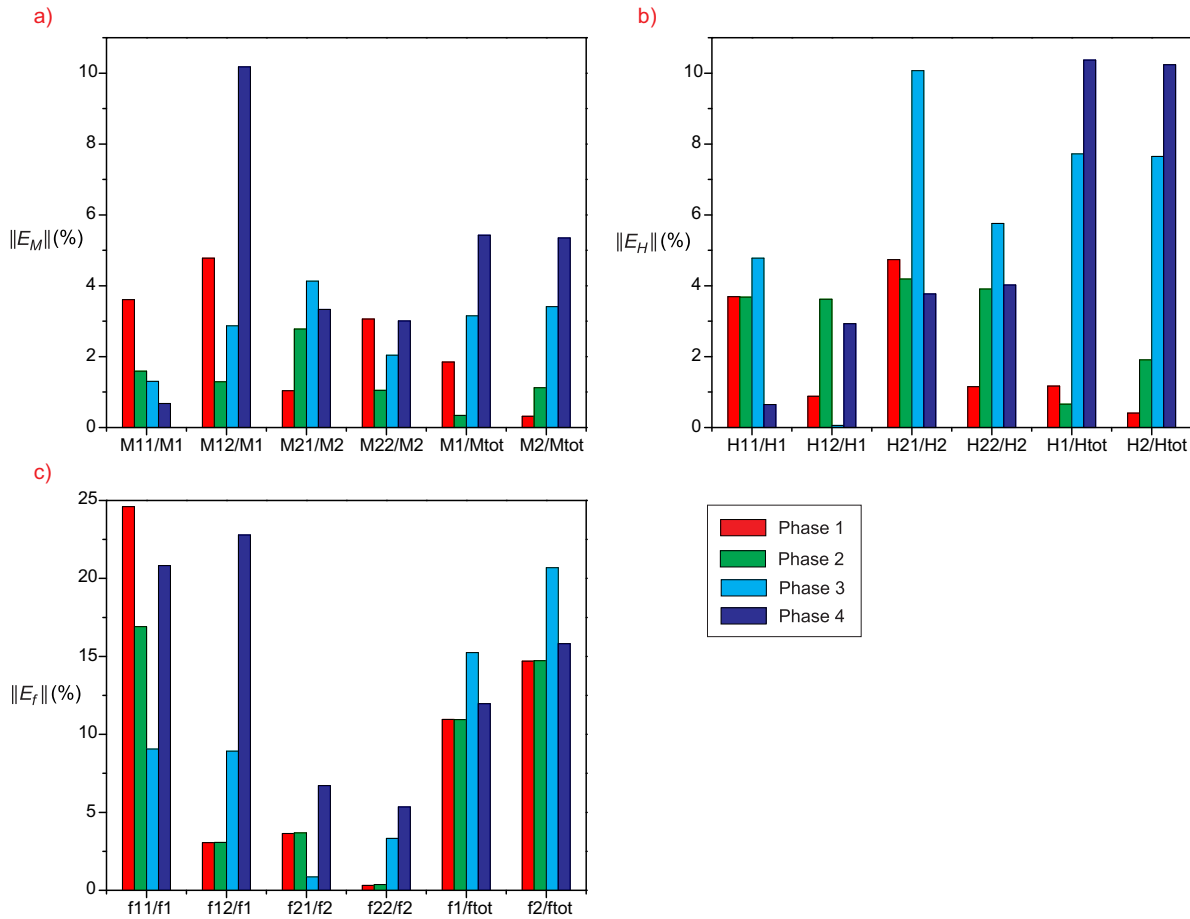


Figure 2.25 – Valeur absolue des écarts relatifs de (M,H,f) pour toutes les phases lors de la comparaison des résultats de déconvolutions pour les essais sur les grilles d'indentation.

compte ces écarts-types, la correspondance des résultats issus des deux grilles est bonne pour les quatre phases de la pâte de ciment. Sur les figures 2.25 (a,b), l'écart relatif des phases 1 et 2 varie dans un petit intervalle (moins de 5%) tandis que celui de la phase 4 est plus important (écart maximum de 10%). A propos de la phase 3, les valeurs de E_M et E_H sont respectivement maximum de 5% et 10%. En effet, les écarts relatifs plus faibles se trouvent pour les phases 1 et 2 car la profondeur $h = 200$ nm choisie est appropriée à la caractérisation de ces deux phases C-S-H (identifiées ultérieurement). Concernant la fraction volumique f , la variation de E_f ($\approx 25\%$) est plus importante que celle de E_M et E_H (voir la figure 2.25c). De plus, un grand ordre de variation (plus de 16%) est obtenu pour chaque phase. La fraction volumique des phases obtenue par TNS dépend donc encore de la localisation des grilles d'indentation. Des écarts relatifs E_f plus faibles pourraient être obtenus avec des grilles beaucoup plus grandes mais le temps de mesure serait également beaucoup plus élevé.

En conclusion, notre programme expérimental montre une bonne répétabilité de mesure des propriétés M et H des phases étudiées avec une faible sensibilité à la localisation de la grille et à la procédure de polissage (10% d'erreur maximum).

2.4.1.2 Vérification sur les autres échantillons

La répétabilité de la technique TNS est étudiée pour les échantillons de pâte de ciment restants. Plus précisément, deux grilles d'indentation (G_1k où $k=1,2$) sur deux zones différentes

de la surface des échantillons pour une même préparation ont été effectuées. Les résultats complets de déconvolution obtenus pour les grilles G_1k ainsi que G_1 (contenant des mesures des deux grilles G_11 et G_12) sont donnés en annexe §B.3. La comparaison des résultats de (M,H,f) obtenues pour les grilles G_1k par rapport aux grilles G_1 sont reportées sur la figure 2.26. Les écarts relatifs E_X correspondants (équation (2.18)) sont présentés sur la figure 2.27.

Concernant les propriétés d'indentation (M,H), les écarts d'une grille à l'autre pour un même échantillon sont du même ordre de grandeur que pour l'échantillon de référence P28-0SV, avec des écarts légèrement plus marqués pour les phases 3 et 4 ($E_M \leq 7\%$ et $E_H \leq 13\%$). Concernant la fraction volumique f, les écarts observés E_f pour l'ensemble des échantillons sont également similaires à l'échantillon de référence (jusqu'à 25%) pour toutes les phases de la pâte de ciment, sauf pour les échantillons P33-10SV et P50-0SV où des écarts d'environ 40% sont observés (phase 1 et phase 4). En général, la variation obtenue de E_M , E_H et E_f pour l'ensemble des échantillons est plus importante que celle pour P28-0SV lors de la variation de la formulation de mélange des échantillons avec e/c, s/c ainsi que le ciment utilisé. Cependant, une assez bonne répétabilité des propriétés M et H obtenue par TNS est toujours observée pour les 4 phases étudiées (à 13% d'erreur), notamment pour les phases 1 et 2 (à 5% d'erreur) correspondant aux phases de pure C-S-H (identifiées dans la section suivante).

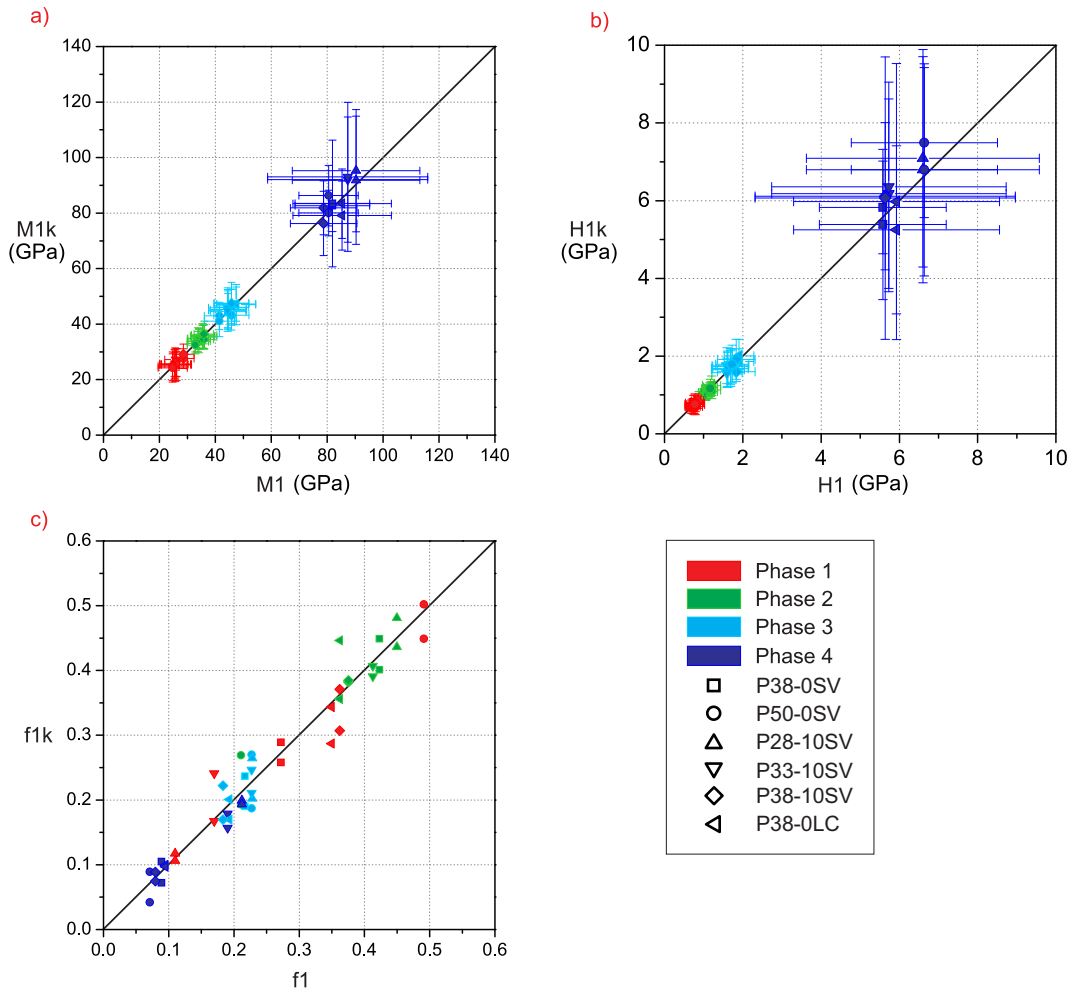


Figure 2.26 – Comparaison des résultats de (M,H,f) obtenues pour les grilles G_1k ($M1k, H1k, f1k$) par rapport aux grilles G_1 ($M1, H1, f1$) pour l'ensemble des échantillons.

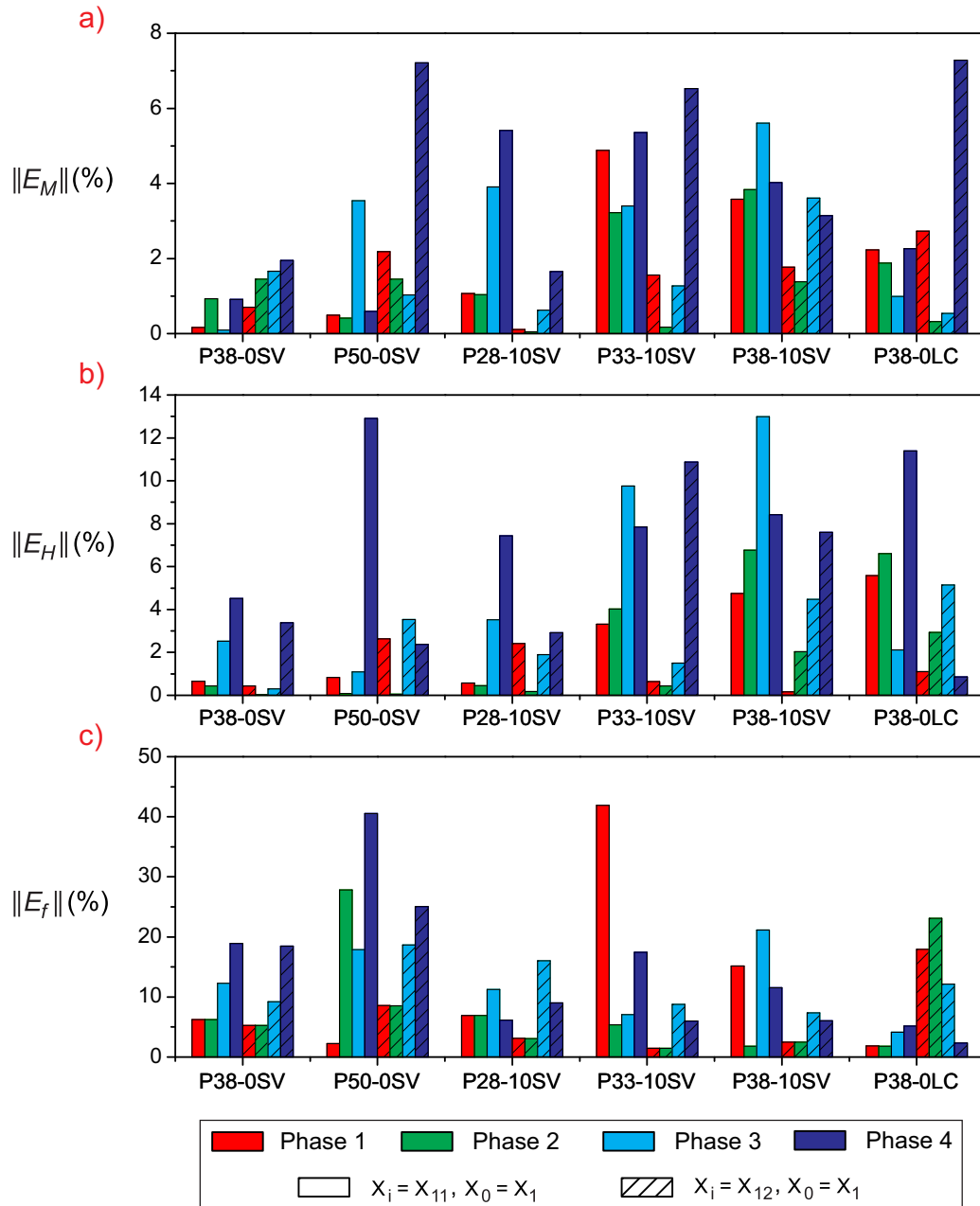


Figure 2.27 – Valeur absolue des écarts relatifs lors de la comparaison des résultats de (M,H,f) obtenues pour les grilles G_1k par rapport aux grilles G_1 pour l'ensemble des échantillons.

2.4.2 Identifications des phases obtenues

La fraction volumique des phases de la pâte de ciment peut varier de façon significative parmi les échantillons issus de différentes formulations (figure 2.27c), l'identification des phases est donc effectuée à partir de la valeur moyenne μ des propriétés mécaniques (M,H) (qui varie dans un intervalle beaucoup plus petit). En comparant les valeurs moyennes par phase, obtenues avec l'ensemble des essais d'indentation effectués (grille G_tot pour l'échantillon P28-0SV et grille G_1 pour les échantillons restants), avec celles de la littérature présentée §2.1.3.2 et §2.1.3.3, les 4 phases sont identifiées dans le tableau 2.19.

En effet, pour les trois premières phases, les résultats obtenus pour M et H correspondent à ceux recensés dans la littérature, seule la valeur de M pour la phase 1 est un peu supérieure

Phases	Propriétés	Nos résultats	Littérature	Identification
Phase 1	M (Gpa)	[24.7 - 28.6]	[18.1 - 26.8]	LD C-S-H
	H (Gpa)	[0.70 - 0.84]	[0.45 - 0.93]	
Phase 2	M (Gpa)	[32.9 - 36.0]	[29.1 - 36.1]	HD C-S-H
	H (Gpa)	[1.05 - 1.20]	[0.83 - 1.27]	
Phase 3	M (Gpa)	[41.5 - 47.5]	[41.0 - 54.0]	UHD C(-S-)H
	H (Gpa)	[1.60 - 1.90]	[1.15 - 2.35]	
Phase 4	M (Gpa)	[78.7 - 90.9]	[100.0 - 155.0]	Clinker non-hydraté
	H (Gpa)	[5.58 - 6.82]	[7.00 - 11.50]	

Tableau 2.19 – Identification des phases de déconvolution de la pâte de ciment.

à la valeur maximale (7%). Par conséquent, les phases 1, 2 et 3 correspondent respectivement à la C-S-H de basse densité (LD C-S-H), à la C-S-H de haute densité (HD C-S-H) et à la C-S-H d’ultra-haute densité (UHD C(-S-)H). Puisque la phase UHD C(-S-)H peut être un nano-composite de C-S-H et CH, nous n’utiliserons, dans les études suivantes, que les résultats obtenus pour les deux premières phases pour déterminer des propriétés de résistance des phases C-S-H présentes au niveau I du modèle multi-échelle.

En ce qui concerne la phase 4, il s’agit d’une phase contenant le clinker non-hydraté car elle est caractérisée par les plus grandes valeurs moyennes de M et H qui sont les plus proches de celles de clinker recensées dans la littérature. Cependant, les valeurs obtenues par TNS sont sous-estimées (tableau 2.19). Cette sous-estimation pourrait être due à la distribution très étalée (figure 2.23) de cette phase ayant une faible fraction volumique sur l’ensemble des phases (figure 2.26c). De plus, la profondeur d’indentation choisie $h = 200$ nm ne nous permet pas de bien caractériser le clinker non-hydraté (condition (2.16)) car la taille caractéristique des grains de clinker dans la pâte de ciment varie et peut être plus petite de $2 \mu\text{m}$.

Afin de mettre en évidence l’effet de la formulation de mélange (rapport e/c , rapport s/c et ciment utilisé) sur les propriétés (M,H,f) estimées pour les quatre phases de la pâte de ciment, des comparaisons supplémentaires sont présentées en annexe C. Cependant, l’influence de la fumée de silice et du type de ciment utilisé n’est pas suffisamment marquée pour être mise en évidence par TNS car le nombre d’échantillons et de compositions étant insuffisant. Concernant le rapport de gâchage e/c , nous comparons des échantillons du même ciment (SV) avec des valeurs de e/c différentes, répartis au sein de 2 groupes. Le groupe 1 comprend les échantillons sans fumée de silice (P28-0SV, P38-0SV et P50-0SV) alors que le groupe 2 comprend les échantillons avec 10% de la fumée de silice ajoutée (P28-10SV, P33-10SV et P38-10SV). Bien que le rapport e/c n’influence pas le module d’indentation et la dureté (figure 2.28), son effet sur les fractions volumiques est mis en évidence (figure 2.29). Avec l’augmentation de e/c , la fraction volumique dans l’ensemble des phases C-S-H de LD C-S-H croît et celle de HD C-S-H diminue tandis que celle de UHD C(-S-)H diminue légèrement. De plus, la fraction volumique du clinker non-hydraté dans la pâte de ciment diminue également avec l’augmentation de e/c .

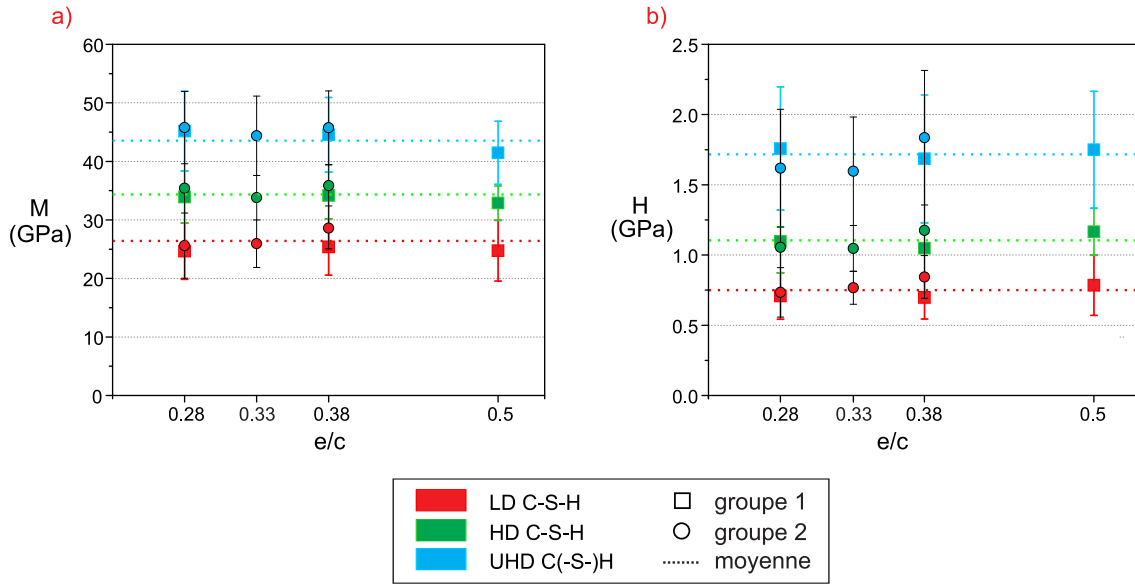


Figure 2.28 – Effet du rapport e/c sur les propriétés (M,H) des phases C-S-H.

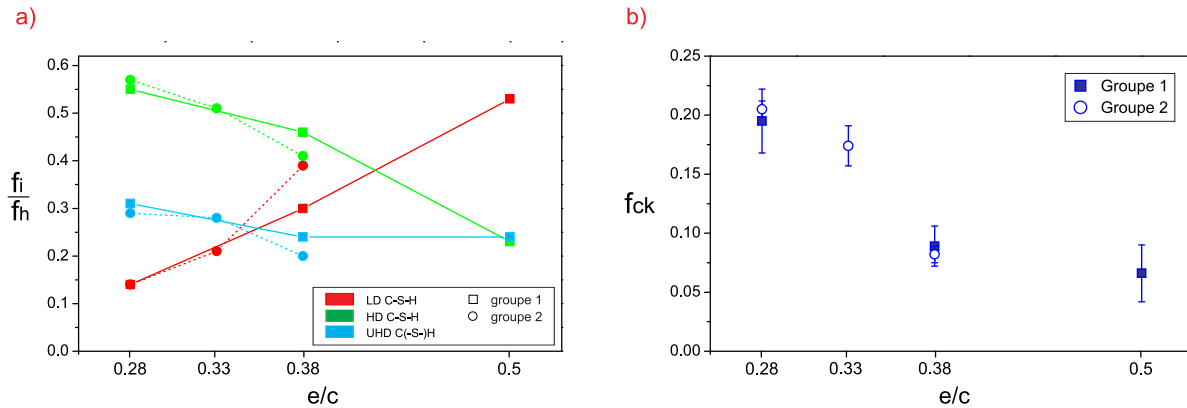


Figure 2.29 – Effet du rapport e/c sur : a) la fraction volumique f_i des phases C-S-H dans l'ensemble de ces phases $f_h = \sum f_i$ et b) la fraction volumique du clinker dans la pâte de ciment.

2.5 Conclusion

Ce chapitre se concentre sur l'utilisation de la technique de nano-indentation afin d'étudier des propriétés mécaniques mesurées par indentation des phases C-S-H au niveau I du modèle multi-échelle de la pâte de ciment. Les conclusions de cette étude expérimentale sont synthétisées ci-dessous :

- La procédure de préparation des échantillons de pâte de ciment est composée de deux parties principales afin d'assurer, d'une part, le parallélisme et la planéité des faces inférieures et supérieures et, d'autre part, des surfaces à indenter lisses. La première partie a été effectuée en 3 étapes : découpe, enrobage et polissage plan. Les échantillons sont, dans un second temps, polis en utilisant des papiers abrasifs SiC puis des suspensions diamantées.
- Une méthode par nano-indentation a été proposée pour estimer la rugosité de surface des échantillons en amont de mesures plus fines par AFM. Bien que la méthode par nano-indentation ait montré des résultats satisfaisants, elle ne doit être utilisée qu'en absence

d'instrument dédié à la caractérisation de topographie de surface (comme l'AFM) car son temps de mise en oeuvre est beaucoup plus long.

- L'effet de certains paramètres de polissage a été analysé de façon à établir une procédure permettant la plus faible rugosité de surface. Elle a été vérifiée, par nano-indentation et par AFM, que la rugosité de surface ainsi obtenue est satisfait le critère nécessaire pour la réalisation des essais de nano-indentation envisagés. Le temps total de polissage est de l'ordre de 2h.
- Le caractère hétérogène de la microstructure de la pâte de ciment nécessite l'utilisation de la technique d'indentation par grille pour évaluer les propriétés mécaniques des phases C-S-H. Les paramètres de l'essai d'indentation ($h_{max} = 200$ nm) et de la grille (taille $190 \times 190 \mu\text{m}^2$ et espacement $\Delta = 10 \mu\text{m}$) ont été choisis de façon à obtenir la valeur moyenne et l'écart-type de M et H ainsi que la fraction volumique f des phases principales grâce à la technique de déconvolution. La répétabilité de la procédure complète a été vérifiée, avec notamment une erreur maximale de 5% pour les phases LD et HD C-S-H.
- Les valeurs moyennes mesurées de M et H pour l'ensemble des échantillons sont cohérentes avec les valeurs recensées dans la littérature. Dans l'ordre croissant des propriétés mécaniques, quatre phases sont donc identifiées : C-S-H de basse densité (LD C-S-H), C-S-H de haute densité (HD C-S-H), C-S-H d'ultra-haute densité (UHD C(-S-)H) et le clinker non-hydraté. Les valeurs moyennes obtenues de M et H pour les phases LD et HD C-S-H seront utilisés dans le chapitre 4 afin d'identifier leurs propriétés de résistance.
- La comparaison des résultats obtenus par nano-indentation des 7 échantillons de différentes formulations, permet de conclure que la variation du rapport de gâchage e/c n'influence pas les propriétés M et H des phases C-S-H alors qu'elle implique les tendances de variation de la fraction volumique f pour les quatre phases de la pâte de ciment.

Chapitre 3

Modélisation du problème d'indentation

Le présent chapitre est dédié à la modélisation du problème d'indentation lors de la pénétration d'une pointe d'indentation dans un matériau, en prenant en compte les conditions du contact à l'interface entre cette pointe et le matériau sollicité ainsi que l'évolution de géométrie à cette interface. Le tel matériau, soit considéré comme purement cohérent (respectant le critère de Von-Mises ou de Tresca), soit supposé respecter le critère de résistance elliptique. L'ensemble des approches théorique et numérique se base sur la théorie du calcul à la rupture afin de calculer la charge limite de la structure sollicitée. Plus précisément, la borne supérieure de la telle charge, appliquée à la pointe d'indentation, sera étudiée en mettant en œuvre l'approche cinématique par l'extérieur de la dernière théorie. Pour ce qui précède, une solution semi-analytique sera d'abord donnée pour la pointe conique de révolution lors de l'indentation dans un matériau purement cohérent. Ensuite, une étude similaire par simulation numérique sera effectuée pour ce type de matériau. Enfin, il s'agit d'un développement de l'approche numérique pour le critère de résistance elliptique. Les résultats sollicités seront présentés pour l'indenteur, que l'on a utilisé pour notre étude expérimentale (pointe Berkovich).

Sommaire

3.1	Solution semi-analytique d'une indentation axisymétrique dans matériau purement cohérent	65
3.1.1	Détermination du champ de taux de déformation dans le massif	65
3.1.2	Calcul de la charge limite P_{UB}	67
3.1.3	Évolution de géométrie	72
3.2	Approche numérique	74
3.2.1	Formulation du problème d'indentation	74
3.2.2	Méthodes numériques	76
3.2.2.1	Linear matching method (LMM) pour matériaux purement cohérents	76
3.2.2.2	Cas d'un critère de résistance elliptique	81
3.2.3	Mise en œuvre de la méthode numérique	87
3.2.3.1	Matériaux purement cohérents	88
3.2.3.2	Matériaux doués d'un critère de résistance elliptique	94
3.2.4	Simulations avec évolution de géométrie	106
3.2.4.1	Matériaux purement cohérents	107

3.2.4.2	Matériaux doués d'un critère de résistance elliptique	110
3.3	Conclusion	113

3.1 Solution semi-analytique d'une indentation axisymétrique dans matériau purement cohérent

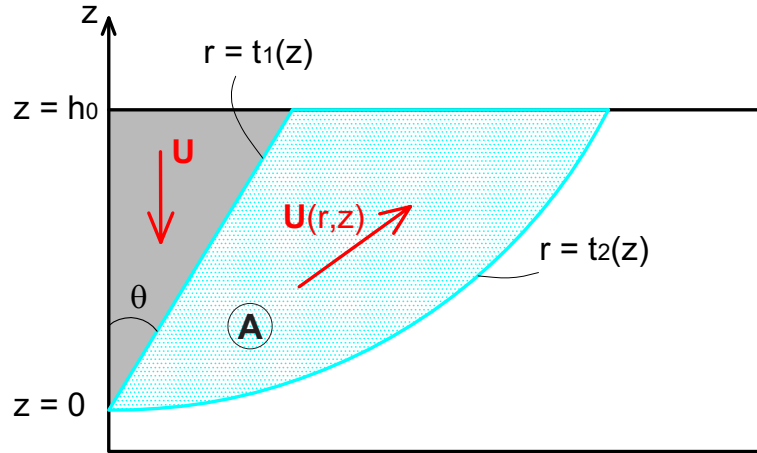


Figure 3.1 – Mécanisme avec lignes de glissement

L'objectif de cette section est la recherche de la borne supérieure de la charge limite appliquée à une pointe en se basant sur la théorie de l'approche cinématique par l'extérieur du calcul à la rupture (voir D). Ce travail semi-analytique est mis en œuvre pour le système constitué d'un matériau purement cohérent doué d'un critère de Von-Mises ou de Tresca. Ces deux critères seront concrètement présentés dans la section 3.2.2.1. Le problème d'indentation axisymétrique est traité dans le repère cylindrique d'axe z (voir figure 3.1) dont l'origine est prise au niveau de la pointe de l'indenteur ($z = 0$). Le demi-angle θ et la hauteur h_0 du cône sont présentés sur la figure 3.1. Un mécanisme par bloc (zone \mathbf{A}) est défini par deux lignes de discontinuité $t_1(z)$ et $t_2(z)$. Le chargement est défini par la vitesse de l'indenteur $\mathbf{U} = U\mathbf{e}_z$. Ce mécanisme est défini par :

$$\mathbf{U}(r, z) = \begin{cases} Uf(r)g(z)\mathbf{e}_r + Uh(z)\mathbf{e}_z & \text{si } (r, z) \in \mathbf{A} \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.1)$$

où \mathbf{A} est le domaine tel que $t_1(z) \leq r \leq t_2(z) \forall z \in [0; 1]$ avec $t_1(z) = z.\tan(\theta)$ d'après la figure 3.1 et $t_2(z)$ est une fonction de z qui reste à définir.

3.1.1 Détermination du champ de taux de déformation dans le massif

Dans le repère axisymétrique, le tenseur de taux de déformation dans la zone \mathbf{A} est donné sous la forme suivante :

$$\mathbf{d} = \begin{pmatrix} d_{rr} & 0 & d_{rz} \\ 0 & d_{\theta\theta} & 0 \\ d_{rz} & 0 & d_{zz} \end{pmatrix} \quad (3.2)$$

où les composantes du tenseur sont calculées par :

$$\begin{cases} d_{rr} = U f'(r)g(z) \\ d_{\theta\theta} = U f(r)g(z)/r \\ d_{zz} = U h'(z) \\ d_{rz} = U f(r)g'(z)/2 \end{cases} \quad (3.3)$$

Les fonctions constituant le champ de taux de déformation, c'est-à-dire les formes de $f(r)$, $g(z)$ et $h(z)$, de même que la fonction $t_2(z)$ peuvent être déterminées en satisfaisant aux conditions de pertinence du problème qui sont liées au critère de résistance du matériau. Une telle condition est nécessaire pour pouvoir calculer la fonction d'appui et puis la puissance résistante maximale sinon, ces dernières prennent une valeur infinie.

Condition de pertinence en déformation : Pour que la puissance résistante maximale prenne des valeurs finies, le tenseur \mathbf{d} doit être à trace nulle dans le domaine \mathbf{A} , soit :

$$f'(r)g(z) + \frac{f(r)}{r}g(z) + h'(z) = 0 \quad (3.4)$$

De façon à simplifier l'équation (3.4), on sépare les variables et on introduit une constante A . Par conséquent, les deux équations différentielles ci-dessous sont trouvées :

$$f'(r) + \frac{f(r)}{r} = A \quad (3.5)$$

$$h'(z) + A.g(z) = 0 \quad (3.6)$$

dont la première s'intègre en :

$$f(r) = \frac{1}{2}Ar + \frac{B}{r} \quad (3.7)$$

Condition de pertinence à l'interface 1 ($r = t_1(z) = z.\tan(\theta)$) : Il s'agit de la surface de contact entre le massif et l'indenteur. La discontinuité du champ de vitesse doit être tangentielle à cette surface¹, soit :

$$U_r(z \tan \theta, z). \cos \theta - (U_z(z \tan \theta, z) + U). \sin \theta = 0 \quad (3.8)$$

A l'aide de (3.1), l'équation (3.8) peut être réécrite de la façon suivante :

$$h(z) = f(z \tan \theta)g(z) \cot \theta - 1 \quad (3.9)$$

On peut à présent résoudre (3.6) qui se réécrit comme suit :

$$\left(\frac{Az}{2} + \frac{B \cot^2 \theta}{z} \right) g'(z) + \left(\frac{3A}{2} - \frac{B \cot^2 \theta}{z^2} \right) g(z) = 0 \quad (3.10)$$

1. Il est important de satisfaire à cette condition avec laquelle : a) dans le cas de contact lisse, le matériau ne rentre pas dans l'indenteur et b) dans le cas de contact parfaitement adhérent, on assure la condition liée au critère de résistance du matériau.

dont la solution est :

$$g(z) = \frac{Cz}{(Az^2 + 2B \cot^2 \theta)^2} \quad (3.11)$$

et

$$h(z) = \frac{C}{2(Az^2 + 2B \cot^2 \theta)} - 1 \quad (3.12)$$

Condition de pertinence à la surface 2 ($r = t_2(z)$) : Cette interface sépare le massif en deux zones : le domaine **A** et le reste du massif qui est considéré être immobile. La condition de pertinence doit être vérifiée à travers cette surface de discontinuité du champ de vitesse, soit $\mathbf{U}(t_2(z), z) \cdot \mathbf{n}(z) = 0$ où $\mathbf{n}(z)$ est le vecteur normal paramétré par z à cette interface. Étant donné l'équation paramétrique de cette surface $r = t_2(z)$, les vecteurs normal $\mathbf{n}(z)$ rentrant dans la zone **A** et tangent $\mathbf{t}(z)$ de l'interface 2 peuvent être données par :

$$\begin{cases} \mathbf{n}(z) = -\mathbf{e}_r + t'_2(z)\mathbf{e}_z \\ \mathbf{t}(z) = t'_2(z)\mathbf{e}_r + \mathbf{e}_z \end{cases} \quad (3.13)$$

La condition de pertinence s'écrit :

$$-U_r(t_2(z), z) + U_z(t_2(z), z) \cdot t'_2(z) = 0 \quad (3.14)$$

donc :

$$h(z) \cdot t'_2(z) - f(t_2(z)) \cdot g(z) = 0 \quad (3.15)$$

En utilisant la condition à la limite $t_2(0) = 0$, la solution de cette dernière équation différentielle est de la forme :

$$t_2(z) = \frac{\sqrt{C}z \tan \theta}{\sqrt{C - 2Az^2 - 4B \cot^2 \theta}} \quad (3.16)$$

où les constantes A, B et C sont encore indéterminées. De sorte que l'expression (3.16) soit correctement définie, il faut assurer que : $C \geq 0$ et $C \geq 2Az^2 + 4B \cot^2 \theta$. En outre, il est nécessaire de vérifier que $t_2(z) \geq t_1(z) \forall z \in [0; h_0]$, soit $2Az^2 + 4B \cot^2 \theta \geq 0$. Ainsi, on obtient les conditions :

$$C \geq 2Az^2 + 4B \cot^2 \theta \geq 0 \quad (3.17)$$

3.1.2 Calcul de la charge limite P_{UB}

En vue du calcul de la charge limite supérieure, on doit chercher d'abord la puissance résistance maximale P_{rm} . Avec le tenseur de taux de déformation trouvé qui satisfait aux conditions de pertinence en déformation et aux surfaces de discontinuité, on peut déterminer

à présent P_{rm} . Pour les deux critères Von-Mises et Tresca ayant la résistance uniaxiale Y , les fonctions d'appui ainsi que les contributions à P_{rm} sont présentées ci-dessous :

- La fonction d'appui pour le taux de déformation :

$$\pi(d) = \begin{cases} Y \sqrt{\frac{2}{3}} (d_1^2 + d_2^2 + d_3^2) & : \text{Von-Mises} \\ Y \frac{|d_1| + |d_2| + |d_3|}{2} & : \text{Tresca} \end{cases} \quad (3.18)$$

où les valeurs principales d_1, d_2, d_3 du tenseur de taux de déformation sont données par :

$$\begin{cases} d_{1,3} = \frac{1}{2} \left(d_{rr} + d_{zz} \pm \sqrt{(d_{rr} - d_{zz})^2 + 4d_{rz}^2} \right) \\ d_2 = d_{\theta\theta} \end{cases} \quad (3.19)$$

La contribution de la déformation à la puissance résistance maximale est donc :

$$P_{rm}^{def} = 2\pi \int_0^{h_0} \int_{t_1(z)}^{t_2(z)} \pi(\mathbf{d}) r dr dz \quad (3.20)$$

- La fonction d'appui pour la discontinuité de vitesse :

$$\pi(\mathbf{n}; \llbracket \mathbf{V} \rrbracket) = \begin{cases} \frac{1}{\sqrt{3}} Y |\llbracket \mathbf{V} \rrbracket| & : \text{Von-Mises} \\ \frac{1}{2} Y |\llbracket \mathbf{V} \rrbracket| & : \text{Tresca} \end{cases} \quad (3.21)$$

où $\llbracket \mathbf{V} \rrbracket$ présente le saut de discontinuité de vitesse au travers des surfaces de discontinuité de vitesse.

$$\llbracket \mathbf{V} \rrbracket = \begin{cases} |\llbracket \mathbf{V}^1 \rrbracket| = \sqrt{(U_r(t_1(z), z))^2 + (U_z(t_1(z), z) + U)^2} & \text{surface 1} \\ |\llbracket \mathbf{V}^2 \rrbracket| = \sqrt{(U_r(t_2(z), z))^2 + (U_z(t_2(z), z))^2} & \text{surface 2} \end{cases} \quad (3.22)$$

On a vu que l'on pouvait distinguer deux cas concernant la condition de contact entre l'indenteur et le massif (contact parfaitement adhérent et contact lisse). Dans le cas où l'on prend en compte l'adhérence, la contribution des discontinuités de vitesse à la puissance résistante maximale est calculée pour les deux surfaces 1 et 2. Dans le cas contraire, c'est-à-dire si le

contact est supposé lisse, la seule surface 2 intervient dans le calcul. La contribution est donc :

$$P_{rm}^{dis} = \begin{cases} \sum_{i=1,2} P_{rm}^{dis,i} = 2\pi \sum_{i=1,2} \int_0^{h_0} \pi(\mathbf{n}; [\mathbf{V}^i]) \cdot t_i(z) \sqrt{1+t_i'(z)^2} \cdot dz & : \text{parfaitement adhérent} \\ P_{rm}^{dis,2} = 2\pi \int_0^{h_0} \pi(\mathbf{n}; [\mathbf{V}^2]) \cdot t_2(z) \sqrt{1+t_2'(z)^2} \cdot dz & : \text{lisse} \end{cases} \quad (3.23)$$

On est donc amené à optimiser la puissance résistante maximale totale $P_{rm} = P_{rm}^{def} + P_{rm}^{dis}$, qui est fonction des trois paramètres A, B et C, en tenant compte de la condition (3.17). Les expressions obtenues ne permettent pas de réaliser une optimisation de façon analytique. Afin de simplifier ces expressions et pouvoir mener une résolution semi-analytique du problème, on pose $A = 0$ et il reste à optimiser sur les paramètres B et C. On définit $\eta = 4B \cot^2 \theta / C$ qui implique la condition $0 < \eta < 1$. Les fonctions exprimées ci-dessus sont résumées sous la forme :

$$\begin{cases} f(r) = \frac{B}{r}; g(z) = \frac{z \tan^2 \theta}{\eta B}; h(z) = \frac{1}{\eta} - 1 \\ t_1(z) = z \tan \theta; t_2(z) = \frac{z \tan \theta}{\sqrt{1-\eta}} = k \cdot t_1(z) \end{cases} \quad (3.24)$$

où $k = \frac{1}{\sqrt{1-\eta}} > 1$ est un paramètre fonction de η . Ainsi les expressions des puissances résistantes maximales s'écrivent comme suit :

- Pour le critère de Von-Mises

$$P_{rm}^{def} = \frac{\pi UY h_0^2 \tan^2 \theta}{\sqrt{3}\eta} \left[\sqrt{\frac{4(1-\eta) + \tan^2 \theta}{1-\eta}} - \sqrt{4 + \tan^2 \theta} + 2 \left(\operatorname{arctanh} \sqrt{\frac{4}{4 + \tan^2 \theta}} - \operatorname{arctanh} \sqrt{\frac{4(1-\eta)}{4(1-\eta) + \tan^2 \theta}} \right) \right] \quad (3.25)$$

$$P_{rm}^{dis} = \begin{cases} \frac{\pi UY h_0^2 \tan \theta}{\sqrt{3}\eta} \left(1 + \tan^2 \theta + \frac{1-\eta + \tan^2 \theta}{\sqrt{1-\eta}} \right) & : \text{parfaitement adhérent} \\ \frac{\pi UY h_0^2 \tan \theta}{\sqrt{3}\eta} \left(\frac{1-\eta + \tan^2 \theta}{\sqrt{1-\eta}} \right) & : \text{lisse} \end{cases} \quad (3.26)$$

- Pour le critère de Tresca

$$P_{rm}^{def} = \frac{\pi UY h_0^2 \tan^2 \theta}{2\eta} \left[\ln \frac{1}{\sqrt{1-\eta}} + \sqrt{\frac{1-\eta + \tan^2 \theta}{1-\eta}} - \sqrt{1 + \tan^2 \theta} + \operatorname{arctanh}(\cos \theta) - \operatorname{arctanh} \sqrt{\frac{1-\eta}{1-\eta + \tan^2 \theta}} \right] \quad (3.27)$$

$$P_{rm}^{dis} = \begin{cases} \frac{\pi U Y h_0^2 \tan \theta}{2\eta} \left(1 + \tan^2 \theta + \frac{1 - \eta + \tan^2 \theta}{\sqrt{1 - \eta}} \right) & : \text{parfaitement adhérent} \\ \frac{\pi U Y h_0^2 \tan \theta}{2\eta} \left(\frac{1 - \eta + \tan^2 \theta}{\sqrt{1 - \eta}} \right) & : \text{lisse} \end{cases} \quad (3.28)$$

La puissance des efforts extérieurs s'écrit sous la forme $P.U$ où P est la charge verticale descendante duale de U appliquée à la pointe. Le rapport entre la puissance résistante maximale totale et la vitesse U définit un majorant de la charge limite dont l'optimisation peut donc être réalisée en fonction de deux paramètres η et U pour chaque valeur de demi-angle θ . Avec le mécanisme présenté sur la figure 3.1, elle est donnée par :

$$P_{UB} = \min_{\substack{0 < \eta < 1 \\ \forall U C.A.}} \left(\frac{P_{rm}}{U} \right) \quad (3.29)$$

Cette dernière correspond à une valeur optimum de η , appelée η_{opt} dont la relation avec l'angle θ est décrite sur la figure 3.2. La charge limite obtenue pour le cas du contact parfaitement adhérent est évidemment toujours plus grande que celle obtenue dans le cas où le contact est lisse. Son maximum est atteint lorsque l'angle θ tend vers 0 pour les deux cas. Les valeurs de η_{opt} sont assez proches pour les deux cas de contact. Leur différence croît avec l'angle θ et obtient un maximum pour $\theta = 90^\circ$.

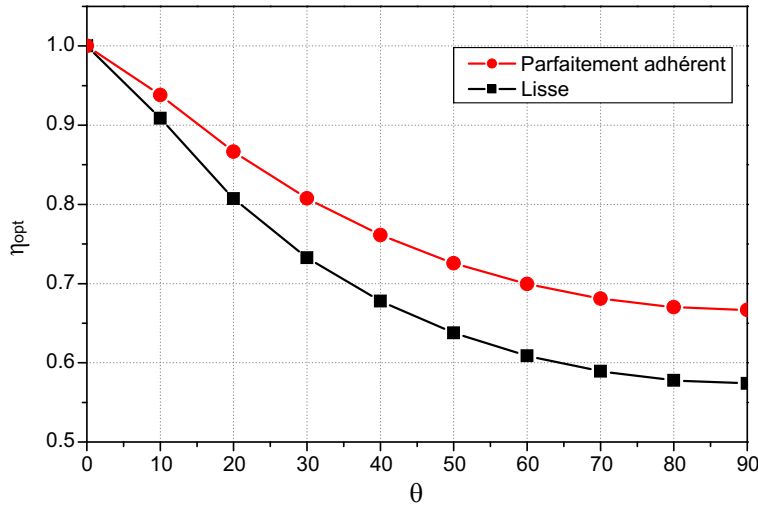


Figure 3.2 – Relation entre η_{opt} et le demi-angle θ

Dans le cas du problème d'indentation, on peut déduire de la charge limite la dureté H du massif en la divisant par l'aire de contact projetée de la pointe ($A_c = \pi h_0^2 \tan^2 \theta$). En examinant un massif de critère de Von-Mises, on peut voir, sur la figure 3.3, la relation entre la valeur H/Y et le paramètre η pour un demi-angle $\theta = 30^\circ$. Les courbes de résultat ont une seule valeur minimale à partir de laquelle la valeur H/Y augmente de plus en plus en fonction de l'écart à cette valeur de η . Des valeurs infinies sont trouvées pour η tendant vers 0 ou 1 ; ces singularités peuvent être facilement déduites des expressions dans (3.25), (3.26), (3.27) et (3.28).

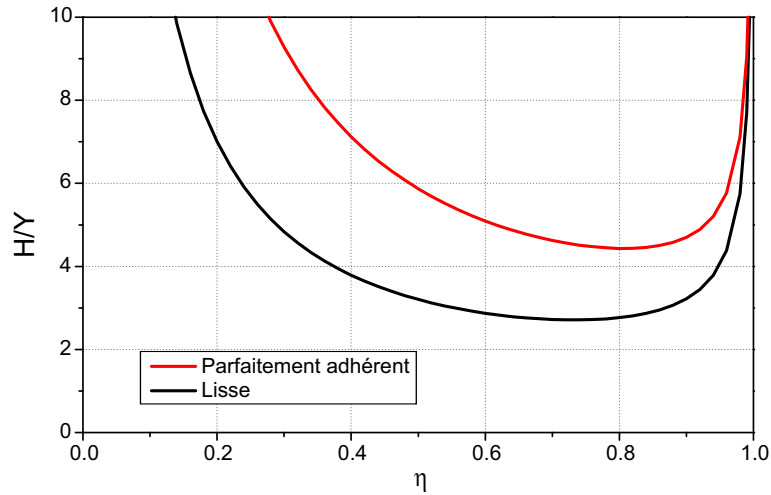


Figure 3.3 – La valeur H/Y en fonction de η dans le cas du critère de Von-Mises et $\theta = 30^\circ$

Concrètement pour une valeur de l'angle $\theta = 30^\circ$, on obtient $H_{UB}/Y = 2.7112$ à $\eta_{opt} = 0.7325$ ($k_{opt}=1.93$) pour le cas d'indentation lisse à l'interface et $H_{UB}/Y = 4.4313$ à $\eta_{opt} = 0.8077$ ($k_{opt}=2.28$) dans le cas contraire. A partir des valeurs η_{opt} ou bien k_{opt} correspondantes, on peut déterminer la fonction $t_2(z)$ puis le domaine \mathbf{A} . Avec le choix du paramètre $A = 0$, l'interface 2 est l'enveloppe du cône et le domaine \mathbf{A} devient un cône. La grandeur de ce dernier est donc en relation directe avec η_{opt} et k_{opt} . Afin de montrer une image visuelle du champ de vitesse obtenu par la solution semi-analytique, on génère un maillage simple et on trace le champ pour les deux cas de contact. Sur la figure 3.4, on constate que le domaine dans lequel le champ de vitesse est non nul, est plus grand dans le cas avec adhérence. Cette constatation était attendue à partir du moment où l'on remarque que la prise en compte d'un contact adhérent vient rigidifier le système. De plus, le champ de vitesse est bien constant aux deux interfaces et la direction des vitesses est différente entre l'interface 1 et l'interface 2. En ce qui concerne le module des vitesses du champ, on remarque qu'il est plus grand le long de la surface 1 et diminue avec l'augmentation de r .

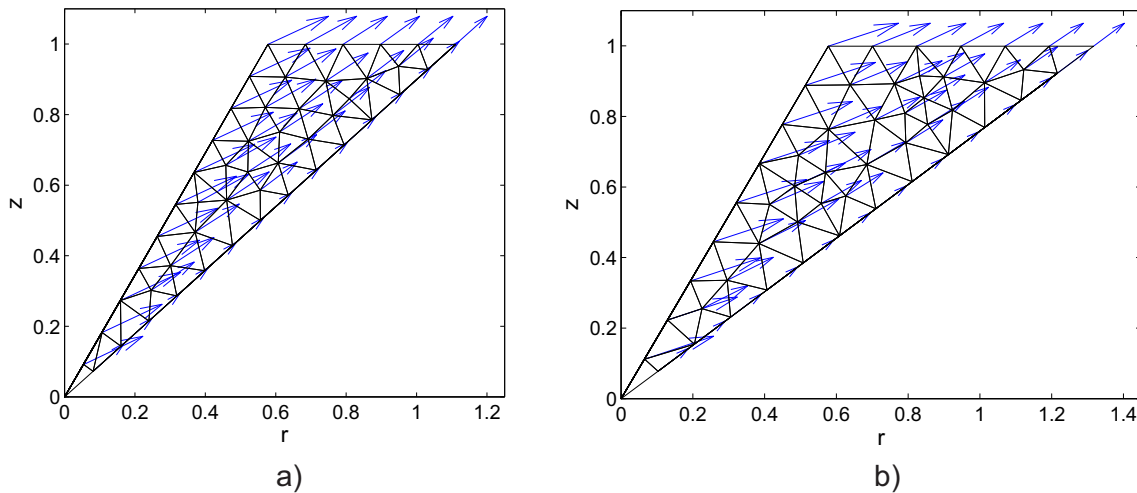


Figure 3.4 – Champ de vitesse dans le domaine \mathbf{A} pour les deux cas de contact et $\theta = 30^\circ$: a) lisse et b) parfaitement adhérent.

La comparaison entre les deux cas de contact est également présentée sur la figure 3.5. Les courbes rouges relative au cas de contact parfaitement adhérent à l'interface indenteur-massif se trouvent au-dessus des courbes noires du cas lisse grâce à la contribution du frottement de cette interface à la charge limite. Le domaine de résistance du critère Tresca étant inclus dans celui du critère de Von-Mises, la valeur de la charge extrême obtenue par la solution semi-analytique est toujours plus grande que celle correspondante à une interface de Tresca. Cette évidence est remarquée en comparant les courbes sur la figure 3.5a à celles sur la figure 3.5b.

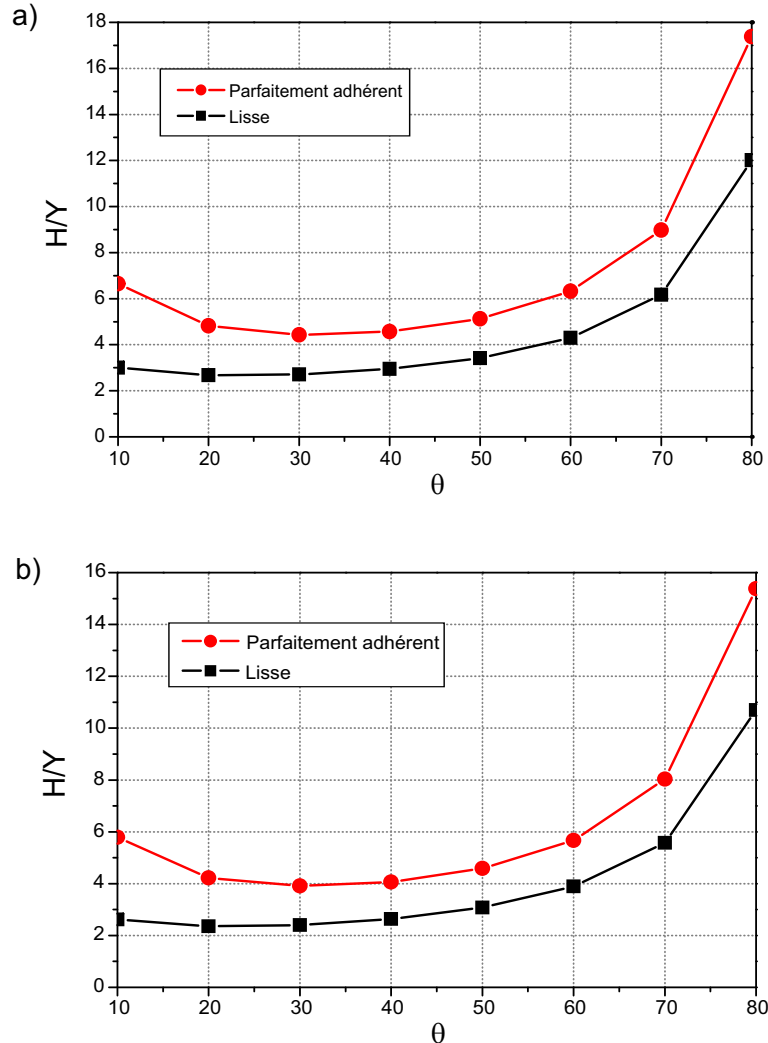


Figure 3.5 – La borne supérieure de H/Y pour les deux cas de contact pour : a) Critère Von-Mises et b) Critère Tresca

3.1.3 Évolution de géométrie

On considère maintenant un modèle où l'évolution de géométrie est prise en compte dans le calcul de la charge extrême. La raison de cette étude est bien présentée dans la section 3.2.4. On prend en compte cette évolution en ajoutant une petite zone \mathbf{A}' dans le domaine \mathbf{A} du cas sans évolution. Cette zone modélise la partie du matériau remplacée par l'indenteur lors de son enfoncement. Pour les matériaux de Von-Mises et Tresca, le tenseur taux de déformation doit être à trace nulle. Autrement dit, le volume du massif est conservé lors de la pénétration de l'indenteur. Par conséquent, la zone \mathbf{A}' est surélevée par rapport à la structure initiale. La figure

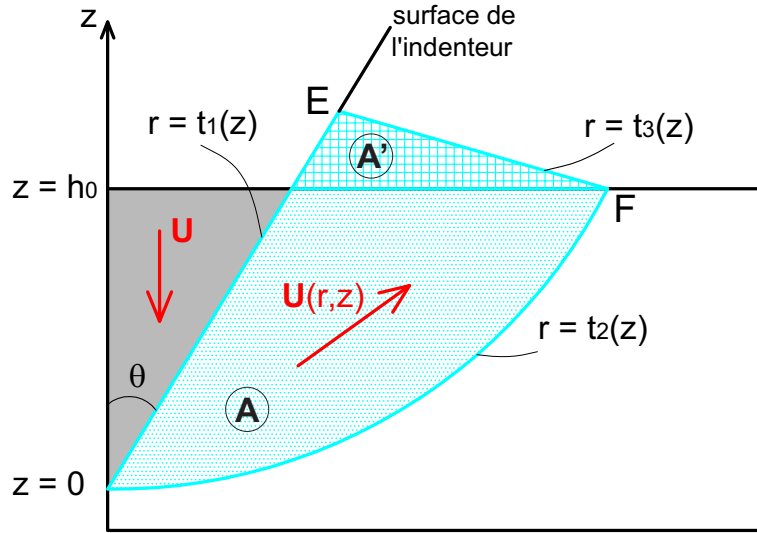


Figure 3.6 – Mécanisme avec l'évolution de géométrie

3.6 montre une géométrie simple possible de cette dernière représentée par la partie hachurée, limitée par la structure initiale du massif ($z = h_0$), la surface de l'indenteur $r = t_1(z)$ et la surface $r = t_3(z)$. Son volume $V_{A'}$ dans le repère axisymétrique est égal à celui de l'indenteur V_i lorsque z varie de 0 à h_0 (partie grise).

Le volume V_i d'un cône de révolution d'hauteur h_0 est calculé par :

$$V_i = \frac{1}{3} \pi h_0^3 \tan^2 \theta \quad (3.30)$$

Le volume $V_{A'}$ de la zone A' est donné par :

$$V_{A'} = 2\pi \int_{h_0}^{z_E} \int_{t_1(z)}^{t_3(z)} r dr dz \quad (3.31)$$

où la droite $r = t_3(z)$ passe par deux points $E(r_E, z_E)$ où $r_E = z_E \tan \theta$ et $F(r_F, z_F)$ où $r_F = kh_0 \tan \theta$ et $z_F = h_0$. Cette droite peut être écrite par :

$$r = t_3(z) = z \frac{z_E - kh_0}{z_E - h_0} \tan \theta + \frac{(k-1)h_0 z_E}{z_E - h_0} \tan \theta \quad (3.32)$$

En résolvant l'équation $V_i = V_{A'}$, les coordonnées du point E sont déterminées comme suit :

$$\begin{cases} r_E = z_E \tan \theta \\ z_E = \frac{\sqrt{k+3} - \sqrt{k-1}}{\sqrt{k-1}} kh_0 \end{cases} \quad (3.33)$$

Outre la contribution du domaine A définie dans la section précédente, il est nécessaire dans ce cas de prendre en compte, dans la puissance résistance maximale, celle du domaine A' . Les expressions de ce dernier sont données par :

- La contribution de la déformation

$$P_{rm,\mathbf{A}'}^{def} = 2\pi \int_{h_0}^{z_E} \int_{t_1(z)}^{t_3(z)} \pi(\mathbf{d}) r dr dz \quad (3.34)$$

- La contribution de la discontinuité de vitesse au cas de contact avec adhérence à la surface 1

$$P_{rm,\mathbf{A}'}^{dis} = 2\pi \int_{h_0}^{z_E} \pi(\mathbf{n}; [[\mathbf{V}^1]]) \cdot t_1(z) \sqrt{1 + t_1'(z)} \cdot dz \quad (3.35)$$

La valeur totale $P_{rm} = P_{rm,\mathbf{A}} + P_{rm,\mathbf{A}'}$ dépend de trois paramètres : h_0 , θ et η . Cependant, on peut normaliser en fixant $h_0 = 1$ et optimiser sur les deux paramètres restants. Le résultat d'optimisation est trouvé pour chaque demi-angle lorsque l'on détermine la valeur η_{opt} correspondante. A cause de l'expression assez complexe de la droite $t_3(z)$ et de z_E dans la limite des intégrandes (3.34) et (3.35), l'expression finale devient trop compliquée pour résoudre le problème de façon semi-analytique. Néanmoins, en utilisant le même chargement par la vitesse de l'indenteur, on peut conclure que la valeur de la puissance résistante maximale dans ce dernier cas est toujours plus grande que celle calculée dans le cas sans évolution de géométrie parce que d'une part, une valeur positive due à la présence du domaine \mathbf{A}' est ajoutée et d'autre part, la contribution du domaine \mathbf{A} dans le cas avec évolution de géométrie est :

- Soit égale à celle dans le cas sans évolution si la valeur η_{opt} (dans l'intervalle de 0 à 1) est identique dans les deux cas.
- Soit plus grande que celle obtenue dans le cas sans évolution si la valeur η_{opt} est différente parce que η_{opt} correspond à la valeur minimale de P_{rm} .

3.2 Approche numérique

3.2.1 Formulation du problème d'indentation

Considérons un indenteur conique rigide, défini par son demi-angle θ , pénétrant dans un demi-espace Ω , défini par $-H \leq z \leq 0$, selon la direction \mathbf{e}_z dont le point origine O se trouve au point de contact entre l'axe de symétrie et la surface du système ($z = 0$) (figure 3.7). Le problème peut donc être abordé dans le cadre d'une modélisation axisymétrique, repéré par les coordonnées (r, θ, z) dans le système de coordonnées cylindriques associé au repère cartésien $(\mathbf{e}_x, \mathbf{e}_y, \mathbf{e}_z)$. Les conditions aux limites imposées au système Ω , lorsque l'indenteur est à la profondeur de pénétration h , sont définies comme suit :

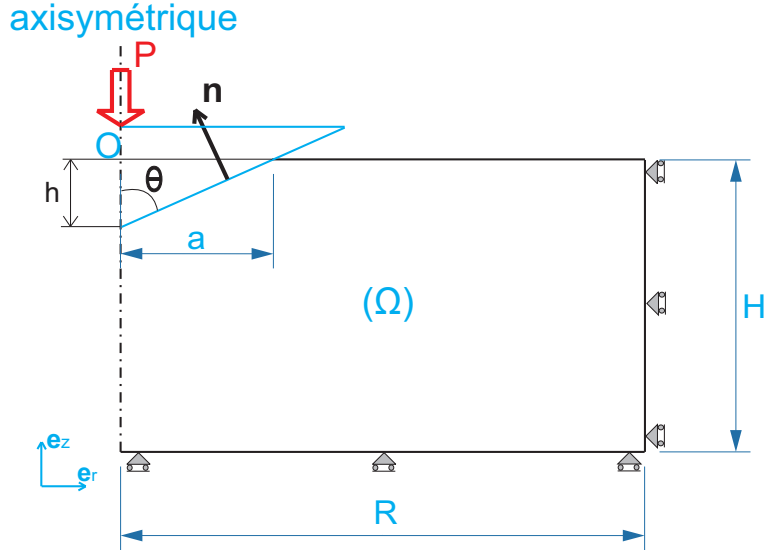


Figure 3.7 – Modèle d'indentation d'une pointe conique de révolution

$$\left\{ \begin{array}{l}
 a) \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}) = 0, \boldsymbol{\sigma} \in G \quad \forall \boldsymbol{\sigma} \text{ S.A.} \\
 b) \forall (r \geq a, z = 0) : \mathbf{T}(\mathbf{e}_z) = \mathbf{0} \\
 c) \left\{ \begin{array}{l}
 \forall r = R : U_r = 0; \mathbf{T}(\mathbf{e}_r) \cdot \mathbf{e}_z = 0 \text{ et } \mathbf{T}(\mathbf{e}_r) \cdot \mathbf{e}_\theta = 0 \\
 \forall z = -H : U_z = 0; \mathbf{T}(-\mathbf{e}_z) \cdot \mathbf{e}_r = 0 \text{ et } \mathbf{T}(-\mathbf{e}_z) \cdot \mathbf{e}_\theta = 0
 \end{array} \right. \\
 d) \forall (r, \theta, z) \in A_M : \mathbf{U} \cdot \mathbf{n} = -\dot{h} \sin \theta \text{ et } \mathbf{T}(\mathbf{n}) = 0
 \end{array} \right. \quad (3.36)$$

où A_M est l'aire de contact réelle entre l'indenteur et le demi-espace; U_r, U_z sont les composantes du champ de vitesse \mathbf{U} défini dans Ω ; $\mathbf{T}(\mathbf{e}_i) = \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{e}_i$ est le vecteur contrainte sur le bord de Ω , orienté par le vecteur unitaire normal extérieur \mathbf{e}_i ($i=r,z$) et $\boldsymbol{\sigma}$ est le champ de contraintes dans Ω . On remarquera que l'on a retenu des conditions de contact lisse sur A_M . On reviendra sur la nature du contact ultérieurement.

L'approche cinématique du calcul à la rupture que nous souhaitons développer dans cette étude est basée sur la mise en œuvre du principe des puissances virtuelles dans lequel on adjoint la connaissance du critère de résistance. Nous sommes donc conduits à construire des champs de vitesse virtuelle cinématiquement admissible dans le système. On fait le choix ici de ne pas prendre en compte des discontinuités dans ces champs $\hat{\mathbf{U}}$, le principe des puissances virtuelles et la puissance résistance maximale s'écrivent donc en chaque point \mathbf{x} du système :

$$\left\{ \begin{array}{l}
 P_e(\mathbf{P}, \hat{\mathbf{U}}) = \mathbf{P} \cdot \dot{h} = \int_{\Omega} (\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) : \hat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) d\Omega \quad \forall \hat{\mathbf{U}} \text{ C.A. (Équilibre)} \\
 P_{rm}(\hat{\mathbf{U}}) = \int_{\Omega} \sup \left\{ \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) : \hat{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) \mid \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \right\} d\Omega = \int_{\Omega} \pi(\mathbf{x}, \hat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) d\Omega
 \end{array} \right. \quad (3.37)$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ est un champ de contrainte statiquement admissible (S.A.) en équilibre avec le chargement \mathbf{P} (équations (3.36)); $\hat{\mathbf{U}}$ est le champ de vitesse virtuelle cinématiquement admissible

(C.A.) qui vérifie les conditions aux limites cinématiques ((3.36)c et (3.36)d). Le champ de taux de déformation virtuelle $\widehat{\mathbf{d}}$, est la partie symétrique du gradient de $\widehat{\mathbf{U}}$. On a donc :

$$\widehat{\mathbf{d}} = \frac{1}{2}(\text{grad}\widehat{\mathbf{U}} + {}^T\text{grad}\widehat{\mathbf{U}}) \quad (3.38)$$

Une condition nécessaire de stabilité s'écrit alors :

$$P_e(\mathbf{P}, \widehat{\mathbf{U}}) \leq P_{rm}(\widehat{\mathbf{U}}) \quad \forall \widehat{\mathbf{U}} \text{ C.A.} \quad (3.39)$$

Cette approche fournit donc une estimation du majorant de la charge limite P^+ à l'aide des relations (3.37) et (3.39). Une valeur de la dureté maximale H^+ étant définie comme le rapport de P^+ sur l'aire de contact projeté $A_C = A_M/\sin\theta$, on obtient donc :

$$P^+ \leq \frac{1}{h} \int_{\Omega} \pi(\mathbf{x}, \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) d\Omega \quad \forall \widehat{\mathbf{U}} \text{ C.A.} \quad (3.40)$$

$$H^+ = \frac{P^+}{A_c} \leq \frac{1}{A_c} \int_{\Omega} \pi(\mathbf{x}, \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) d\Omega; \quad \text{en fixant } h = 1 \quad \forall \widehat{\mathbf{U}} \text{ C.A.} \quad (3.41)$$

Définition du contact entre l'indenteur et le massif : Revenons maintenant sur la nature des conditions de contact entre l'indenteur et le massif. On se propose d'examiner, dans le cadre de ce travail, deux types de contact de nature opposée. Il s'agit du contact dit lisse et de celui à adhérence parfaite.

- Contact lisse : toutes les contraintes de cisaillement à l'interface sont nulles

$$\forall (r, \theta, z) \in A_M : \mathbf{t} \cdot \mathbf{T}(\mathbf{n}) = \frac{1}{2}(\sigma_{zz} - \sigma_{rr}) \sin 2\theta - \sigma_{rz} \cos 2\theta = 0 \quad \text{avec } \mathbf{t} \cdot \mathbf{n} = 0 \quad (3.42)$$

- Contact parfaitement adhérent : le saut de déplacement entre l'indenteur et le massif est nul :

$$\forall (r, \theta, z) \in A_M : \mathbf{U} = -\dot{h}\mathbf{e}_z \quad (3.43)$$

3.2.2 Méthodes numériques

3.2.2.1 Linear matching method (LMM) pour matériaux purement cohérents

1. Critères de résistance pour matériaux purement cohérents :

Dans le cadre de cette thèse, on examine les deux critères de résistance les plus connus qui sont souvent utilisés pour étudier des systèmes constitués d'un matériau purement cohérent. Il s'agit des critères de Tresca et de Von-Mises.

Critère de Tresca : Ce critère est également connu sous le nom du "critère de la contrainte de cisaillement maximal". En effet, l'expression de ce critère fait intervenir des cisaillements maximaux dans les plans principaux, représentés par $(\sigma_i - \sigma_j)$. La fonction de charge est définie par :

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = \underset{i,j=1,3}{Max} |\sigma_i - \sigma_j| - Y \quad (3.44)$$

Avec la formule (3.44) du critère de Tresca, on voit bien que la valeur du critère n'est pas modifiée lorsque l'on ajoute une pression hydrostatique.

Critère de Von-Mises : Pour ce critère, le seuil de plasticité est lié à l'énergie élastique de cisaillement. Il est donc un critère énergétique qui n'utilise que le second invariant du déviateur des contraintes ou bien l'invariant J qui définit le cisaillement dans les plans octaédraux. La fonction de charge de ce dernier est :

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = J - Y \quad (3.45)$$

Ce critère est proche de celui de Tresca mais sa forme cylindrique de révolution est plus simple à manipuler. En outre, le critère de Von-Mises est aussi un critère qui ne fait pas intervenir la pression hydrostatique.

Comparaison des deux critères : Dans le but de comparer le domaine de résistance défini par les deux critères, Tresca et de Von-Mises, on examine les représentations ci-dessous :

- *Dans le plan traction-cisaillement* : lorsque toutes les composantes du tenseurs des contraintes sont nulles sauf σ_{11} et σ_{12} :

$$f(\sigma) = \begin{cases} \text{(Tresca)} & : \sqrt{\sigma_{11}^2 + 4\sigma_{12}^2} - Y \\ \text{(Von-Mises)} & : \sqrt{\sigma_{11}^2 + 3\sigma_{12}^2} - Y \end{cases} \quad (3.46)$$

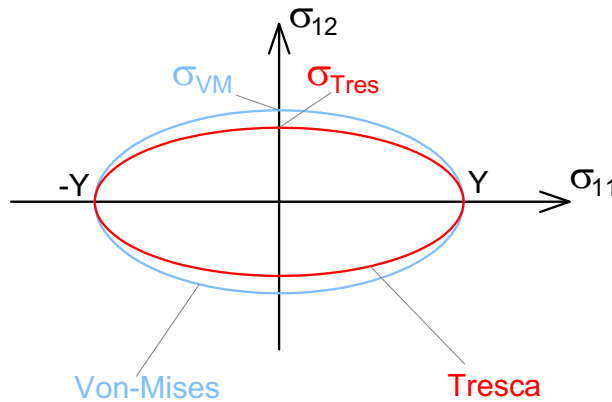


Figure 3.8 – Critère de Tresca et de Von-Mises dans le plan traction-cisaillement : $\sigma_{Tres} = Y/2$ et $\sigma_{VM} = Y/\sqrt{3}$

- *Dans le plan des contraintes principales* (σ_1, σ_2) : lorsque la troisième contrainte principale est nulle :

$$f(\sigma) = \begin{cases} \text{(Tresca)} & : \begin{cases} \sigma_1 - Y & \text{si } 0 \leq \sigma_2 \leq \sigma_1 \\ \sigma_2 - Y & \text{si } 0 \leq \sigma_1 \leq \sigma_2 \\ |\sigma_1 - \sigma_2| - Y & \text{sinon} \end{cases} \\ \text{(Von-Mises)} & : \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2 - \sigma_1\sigma_2} - Y \end{cases} \quad (3.47)$$

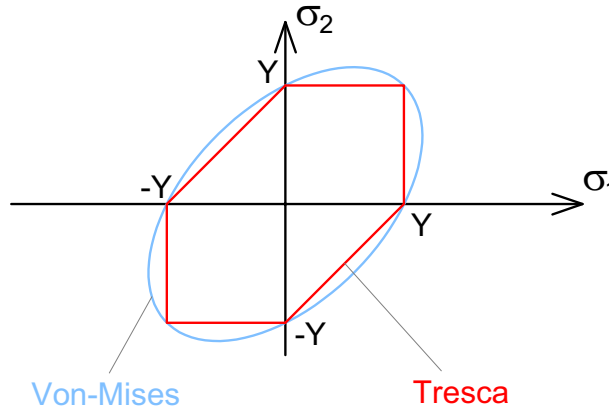


Figure 3.9 – Critère de Tresca et de Von-Mises dans le plan des contraintes principales (σ_1, σ_2)

Les figures 3.8 et 3.9 montrent bien que le domaine de résistance du critère de Tresca est inclus dans celui du critère de Von-Mises.

Contrainte de référence : La contrainte de référence (dite également contrainte effective) est une valeur calculée à partir du tenseur des contraintes. Elle est comparée à la limite élastique afin de déterminer si l'état de contrainte se situe dans le domaine élastique ou plastique.

- Pour le critère de Tresca :

$$\bar{\sigma} = \text{Max}_{i,j=1,3} |\sigma_i - \sigma_j| \quad (3.48)$$

- Pour le critère de Von-Mises :

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2}} \quad (3.49)$$

2. Linear matching method :

Afin d'estimer la charge limite d'une structure constituée d'un matériau obéissant au critère de Von-Mises, Pontar & Carter [102] ont proposé une méthode connue sous le nom "Linear matching method" (LMM). Cette méthode peut être considérée comme une technique de programmation non-linéaire où la charge limite converge de façon monotone

vers la solution exacte. Cet état limite est obtenu par succession de calculs élastiques linéaires incompressibles - respectant ainsi la condition de pertinence de von Mises - en faisant évoluer la distribution spatiale des modules élastiques.

Principe de la méthode : Le module de compressibilité k prenant une valeur infinie pour un matériau incompressible, il reste à chercher le module de cisaillement μ à l'état limite. De ce fait, l'itération initiale est définie par une solution élastique linéaire $\mu = \mu^0(\boldsymbol{\sigma}^0, \mathbf{d}^0)$ - μ uniforme dans la structure. La distribution à l'itération suivante $\mu^1(\mathbf{x})$ est déterminé pour \mathbf{d}^0 fixé en ramenant la contrainte de référence à la surface du critère étudié :

$$\frac{Y}{\mu^1} = \frac{\bar{\sigma}(\boldsymbol{\sigma}^0)}{\mu^0} \quad (3.50)$$

où $\bar{\sigma}(\boldsymbol{\sigma}^0)$ est la contrainte de référence correspondante au critère.

Une nouvelle solution élastique est maintenant construite pour $\mu = \mu^1(x)$. On réalise de cette façon un certain nombre d'itérations à partir d'un champ $\mu(\mathbf{x})$ défini par l'expression générale suivante :

$$\mu^{i+1} = \mu^i \left(\frac{Y}{\bar{\sigma}(\boldsymbol{\sigma}^i)} \right) \quad (3.51)$$

Ce processus est effectué jusqu'au moment où l'état limite est obtenu, correspondant la stationnarité de l'évolution de la valeur de la charge limite. A chaque étape, la borne supérieure de la charge limite est calculée par :

$$P_{UB}^i = \frac{\int_V (\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}^i) dV}{\int_{\partial V} (\bar{\mathbf{p}} \cdot \dot{\mathbf{u}}^i) dS} \quad (3.52)$$

où V et ∂V sont respectivement le volume et le contour de la structure ; $\bar{\mathbf{p}}$ est la charge unité et $\dot{\mathbf{u}}^i$ est le champ de vitesse associé au champ taux de déformation \mathbf{d}^i .

Convergence de la méthode : En utilisant le principe du minimum de l'énergie potentielle, les auteurs montrent la convergence de la méthode. L'inégalité entre deux majorants consécutifs de la charge limite s'écrit :

$$0 \leq P_{UB}^{i+1} \leq P_{UB}^i \quad (3.53)$$

L'égalité (3.53) se produit si et seulement si $\mu^{i+1} = \mu^i$. En effet, la méthode suit une itération de la charge limite qui converge de façon monotone vers la valeur exacte. La charge limite est donc définie par :

$$P_L = \lim_{i \rightarrow \infty} P_{UB}^i \quad (3.54)$$

Condition d'arrêt : D'après (3.54), la charge limite est obtenue lorsque i tend vers l'infini. En réalisant un algorithme de calcul numérique, il est donc nécessaire de définir une condition d'arrêt garantissant que le résultat obtenu est suffisamment proche de la solution, lorsque cette condition est satisfaite. Nous proposons donc la condition d'arrêt suivante :

$$\frac{|P_{UB}^{i+1} - P_{UB}^i|}{P_{UB}^i} \leq 10/100 \quad (3.55)$$

ou bien,

$$\frac{|H_{UB}^{i+1} - H_{UB}^i|}{H_{UB}^i} \leq 10/100 \quad (3.56)$$

Algorithme de calcul : Avec la condition d'arrêt proposée ci-dessus, l'algorithme général de calcul de la charge limite pour le problème d'indentation en appliquant la LMM peut être présenté sur la figure 3.10.

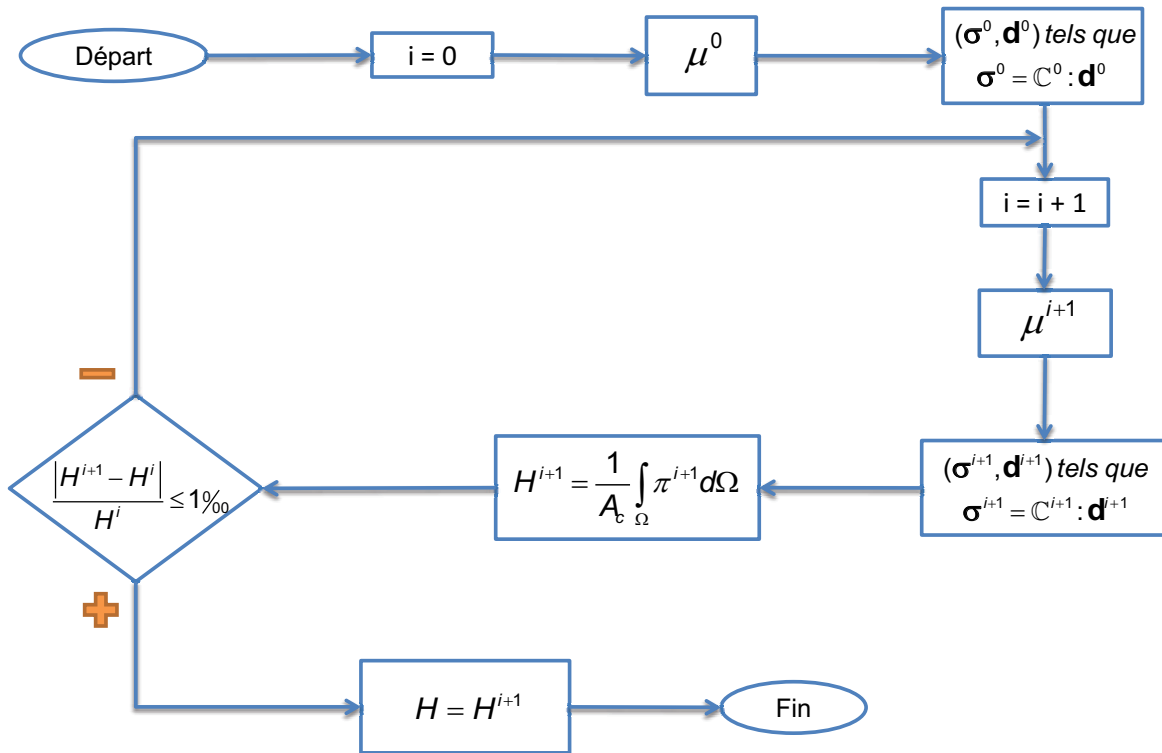


Figure 3.10 – Algorithme de calcul de la charge limite pour le problème d'indentation dans un matériau purement cohérent

3.2.2.2 Cas d'un critère de résistance elliptique

1. Critère de résistance elliptique :

Forme générale de l'ellipse : Après étude des travaux sur l'homogénéisation des auteurs présentés en annexe E, les remarques suivantes peuvent être présentées sur les critères de résistance elliptiques. Il s'agit tout d'abord d'ellipses symétriques par rapport à l'axe des abscisses dans le repère orthonormé défini par les contraintes moyenne σ_m et déviatorique σ_d comme sur la figure 3.11. En outre, elles sont définies par les grand et petit rayon, notés a et b tel que $a > b > 0$. Enfin, le centre de l'ellipse est décentré d'une valeur c par rapport à l'origine, le long de σ_m pour modéliser une résistance plus grande en compression que celle en traction des matériaux. Par conséquent, la fonction de charge du critère est spécifiée par la relation suivante :

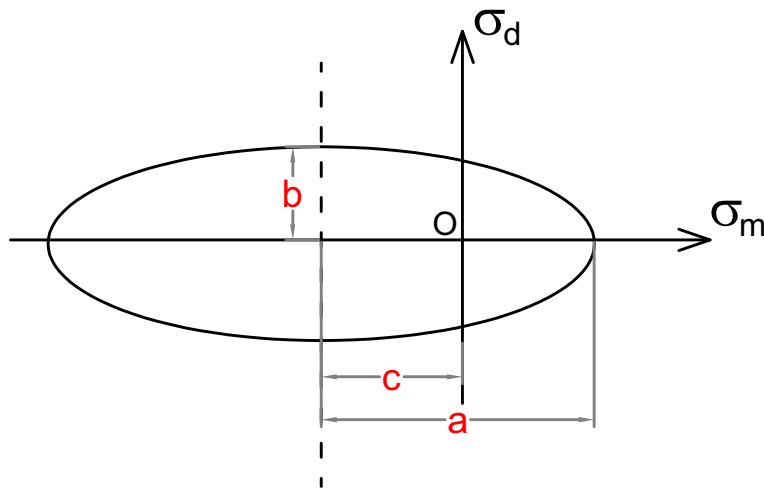


Figure 3.11 – Illustration du critère de résistance elliptique

$$(E) : f(\sigma_m, \sigma_d) = \left(\frac{\sigma_m + c}{a} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_d}{b} \right)^2 - 1 \quad \text{avec } a, b, c > 0 \quad (3.57)$$

où $\sigma_m = \frac{1}{3} \text{tr}(\boldsymbol{\sigma})$, $\boldsymbol{\sigma}_d = \boldsymbol{\sigma} - \sigma_m \cdot \mathbf{1}$, $\sigma_d = \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d}$

La capacité de résistance d'un matériau est définie en chaque point du système par la donnée du critère de résistance en contrainte. Appelons G le domaine de résistance du critère elliptique défini par $f(\sigma_m, \sigma_d) \leq 0$, G contient l'état de contrainte nul ($\sigma_m = 0$, $\sigma_d = 0$) qui implique la relation $-a < c < a$. Cependant, la plupart des matériaux possède une résistance plus grande en compression que celle en traction. De ce fait, des valeurs positives de c sont choisies dans notre étude. On étudiera donc la charge limite d'un matériau respectant le critère de résistance elliptique satisfaisant les conditions :

$$0 < b; \quad 0 \leq \frac{c}{a} \leq 1; \quad 0 \leq \frac{b}{a} \leq 1 \quad (3.58)$$

Fonction d'appui π du critère elliptique : Les équations (3.40) et (3.41) montrent la nécessité de déterminer la fonction π afin d'avoir accès à une estimation de la charge

limite du problème. Le domaine G abordé ci-dessus est strictement convexe, le “sup” dans (3.37) présente, par conséquent, un “max” :

$$\pi(\mathbf{x}, \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) = \boldsymbol{\sigma}^*(\mathbf{x}) : \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) \quad (3.59)$$

où $\boldsymbol{\sigma}^*(\mathbf{x})$ et $\widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})$ assurent le théorème d'association. Le taux de déformation $\widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})$ doit être normal à G . Il est par conséquent parallèle à $\partial f / \partial \boldsymbol{\sigma}$ en $\boldsymbol{\sigma}^*$:

$$\widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}}(\boldsymbol{\sigma}^*) = \frac{1}{3} d_v \cdot \mathbf{1} + \widehat{\mathbf{d}}_d \quad (3.60)$$

où $\widehat{\mathbf{d}}_d = \widehat{\mathbf{d}} - \frac{1}{3} d_v \cdot \mathbf{1}$; $d_v = tr(\widehat{\mathbf{d}})$ est le taux de déformation volumique; $d_d = \sqrt{\widehat{\mathbf{d}}_d : \widehat{\mathbf{d}}_d}$ est le taux de déformation déviatorique et $\dot{\lambda}$ est le multiplicateur plastique positif.

A partir de (3.60), on obtient les relations entre les taux de déformation, les contraintes et $\dot{\lambda}$.

$$\begin{cases} d_v = \frac{2\dot{\lambda} \cdot (\sigma_m + c)}{a^2} \\ d_d = \frac{2\dot{\lambda} \cdot \sigma_d}{b^2} \end{cases} \quad (3.61)$$

La fonction d'appui est donc :

$$\pi = \sigma_m \cdot d_v + \sigma_d \cdot d_d = 2\dot{\lambda} \left(\frac{\sigma_m \cdot (\sigma_m + c)}{a^2} + \frac{\sigma_d^2}{b^2} \right) \quad (3.62)$$

De plus, le champ de contraintes $\boldsymbol{\sigma}^*$ se situe sur l'enveloppe du domaine de résistance. Ainsi, la relation $f(\sigma_m, \sigma_d) = 0$ est validée. En associant cette fonction avec (3.61) et (3.62), on en déduit une nouvelle forme de π :

$$\pi = 2\dot{\lambda} - c \cdot d_v \quad (3.63)$$

Pour exprimer $\dot{\lambda}$ en fonction des taux de déformation, on remplace les contraintes dans la fonction $f(\sigma_m, \sigma_d) = 0$ par celles formulées dans (3.61). On obtient :

$$\dot{\lambda} = \frac{1}{2} \sqrt{(a \cdot d_v)^2 + (b \cdot d_d)^2} \quad (3.64)$$

Finalement, la fonction d'appui est obtenue à partir de (3.63) et (3.64) :

$$\pi(\mathbf{d}) = \sqrt{(a \cdot d_v)^2 + (b \cdot d_d)^2} - c \cdot d_v \quad (3.65)$$

Rappelons que $\pi_1(\mathbf{d})$ est la fonction d'appui de l'ellipse centrée à l'origine du repère ($c=0$), on peut écrire : $\pi_1(\mathbf{d}) = \sqrt{(a.d_v)^2 + (b.d_d)^2}$ comme l'interprétation géométrique présentée sur la figure 3.12. La fonction (3.65) devient :

$$\pi(\mathbf{d}) = \pi_1(\mathbf{d}) - c.d_v \quad (3.66)$$

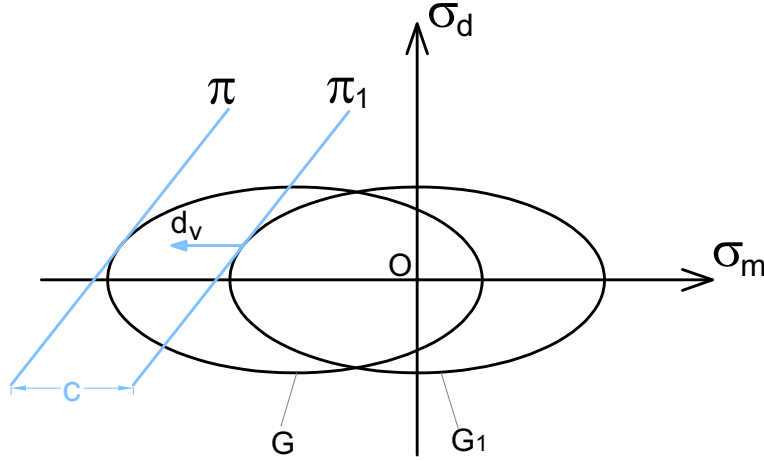


Figure 3.12 – Illustration du critère de résistance elliptique

Il est aisé de constater que l'expression ci-dessus de π possède les propriétés suivantes :

$$\begin{cases} a) 0 \in G_E (c \leq a), \text{ d'où } \pi(\mathbf{d}) \geq 0 \\ b) (\forall t \in \mathbb{R}^+), \pi(t.\mathbf{d}) = t.\pi(\mathbf{d}) \end{cases} \quad (3.67)$$

Définition des modules sécants (compressibilité, cisaillement) : En utilisant la différentiation de (3.65), la double définition de la résistance du matériau et la propriété de convexité de la fonction d'appui, on montre que le champ de contrainte $\boldsymbol{\sigma} = \partial\pi/\partial\mathbf{d}(\mathbf{d})$ est situé sur l'enveloppe du domaine de résistance elliptique [39]. Cette dérivée s'écrit :

$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{a^2.d_v}{\sqrt{(a.d_v)^2 + (b.d_d)^2}}.\mathbf{1} + \frac{b^2.d_d}{\sqrt{(a.d_v)^2 + (b.d_d)^2}} - c.\mathbf{1} \quad (3.68)$$

Cette équation peut être écrite par la formulation sécante prenant en compte une précontrainte $\boldsymbol{\sigma}^P = -c.\mathbf{1}$:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}(\mathbf{d}) : \mathbf{d} + \boldsymbol{\sigma}^P \quad (3.69)$$

où $\mathbb{C}(\mathbf{d}) = 3k(\mathbf{d})\mathbb{J} + 2\mu(\mathbf{d})\mathbb{K}$ est le tenseur de rigidité isotrope sécant ; $\mathbb{J} = \frac{1}{3}\mathbf{1} \otimes \mathbf{1}$ et $\mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J}$ sont les tenseurs du quatrième ordre qui projettent un tenseur du second ordre sur sa partie sphérique et déviatorique. \mathbb{I} est le tenseur unité du quatrième ordre. Les modules sécants de compressibilité et de cisaillement s'écrivent :

$$\begin{cases} k(\mathbf{d}) = \frac{a^2}{\sqrt{(a.d_v)^2 + (b.d_d)^2}} \\ 2\mu(\mathbf{d}) = \frac{b^2}{\sqrt{(a.d_v)^2 + (b.d_d)^2}} \end{cases} \quad (3.70)$$

Cette définition assure à ces modules sécants une valeur positive nécessaire à la simulation numérique mise en œuvre dans la partie suivante.

2. Nouvelle méthode d'analyse limite :

En utilisant la méthode LMM, nous pouvons trouver la charge limite d'une structure constituée d'un matériau purement cohérent comme présenté dans la section précédente. Cette méthode repose sur le calcul d'une suite de solutions élastiques linéaires incompressibles définie à partir d'un champ de modules de cisaillement, produisant ainsi une suite de charges qui décroît de façon monotone et converge vers la solution à l'état limite. Afin d'assurer l'incompressibilité du champ de déplacement construit, la valeur du coefficient de Poisson est maintenue à une valeur très proche de 0.5 conduisant à une valeur infinie du module de compressibilité. On a développé cette méthode dans le cas d'un matériau dont la résistance est définie par un critère de résistance elliptique en exécutant des itérations sur les modules sécants (compressibilité, cisaillement) définis à l'aide des relations formulées dans (3.70).

Principe de la méthode : Commenant avec une valeur initiale des modules sécants (k^1 , μ^1) correspondant au tenseur d'élasticité du quatrième ordre \mathbb{C}^1 , le champ de contrainte $\boldsymbol{\sigma}_1$ et celui du taux de déformation \mathbf{d}_1 à l'itération 1 sont obtenus en assurant la relation linéaire : $\boldsymbol{\sigma}_1 = \mathbb{C}^1 : \mathbf{d}_1$. Nous pouvons alors construire les champs $(\boldsymbol{\sigma}_2, \mathbf{d}_2)$ tels que :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\sigma}_2 = \boldsymbol{\sigma}_1 + c.1 \\ \boldsymbol{\sigma}_2 = \mathbb{C}^1 : \mathbf{d}_2 \end{cases} \quad (3.71)$$

Les itérations suivantes sont effectuées à l'aide des deux expressions (3.70) en passant par la construction du champ de taux de déformation \mathbf{d}_2 :

$$\begin{cases} k^{i+1} = \frac{a^2}{\sqrt{(a.d_{v2}^i)^2 + (b.d_{d2}^i)^2}} \\ 2\mu^{i+1} = \frac{b^2}{\sqrt{(a.d_{v2}^i)^2 + (b.d_{d2}^i)^2}} \end{cases} \quad (3.72)$$

Ce processus se termine lorsque la solution de la charge limite de la structure est obtenue. Cette solution correspond à l'état où les champs $(\boldsymbol{\sigma}_2, \mathbf{d}_2)$ satisfont le théorème d'association.

Appelons G_1 , G_2 les domaines de résistance elliptiques définis sur σ_1 , σ_2 . Dans le repère (σ_m, σ_d) , le domaine G_1 est défini par une ellipse centrée à l'origine du repère et l'enveloppe G_2 présente une ellipse déduite de G_1 par une translation $+c$ selon σ_m . Il nous reste à déterminer la fonction d'appui du critère elliptique, définissant le domaine de résistance G . Il est le symétrique de G_2 par rapport à l'axe des ordonnées σ_d . L'interprétation géométrique des fonctions d'appui des ellipses est reportée sur la figure 3.13 et leurs expressions s'expriment de la façon suivante :

$$\begin{cases} a) \pi_2 = \sqrt{(a.d_{v2})^2 + (b.d_{d2})^2} \\ b) \pi_1 = \pi_2 - c.d_{v2} \\ c) \pi = \pi_1 - c.d_{v1} = \pi_2 - c.(d_{v1} + d_{v2}) \end{cases} \quad (3.73)$$

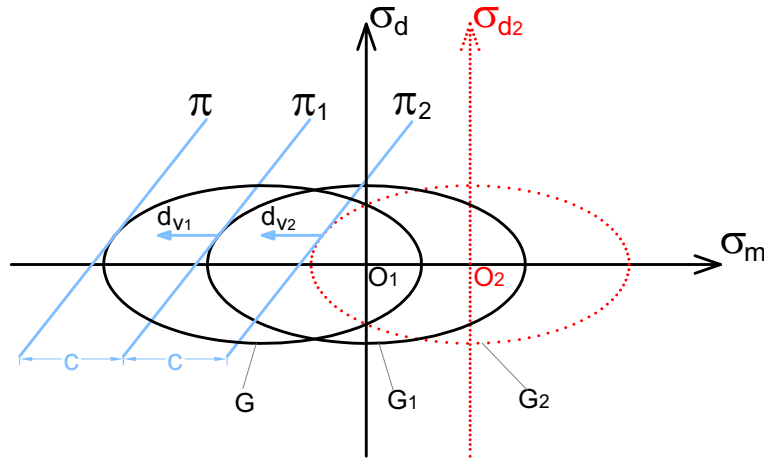


Figure 3.13 – Interprétation géométrique de la fonction d'appui dans la simulation numérique

Une borne supérieure de la charge limite peut dès lors être calculée, pour chaque étape d'itération, par les expressions (3.40) et (3.41).

Convergence de la méthode :

- *Champ de contrainte* : Afin de prouver la convergence du processus itératif présenté dans la section précédente, on réécrit les contraintes à partir de (3.71) pour l'itération $(i+1)$ à partir des contraintes moyenne et déviatorique. La relation entre ces contraintes et les taux de déformation correspondants sont décrites par (3.72) :

$$\begin{cases} \sigma_{m2}^{i+1} = \sigma_{m1}^{i+1} + c = k^{i+1} d_{v2}^{i+1} = \frac{a^2 . d_{v2}^{i+1}}{\sqrt{(a.d_{v2}^i)^2 + (b.d_{d2}^i)^2}} \\ \sigma_{d2}^{i+1} = \sigma_{d1}^{i+1} = 2\mu^{i+1} d_{d2}^{i+1} = \frac{b^2 . d_{d2}^{i+1}}{\sqrt{(a.d_{v2}^i)^2 + (b.d_{d2}^i)^2}} \end{cases} \quad (3.74)$$

Les expressions (3.73) a, et (3.74) conduisent aux relations suivantes :

$$\begin{cases} a.d_{v2}^{i+1} = \frac{\pi_2^i \cdot \sigma_{m2}^{i+1}}{a} \\ b.d_{d2}^{i+1} = \frac{\pi_2^i \cdot \sigma_{d2}^{i+1}}{b} \end{cases} \quad (3.75)$$

En combinant (3.74)a et (3.75), la relation itérative de la fonction d'appui π_2 est obtenue :

$$\pi_2^{i+1} = \sqrt{(a.d_{v2}^{i+1})^2 + (b.d_{d2}^{i+1})^2} = \pi_2^i \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{m2}^{i+1}}{a}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{d2}^{i+1}}{b}\right)^2} \quad (3.76)$$

On pose $E_2 = \left(\frac{\sigma_{m2}}{a}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{d2}}{b}\right)^2$, d'où $E_2 \leq 1$ pour un champ de contrainte $\sigma_2 \in G_2$. Par conséquent, l'inéquation $0 \leq \pi_2^{i+1} \leq \pi_2^i$ est assurée. Les expressions (3.40) et (3.41) nous conduisent au calcul de la dureté du matériau, assurant :

$$0 \leq P_2^{i+1} \leq P_2^i \quad (3.77)$$

et

$$0 \leq H_2^{i+1} \leq H_2^i \quad (3.78)$$

La dureté diminue progressivement selon les itérations jusqu'au moment où la condition d'arrêt proposée est validée. On considère que l'égalité $H_2^{i+1} = H_2^i$ est obtenue si et seulement si $E_2^{i+1} = 1$ sur l'ensemble du système Ω . Le champ de contrainte σ_2 se situe alors sur la frontière de G_2 .

- *Champ de taux de déformation* : On considère le champ de taux de déformation associé au champ σ_2 situé à la frontière de G_2 . Dans le repère $(\sigma_{m2}, \sigma_{d2})$, l'enveloppe du domaine de résistance est une ellipse centrée à l'origine du repère dont l'équation est :

$$\left(\frac{\sigma_{m2}}{a}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{d2}}{b}\right)^2 - 1 = 0 \quad (3.79)$$

Soit M^* un point quelconque de l'ellipse, l'équation de la droite tangentielle (d_1) à l'ellipse passant par $M^*(\sigma_{m^*}, \sigma_{d^*}, d_{v^*}, d_{d^*})$ est :

$$\frac{\sigma_{m2} \cdot \sigma_{m^*}}{a^2} + \frac{\sigma_{d2} \cdot \sigma_{d^*}}{b^2} - 1 = 0 \quad (3.80)$$

qui peut être réécrite sous la forme : $\sigma_{d2} = A_1 \cdot \sigma_{m2} + B_1$ avec $A_1 = -\frac{\sigma_{m^*}}{\sigma_{d^*}} \frac{b^2}{a^2}$ et $B_1 = \frac{b^2}{\sigma_{d^*}}$. Soit (d_2) une droite quelconque perpendiculaire à (d_1) et d'équation : $\sigma_{d2} = A_2 \cdot \sigma_{m2} + B_2$ avec $A_1 \cdot A_2 = -1$, on en déduit que :

$$A_2 = \frac{\sigma_{d^*} a^2}{\sigma_{m^*} b^2} \quad (3.81)$$

D'après l'expression (3.75), on obtient la relation $\frac{\sigma_{d^*}}{\sigma_{m^*}} = \frac{d_{d^*}}{d_{v^*}} \cdot \frac{b^2}{a^2}$ qui implique $A_2 = \frac{d_{d^*}}{d_{v^*}}$. Ceci montre que la droite, passant par un point M^* quelconque de l'ellipse et étant perpendiculaire à la droite tangentielle à l'ellipse en M^* , coïncide avec la direction du taux de déformation correspondant au tenseur de contrainte en ce point-là. Autrement dit, le taux de déformation et le champ de contrainte correspondant sont normaux extérieurs à G_2 sur l'ensemble de l'ellipse.

En conclusion, avec cette méthode, on a bien montré que, à la dernière itération, le champ de contrainte σ_2 se situe bien sur la frontière de G_2 et le champ de taux de déformation associé est normal extérieur à G_2 . Ils satisfont au théorème d'association montré dans [115].

Condition d'arrêt : A l'aide des relations (3.77) et (3.78), dans le cadre de notre approche par analyse limite, on propose les conditions d'arrêt suivantes :

$$\frac{|P_2^{i+1} - P_2^i|}{P_2^i} \leq 10^{-6} \quad (3.82)$$

ou bien,

$$\frac{|H_2^{i+1} - H_2^i|}{H_2^i} \leq 10^{-6} \quad (3.83)$$

Algorithme de calcul : En appliquant la condition d'arrêt (3.83), l'algorithme de calcul de la charge limite pour un matériau, dont la résistance est définie par un critère elliptique, est présenté sur la figure 3.14.

3.2.3 Mise en œuvre de la méthode numérique

Dans cette section, nous présentons les résultats obtenus dans le cadre de la mise en œuvre de la simulation numérique présentée ci-dessus en utilisant le code Castem². On considère une structure possédant déjà une indentation de profondeur h , sur laquelle on applique un chargement par l'intermédiaire d'un poinçon. On cherche alors à évaluer la dureté du matériau sollicité H que l'on pourra, dans un second temps, comparer aux résultats obtenus par expérimentation. La valeur de H est fonction non seulement des paramètres du critère de résistance, mais aussi du demi-angle θ de l'indenteur conique.

2. Les dimensions du modèle respectent les conditions $R \geq 10h$ et $H \geq 5h$ (voir figure 3.7). Concernant le maillage du modèle, la densité de points d respecte que : $d \leq h/20$ à la surface supérieure du modèle et $d \leq h/10$ à la base du modèle. Les éléments de type Tri6 ont été utilisés dans notre travail.

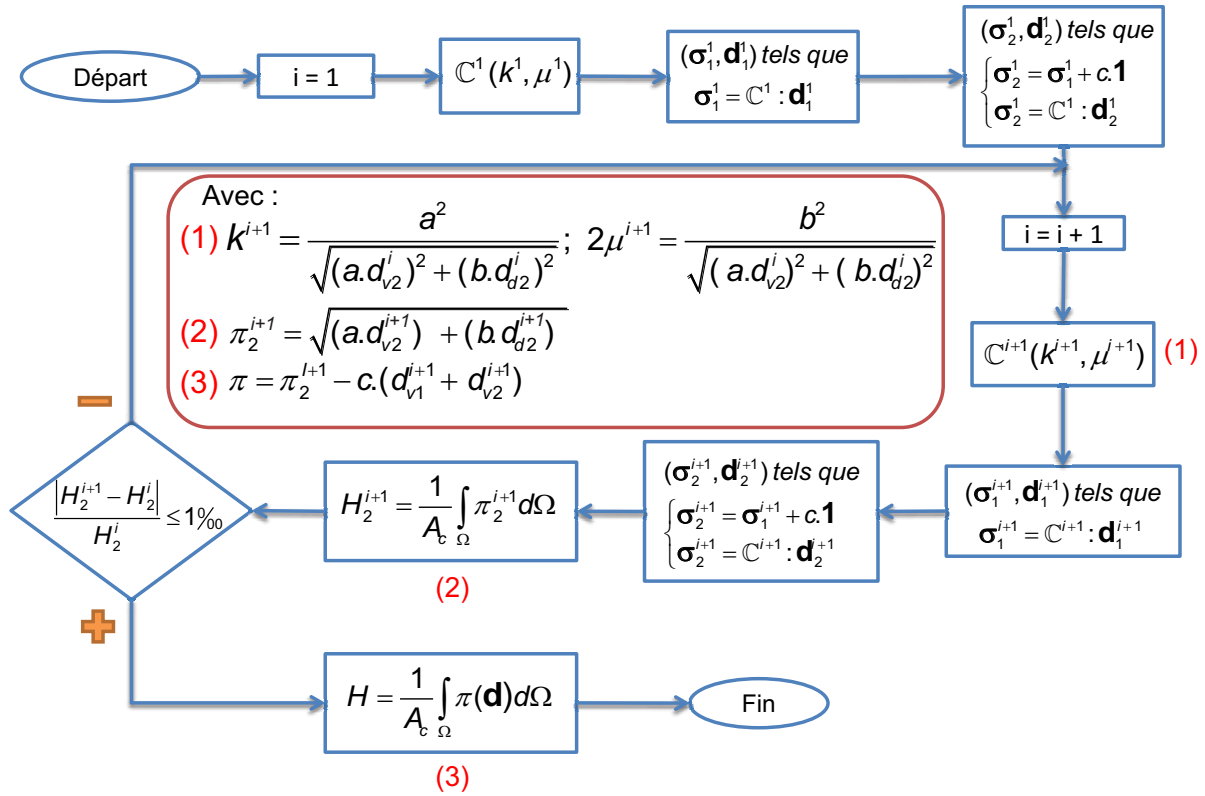


Figure 3.14 – Algorithme de calcul de la charge limite pour le problème d'indentation dans un matériau défini par un critère de résistance elliptique

3.2.3.1 Matériaux purement cohérents

1. Résultats numériques :

De façon similaire à la section 3.1, on cherche à obtenir une valeur optimale de H/Y pour chaque valeur de θ :

$$\frac{H}{Y} = f(\theta) \quad (3.84)$$

La figure 3.15 présente les résultats obtenus à l'aide de la méthode LMM. Ces courbes décrivent l'évolution du facteur adimensionnel H/Y en fonction du demi-angle θ pour des matériaux dont la résistance est définie par des critères de Von-Mises ou de Tresca ainsi que pour des conditions de contact lisses ou adhérents entre l'indenteur et la structure. Ces deux figures nous invitent à faire les commentaires suivants :

- *Conditions de contact* : Conformément au sens physique attendu, la valeur H/Y , pour un angle θ fixé, est toujours supérieure, dans le cas du contact parfaitement adhérent, à celui du contact lisse ; cette différence est inversement proportionnel à la grandeur de θ . Autrement dit, pour une variation de θ entre 10° et 90° , la différence maximale entre les valeurs de H/Y pour les deux cas de contact est obtenue lorsque $\theta = 10^\circ$ (figure 3.84). Elle diminue progressivement avec l'augmentation de θ jusqu'à $\theta = 90^\circ$ correspondant au problème de l'indentation d'un poinçon plat. Cette situation

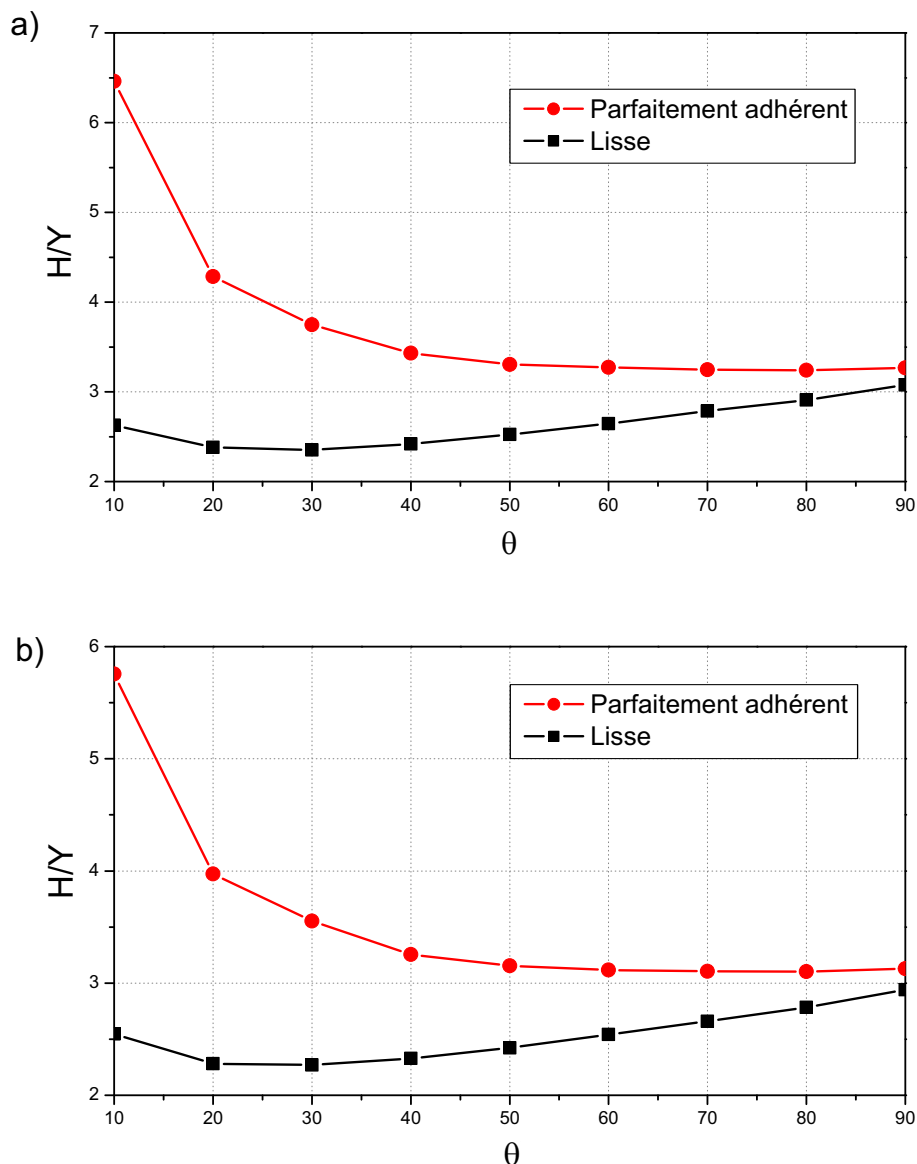


Figure 3.15 – H/Y obtenu par simulation numérique pour les deux contacts. Matériaux de Von-Mises (a) et de Tresca (b)

était attendue, une solution exacte existant pour ce dernier cas et ne dépendant pas de la nature du contact entre le poinçon et le matériau ; cette propriété est due au fait que le mécanisme de rupture aboutissant à cette solution, est constitué d'une zone en contact avec le poinçon se déplaçant avec un mouvement vertical descendant. On constate en fait une différence de l'ordre de 6% sur les courbes de la figure 3.84. Cette différence peut notamment être expliquée par le fait que les éléments que l'on a retenus pour la discrétisation du système sont des éléments finis continus. On améliorerait considérablement la précision de nos résultats si l'on prenait en compte des discontinuités entre les éléments, la solution exacte du problème étant obtenus par des mécanismes de rupture discontinus. Afin d'obtenir des résultats plus proches de la solution exacte, il est néanmoins possible de construire un maillage plus dense dans les zones où les gradients de déplacements sont les plus importants. Cependant, nous considérons ici, que notre approche est suffisamment précise pour les comparaisons que l'on souhaite faire avec les résultats expérimentaux.

- *critères de Tresca et von Mises* : La forme générale des courbes (correspondant à la relation (3.84)) est similaire pour les deux critères. La valeur de H/Y diminue avec l'augmentation de θ pour le contact parfaitement adhérent tandis que la courbe correspondant au contact lisse fait apparaître un minimum pour une valeur de θ située dans l'intervalle entre 20° et 30° . Si l'on s'intéresse maintenant à la charge limite P , à profondeur fixée, elle est décrite par une fonction croissante de θ . En effet, plus θ augmente et plus la surface de contact entre la pointe et le matériau augmente, et rend difficile la pénétration de la pointe dans le matériau purement cohérent. L'aire de contact projetée étant fonction de θ , les évolutions des courbes $H = f(\theta)$ et $P = f(\theta)$ sont donc inversées.

Analyse du champ de taux de déplacement : On constate sur la figure 3.16, que la zone influencée par la pénétration de l'indenteur est plus importante pour le contact parfaitement adhérent, et ce pour les deux critères étudiés. Cette remarque peut aisément être expliquée par le fait que pour le cas du contact lisse, le champ de vitesse constituant le mécanisme de rupture possède un degré de liberté dans la direction parallèle à l'interface avec la pointe, ce qui n'est pas le cas adhérent, pour lequel la partie en contact avec l'indenteur doit subir la contrainte de se déplacer verticalement. C'est la raison pour laquelle la borne supérieure de la charge limite possède la plus grande valeur pour le cas du contact parfaitement adhérent. En outre, l'influence de l'angle θ sur le champ de vitesse est également à remarquer. On constate de plus que plus l'angle θ augmente, plus les champs de vitesse dans les deux cas de contact se rapprochent. Ceci confirme la remarque écrite précédemment sur le fait que la charge limite ne dépend pas de la nature du contact entre la pointe et le matériau étudié.

2. Validation

La validation de notre approche par la méthode LMM se fait en deux étapes. En premier lieu, on montre la convergence de la méthode. Les résultats obtenus doivent ensuite vérifier les principes de la théorie du calcul à la rupture. Ils sont ensuite comparés à ceux obtenus par l'approche semi-analytique (section 3.1). On effectue enfin une comparaison avec des études venues de la littérature.

“Validation” numérique : A l'aide de la méthode LMM, l'état de contrainte dans la structure tend vers la surface du critère au fur et à mesure que la charge tend vers la charge limite. Autrement dit, les contraintes effectives du critère étudié tendent progressivement vers la résistance Y par itérations du module de cisaillement. La figure 3.17 présente le champ de vitesse de déplacement ainsi que les isovaleurs du rapport entre la contrainte effective ($\bar{\sigma}$) et Y à la dernière itération (lorsque la condition d'arrêt de l'algorithme de calcul est obtenue). On constate que la valeur de $\bar{\sigma}/Y$ est la plus élevée dans la zone (en jaune), là où les champs de vitesse de déplacement et de déformation sont les plus importants. La borne supérieure de la charge limite est obtenue à partir de la fonction d'appui qui dépend du champ de déformation dans la structure. Notre simulation numérique semble donc bien tendre vers l'état limite du problème.

Conformité avec la théorie du calcul à la rupture : Le problème d'indentation est traité à l'aide des techniques de calcul à la rupture, les résultats obtenus doivent

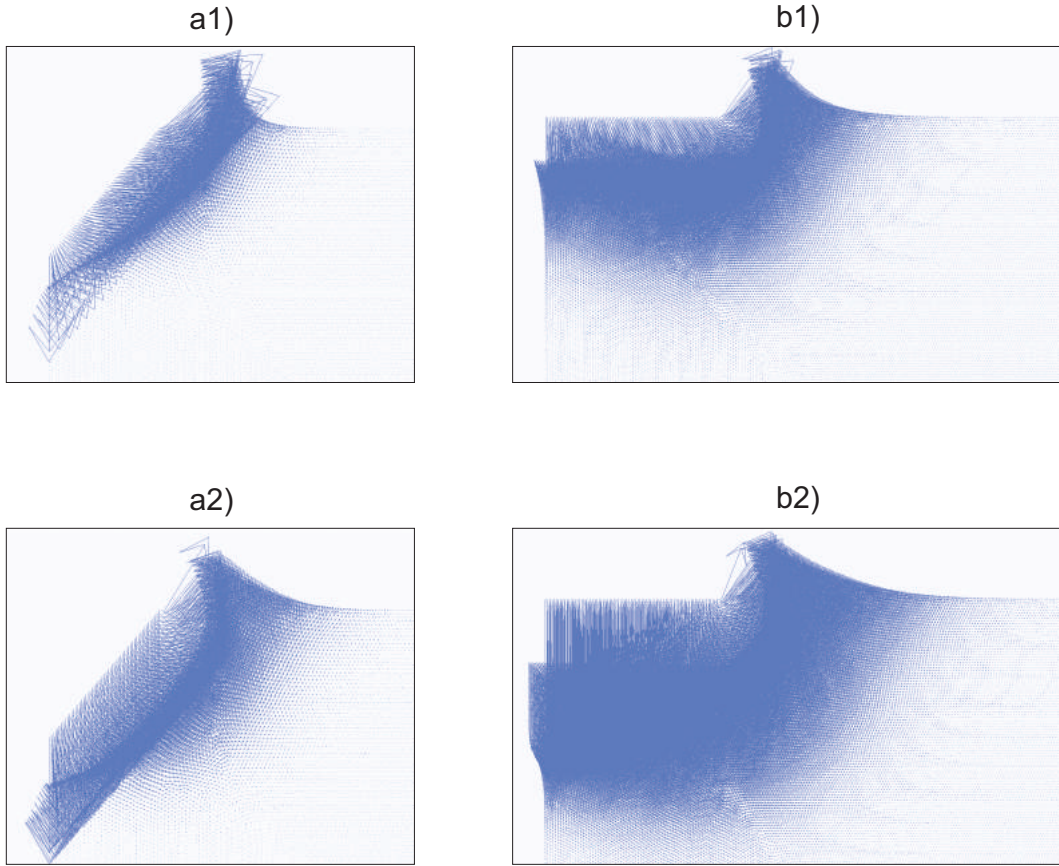


Figure 3.16 – Champ de vitesse pour : a) Matériau de Von-Mises avec $\theta = 42.28^\circ$ et b) Matériau de Tresca avec $\theta = 90^\circ$. Les numéros 1 et 2 représentent respectivement les cas du contact lisse et parfaitement adhérent.

donc remplir un certain nombre de conditions. Rappelons ici que la théorie du calcul à la rupture stipule qu'un chargement P est dit potentiellement supportable (K est l'ensemble de ces chargements défini dans l'espace \mathbb{R}^n) si et seulement si :

$$P \in K \subset \mathbb{R}^n \Leftrightarrow \exists \sigma(\mathbf{x}) \left| \begin{array}{l} S.A. \text{ avec } P \\ \sigma(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}), \forall \mathbf{x} \in \Omega \end{array} \right. \quad (3.85)$$

Il en résulte que si G^* , G^{**} sont deux domaines de résistance tels que pour tout point \mathbf{x} , $G^*(\mathbf{x}) \subset G^{**}(\mathbf{x})$ impliquant $K^* \subset K^{**}$, alors la relation $|P^*| \leq |P^{**}|$ est nécessairement assurée. On en déduit qu'à une profondeur d'indentation h définie, l'aire de contact projetée étant fixée, la dureté du matériau étant une valeur positive, la dureté H^{**} correspondante au domaine G^{**} est plus grande que H^* du domaine G^* . Les figures 3.84a et 3.84b, montrent que les courbes $H/Y=f(\theta)$ pour un matériau de Von-Mises sont toujours au dessus de celles correspondant à un matériau Tresca. Cette remarque est conforme à notre précédent commentaire précisant que le domaine de résistance de Tresca tel qu'on l'a choisi est inclus dans celui de Von-Mises.

Comparaison avec l'approche semi-analytique : La figure 3.18 montre la variation du rapport H/Y en fonction de θ , obtenue par la simulation numérique ainsi que par la solution semi-analytique du problème d'indentation.

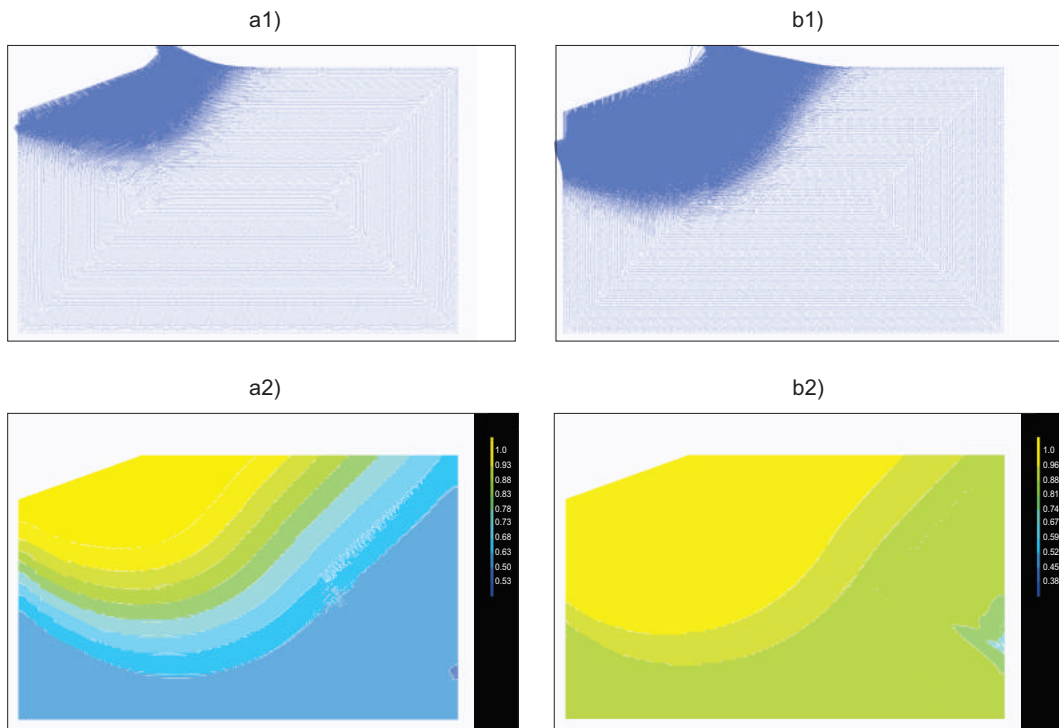


Figure 3.17 – Champ de vitesse de déplacement (1) et rapport entre la contrainte effective et Y (2) dans toute la structure constituée d'un matériau purement cohérent. a) Matériau de Von Mises avec contact lisse. b) Matériau de Tresca avec contact parfaitement adhérent.

On peut constater que les courbes correspondantes à la solution semi-analytique sont toujours au dessus de celles obtenues par simulation numérique. Cette remarque peut être expliquée par le fait que, dans le cadre de notre approche semi-analytique, la charge limite est obtenue par l'approche cinématique du calcul à la rupture, conduisant à un majorant de sa valeur. Le mécanisme étudié serait certainement à améliorer pour obtenir des résultats plus proches. Cependant, ce mécanisme simple est plus efficace pour le cas où l'angle θ est plus petit que 30° et spécialement pour le critère de Tresca où la différence entre la solution semi-analytique et la simulation numérique est négligeable. En observant la figure 3.18, on remarque clairement que cette différence :

- croît de plus en plus avec l'augmentation de θ à partir de 30°
- est plus petite pour le critère de Tresca et pour le cas du contact lisse.

Sur la figure 3.19, les vecteurs bleus représentent le champ de vitesse dû à la pénétration de l'indenteur dans le massif, représenté dans le maillage dessiné en blanc. Les triangles rouges délimitent une zone \mathbf{A} (zone dans le massif où les vitesses sont non nulles dans l'approche semi-analytique). Appelons \mathbf{A}' la zone du massif où les vecteurs vitesse obtenus par l'approche numérique sont non négligeables. Il est donc clair que la zone \mathbf{A} est très proche de la zone \mathbf{A}' dans le cas où $\theta = 20^\circ$ tandis qu'elles sont, dans le cas où $\theta = 60^\circ$, beaucoup plus éloignées. Ces remarques pourraient nous aider à améliorer le mécanisme de rupture étudiée dans l'approche semi-analytique.

Comparaison avec littérature : Plusieurs études sur la charge limite du problème d'indentation dans la littérature ont été effectuées, mais pour des formes d'indenteurs

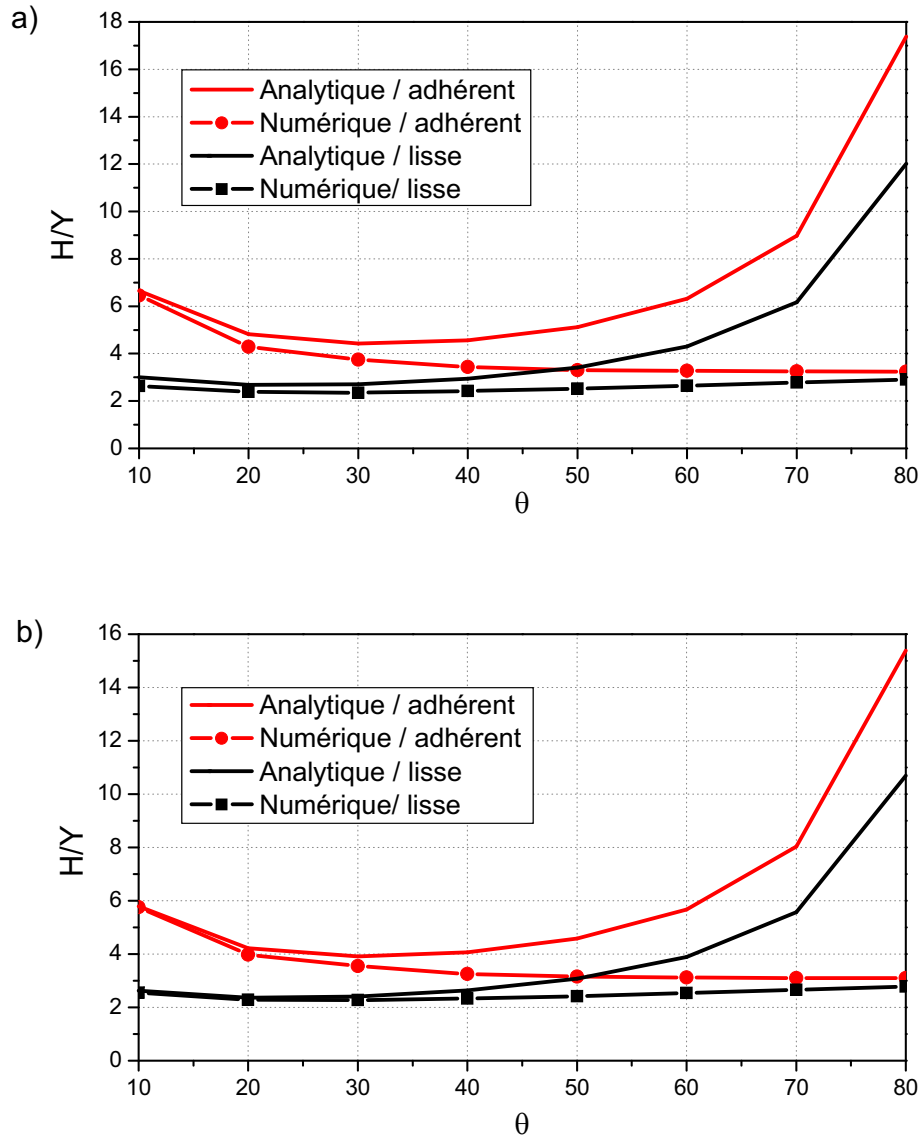


Figure 3.18 – Comparaison entre les résultats numériques et semi-analytique pour les deux cas de contact pour : a) Critère Von-Mises et b) Critère Tresca.

standards. On a pu ainsi trouver des modèles axisymétriques utilisés pour étudier des indenteurs coniques de révolution (demi-angle valant 42.28° , 68° , 70.32° et 90°), avec lesquels on assure des valeurs d'aire de contact projetée (A_p) identiques à celles correspondantes aux points d'indentation de type coin-cube, cône de 68° , Berkovich, Vickers ou poinçon plat.

- *Massif de Von-Mises* : Le tableau 3.1 résume les résultats que l'on a obtenus avec notre approche numérique pour le cas où le massif respecte un critère de Von-Mises et où le contact entre la pointe et le matériau est lisse. Tout d'abord, on a vérifié qu'à θ constant, la relation entre la dureté d'indentation H et la limite d'élasticité uniaxiale Y est linéaire, ce qui corrobore les résultats de Tabor [121] qui a trouvé $H = 3Y$ pour métal. En outre, nos résultats sont très proches de ceux de Cariou et al. [21] qui montrent également l'influence de l'angle du cône sur le rapport H/Y . Par ailleurs, Gathier [46] a donné, pour le cas de la pointe de Berkovich, la relation entre la dureté d'un matériau homogène de type Drucker-Prager et ses paramètres (cohésion c_s et

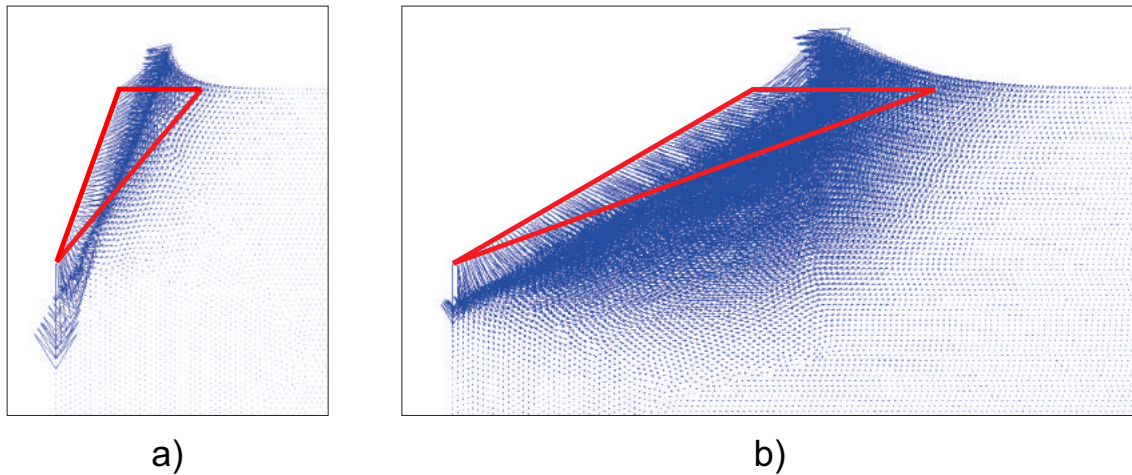


Figure 3.19 – Zones influencées par le chargement dans les simulations numérique et semi-analytique pour : a) $\theta = 20^\circ$ et b) $\theta = 60^\circ$

angle de frottement interne α). A partir de cette relation, en appliquant la valeur nulle de α , on peut déduire la valeur $H/Y = 2.75$ pour le critère de Von-Mises qui est proche de nos résultats. Enfin, on confirme aussi un bon accord avec les résultats de Cheng et Cheng ([26], [27]) pour le cône de 68° qui est d'environ 2.8 dans le cas où Y/E tend vers 0.

θ ($^\circ$)	42.28	68	70.32	90
Nos résultats	2.46	2.76	2.80	3.07
Cariou et al. ([21])	2.53	2.79	2.83	3.10
Gathier ([46])	-	-	2.75	-
Cheng & Cheng ([26], [27])	-	2.8	-	-

Tableau 3.1 – Valeur de H/Y d'un matériau de Von-Mises dans le cas de contact lisse pour différents demi-angles θ

- *Massif de Tresca* : Le tableau 3.2 contient les estimations du rapport H/Y correspondant à l'indentation, par un poinçon plat, d'un massif constitué d'un matériau obéissant à un critère de Tresca. On constate sans surprise que nos résultats sont de l'ordre de ceux obtenus par Kusakabe et al [73] à l'aide d'une approche cinématique du calcul à la rupture. Kumar & Chakraborty [70] et Turgeman & Pastor [127] ont calculé la borne supérieure de la charge limite avec une programmation linéaire tandis que Martin [83] a utilisé la méthode des lignes caractéristiques. Cependant, la différence maximale entre notre approche et les autres études sont de l'ordre de 3%. De plus, Kumar & khatri [71] indiquent que les valeurs optimales de la borne inférieure de H/Y pour ce problème est de 2.81 et 3.01 pour les deux cas de contact. On peut donc en conclure que les estimations reportées dans le tableau 3.2 donnent une valeur très précise de la valeur H/Y .

3.2.3.2 Matériaux doués d'un critère de résistance elliptique

1. Résultats numériques :

Condition de contact	Parfaitement lisse	Parfaitement adhérent
Nos résultats	2.94	3.13
Kusakabe et al [73]	2.91	3.16
Kumar & Chakraborty [70]	2.89	3.08
Turgeman & Pastor [127]	2.87	3.04
Martin [83]	2.85	3.03

Tableau 3.2 – H/Y pour un matériau de Tresca dans les deux cas de contact pour $\theta = 90^\circ$

Dans la section précédente concernant les matériaux purement cohérents, nous avons examiné l'impact du demi-angle sur le rapport de H/Y dans le problème d'indentation. Dans cette partie, nous étudieront la pénétration d'une pointe Berkovich (ou Vickers) dans un matériau doué d'un critère elliptique, avec un angle fixé à 70.3° . La dureté du matériau n'est plus fonction que des paramètres définissant la géométrie de l'ellipse. Les relations (3.41) et (3.73) nous amènent à définir la dureté sous la forme :

$$\frac{H}{b} = f\left(\frac{b}{a}, \frac{c}{a}\right) \quad (3.86)$$

où b/a caractérise la forme de l'ellipse et c/a exprime l'excentration de l'ellipse par rapport au repère principal.

Cas du contact lisse : Les estimations sont obtenues pour différentes valeurs de chaque couple de paramètre ($b/a, c/a$). Les deux paramètres variant de 0 à 1 d'après (3.58), on a choisi un incrément de variation de 0.1. Cependant, dans un souci de clarté, on ne présente que les courbes correspondant aux valeurs de c/a incrémentées de 0.2. Chaque courbe décrit la variation des valeurs de H/b en fonction de b/a .

Les courbes sur la figure 3.20 représentent les estimations de la dureté dans le cas les ellipses ont un petit rayon fixé à 1 (les données précises sont reportées en annexe F). Ces ellipses sont donc incluses dans l'espace limité par les deux droites $\sigma_d = \pm 1$. La valeur maximale de H/b est obtenue naturellement lorsque les valeurs du couple ($b/a, c/a$) tendent vers 0 ; en effet, dans ce cas-là, l'ellipse s'approche des droites mentionnées ci-dessus. La valeur minimale ($H = 0$) est obtenue avec la valeur nulle de b/a mais pour $c/a = 1$. De plus, il existe deux cas spécifiques pour la forme de l'ellipse correspondant à la limite du rapport b/a :

- $b/a = 0$: le critère étudié tend alors vers celui de Von-Mises. La valeur maximale de H/b est obtenue pour $c/a=0$ et décroît avec l'augmentation de c/a . Cette variation correspond à la translation de l'ellipse à partir de la position centrée ($c=0$) jusqu'au décentrage maximal ($c=a$).
- $b/a = 1$: le domaine de résistance tend alors vers un critère circulaire. La tendance de l'évolution de la dureté est inverse au cas ci-dessus.

Comparaison entre les deux cas de contact : Les courbes correspondant au cas de contact parfaitement adhérent sont également présentées pour les valeurs c/a variant entre

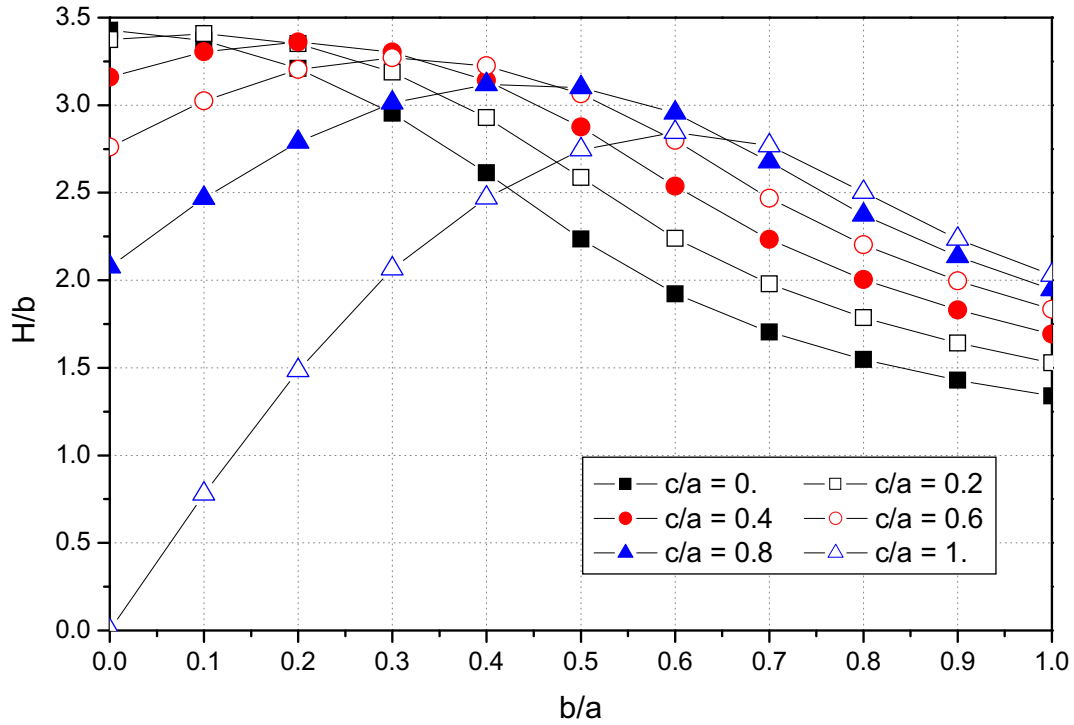


Figure 3.20 – Dureté d'un matériau à critère de résistance elliptique (contact lisse avec la pointe).

0 et 1 avec un incrément de 0.2 comme dans le cas ci-dessus. Afin de mettre en évidence l'impact de la condition de contact sur l'estimation de la dureté, on a représenté les six figures correspondantes à chaque valeur de c/a sur la figure 3.21 (les données précises sont dans l'annexe *F*). Deux principaux commentaires peuvent être observés :

- *Contact parfaitement adhérent* : Toutes les observations concernant la forme et la tendance des courbes dans le cas contraire sont bien retenues.
- *Comparaison entre les deux cas de contact* : La dureté est naturellement, conformément aux remarques faites pour les matériaux purement cohérents, toujours plus grande dans le cas d'un contact parfaitement adhérent. On remarque en outre sur certaines courbes que l'impact de la condition de contact est négligeable (par exemple, pour le cas $c/a = 0$ et pour b/a compris entre 0.5 et 1). L'intervalle sur b/a où la nature du chargement n'intervient pas sur la valeur de H/b décroît lorsque le rapport c/a augmente et est compris entre 0.8 et 1 pour le cas du décentrage total ($c/a = 1$). En outre, concernant l'écart des valeurs de dureté entre les deux cas sollicités, c'est pour le cas d'un matériau de Von-Mises ($b/a = 0$) qu'il est le plus important. Cet écart est d'autant plus important que c/a est petit, le maximum étant obtenu pour $c/a = 0$.

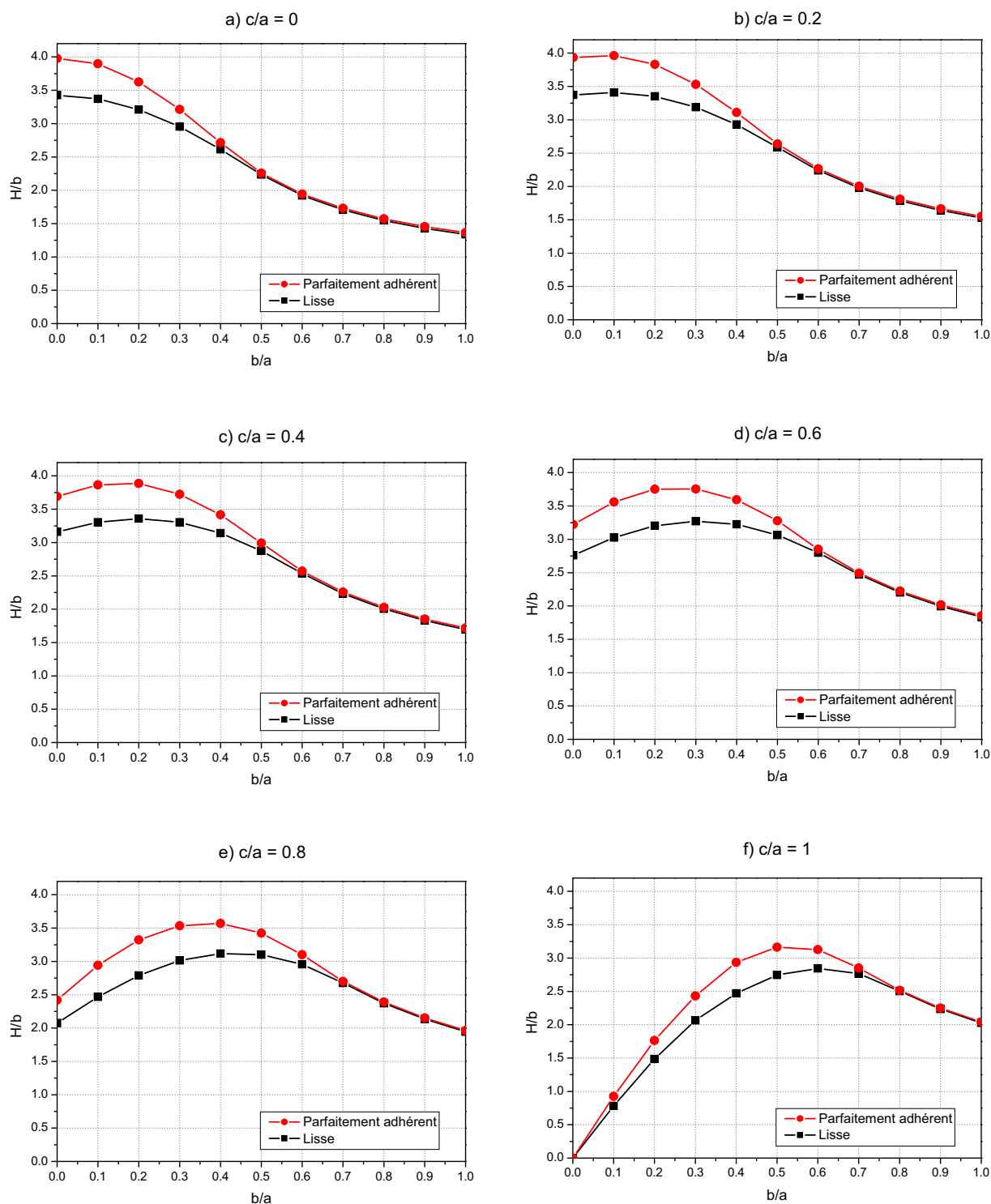
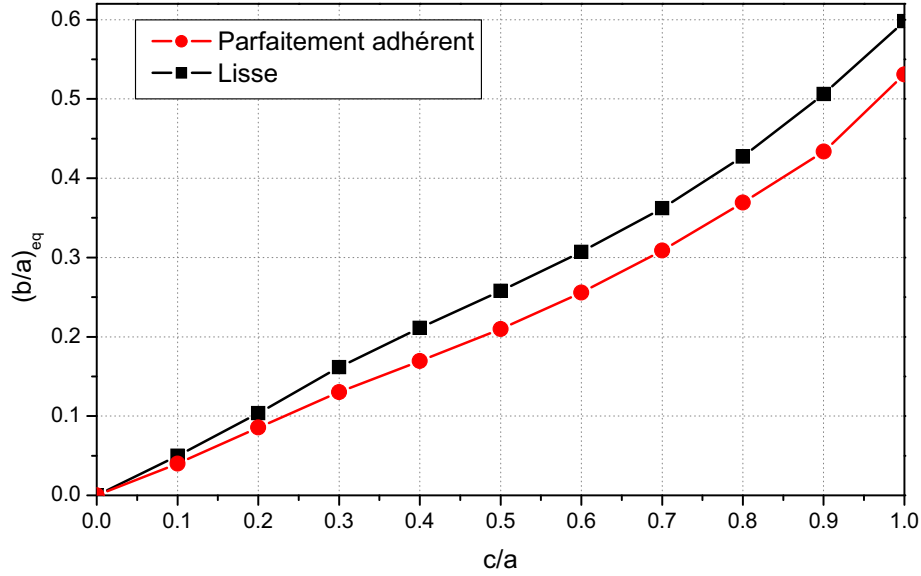


Figure 3.21 – Comparaison de la dureté pour les deux cas de contact

Sur la figure 3.21, on remarque que chaque courbe présente une valeur maximale $(H/b)_m$ correspondante à une valeur de $(b/a)_{eq}$ qui peut varier de 0 à 1. Cette valeur croît avec la diminution de c/a (voir figure 3.22) et elle est plus grande dans le cas du contact lisse.

Champ de vitesse : On constate sur la figure 3.21 qu'il existe, pour toutes les valeurs de c/a , une zone distincte sur chaque courbe où l'influence de la condition de contact sur


 Figure 3.22 – Relation entre $(b/a)_{eq}$ et c/a

la dureté est négligeable. La figure 3.23 présente le champ de vitesse de déplacement pour deux valeurs de b/a (0.2 et 0.8) et pour les deux conditions de contact avec $c/a = 0.4$. A partir de cette figure, et à la lumière des courbes de la figure 3.21, on peut tirer les enseignements suivants :

- $b/a = 0.2$: L'écart entre les valeurs du rapport H/b pour les deux contacts est important (3.89 contre 3.36). Ceci est corroboré par une différence notable des champs de vitesse entre les deux cas, la zone où le champ de vitesse est non nul, correspondant au contact adhérent étant beaucoup plus large.
- $b/a = 0.8$: Les zones des vitesses non-négligeables sont sensiblement identique pour les deux cas de contact. Les duretés restent logiquement proches (de l'ordre de 1%) pour les deux cas.

2. Validation

On va tout d'abord vérifier la convergence de la méthode numérique. Les solutions obtenues doivent de plus vérifier les conditions imposées par la théorie du calcul à la rupture et de l'analyse limite. La comparaison des résultats obtenus dans le cas spécifique du critère de résistance elliptique, lorsque sa forme tend vers celle du critère de Von-Mises ($a \rightarrow \infty$), devra en outre être réalisée. Enfin, nos estimations seront confrontées à celles existant dans littérature.

Validation numérique : La convergence de notre méthode est vérifiée dans la section 3.2.2.2 par le constat que les champs de contrainte et de taux de déformation satisfont le théorème d'association à la dernière itération du processus effectué.

Appelons $E^* = \left(\frac{\sigma_{m2}^*}{a}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{d2}^*}{b}\right)^2$; $X_1 = \frac{\sigma_{d2}^* a^2}{\sigma_{m2}^* b^2}$ et $X_2 = \frac{d_{d2}^*}{d_{v2}^*}$ où σ_{m2}^* , σ_{d2}^* sont les champs de contrainte, obtenus à partir du champ σ_2 dans notre algorithme de calcul

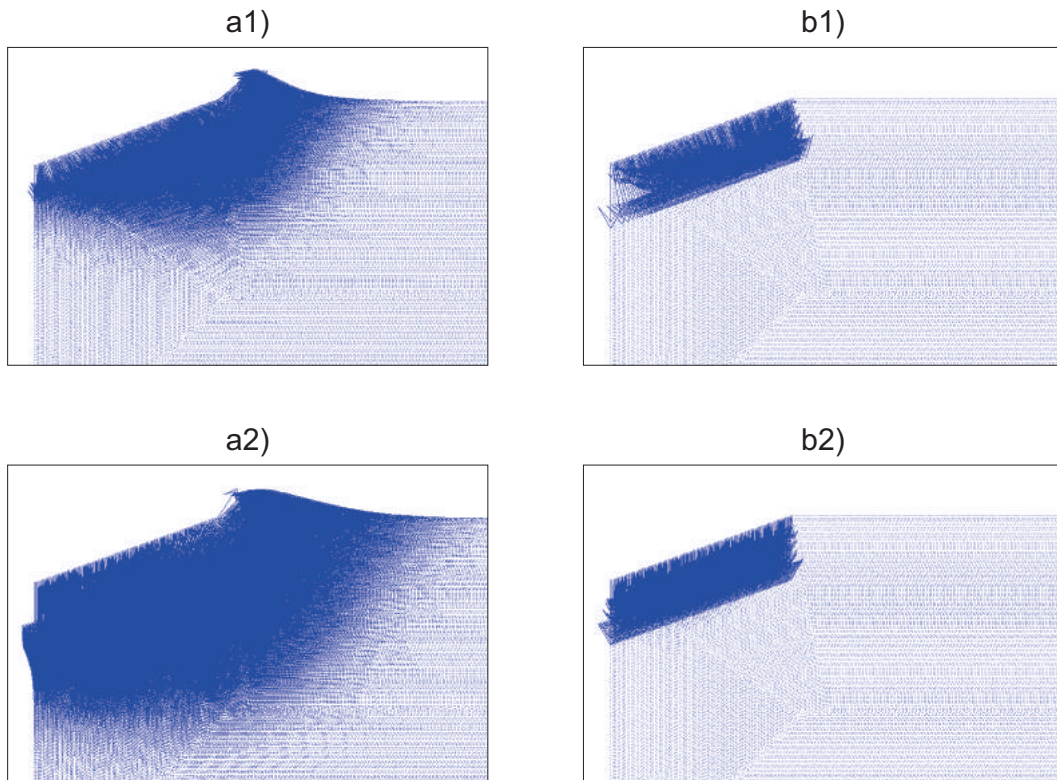


Figure 3.23 – Champ de vitesse pour un critère de résistance elliptique ($c/a = 0.4$). Les cas a et b correspondent respectivement à $b/a = 0.2$ et 0.8 . Les numéros 1 et 2 représentent les cas de contact lisse et adhérent.

et d_{v2}^* , d_{d2}^* sont les champs de taux de déformation correspondants. Leurs valeurs à la dernière itération dans l'algorithme de calcul sont présentées sur la figure 3.24. La valeur de E^* est de l'ordre de 1 dans la zone de déplacement non-négligeable pour les deux cas de contact. Ce qui signifie que l'état de contrainte σ_2 se situe bien à la surface du critère elliptique. Par ailleurs, le rapport entre X_1 et X_2 est égal à 1 dans toute la structure, ce qui confirme que le taux de déformation est normal extérieur au domaine de résistance. En conclusion, la solution obtenue vérifie bien le théorème d'association établi dans le cadre de la théorie de calcul à la rupture.

Analyse des résultats : On constate naturellement sur les deux cas suivants, que plus le domaine de résistance elliptique est grand, plus la dureté ou bien la charge limite calculée est importante :

- Cas d'ellipses centrées à l'origine du repère, $c = 0$ (fig. 3.25a) : Le domaine de résistance dans ce cas diminue avec le rapport de la forme b/a . Les courbes montrent bien la valeur maximale lorsque b/a tend vers 0 (le critère elliptique tend vers celui de Von-Mises). La valeur de dureté diminue bien avec l'augmentation de b/a et la valeur minimale est obtenue pour le cas $b/a = 1$ (le critère de résistance circulaire).
- Cas d'ellipses définies par des couples de paramètre $(b/a, c/a)$ identiques (3.25b) : La grandeur du domaine de résistance croît avec l'augmentation du paramètre b , de la même façon que la dureté. Cette relation est clairement exprimée par la formule (3.86) qui montre que le rapport H/b est constant si le couple $(b/a, c/a)$ reste constant.

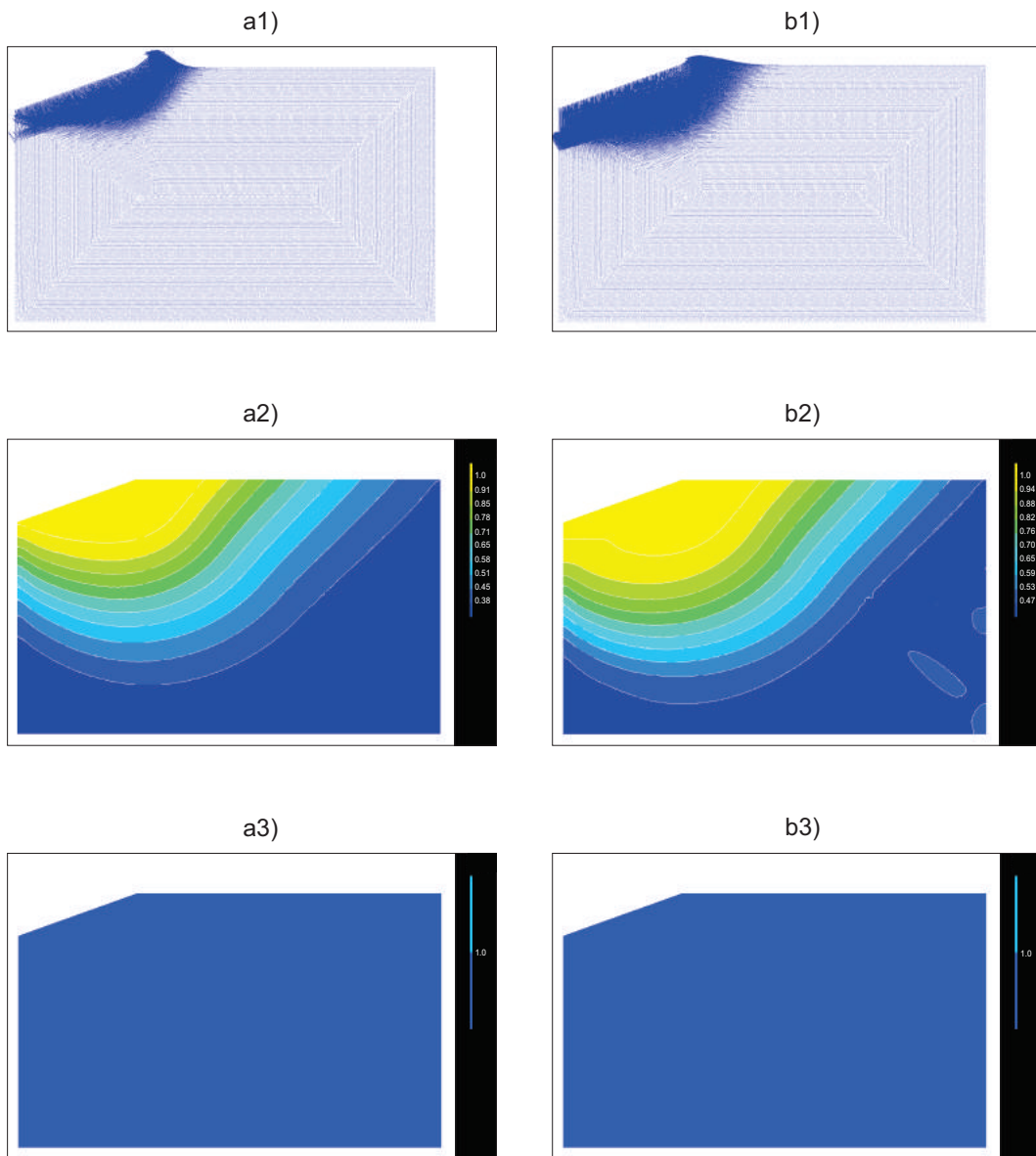


Figure 3.24 – Champ de vitesse de déplacement (1), valeur E^* (2), rapport X_1/X_2 (3) pour un matériau à critère de résistance elliptique. Contacts lisse (a) et adhérent (b).

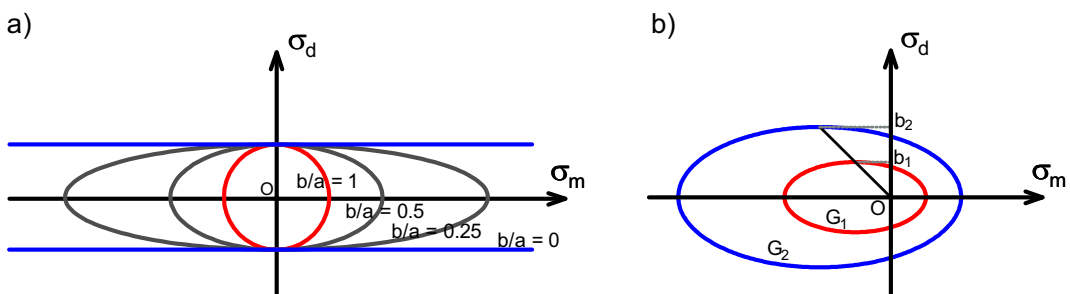


Figure 3.25 – Critères de résistance elliptique : a) centrés à l'origine du repère. b) même forme b/a et même excentricité c/a

On va maintenant comparer la dureté de deux matériaux possédant chacun un critère de résistance elliptique, l'un étant inclut dans l'autre. Pour cela, on suit les étapes suivantes :

on fixe, tout d'abord, les deux paramètres b et c tels que $c \leq b$. Ensuite, on cherche la valeur de dureté minimale en posant $a = b$. Puis, la valeur a est augmentée progressivement jusqu'à l'infini. On obtient ainsi une liste décroissante des valeurs b/a et c/a qui tend à agrandir le domaine de résistance elliptique. On peut alors déterminer la dureté recherchée.

Évolution du critère elliptique vers Von-Mises :

- *Comparaison entre l'ellipse centrée et décentrée :* Le cas spécifique du critère elliptique coïncide avec le critère de Von-mises lorsque le paramètre b/a tend vers 0. Dans le cas général d'un critère elliptique décentré déterminé par l'expression (3.57), la droite (d) tangente à l'ellipse (fig. 3.26) au point d'intersection avec l'axe des ordonnées est définie par son coefficient directeur :

$$\gamma = \frac{-(\sigma_{m'} + c)}{\sigma_{d'}} \cdot \left(\frac{b}{a}\right)^2 \tag{3.87}$$

où $\sigma_{m'}$, $\sigma_{d'}$ sont les champs de contrainte à l'intersection décrite ci-dessus, obtenus par résolution du système des deux équations de l'ellipse et de l'axe des ordonnées ($\sigma_m = 0$). On obtient alors :

$$\begin{cases} a) \sigma_{m'} = 0 \\ b) \sigma_{d'} = \pm b \sqrt{1 - \left(\frac{c}{a}\right)^2} \end{cases} \tag{3.88}$$

Lorsque $b/a \rightarrow 0$, le coefficient γ (eq. (3.87)) tend vers 0, la droite (d) devient parallèle à l'axe des abscisses et le critère elliptique tend alors vers le critère de Von-Mises limité par deux droites (eq. (3.88)b).

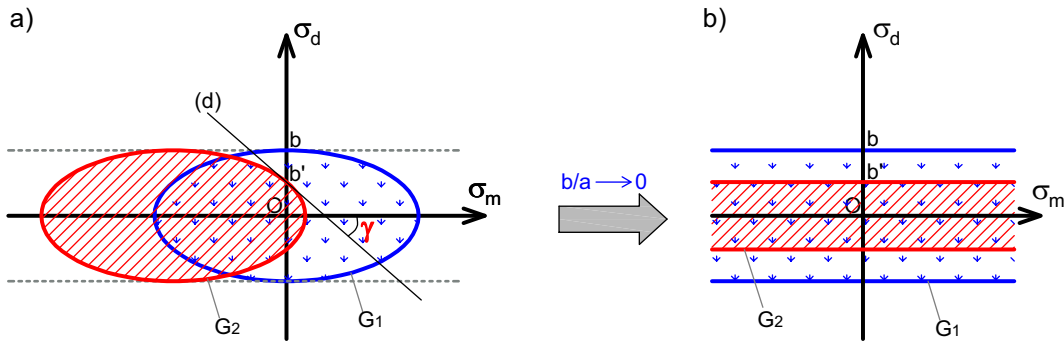


Figure 3.26 – Évolution du critère elliptique vers le critère Von-Mises

La figure 3.26b montre les domaines de résistance du critère de Von-Mises obtenus après transformation de deux domaine elliptiques possédant la même forme b/a mais n'ayant pas le même centre : l'ellipse centrée (domaine bleu) et l'ellipse décentrée d'une distance c de l'origine du repère (domaine rouge). Ces ellipses sont caractérisées par deux valeurs b et b' dont le rapport est :

$$\frac{b'}{b} = \sqrt{1 - \left(\frac{c}{a}\right)^2} \tag{3.89}$$

Sachant que H et H' sont les duretés correspondantes aux critères de Von-Mises caractérisés respectivement par b et b' , la relation suivante doit être assurée :

$$\frac{H}{b} = \frac{H'}{b'} \quad (3.90)$$

soit encore

$$\frac{H'}{H} = \frac{b'}{b} \quad (3.91)$$

Les résultats des figures 3.20 et 3.21 montrent l'évolution du rapport entre les duretés et le paramètre b pour une ellipse centrée. La relation (3.91), nous permet ainsi de calculer le rapport b'/b par la simulation numérique. Les valeurs théoriques (équation (3.89)) et celles obtenues par la simulation numérique sont reportées sur la figure 3.27. On peut remarquer que les résultats numériques déterminés pour les deux cas de contact sont très proches de la courbe théorique.

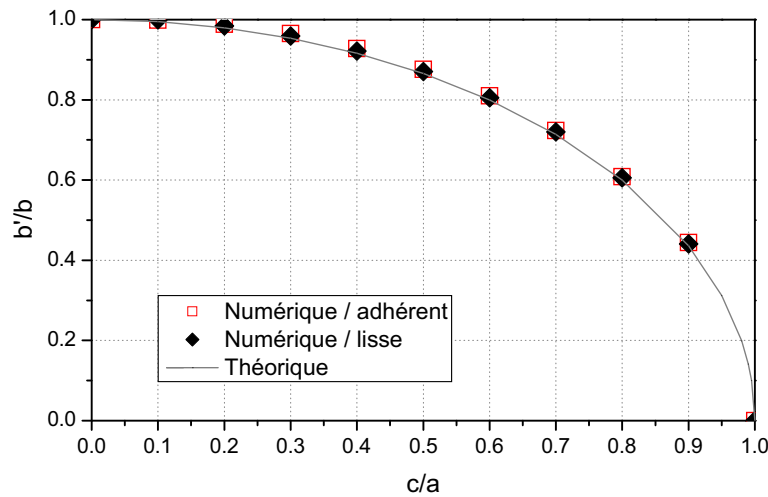


Figure 3.27 – Évolution du critère elliptique vers le critère Von-Mises

- *Comparaison de deux ellipses symétriques par rapport à l'axe σ_d* : On s'intéresse ici à des domaines de résistance elliptiques décentrés vers les σ_m négatifs. On les appellera dans la suite "ellipses directes". On nommera "ellipses inverses" les symétriques de ces dernières par rapport à l'axe σ_d . La figure 3.28 montre une interprétation graphique du domaine de résistance pour deux type d'ellipse (rouge pour une ellipse "directe" et bleue pour une ellipse "inverse") dans le cas général ainsi que dans le cas limite lorsque b/a tend vers 0 (zone pointillée).

Les estimations de H/b pour le cas des "ellipses inverses" sont déterminées par notre méthode pour des valeurs négatives de c . La figure 3.29a représente la dureté du matériau pour les ellipses "directes" et "inverses" pour $|c/a| = 0.5$. On constate que la dureté pour le cas du domaine elliptique "inverse" est plus petite ou égale à celle obtenue dans l'autre cas. L'égalité est obtenue pour le cas spécifique de l'ellipse correspondant au critère de Von-Mises. Cette remarque est logique car les deux

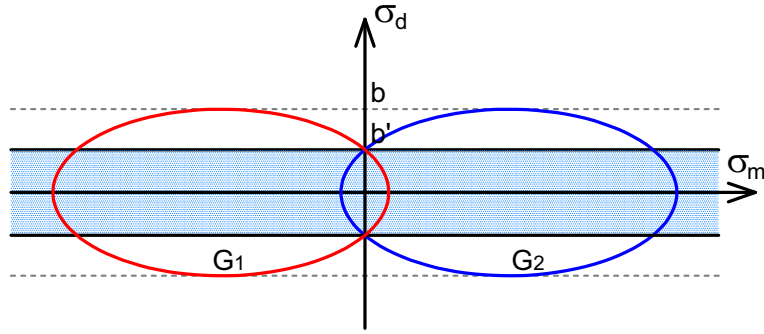


Figure 3.28 – Domaine de résistance de deux ellipses symétriques par rapport à l'axe σ_d

ellipses ont les mêmes intersections avec l'axe des ordonnées qui caractérisent le critère de Von-Mises. La partie pointillée sur la figure 3.28 décrit ce critère. Étant donné que les deux domaines G_1 et G_2 s'approchent d'un domaine unique lorsque b/a tend vers 0, les duretés H_1 et H_2 doivent être identiques pour toutes les valeurs absolues de c/a variant de 0 à 1 (voir figure 3.29b).

Comparaison avec littérature : Notre méthode de simulation numérique est mise en œuvre pour le problème d'indentation, estimant la dureté du matériau pour le cas général du critère elliptique de même que pour le cas spécifique du critère de Von-Mises. La comparaison avec les résultats existant dans la littérature est effectuée pour les deux cas. Comme pour les matériaux purement cohérents, la validation pour le cas spécifique est effectuée avec la prise en compte de l'influence de la forme de l'indenteur tandis que l'on se concentre sur l'influence des paramètres de l'ellipse dans le cas général pour la pointe Berkovich.

- *Cas spécifique (critère de Von-Mises)* : Rappelons que le domaine de résistance Von-Mises est défini par $f(\boldsymbol{\sigma}) = J - Y \leq 0$ où l'invariant J est défini par :

$$J = \sqrt{\frac{3}{2} \boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d} \quad (3.92)$$

Ce domaine est donc limité par deux droites parallèles à l'axe des abscisses dans le repère (σ_m, σ_d) :

$$\sigma_d = \pm \sqrt{\frac{2}{3}} Y \quad (3.93)$$

S'agissant du critère elliptique lorsque $b/a = 0$, le domaine de résistance est limité par deux droites ((3.88)b). De ce fait, la relation entre le paramètre b du critère elliptique et Y est trouvée par :

$$Y = b \sqrt{\frac{3}{2} \left(1 - \left(\frac{c}{a} \right)^2 \right)} \quad (3.94)$$

Grâce à cette dernière relation, les estimations de H/b peuvent être représentées par le facteur H/Y . Ainsi on peut comparer les estimations pour le cas spécifique

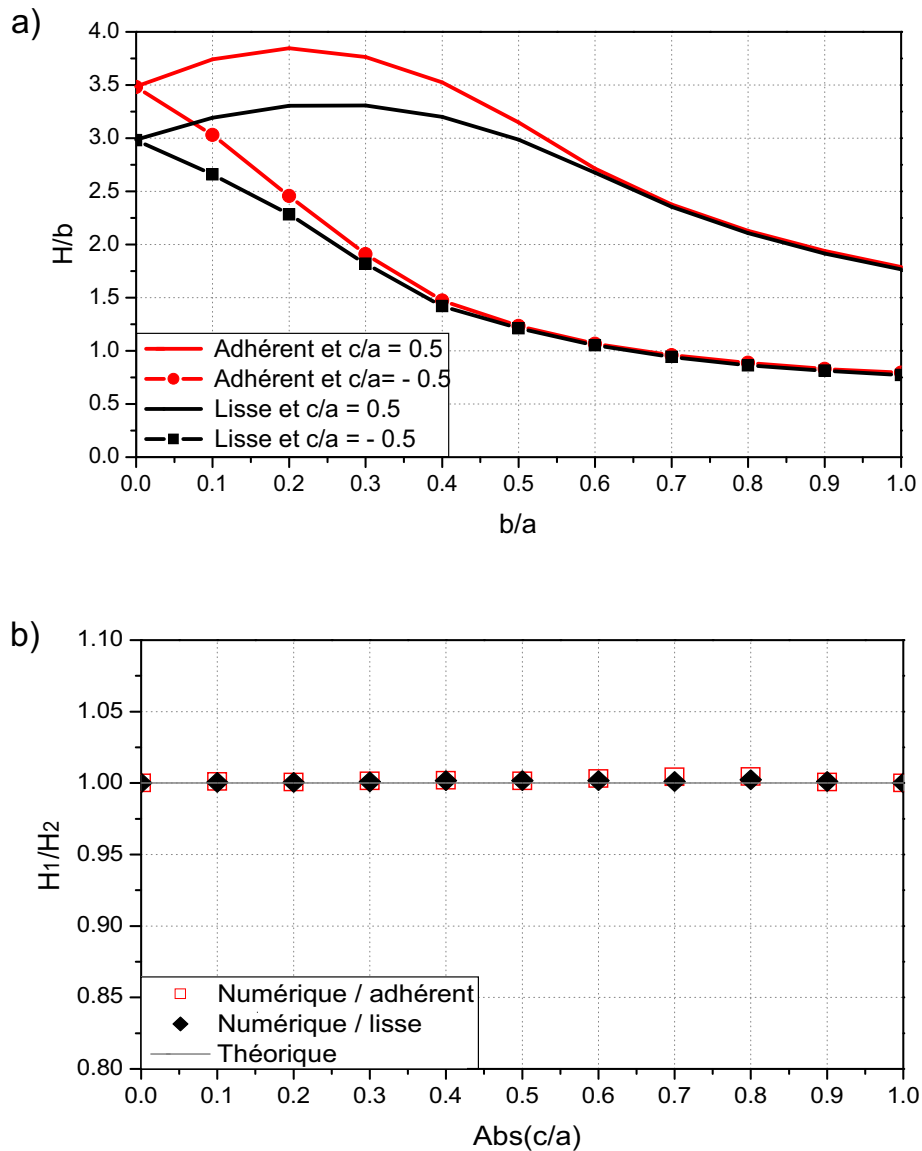


Figure 3.29 – a) Dureté du matériau de critère de résistance elliptique pour $c/a = \pm 0.5$. b) Rapport H_1/H_2 pour deux ellipses symétriques par rapport à l'axe σ_d

de l'ellipse, par notre méthode, avec celles correspondant au critère de Von-Mises à l'aide de la méthode LMM (validée par de nombreuses études dans littérature). On constate alors que les deux méthodes donnent des résultats très proches pour les deux cas de contact (tableau 3.3).

- *Cas général* : Afin de déterminer la dureté d'un matériau poreux (comportant une phase solide et un espace poreux) dans un essai d'indentation, Cariou et al. [21] ont réalisé une simulation numérique en se basant sur le modèle d'homogénéisation développé par Dormieux et al. [39] dont le critère de résistance macroscopique elliptique est défini sous la forme (3.57) avec les paramètres (a,b,c) définis dans le tableau E.2 de l'annexe E. On trouve également dans ce tableau les définitions des paramètres du modèle de Gathier [46] obtenus par la méthode "Linear Comparaison Composite" (LCC). Dans cette partie, on va comparer les résultats numériques de ces deux dernières études avec ceux obtenus par notre approche en utilisant les mêmes valeurs pour (a,b,c) .

θ (°)	42.28	68	70.32	90
Notre méthode	2.56(3.50)	2.77(3.30)	2.80(3.28)	3.11(3.28)
Méthode LMM	2.46(3.38)	2.76(3.25)	2.80(3.25)	3.07(3.26)

Tableau 3.3 – Valeur de H/Y d'un matériau de Von-Mises pour les différents demi-angles θ . Les valeurs mettant entre parenthèses sont pour le contact adhérent et les autres sont pour le cas restant.

Les estimations de la dureté lors de la simulation d'une pointe Berkovich sont représentées par le facteur $H/c_s = f(\eta, \alpha)$ pour chaque type de morphologie. La comparaison entre nos résultats et ceux de Cariou et al. ainsi que Gathier, pour le cas du contact lisse, est reportée sur la figure 3.30. Un très bon accord est trouvé pour les deux types de morphologie lors de la variation de la densité (de 0 à 1) et celle de l'angle de frottement ($\alpha = 0, 0.25$ et 0.5).

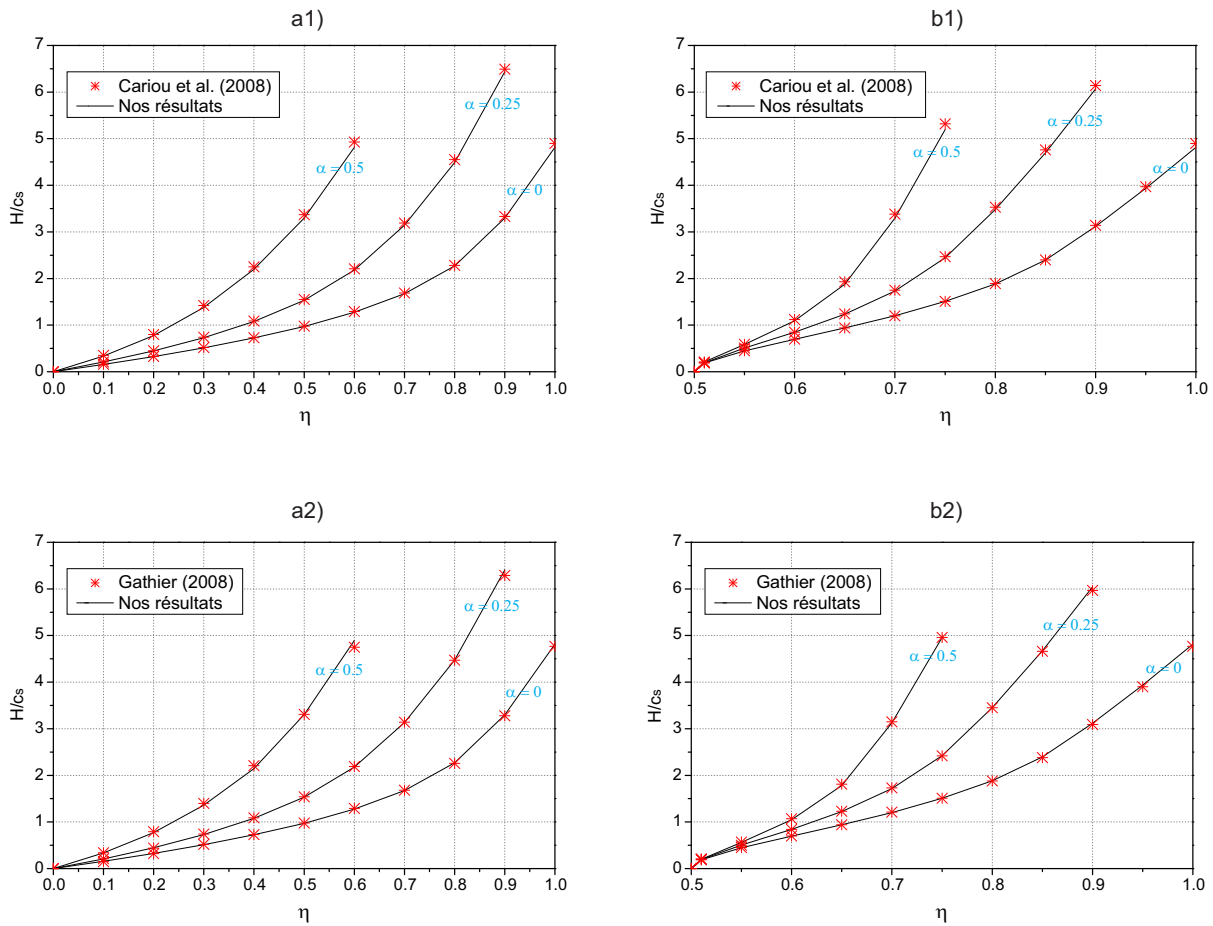


Figure 3.30 – Comparaison avec les résultats de Cariou *et al.* pour : a1) Schéma Mori-Tanaka et b1) Schéma Auto-cohérent et avec ceux de Gathier pour : a2) Schéma Mori-Tanaka et b2) Schéma Auto-cohérent.

Les approches mises en œuvre par Dormieux et al. et Gathier étant comparables, les courbes reportées sur les figures 3.30a1 et 3.30b1 sont très proches de celles dessinées sur les figures 3.30a2 et 3.30b2. Particulièrement pour l'approche de type Mori-Tanaka dans le cas où l'angle de frottement α est égal à 0 (correspondant à un matériau poreux composé d'un solide de type Von-Mises), les deux études conduisent

aux formes de l'ellipse déterminées par les mêmes paramètres. Dans ce cas-là, les résultats de la simulation numérique obtenus par les trois méthodes sont visiblement très proches. On rappelle que : 1) Cariou et al. ont obtenu une estimation de la borne supérieure de la charge limite à partir d'un problème d'optimisation conique du second ordre, résolu par l'outil d'optimisation Mosek ; 2) Gathier se base sur l'approche de calcul de Borges visant à trouver directement une estimation numérique des champs de contrainte et de taux de déformation qui sont la solution du problème de l'analyse limite et 3) notre méthode présente une succession de calculs élastiques fictifs pour converger vers la charge à l'état limite. On observe, comme tendance générale, que les estimations de Cariou sont légèrement supérieures aux nôtres qui sont elles-mêmes légèrement supérieures à celles de Gathier.

3.2.4 Simulations avec évolution de géométrie

Dans un essai de nano-indentation standard, la phase de charge correspond à l'enfoncement de l'indenteur dans un matériau. Cet enfoncement augmente continuellement avec la charge d'indentation jusqu'à une force ou une pénétration choisie et implique une évolution de la surface de contact, autour de l'indenteur, de l'échantillon sollicité. Pour déterminer les caractéristiques mécaniques des constituants d'un matériau par indentation, les analyses actuelles sont, pour la grande majorité, basées sur une modélisation dans l'hypothèse des petites transformations et d'un comportement linéaire des constituants. Ces choix étant clairement pris en défaut, étant donné le fort gradient des déplacements induits lors de l'essai d'indentation, une voie proposée dans le cadre de ce travail est de reprendre cette analyse en tenant compte de l'évolution de la géométrie de l'échantillon au cours du chargement. Plus précisément, on traite le problème en plusieurs étapes d'évolution dans lesquels le déplacement incrémental vertical de l'indenteur est une valeur fixe $\Delta = (h - h_0)/n$ où h est la profondeur choisie pour la détermination de la charge limite ; h_0 est la profondeur initiale qui est beaucoup plus petite que h et n est le nombre des étapes d'évolution. Sur la figure 3.31, la partie grisée représente le changement de géométrie à chaque étape et S_i est la surface de l'indenteur à l'étape i .

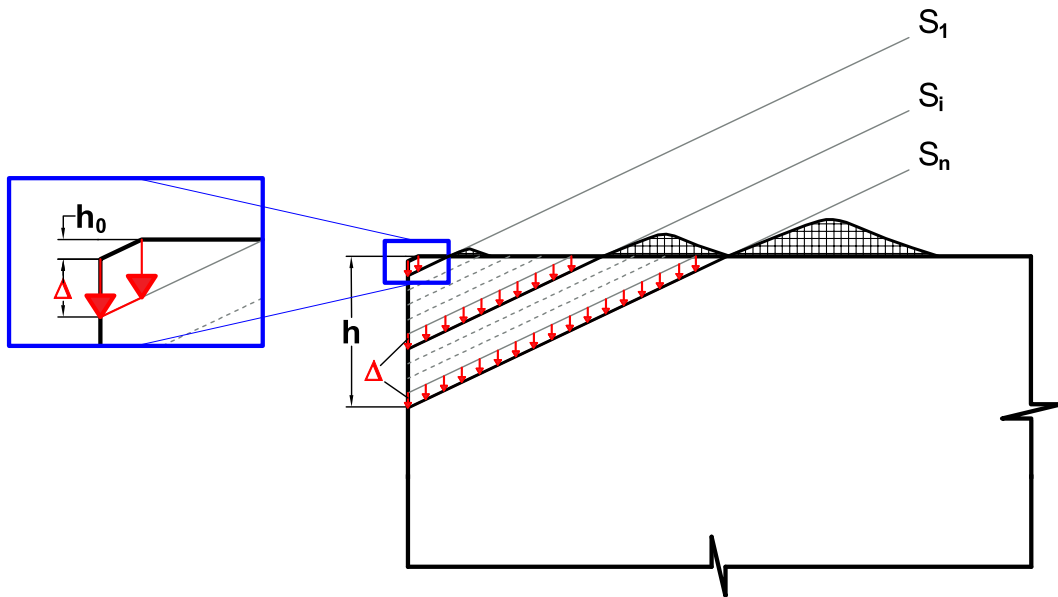


Figure 3.31 – Évolution de la géométrie de l'échantillon en fonction de la progression d'un essai d'indentation

La simulation numérique pour la structure avec évolution de géométrie est effectuée avec deux processus principaux :

- **Processus 1** : Il s'agit de déterminer la géométrie du demi-espace indenté à la profondeur h . Durant ce processus, on réalise n étapes d'évolution et pour chaque étape, on exécute progressivement comme suit : la géométrie de la structure dans l'étape précédente est tout d'abord retenue. Il est important de noter que la structure à l'étape 1 coïncide avec la structure indentée à la profondeur h_0 . Ensuite, la structure est remaillée à partir de cette géométrie³ afin d'éliminer la distorsion du maillage et de calculer les nouveaux déplacements dans ce maillage. Le remaillage doit être effectué soigneusement pour avoir la bonne précision dans chaque étape. Puis, le déplacement constant Δ est appliqué sur la surface de contact entre l'indenteur et la structure. En tenant compte du fait que le matériau ne peut pas pénétrer l'indenteur rigide, on ajoute une contrainte dans la simulation numérique pour que tous les éléments du maillage ne dépassent pas la surface S_i correspondante à la nouvelle position de l'indenteur (voir figure 3.31). Enfin, à l'aide de l'algorithme présentée précédemment, on calcule la nouvelle géométrie de l'étape actuelle. Cette procédure est répétée jusqu'à la dernière étape d'évolution n .
- **Processus 2** : On calcule la charge limite du problème d'indentation avec prise en compte l'évolution de la surface de contact, en mettant en œuvre notre algorithme de calcul de charge limite mais pour la géométrie déterminée par le processus 1.

Notre simulation numérique a été effectuée en utilisant le code Castem⁴.

3.2.4.1 Matériaux purement cohérents

Détermination du nombre d'étapes d'évolution : Les calculs sont donc exécutés pour plusieurs étapes d'évolution avec un déplacement incrémental $\Delta = f(h, h_0, n)$ où h, h_0 sont choisis tels que $h \gg h_0$. Cette condition est nécessaire, afin d'assurer l'indépendance du résultat vis à vis des valeurs de h et h_0 ; il reste fonction uniquement du nombre d'étapes d'évolution. Utilisant à chaque étape l'algorithme de calcul d'analyse limite, le temps de calcul total augmente donc avec n . Il est donc nécessaire, avant de lancer le calcul de la charge limite d'un problème, de déterminer la valeur optimale de n , notée n_{opt} . Cette valeur est obtenue en se basant sur une étude paramétrique des estimations en fonction de la valeur de n . La figure 3.32 décrit l'évolution de la dureté d'un matériau en fonction du nombre d'étapes d'évolution pour deux critères (Von-Mises et Tresca) pour deux conditions de contact différentes. Il est à noter que, pour $n = 0$, les résultats du "cas 2" (avec évolution de géométrie) sont égaux à ceux du "cas 1" (sans évolution de géométrie). On constate que la dureté augmente continuellement avec n jusqu'à une valeur constante, appelée H_{opt} . La valeur minimale retenue pour n , correspondant à H_{opt} est n_{opt} . On choisit donc de retenir $n_{opt} = 10$ pour les deux critères dans le problème d'indentation.

Résultats numériques : Les courbes présentées sur la figure 3.33 sont obtenues pour deux critères de résistance (Tresca et Von-Mises) pour la valeur n_{opt} déterminée précédemment. Les

3. La géométrie ici est définie à partir d'un grand nombre de points établis à la surface supérieure du modèle.

4. Les dimensions du modèle respectent les conditions $R \geq 10h$ et $H \geq 5h$ (voir figure 3.7). Concernant le maillage du modèle, la densité de points d respecte que : $d \leq h/20$ à la surface supérieure du modèle et $d \leq h/10$ à la base du modèle. Les éléments de type Tri6 ont été utilisés dans notre travail.

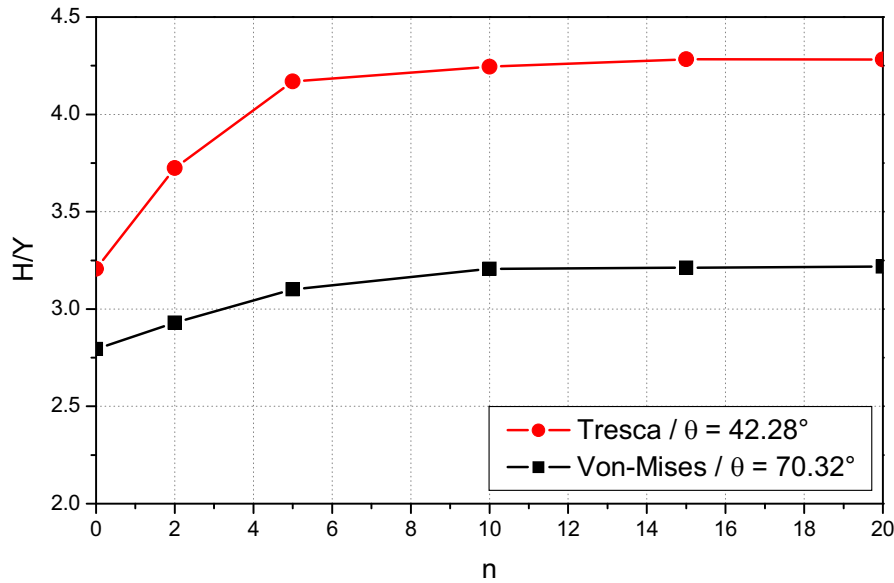


Figure 3.32 – Dureté du matériau en fonction du pas de chargement n pour un matériau de Von-Mises avec $\theta = 70.32^\circ$ (contact lisse) et pour un matériau de Tresca avec $\theta = 42.28^\circ$ (contact adhérent).

courbes obtenues montrent que pour les deux matériaux (Tresca et Von-Mises), les estimations de la dureté obtenue sont très proches, celles relatives au matériau de Von-Mises étant toujours légèrement plus élevées, à nature du contact avec la pointe fixée.

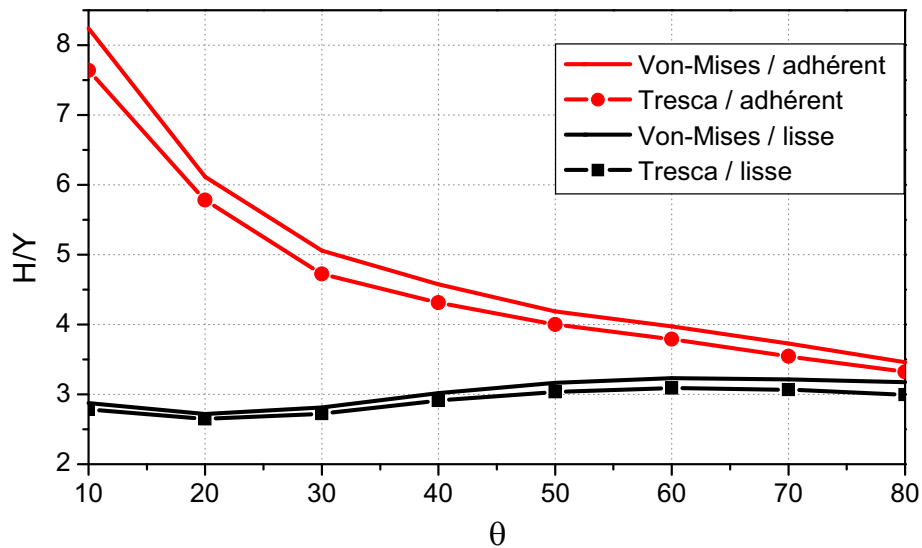


Figure 3.33 – Dureté d'un matériau de Von-Mises et de Tresca pour les deux cas de contact.

Comparaison entre les approches sans et avec évolution de géométrie : De manière à comparer la dureté obtenue par les deux approches avec et sans évolution de géométrie, on a reporté sur les figures respectives 3.34a et 3.34b l'évolution en fonction de la forme de la pointe, de la dureté pour le critère de Von-Mises celui de Tresca. Les commentaires suivants peuvent être apportés :

- *Concernant l'estimation de la dureté* : Le cas 2 (avec évolution de la géométrie) présente des estimation de la dureté plus élevées qu'en réalisant un calcul en petites déformations (fig. 3.34). En effet, cette remarque est en accord avec la conclusion du chapitre concernant l'approche semi-analytique pour l'évolution de géométrie. Par ailleurs, on constate que la dureté du cas 2 pour le contact lisse est très proche de celle du cas 1 pour le contact adhérent pour des angles de pointe assez élevés.
- *Concernant la tendance des courbes* : On constate de plus des changements de tendance des courbes dans le cas du contact lisse. La courbe relative au cas 1 présente par exemple un minimum correspondant à une valeur de θ comprise entre 20° et 30° . Concernant le cas 2, il existe un minimum pour une valeur de θ de l'ordre de 20° et un maximum pour θ de l'ordre de 60° . S'agissant du contact parfaitement adhérent, les estimations de H/Y sont décroissantes en fonction de θ .

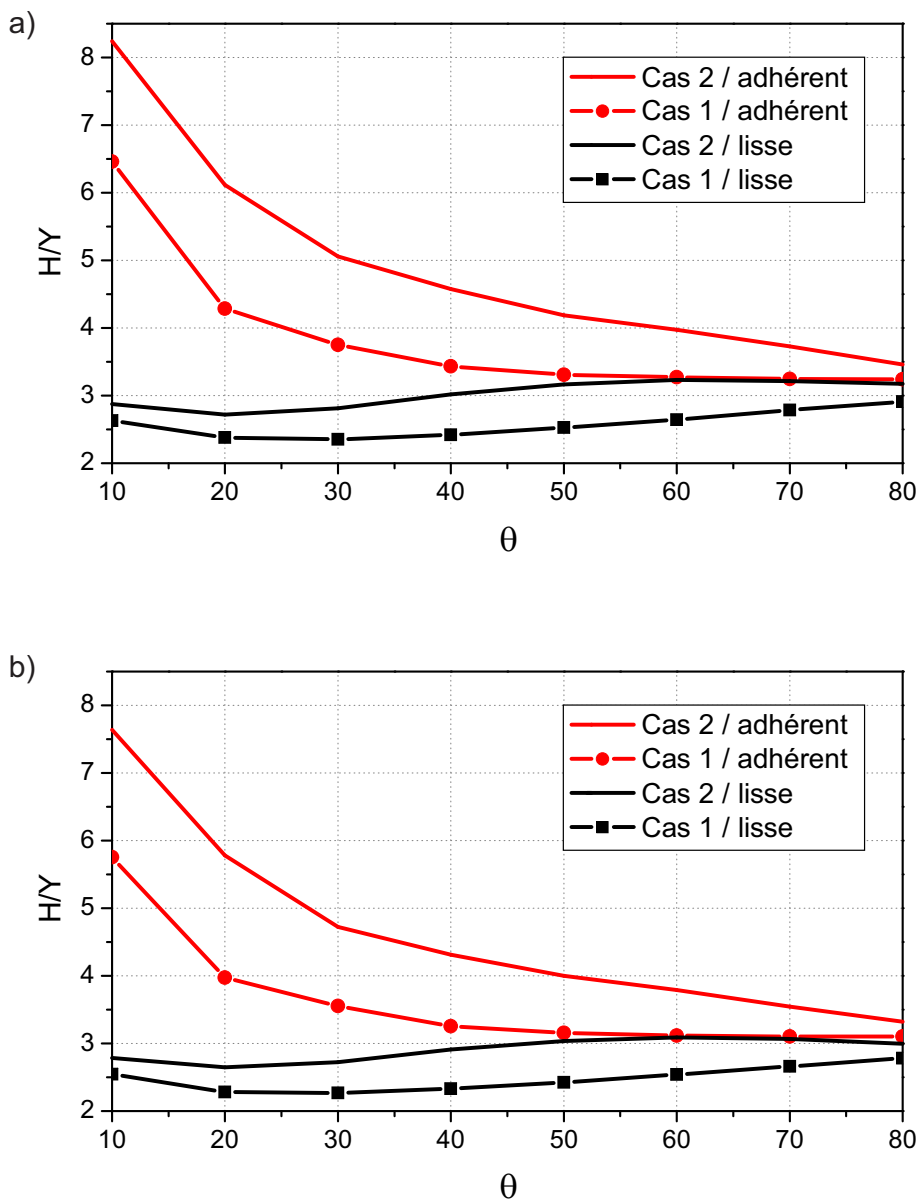


Figure 3.34 – Comparaison de la dureté entre le cas 1 sans évolution de géométrie et le cas 2 avec évolution de géométrie pour les critères Von-Mises (a) et Tresca (b).

3.2.4.2 Matériaux doués d'un critère de résistance elliptique

Détermination du nombre des étapes d'évolution : Par la même approche que pour le cas des matériaux purement cohérents, on détermine la valeur de n_{opt} pour le critère de résistance elliptique dans le problème d'indentation avec une pointe Berkovich (ou Vickers). On retombe à nouveau sur une valeur de n_{opt} de l'ordre de 10 indépendamment du cas de contact (figure 3.35).

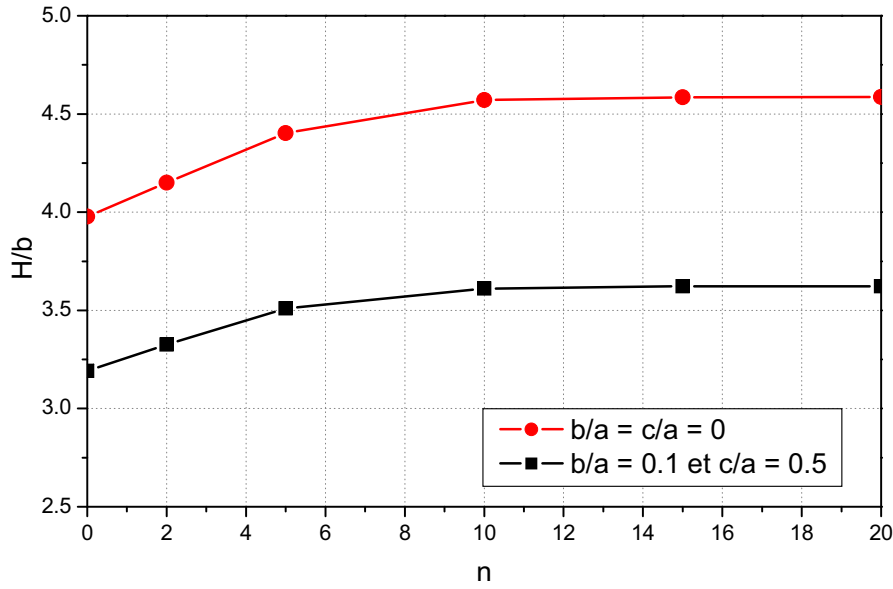


Figure 3.35 – Dureté du matériau en fonction du nombre d'étapes de chargement pour un matériau à résistance elliptique ($b/a = 0.1$, $c/a = 0.5$) avec contact lisse et ($b/a = c/a = 0$) avec contact adhérent.

Résultats numériques : L'évolution de la dureté en fonction des paramètres de l'ellipse pour les deux cas de contact est reportée sur la figure 3.36 (les données précises sont dans l'annexe F). Les tendances des courbes obtenues dans ce cas sont semblables à celles obtenues précédemment.

Comparaison avec le cas sans évolution de géométrie : La comparaison de la dureté entre les deux cas sans et avec évolution de géométrie est montrée pour les deux cas de contact sur la figure 3.37, pour $c/a = 0$, 0.4 et 1 .

- *Concernant les estimations de la dureté :* Dans les deux cas 1 et 2, la valeur H/b pour le contact adhérent est toujours plus grande que celle du cas lisse même si la différence est négligeable. Cependant, en fixant la condition de contact, les estimations de la dureté dans les cas 1 et 2 sont identiques si la géométrie après évolution reste inchangée. On constate également que la courbe pour le contact adhérent du cas 1 est plus élevée que celle pour le contact lisse du cas 2. La différence entre ces deux dernières est petite lorsque $c/a = 0$. Elle croît avec l'augmentation de c/a jusqu'à $c/a = 1$.
- *Concernant la forme des courbes :* Sur les figures 3.37a, 3.37b et 3.37c, on observe un point pour lequel les courbes se séparent. Ce point correspond à une valeur de b/a que l'on appelle valeur critique $(b/a)_{critique}$ qui est, par exemple, de l'ordre de 0.5 pour le

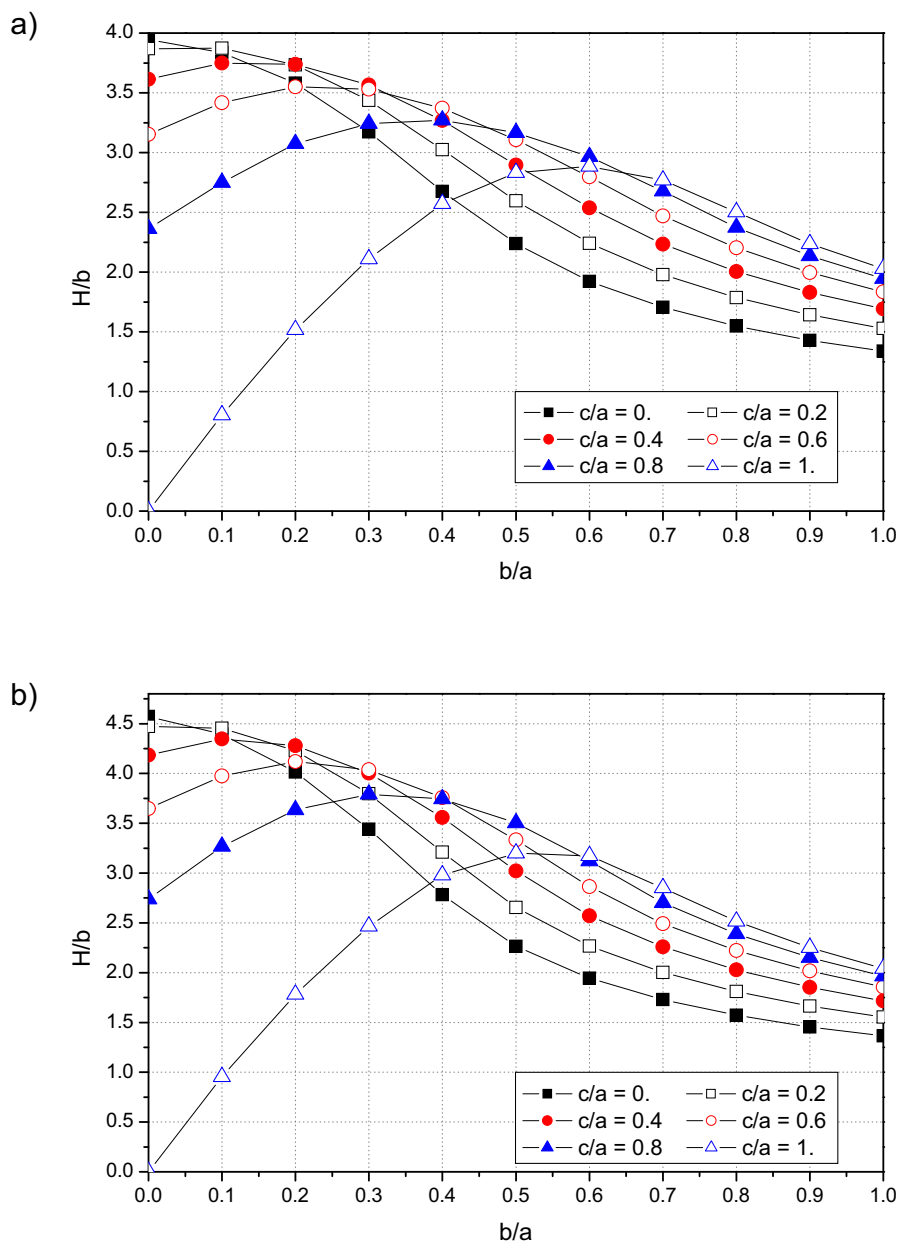


Figure 3.36 – Dureté du matériau de critère de résistance elliptique dans le cas 2 avec évolution de géométrie pour le contact : a) lisse et b) parfaitement adhérent.

cas où $c/a = 0.4$. Il est donc défini par : 1) si $(b/a) \geq (b/a)_{critique}$: la dureté reste constante en fonction de l'évolution de géométrie (figure 3.38a), la géométrie après les étapes de chargement étant identiques à celle du cas 1. 2) si $(b/a) < (b/a)_{critique}$: la dureté augmente avec l'évolution de géométrie (figure 3.38b). La géométrie est changée visiblement après chaque étape avec la présence d'une bourlet. Cette dernière grandit progressivement avec le nombre des étapes d'évolution et contribue à contraindre des mouvements de la structure sous l'effet du chargement. Par conséquent, il est nécessaire d'appliquer une force plus grande pour enfoncer l'indenteur dans le matériau.

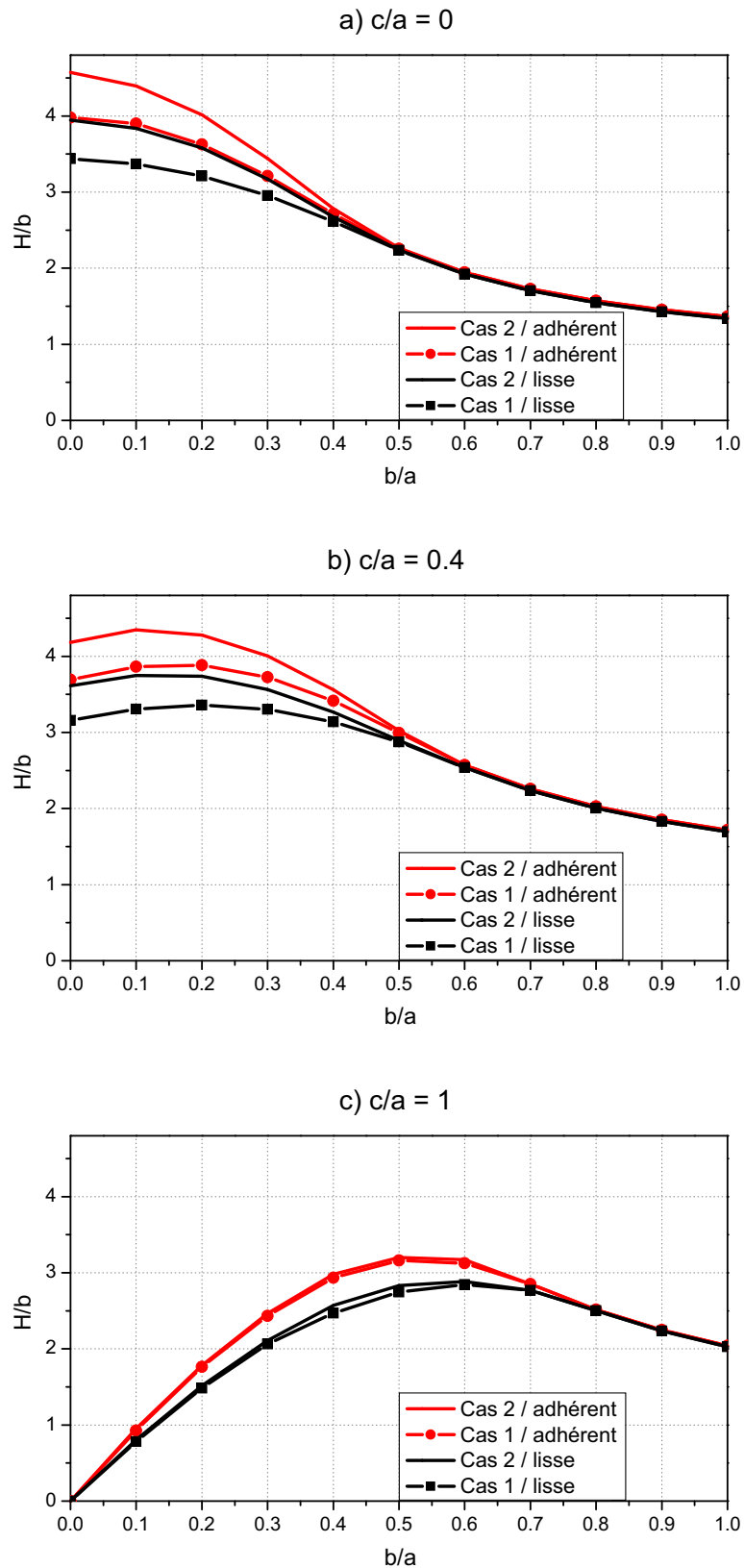


Figure 3.37 – Comparaison de la dureté entre le cas 1 sans évolution de géométrie et le cas 2 avec évolution de géométrie pour le critère elliptique.

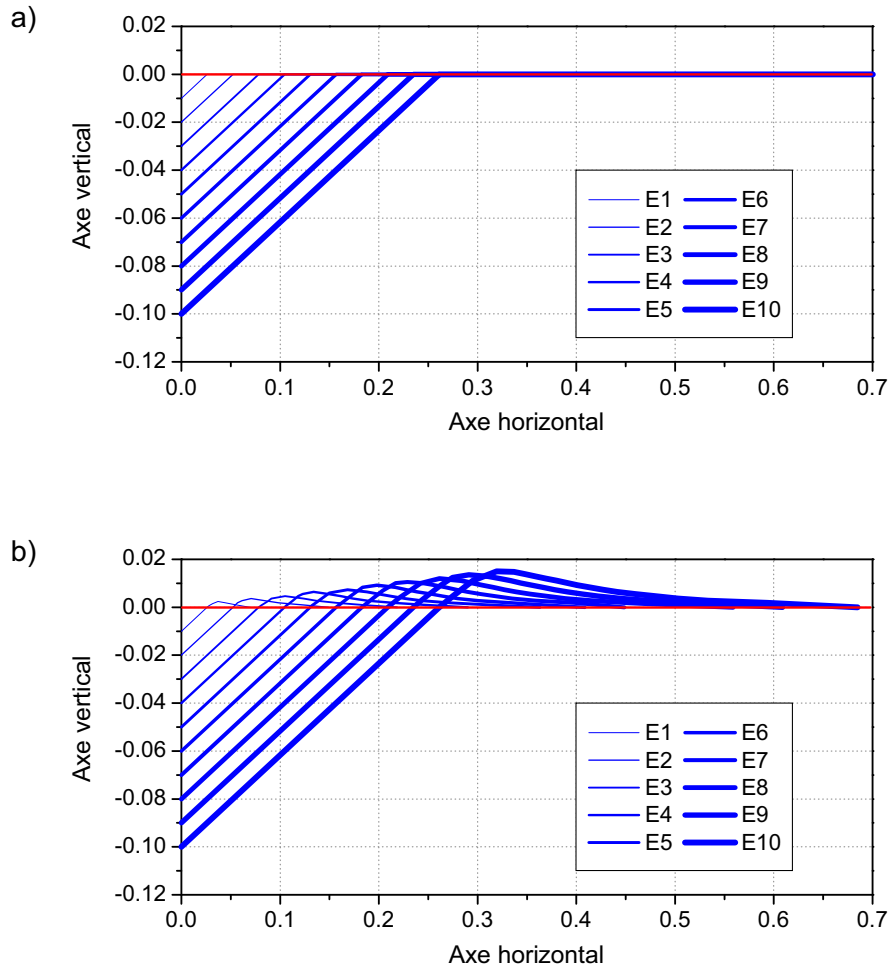


Figure 3.38 – Changement de la structure avec les étapes d'évolution lorsque $c/a = 0.4$ et a) $b/a = 0.8$ et b) $b/a = 0.2$. Les lignes bleues représentent la structure après chaque étape d'évolution tandis que la ligne rouge présente la structure initiale

3.3 Conclusion

La modélisation du problème d'indentation a été explicitée par application de l'approche cinématique par l'extérieur dans le cadre de la théorie du calcul à la rupture. Les résultats, obtenus dans ce chapitre, nous permettent de constater les conclusions ci-dessous :

- Les résultats analytiques obtenus pour les matériaux purement cohérents, correspondants à notre mécanisme proposé, sont proches de ceux de la solution exacte pour le cas d'un petit demi-angle de la pointe conique ($\theta < 30^\circ$). De plus, grâce à cette étude analytique, on a conclut que la charge limite en prenant en compte l'évolution de géométrie est toujours plus grande que celle dans le cas contraire (sans évolution de géométrie) pour les matériaux sollicités. Cette conclusion a été ensuite confirmée par la simulation numérique pour tous les deux critères de Von-Mises et de Tresca.
- Le problème d'indentation dans les matériaux purement cohérents a été bien résolu à l'aide de la méthode LMM. Les estimations numériques ont prouvé l'effet de l'angle θ sur la charge limite a été obtenu lors de sa variation de 0 à 90° . Tandis que l'on trouve la raison inverse du rapport H/Y avec θ pour le contact parfaitement adhérent, il existe des valeurs minimum et maximum dans les courbes $H/Y = f(\theta)$ pour le contact lisse. Ces

tendances sont valables pour tous les deux critères ci-dessus. Cependant, les valeurs de la charge limite correspondantes au cas du critère de Von-Mises sont toujours plus grandes que celles pour le critère restant (Tresca).

- Par développement de la LMM, une nouvelle méthode numérique est trouvée pour calculer la charge limite d'une structure constituée d'un matériau de critère de résistance elliptique. Cette méthode itérative présente une technique de programmation non-linéaire avec des itérations des modules sécants (compressibilité, cisaillement) pour faire converger la charge vers celle limite. La telle charge limite, obtenue à la dernière itération, correspond à l'état des champs de contrainte et de taux de déformation associé, qui satisfont au théorème d'association de la théorie du calcul à la rupture.
- En effet, grâce à la méthode ci-dessus, les estimations numériques ont été obtenues pour le cas de la pointe Berkovich. Les courbes de résultat présentent les mêmes tendances pour les deux conditions de contact mais la charge limite est toujours plus grande dans le cas du contact parfaitement adhérent. Cependant, il existe une partie dans les courbes $H/b = f(b/a)$ où l'effet de la condition de contact sur cette charge est négligeable. Cette remarque est également valide en comparant les résultats numériques pour les deux cas : sans et avec évolution de géométrie.

Chapitre 4

Dialogue entre résultats expérimentaux et résultats numériques

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les propriétés de résistance des phases LD et HD C-S-H présentes au niveau I du modèle multi-échelle de la pâte de ciment à partir des résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre 2 et des résultats numériques obtenus dans le chapitre 3. Tout d'abord, les propriétés élastiques (module d'indentation m_s et coefficient de poisson ν_s) du solide C-S-H au niveau 0 seront déterminées à partir des études recensées dans la littérature. Puis, la densité des phases LD et HD C-S-H sera calculée grâce à leur module d'indentation obtenu par nano-indentation (chapitre 2) et à la relation entre ce module et m_s . Les propriétés de résistance du solide C-S-H seront ensuite déterminées en utilisant nos résultats numériques (chapitre 3) et la dureté des phases C-S-H mesurée par nano-indentation (chapitre 2). Enfin, ces propriétés seront utilisées pour identifier les propriétés de résistance des phases LD et HD C-S-H.

Sommaire

4.1	Méthodologie	117
4.2	Détermination des propriétés élastiques du solide C-S-H	119
4.2.1	Détermination du coefficient de poisson ν_s	119
4.2.2	Détermination du module d'indentation m_s	120
4.2.2.1	Échantillons sans FS ajoutée	120
4.2.2.2	Échantillons avec FS ajoutée	122
4.3	Détermination des propriétés de résistance	127
4.4	Conclusion	133

4.1 Méthodologie

Les essais de nano-indentation ont été effectués au niveau I du modèle multi-échelle de la pâte de ciment. Chacune des phases de pure C-S-H, dont les phases LD et HD C-S-H, sont supposées homogènes. Un seul couple de valeur $(M_{\text{exp}}, H_{\text{exp}})$ est donc obtenu pour chaque phase. En mettant que ces phases respectent un critère de résistance elliptique étudié dans le chapitre 3 (équation (3.57)), une relation entre la dureté H et les paramètres (a, b, c) du critère peut être obtenue pour chaque phase. Cependant, la détermination des paramètres du critère de résistance à partir d'une seule mesure de dureté par phase est un problème hyperstatique ($H_{\text{exp}} = f(a, b, c)$, une équation à 3 inconnues). Afin de résoudre ce problème, nous proposons d'ajouter des relations entre les propriétés M et H des phases LD et HD C-S-H au niveau I et celle du solide C-S-H au niveau 0 par des techniques d'homogénéisation.

Le modèle d'homogénéisation utilisé pour relier les propriétés mécaniques des niveaux 0 et I du modèle multi-échelle de la pâte de ciment est présenté sur la figure 4.1.

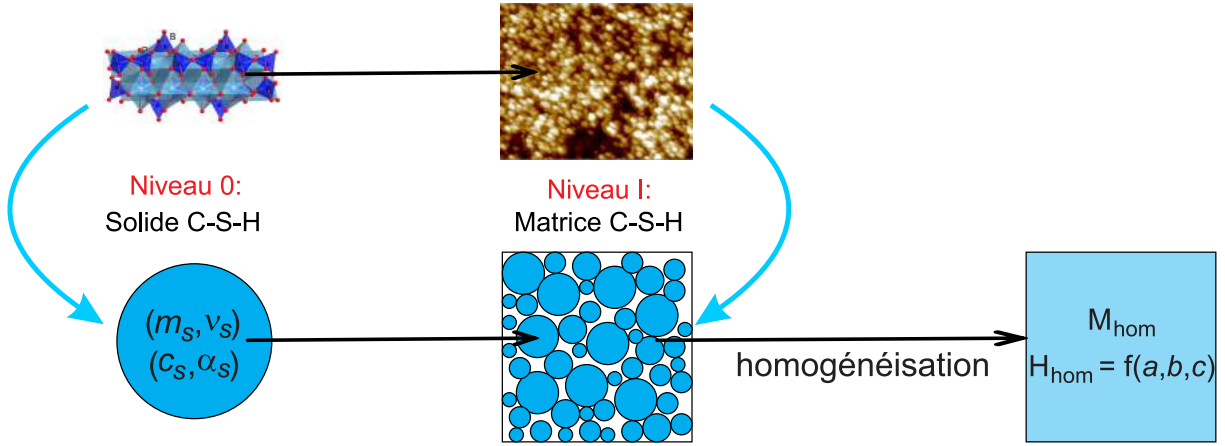


Figure 4.1 – Modèle d'homogénéisation proposé à partir du modèle multi-échelle entre les deux niveaux 0 et I de la pâte de ciment.

- *Au niveau 0* : Le solide C-S-H est modélisé par une particule sphérique. Son comportement élastique est caractérisé par un module d'élasticité m_s et un coefficient de Poisson ν_s . De plus, il respecte le critère de résistance de Drucker-Prager dont la fonction de charge est :

$$f_s(\boldsymbol{\sigma}) = \sqrt{J_2} + \alpha_s \sigma_m - c_s \quad (4.1)$$

où $\alpha_s < \sqrt{3}/2$ et c_s sont respectivement le coefficient de frottement et la cohésion du solide C-S-H.

- *Au niveau I* : Une morphologie polycristalline est choisie pour modéliser la matrice C-S-H (d'après Vandamme [132]). Ce type de matériaux poreux (parfaitement désordonnés) peut être décrit par un modèle auto-cohérent de la micromécanique (d'après [53, 69]). Le critère de résistance à ce niveau est de forme elliptique (d'après [39, 46, 96]).

Grâce à ce modèle et au modèle numérique développé dans le chapitre 3, les relations correspondantes peuvent être établies :

$$\begin{cases} a) M_{\text{hom}} = f(m_s, \nu_s, \eta_0, \eta) \\ b) H_{\text{hom}} = f(a, b, c) \\ c) (a, b, c) = f(c_s, \alpha_s, \eta_0, \eta) \end{cases} \quad (4.2)$$

où η et η_0 sont respectivement la densité et le seuil de percolation de la matrice C-S-H. $\eta_0 = 0.5$ pour des matériaux de type polycristallin dont les solides sont de forme sphérique (d'après [21]) et la densité $\eta = 1 - \varphi$ où φ est la porosité de la matrice. L'équation (4.2)a a été présentée par [28], l'équation (4.2)b est déterminée par notre simulation numérique (les données numériques de la relation entre H et (a,b,c) ont été obtenues dans le chapitre 3 et une approximation polynomiale de cette relation a été proposée et présentée par l'équation (F.6) en annexe §F.3) tandis que les relations (4.2)c ont été présentées dans le tableau E.2 §E. Les propriétés $M_{\text{hom}} = M_{\text{exp}}$ et $H_{\text{hom}} = H_{\text{exp}}$ pour chaque phase LD et HD C-S-H sont déterminées expérimentalement par nano-indentation (chapitre 2). Plus précisément, les valeurs moyennes des propriétés (M,H) qui seront utilisées pour l'identification, ont été déterminées à partir de l'ensemble des essais d'indentation effectués (G_{tot} pour l'échantillon P28-0SV en annexe §B.2 et G_1 pour les autres échantillons en annexe §B.3) et rassemblées dans le tableau 4.1 pour tous les échantillons étudiés.

	LD C-S-H		HD C-S-H	
	M_{LD} (GPa)	H_{LD} (GPa)	M_{HD} (GPa)	H_{HD} (GPa)
P28-0SV	24.66	0.708	33.91	1.096
P38-0SV	25.37	0.697	34.16	1.048
P50-0SV	24.74	0.779	32.87	1.165
P28-10SV	25.61	0.734	35.40	1.055
P33-10SV	25.94	0.767	33.80	1.047
P38-10SV	28.60	0.844	35.89	1.175
P38-0LC	26.12	0.747	36.01	1.204

Tableau 4.1 – Valeurs expérimentales moyennes de (M,H) des phases LD et HD C-S-H.

A partir du système (4.2), nous constatons que les propriétés d'indentation homogénéisées ($M_{\text{hom}}, H_{\text{hom}}$) au niveau I dépendent des propriétés mécaniques ($m_s, \nu_s, c_s, \alpha_s$) du solide C-S-H ainsi que des propriétés de la microstructure (η, η_0). Avec $\eta_0 = 0.5$, les relations peuvent s'écrire pour les deux phases LD et HD C-S-H (phases de pure C-S-H) :

$$\begin{cases} a) M_{\text{LD}} = f(m_s, \nu_s, \eta_{\text{LD}}) \\ b) M_{\text{HD}} = f(m_s, \nu_s, \eta_{\text{HD}}) \\ c) H_{\text{LD}} = f(c_s, \alpha_s, \eta_{\text{LD}}) \\ d) H_{\text{HD}} = f(c_s, \alpha_s, \eta_{\text{HD}}) \\ e) (a_{\text{LD}}, b_{\text{LD}}, c_{\text{LD}}) = f(c_s, \alpha_s, \eta_{\text{LD}}) \\ f) (a_{\text{HD}}, b_{\text{HD}}, c_{\text{HD}}) = f(c_s, \alpha_s, \eta_{\text{HD}}) \end{cases} \quad (4.3)$$

où les valeurs de $M_{\text{LD}}, M_{\text{HD}}, H_{\text{LD}}$ et H_{HD} sont reportées dans le tableau 4.1 pour tous les échantillons étudiés. η_{LD} et η_{HD} désignent respectivement la densité des phases LD et HD C-S-H. Les paramètres $(a_{\text{LD}}, b_{\text{LD}}, c_{\text{LD}})$ et $(a_{\text{HD}}, b_{\text{HD}}, c_{\text{HD}})$ désignent respectivement les paramètres de résistance des phases LD et HD C-S-H.

Les équations (4.3) (a,b,c,d) forment un système de 4 équations à 6 inconnues : m_s , ν_s , c_s , α_s , η_{LD} et η_{HD} . Pour résoudre ce système, nous reprendrons les valeurs des propriétés élastiques m_s et ν_s du solide C-S-H recensées dans la littérature. Les densités η_{LD} et η_{HD} seront ensuite obtenues grâce aux équations (4.3)a et (4.3)b. En remplaçant ces densités dans les équations (4.3)c et (4.3)d, un système de 2 équations à 2 inconnues (c_s , α_s) sera obtenu. La résolution de ce système permettra donc d'obtenir les propriétés de résistance (c_s , α_s) du solide C-S-H. Enfin, les paramètres (a,b,c) du critère elliptique seront déterminés par les équations (4.3)e et (4.3)f pour chaque phase LD et HD C-S-H.

4.2 Détermination des propriétés élastiques du solide C-S-H

4.2.1 Détermination du coefficient de poisson ν_s

La relation (4.2)a a été établie par [28, 132] pour le cas $\eta_0 = 0.5$ sous la forme :

$$\frac{M_{\text{hom}}}{m_s} = M_{ac} \frac{(9\eta\gamma_s + 4M_{ac} + 3\gamma_s)(3\gamma_s + 4)}{4(4M_{ac} + 3\gamma_s)(3\gamma_s + 1)} \quad (4.4)$$

où

$$\left\{ \begin{array}{l} M_{ac} = \frac{1}{2} - \frac{5}{4}(1 - \eta) - \frac{3}{16}\gamma_s(2 + \eta) \\ \quad + \frac{1}{16}\sqrt{144(1 - \gamma_s) - 480\eta + 400\eta^2 + 408\eta\gamma_s - 120\eta^2\gamma_s + 9(2 + \eta)^2\gamma_s^2} \\ \gamma_s = \frac{2(1 + \nu_s)}{3(1 - 2\nu_s)} > 0 \end{array} \right. \quad (4.5)$$

La représentation graphique de la relation ci-dessus est présentée sur la figure 4.2. On constate que le rapport entre le module d'indentation homogénéisé et celui du solide croît bien avec l'augmentation de η . Par contre, ce rapport est très peu sensible à la variation de ν_s (de 0 à 0.5). Étant donné que les valeurs de ν_s estimées dans la littérature (voir tableau 2.3 §2.1.3.1) varient entre 0.2 et 0.3, nous choisissons la valeur $\nu_s = 0.2$ qui permet de simplifier les calculs dans les étapes suivantes. En effet, l'équation (4.4) devient une relation linéaire :

$$\frac{M_{\text{hom}}}{m_s} \left(\nu_s = 1/5; \eta_0 = 0.5 \right) = 2\eta - 1 \quad (4.6)$$

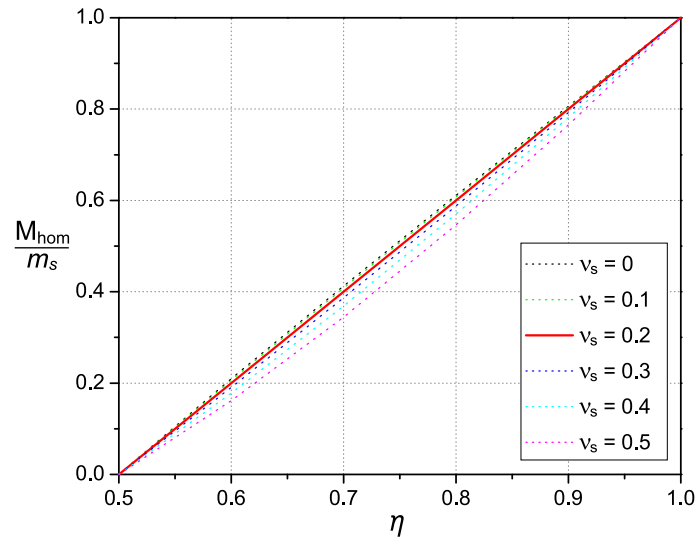


Figure 4.2 – Évolution entre le module d’indentation homogénéisé et la densité de la matrice C-S-H.

4.2.2 Détermination du module d’indentation m_s

Le module m_s dépendant du rapport Ca/Si (voir §2.1.3.1), celui-ci doit être déterminé pour tous les échantillons étudiés. Les valeurs de Ca/Si seront ensuite utilisées pour déterminer m_s .

Muller *et al.* [89–91] ont étudié la composition du solide C-S-H (rapports Ca/(Si+Al), Al/Ca et Si/Ca) en prenant en compte non seulement l’influence du rapport e/c mais aussi celle de la fumée de silice. Ces résultats ont été déterminés pour des échantillons à 28 jours d’hydratation tandis que nos échantillons sont à plus de 4 ans d’hydratation. Cependant, les rapports Ca/Si et Ca/(Si+Al) restent inchangés avec l’âge de l’hydratation de la pâte de ciment à partir de 28 jours d’hydratation (d’après [44, 74]). Les résultats de Muller *et al.* [89–91] seront donc utilisés afin de postuler le rapport Ca/Si de nos échantillons qui sont répartis au sein de 2 groupes d’échantillons : sans fumée de silice (FS) ajoutée (P28-0SV, P38-0SV, P50-0SV et P38-0LC) et avec fumée de silice (FS) ajoutée (P28-10SV, P33-10SV, P38-10SV).

4.2.2.1 Échantillons sans FS ajoutée

Les résultats de Muller *et al.* pour les échantillons de pâte de ciment sans FS ajoutée présentent le rapport Ca/(Si+Al) du solide C-S-H en fonction de e/c (figure 4.3a) et la relation entre Al/Ca et Si/Ca du solide C-S-H pour les différents e/c (figure 4.3b). Pour chaque échantillon de rapport de gâchage différent (e/c = 0.32, 0.4 et 0.48), une valeur Ca/(Si+Al) a été obtenue par résonance magnétique nucléaire (RMN) tandis qu’un nuage de points (Al/Ca, Si/Ca) a été obtenu par le MEB associé à une analyse dispersive en énergie de rayon X (MEB-EDX). Cependant, tous les points dans ce nuage présent sur la figure 4.3b ne représentent pas le solide C-S-H pur car ce solide peut être influencé par les ions calcium environnants de la portlandite ou du clinker non-hydraté. D’après [112], le point représentant le solide C-S-H peut être obtenu par celui à l’extrémité droite du nuage de points sur les graphes Al/Ca = f(Si/Ca) (zones limitées par les ellipses vertes sur la figure 4.3b). Pour chaque point situé dans ces ellipses vertes, le rapport Ca/Si peut être déterminé par deux méthodes :

- **Méthode 1** : En se basant sur le rapport Si/Ca (figure 4.3b), le rapport $(Ca/Si)_1$ est obtenu par :

$$(Ca/Si)_1 = \frac{1}{Si/Ca} \quad (4.7)$$

- **Méthode 2** : En se basant non seulement sur les rapports Al/Ca et Si/Ca (figure 4.3b) mais aussi sur le rapport Ca/(Si+Al) (figure 4.3a), le rapport $(Ca/Si)_2$ est obtenu par :

$$(Ca/Si)_2 = \frac{Ca}{(Si + Al)} \left(1 + \frac{Al}{Si} \right) = \frac{Ca}{(Si + Al)} \left(1 + \frac{Al/Ca}{Si/Ca} \right) \quad (4.8)$$

Étant donnée que les résultats présentés sur les figures 4.3a et 4.3b ont été obtenus pour les mêmes échantillons, la relation $(Ca/Si)_1 = (Ca/Si)_2$ doit être satisfaite pour le point représentant le solide C-S-H. En cherchant un point dans les ellipses vertes satisfaisant cette relation, nous obtenons $(Al/Ca, Si/Ca) = (0.052, 0.585)$, $(0.056, 0.535)$ et $(0.049, 0.510)$ pour $e/c = 0.48$, 0.4 et 0.32 respectivement. La composition du solide C-S-H (rapports $Ca/(Si+Al)$, Al/Ca et Ca/Si) correspondante à ces points est présentée dans le tableau 4.2.

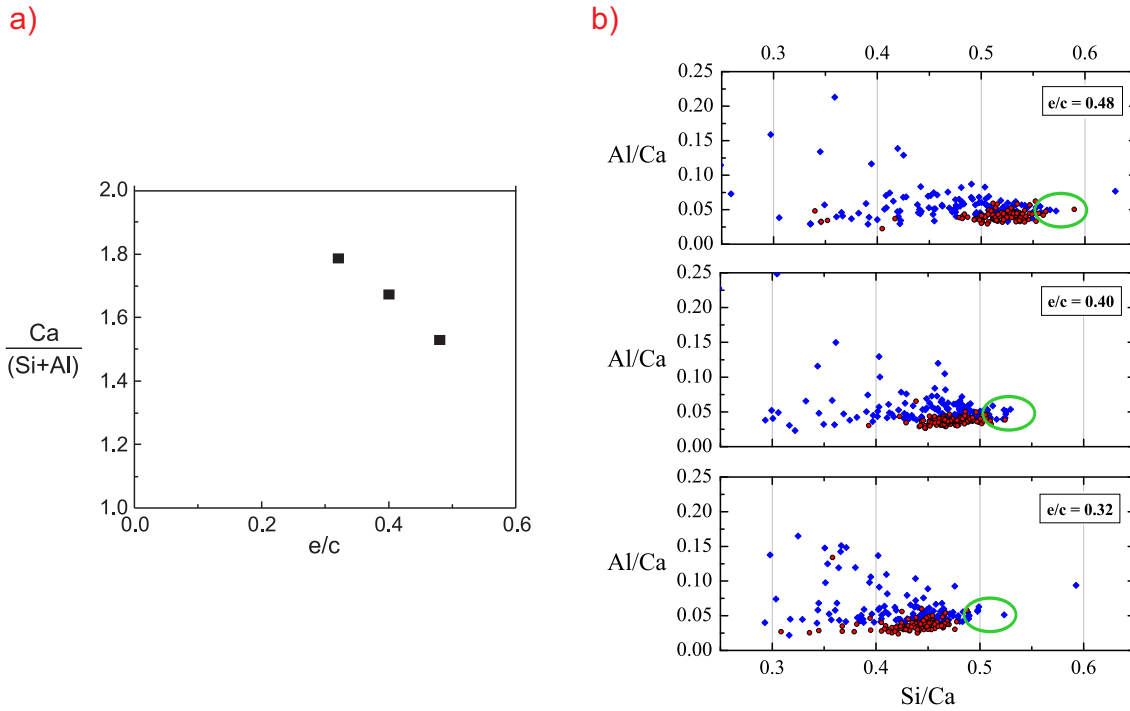


Figure 4.3 – a) rapport $Ca/(Si+Al)$ du solide C-S-H en fonction de e/c , d’après [90] et b) relation entre Al/Ca et Si/Ca pour différents e/c , d’après [89]. Les cercles rouges et diamants bleus représentent respectivement les mesures pour Ip et Op C-S-H.

e/c	0.48	0.40	0.32
$Ca/(Si+Al)$	1.57	1.69	1.79
Al/Ca	0.052	0.056	0.049
Ca/Si	1.71	1.87	1.96

Tableau 4.2 – Composition du solide C-S-H déterminé à partir de [89,90] pour différents rapports e/c .

A partir des données dans le tableau 4.2, nous proposons une relation linéaire entre les rapports Ca/Si et e/c comme présentée sur la figure 4.4. La relation suivante est donc obtenue :

$$\frac{\text{Ca}}{\text{Si}} = -1.562 \frac{e}{c} + 2.471 \quad (4.9)$$

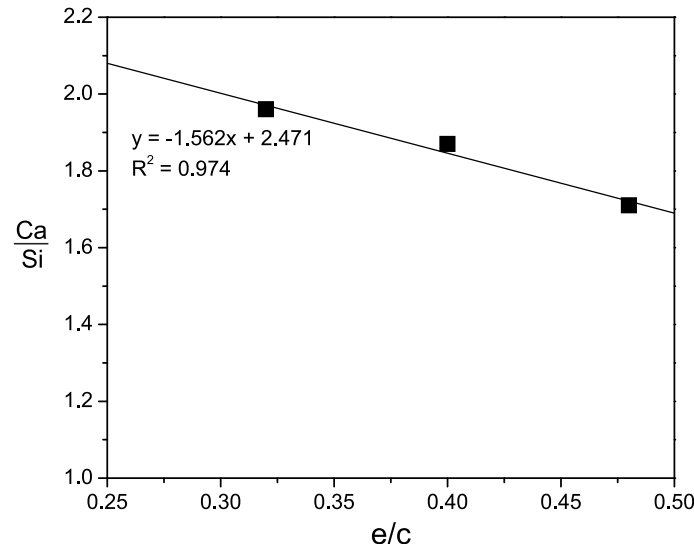


Figure 4.4 – Rapport Ca/Si du solide C-S-H en fonction de e/c.

4.2.2.2 Échantillons avec FS ajoutée

Muller *et al.* [91] ont présenté l'influence de la FS sur le rapport Ca/(Si+Al) du solide C-S-H en remplaçant 10% de la masse du ciment par FS. Le rapport s/c est donc égal à 0.11 (proche du rapport étudié ici s/c = 0.1). Cependant, Ca/(Si+Al) n'a été estimé que sur un échantillon (e/l = 0.4) à 1.33 ± 0.04 où e/l désigne le rapport en masse entre l'eau et le liant (ciment + FS). Les valeurs e/l = 0.25, 0.3 et 0.35 correspondent donc respectivement aux échantillons P28-10SV, P33-10SV et P38-10SV. Une méthode est proposée afin de déterminer Ca/Si pour nos échantillons, dont les hypothèses seront validées par rapport au résultat expérimental de Muller *et al.* [91]. En effet, les hypothèses suivantes sont formulées pour les échantillons avec 10% de FS remplacée :

- Muller *et al.* [91] ont montré que la consommation par la FS de portlandite CH est plutôt petite. De plus, la fraction volumique de la phase de pure CH n'est pas déterminée dans notre partie expérimentale. Pour faciliter les calculs, on émet l'hypothèse que la quantité de FS qui réagit avec CH est négligeable. On suppose donc que la FS ajoutée modifie uniquement la composition du solide C-S-H (l'ajout de FS contribue uniquement à l'ajout de la quantité de Si dans le solide C-S-H) et que celle des autres phases d'hydratation sont inchangées.
- Muller *et al.* [91] ont également mis en évidence la diminution du Ca/(Si+Al) (et donc Ca/Si, parce que la quantité de Al et de Ca dans le solide C-S-H ne change pas avec l'ajout de FS) avec l'âge de l'échantillon d'un jour à 28 jours d'hydratation. A partir de 28 jours, ces rapports restent constant d'après [44, 74]. Il est donc supposé que la quantité de FS entrant dans les produits d'hydratation de la pâte de ciment pour modifier la composition

du solide C-S-H est celle réagissant à 28 jours. Le degré de réaction correspondant de la FS, d'après [91], est de 67%. Cette valeur sera utilisée pour tous nos échantillons avec FS ajoutée.

En appliquant les hypothèses ci-dessus, nous calculons d'abord le rapport $\text{Ca}/(\text{Si}+\text{Al})$ pour l'échantillon avec 10% de FS remplacée ($e/l = 0.4$, $s/c = 0.11$) à partir de la composition du solide C-S-H de l'échantillon sans FS remplacée ($e/c = 0.4$, $s/c = 0$) présentée dans le tableau 4.2 afin de la comparer avec le résultat expérimental de Muller *et al.* [91].

Les rapports $\text{Ca}/(\text{Si}+\text{Al})$ du solide C-S-H des échantillons sans FS et avec 10% FS remplacée sont respectivement appelés $\text{Ca}_0/(\text{Si}_0+\text{Al}_0)$ et $\text{Ca}_1/(\text{Si}_1+\text{Al}_1)$. Pour ces deux cas, la quantité de Ca et de Al dans le solide C-S-H est similaire ($\text{Ca}_1 = \text{Ca}_0$ et $\text{Al}_1 = \text{Al}_0$) car les mêmes réactions d'hydratation forment les mêmes produits d'hydratation tandis que la quantité de Si est plus grande dans le cas avec FS remplacée due à l'addition de Si de la FS dans le solide C-S-H. Nous avons donc :

$$\frac{\text{Ca}_1}{\text{Si}_1 + \text{Al}_1} = \frac{\text{Ca}_0}{\text{Si}_0 \left(\frac{\text{Si}_1}{\text{Si}_0} + \frac{\text{Al}_0}{\text{Si}_0} \right)} \quad (4.10)$$

où $\text{Al}_0/\text{Si}_0 = 0.105$ et $\text{Ca}_0/\text{Si}_0 = 1.87$ sont calculés grâce aux valeurs du tableau 4.2 pour le cas $e/c = 0.4$.

Il reste à calculer le rapport entre Si_1 et Si_0 . Sachant que Si existe seulement dans les solides C-S-H et donc que la masse de SiO_2 dans l'ensemble des produits d'hydratation est égale à celle des solides C-S-H, ce rapport peut être déterminé par :

$$\frac{\text{Si}_1}{\text{Si}_0} = \frac{m_{h1}}{m_{h0}} \quad (4.11)$$

où m_{h0} et m_{h1} sont respectivement les masses de SiO_2 dans les produits d'hydratation de la pâte de ciment des échantillons sans FS et avec 10% FS.

Calcul de m_{h0} pour l'échantillon sans FS ($e/c = 0.4$, $s/c = 0$) : Nous examinons le cas d'une masse m_0 du clinker initial. Pour ce cas sans FS remplacée, la masse du liant m_{l0} est donc égale à m_0 ($m_{l0} = m_0$). La masse du clinker hydraté $m_{cl,hy}$ est, grâce à l'équation (2.9)a §2.1.3.3, calculé par $m_{cl,hy} = \xi m_0$ où ξ est le degré d'hydratation du clinker. La masse m_{h0} est ensuite calculée par :

$$m_{h0} = w_{\text{SiO}_2} m_{cl,hy} = w_{\text{SiO}_2} \xi m_0 \quad (4.12)$$

où $w_{\text{SiO}_2} = 0.209$ est le pourcentage en masse de SiO_2 dans le clinker. Cette valeur est, à titre de référence, prise égale à celle du ciment de Saint Vigor dans le tableau 2.7 (absence de donnée dans [91]).

Dans le chapitre 2, les phases de retrait chimique et de l'eau capillaire présentées dans le modèle de Powers & Brownyard [104] §2.1.3.3 n'ont pas pu être identifiées, la fraction volumique f_{ck} estimée est le rapport entre le volume du clinker V_{cl} et la somme de ce volume et celui de la phase d'hydratation V_{ph} seulement.

$$f_{ck} = \frac{V_{cl}}{V_{cl} + V_{ph}} \quad (4.13)$$

soit

$$f_{ck} = \frac{f_{cl}}{f_{cl} + f_{ph}} \quad (4.14)$$

L'utilisation de la TNS ne permet pas d'obtenir une valeur f_{ck} fiable pour nos échantillons. Nous prenons, à titre de référence, une valeur $f_{ck} \approx 0.07$ pour $e/c = 0.4$ à partir de notre étude expérimentale (voir la figure 2.29b §2.4.2). L'influence de f_{ck} sur les valeurs de Ca/Si et m_s , sera ultérieurement étudiée. Les fractions volumiques f_{cl} et f_{ph} du clinker non-hydraté et des produits d'hydratation sont fonction de ξ et de la porosité initiale p (équations (2.8)e et (2.8)f §2.1.3.3). En remplaçant f_{cl} et f_{ph} dans l'équation (4.14), nous obtenons :

$$f_{ck} = \frac{1 - \xi}{1 + 1.12\xi} \quad (4.15)$$

soit

$$\xi = \frac{1 - f_{ck}}{1 + 1.12f_{ck}} \quad (4.16)$$

Nous obtenons donc $\xi = 0.862$. En remplaçant cette valeur dans l'équation (4.12), nous obtenons :

$$m_{h0} = 0.18m_0 \quad (4.17)$$

Calcul de m_{h1} pour l'échantillon avec 10% de FS remplacée ($e/l = 0.4$) : Nous examinons le cas avec la même masse du liant m_{l1} que le cas de l'échantillon sans FS ajoutée ($m_{l1} = m_{l0} = m_0$). Les relations suivantes sont obtenues :

$$\begin{cases} a) m_0 = m_c + m_{fs} \\ b) m_c = 0.9m_0 \\ c) m_{fs} = 0.1m_0 \end{cases} \quad (4.18)$$

où m_c et m_{fs} sont respectivement la masse du clinker initial et de la FS initiale dans le liant.

La masse totale m_{h1} de SiO_2 dans les produits d'hydratation de la pâte de ciment comporte une partie m_{h*} venant de l'hydratation du clinker et une partie supplémentaire m_{f*} due à l'ajout de SiO_2 de la FS dans les produits d'hydratation. La valeur m_{h1} est calculée par :

$$m_{h1} = m_{h*} + m_{f*} \quad (4.19)$$

A l'aide des équations (4.12), on détermine la valeur m_{h*} :

$$m_{h*} = w_{\text{SiO}_2} \xi m_c \quad (4.20)$$

soit

$$m_{h*} = 0.18m_c \quad (4.21)$$

La valeur m_{f*} est calculée par :

$$m_{f_*} = m_{f_s} \alpha_{f_s} f_{f_s} \quad (4.22)$$

où $\alpha_{f_s} = 67\%$ est le degré de réaction de la fumée de silice à 28 jours d'hydratation et $f_{f_s} = 98.6\%$ est le pourcentage de SiO_2 dans la fumée de silice (d'après [91]).

A partir des équations (4.18), (4.19), (4.21) et (4.22), nous obtenons :

$$m_{h_1} = 0.228m_0 \quad (4.23)$$

Les équations (4.11), (4.17) et (4.23), nous conduisent à $\text{Si}_1/\text{Si}_0 = 1.27$. En remplaçant cette valeur dans l'équation (4.10), la valeur $\text{Ca}_1/(\text{Si}_1 + \text{Al}_1)$ obtenue est de 1.36, conforme au résultat expérimental de Muller *et al.* [91] (1.33 ± 0.04). Par conséquent, les calculs effectués ci-dessus nous permettent d'obtenir la composition du solide C-S-H des échantillons avec 10% de FS remplacée à partir de celle de l'échantillon sans FS de même rapport e/l. En effet, le rapport Ca_1/Si_1 de ces échantillons peut être déterminé en formant le rapport Ca_0/Si_0 de l'échantillon sans FS sur le coefficient Si_1/Si_0 obtenu par l'équation (4.11).

$$\frac{\text{Ca}_1}{\text{Si}_1} = \frac{\text{Ca}_0/\text{Si}_0}{\text{Si}_1/\text{Si}_0} \quad (4.24)$$

En résumé, nous utiliserons notre méthode de calcul (équations 4.11, 4.12, 4.16, 4.19, 4.20, 4.22 et 4.24) pour déterminer le rapport Ca/Si pour nos échantillons avec 10% de FS ajoutée. Plus précisément, nous prendrons les valeurs : Ca_0/Si_0 calculées par l'équation (4.9), f_{ck} obtenues par notre étude expérimentale qui correspond à la grille G_tot pour l'échantillon P28-0SV (annexe §B.2) et à la grille G_1 pour les autres échantillons (annexe §B.3), $f_{f_s} = 93.3\%$ présentées dans le tableau 2.7 §2.2.1 et $s/c = 0.1$.

Les rapports Ca/Si ainsi estimés sont récapitulés dans le tableau 4.3 pour tous les échantillons étudiés. A partir de ces valeurs de Ca/Si, les modules d'indentation m_s correspondants du solide C-S-H (voir tableau 4.3) sont ensuite déterminés grâce aux résultats de simulation atomistique de [106] (voir figure 4.5). Une courbe correspondant à un polynôme d'ordre 2 est fittée dans le nuage de point de [106]. En utilisant la méthode de moindre carré pour obtenir les coefficients de cette fonction, elle s'écrit par :

$$m_s = 18.43 \left(\frac{\text{Ca}}{\text{Si}} \right)^2 - 83.31 \frac{\text{Ca}}{\text{Si}} + 159.40 \quad (4.25)$$

L'équation (4.25) nous permet d'obtenir la valeur moyenne $\overline{m_s}$ du module d'indentation du solide C-S-H en fonction de Ca/Si. L'écart-type s équivalent est de 3.9 GPa. Sur la figure 4.5, la courbe rouge représente les valeurs $\overline{m_s}$ pour chaque Ca/Si tandis que les deux courbes noires représentent les valeurs $\overline{m_s} \pm s$ pour chaque Ca/Si. Un intervalle de m_s est déterminé entre ces deux courbes noires pour chaque échantillon (voir tableau 4.3). Les calculs développés §4.3 seront effectués pour l'ensemble des valeurs de m_s définies par pas de 0.3 GPa (27 valeurs) dans l'intervalle déterminé pour chaque échantillon afin d'obtenir les intervalles des propriétés de résistance des phases LD et HD C-S-H.

Concernant l'influence de f_{ck} obtenue par notre étude expérimentale dans le chapitre 2 sur les valeurs de Ca/Si et m_s , nous cherchons ces valeurs par notre méthode de calcul en prenant la variation entre les valeurs minimales et maximales de f_{ck} obtenues pour les grilles

CHAPITRE 4. DIALOGUE ENTRE RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET RÉSULTATS NUMÉRIQUES

	P28-0SV	P38-0SV	P50-0SV	P28-10SV	P33-10SV	P38-10SV	P38-0LC
e/c	0.28	0.38	0.50	0.28	0.33	0.38	0.38
e/l	0.28	0.38	0.50	0.25	0.30	0.35	0.38
Ca/Si	2.03	1.88	1.69	1.52	1.49	1.53	1.88
\overline{m}_s (GPa)	66.2	68.0	71.2	75.3	76.2	75.1	68.0
m_s (GPa)	[62.3-70.1]	[64.1-71.9]	[67.3-75.1]	[71.4-79.2]	[72.3-80.1]	[71.2-79.0]	[64.1-71.9]

Tableau 4.3 – Valeurs estimées de Ca/Si, \overline{m}_s et l'intervalle $m_s = \overline{m}_s \pm s$ du solide C-S-H pour les échantillons étudiés.

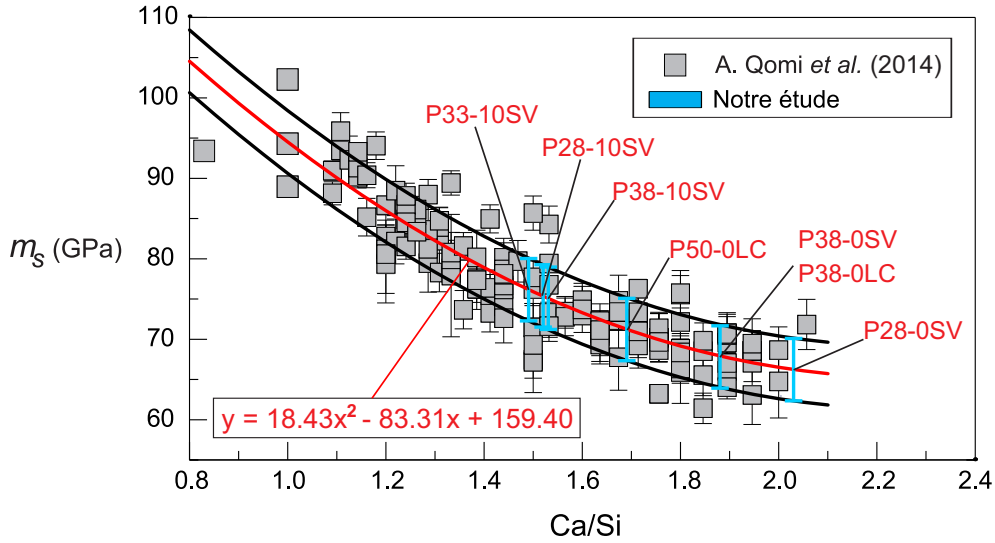


Figure 4.5 – Modules d'indentation m_s estimés du solide C-S-H en fonction du rapport Ca/Si. A. Qomi *et al.* (2014) correspond à [106]

d'indentation étudiées des échantillons avec FS ajoutée (voir les tableaux B.9, B.10 et B.11 en annexe §B.3). Ces calculs nous permettent d'obtenir les valeurs de Ca/Si, puis la valeur moyenne \overline{m}_s du module d'indentation du solide C-S-H grâce à l'équation (4.25). Les résultats estimés sont récapitulés dans le tableau 4.4. Avec la variation de f_{ck} , Ca/Si et \overline{m}_s varient d'un petit intervalle par rapport à leur valeur moyenne (écarts relatifs < 1%). Les intervalles de \overline{m}_s obtenus par la variation de f_{ck} sont tous inclus dans les intervalles de m_s correspondants obtenus dans le tableau 4.3 (par exemple, $\overline{m}_s = [75.0 - 75.4]$ est inclus dans $m_s = [71.4 - 79.2]$ pour l'échantillon P28-10SV). Les intervalles de m_s présentés dans le tableau 4.3 sont suffisants pour représenter le module d'indentation du solide C-S-H des échantillons étudiés afin d'identifier les propriétés de résistance des phases LD et HD C-S-H.

	P28-10SV	P33-10SV	P38-10SV
f_{ck}	[0.198 - 0.212]	[0.157 - 0.190]	[0.075 - 0.089]
Ca/Si	[1.52 - 1.53]	[1.49 - 1.52]	[1.53 - 1.54]
\overline{m}_s (GPa)	[75.0 - 75.4]	[75.3 - 76.3]	[74.8 - 75.2]

Tableau 4.4 – Valeurs de Ca/Si et m_s obtenues avec la variation de f_{ck} .

Enfin, grâce à l'équation (4.6) et aux valeurs m_s dans le tableau 4.3, les densités η_{LD} et η_{HD} peuvent être déterminées par :

$$\begin{cases} \eta_{LD} = \frac{1}{2} \left(\frac{M_{LD}}{m_s} + 1 \right) \\ \eta_{HD} = \frac{1}{2} \left(\frac{M_{HD}}{m_s} + 1 \right) \end{cases} \quad (4.26)$$

où les modules M_{LD} et M_{HD} sont présentés dans le tableau 4.1 pour tous les échantillons étudiés. Pour chaque valeur de m_s , nous obtenons un couple de valeur (η_{LD}, η_{HD}) . La valeur m_s variant dans un intervalle (tableau 4.3), les valeurs η_{LD} et η_{HD} obtenues (détaillées en annexe §G.1) varient également dans un intervalle. En général, la variation de ces densités est faible ($\eta_{LD} = 0.68 \pm 3\%$ et $\eta_{HD} = 0.75 \pm 5\%$). Ces valeurs sont comparables aux résultats de Vandamme [132].

4.3 Détermination des propriétés de résistance

Nous déterminons dans cette section les propriétés de résistance du solide C-S-H et celles des phases LD et HD C-S-H.

Les relations entre les paramètres du critère de résistance elliptique (a, b, c) des phases C-S-H et les paramètres de résistance (α_s, c_s) (équation (4.2)c) ont été établies par Dormieux *et al.* [39]. Dans le cadre de la mise en œuvre d'un schéma autocohérent, on obtient les expressions suivantes :

$$a = \sqrt{\frac{\eta^3 c_s^2 K_{ac}}{(\eta - K_{ac} \alpha_s^2)^2}}, \quad b = \sqrt{\frac{2\eta^2 c_s^2 M_{ac}}{\eta - K_{ac} \alpha_s^2}}, \quad c = \frac{\alpha_s \eta c_s K_{ac}}{\eta - K_{ac} \alpha_s^2} \quad (4.27)$$

dont $K_{ac} = \frac{4\eta(2\eta - 1)}{(1 - \eta)(2 + \eta)}$, $M_{ac} = \frac{3(2\eta - 1)}{(2 + \eta)}$

La relation entre H et (a, b, c) a quant à elle été établie numériquement dans le chapitre 3. Nous proposons une approximation polynomiale de la forme $H/b = f(b/a, c/a)$ (équation (F.6) en annexe §F.3, rappelée par l'équation (4.28) ci-dessous), dont les coefficients d_i sont détaillés en annexe §F.3 pour tous les cas de la simulation numérique : sans évolution/lisse (SL), sans évolution/adhérent (SA), avec évolution/lisse (AL) et avec évolution/adhérent (AA). Un exemple de l'ajustement entre nos données numériques et celles de l'approximation polynomiale pour le cas SL est présenté sur la figure 4.6.

$$\begin{aligned}
 \frac{H}{b} = & \overbrace{d_1}^{z_0} + \overbrace{d_2 \left(\frac{b}{a}\right) + d_3 \left(\frac{c}{a}\right)}^{z_1} + \overbrace{d_4 \left(\frac{b}{a}\right)^2 + d_5 \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right) + d_6 \left(\frac{c}{a}\right)^2}^{z_2} \\
 & + \overbrace{d_7 \left(\frac{b}{a}\right)^3 + d_8 \left(\frac{b}{a}\right)^2 \left(\frac{c}{a}\right) + d_9 \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^2 + d_{10} \left(\frac{c}{a}\right)^3}^{z_3} \\
 & + \overbrace{d_{11} \left(\frac{b}{a}\right)^4 + d_{12} \left(\frac{b}{a}\right)^3 \left(\frac{c}{a}\right) + d_{13} \left(\frac{b}{a}\right)^2 \left(\frac{c}{a}\right)^2 + d_{14} \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^3 + d_{15} \left(\frac{c}{a}\right)^4}^{z_4} \\
 & + \overbrace{d_{16} \left(\frac{b}{a}\right)^5 + d_{17} \left(\frac{b}{a}\right)^4 \left(\frac{c}{a}\right) + d_{18} \left(\frac{b}{a}\right)^3 \left(\frac{c}{a}\right)^2 + d_{19} \left(\frac{b}{a}\right)^2 \left(\frac{c}{a}\right)^3 + d_{20} \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^4 + d_{21} \left(\frac{c}{a}\right)^5}^{z_5}
 \end{aligned} \tag{4.28}$$

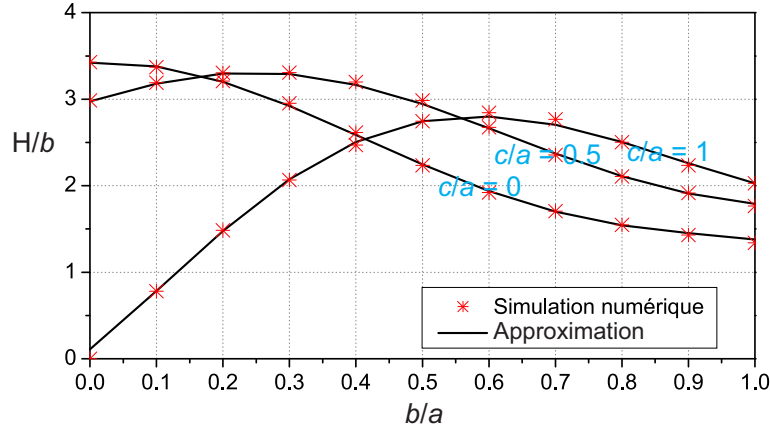


Figure 4.6 – Comparaison entre les données de la simulation numérique et celles obtenues par l’approximation polynomiale pour $c/a = 0, 0.5$ et 1 dans le cas SL

En remplaçant les paramètres (a, b, c) en fonction de (α_s, c_s, η) (formules de (4.27)) dans l’équation (4.28), nous obtenons donc la relation ci-dessous pour les phases LD et HD C-S-H :

$$H = f(c_s, \alpha_s, \eta) \tag{4.29}$$

La densité des phases LD et HD C-S-H étant déterminée dans la section précédente, l’équation (4.29) peut s’écrire pour ces phases sous la forme suivante :

$$\begin{cases} H_{LD} = f(c_s, \alpha_s) \Big|_{\eta = \eta_{LD}} \\ H_{HD} = f(c_s, \alpha_s) \Big|_{\eta = \eta_{HD}} \end{cases} \tag{4.30}$$

où les duretés H_{LD} et H_{HD} sont reportées dans le tableau 4.1 pour tous les échantillons étudiés.

La résolution de ce système de 2 équations à 2 inconnues nous permet d’obtenir les propriétés (c_s, α_s) du solide C-S-H pour l’ensemble des échantillons analysés. Après avoir obtenu ces

propriétés, nous utilisons les relations de (4.27) pour déterminer les paramètres de résistance (a,b,c) des phases LD et HD C-S-H. En effet, les paramètres (a_{LD},b_{LD},c_{LD}) pour LD C-S-H et (a_{HD},b_{HD},c_{HD}) pour HD C-S-H sont respectivement obtenus à partir des propriétés (c_s,α_s,η_{LD}) et (c_s,α_s,η_{HD}) . Étant donné que, pour chaque échantillon et pour chaque cas considéré dans la simulation numérique, nous effectuons les calculs pour les 27 valeurs de m_s (variant de $\overline{m}_s - s$ à $\overline{m}_s + s$), les 27 valeurs des propriétés (c_s,α_s) du solide C-S-H ainsi que les 27 valeurs des paramètres (a_{LD},b_{LD},c_{LD}) et (a_{HD},b_{HD},c_{HD}) des phases LD et HD C-S-H sont obtenues. Les intervalles de ces propriétés et de ces paramètres sont formés à partir de leurs valeur minimale et maximale. Les intervalles globaux pour l'ensemble des échantillons sont résumés dans le tableau 4.5 et 4.6 pour les 4 cas étudiés dans la simulation numérique. Les intervalles obtenus pour chaque échantillon sont détaillés en annexe §G.2 pour (c_s,α_s) et en annexe §G.3 pour (a_{LD},b_{LD},c_{LD}) et (a_{HD},b_{HD},c_{HD}) . Les commentaires suivants peuvent être apportés :

- Pour les propriétés (c_s,α_s) du solide C-S-H : la valeur c_s dans le tableau 4.5 varie de l'ordre de 13% pour les 4 cas considérés dans la simulation numérique par rapport à leur valeur moyenne \overline{c}_s . Par exemple, pour le cas SL, c_s varie de 16% par rapport à $\overline{c}_s = 0.569$. Concernant le coefficient α_s , la variation moyenne pour les 4 cas est beaucoup plus grande que celle de c_s (51% contre 13%).
- Pour les paramètres (a,b,c) des phases LD et HD C-S-H : dans le tableau 4.6, les paramètres de résistance de HD C-S-H sont toujours plus grands que ceux de LD C-S-H. Nous remarquons également que, pour chaque cas, les paramètres $(a_{LD},b_{LD},a_{HD},b_{HD})$ varient dans un intervalle (ordre moyen de 10% par rapport à leurs valeurs moyennes) qui est beaucoup plus petit que celui des paramètres (c_{LD},c_{HD}) (ordre moyen de 45% par rapport à leurs valeurs moyennes).

	SL	SA	AL	AA
c_s (Gpa)	$0.569 \pm 16\%$	$0.539 \pm 11\%$	$0.551 \pm 13\%$	$0.524 \pm 10\%$
α_s	$0.178 \pm 64\%$	$0.202 \pm 47\%$	$0.198 \pm 52\%$	$0.216 \pm 40\%$

Tableau 4.5 – Propriétés de résistance du solide C-S-H pour les quatre cas : SL, SA, AL et AA.

	SL	SA	AL	AA
a_{LD} (Gpa)	$0.515 \pm 10\%$	$0.508 \pm 11\%$	$0.511 \pm 10\%$	$0.508 \pm 11\%$
b_{LD} (GPa)	$0.425 \pm 11\%$	$0.403 \pm 9\%$	$0.411 \pm 10\%$	$0.399 \pm 9\%$
c_{LD} (GPa)	$0.118 \pm 60\%$	$0.131 \pm 44\%$	$0.131 \pm 49\%$	$0.139 \pm 38\%$
a_{HD} (Gpa)	$0.749 \pm 9\%$	$0.738 \pm 9\%$	$0.744 \pm 9\%$	$0.741 \pm 9\%$
b_{HD} (GPa)	$0.521 \pm 11\%$	$0.497 \pm 9\%$	$0.506 \pm 10\%$	$0.489 \pm 8\%$
c_{HD} (GPa)	$0.208 \pm 57\%$	$0.232 \pm 39\%$	$0.230 \pm 44\%$	$0.248 \pm 33\%$

Tableau 4.6 – Paramètres de résistance des phases LD (a_{LD},b_{LD},c_{LD}) et HD C-S-H (a_{HD},b_{HD},c_{HD}) pour les quatre cas : SL, SA, AL et AA.

Afin de valider la méthode d'identification des propriétés de résistance, nous effectuons une comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux de la dureté H pour tous les échantillons étudiés. En prenant les valeurs moyennes \overline{m}_s du module d'indentation du solide

C-S-H présentées sur la figure 4.5 ($m_s = \overline{m_s} = 66.2, 68.0, 71.2, 75.3, 76.2, 75.1$ et 68.0 pour les échantillons P28-0SV, P38-0SV, P50-0SV, P28-10SV, P33-10SV, P38-10SV et P38-0LC respectivement), nous obtenons un seul couple de valeur (c_s, α_s) pour chaque cas étudiés dans la simulation numérique (SL, SA, AL et AA) (voir tableau 4.7). La relation (4.29) est déterminée à partir des couples de valeur (c_s, α_s) . La relation $H=f(\eta)$ obtenue pour chaque cas est présentée sur la figure 4.7 pour l'échantillon P28-0SV et sur la figure 4.8 pour les autres échantillons. Cette relation est comparée avec les mesures par nano-indentation. Pour chaque essai d'indentation effectué, la densité locale η_i est estimée à partir du module d'indentation mesuré M_i grâce à l'équation (4.6). Les couples de valeur (H_i, η_i) obtenus sont reportés sur les figures 4.7 et 4.8 pour chaque essai ainsi que pour les résultats obtenus par déconvolution sur les grilles d'indentation.

En observant les figures 4.7 et 4.8, nous concluons à une bonne correspondance entre les résultats numériques et expérimentaux pour tous les échantillons analysés. En effet, les courbes numériques se situent bien au milieu du nuage de points. Étant donné que nous utilisons les valeurs déconvoluées de (M, H) des phases LD et HD C-S-H pour identifier leurs propriétés de résistance, ces courbes passent bien par les points déconvolués pour ces deux phases. De plus, un accord plutôt satisfaisant est obtenu pour la phase UHD C(-S-)H car les propriétés (c_s, α_s) ont été estimées indépendamment des mesures pour cette phase. L'écart entre les points déconvolués de cette phase et les courbes numériques peut aussi s'expliquer par la composition de cette phase qui n'est pas une phase de pure C-S-H. En résumé, les valeurs (c_s, α_s) obtenues représentent bien les propriétés de résistance du solide C-S-H des échantillons analysés. Ceci nous permet donc de bien identifier les propriétés de résistance des phases LD et HD C-S-H.

		SL		SA		AL		AA	
	m_s	c_s	α_s	c_s	α_s	c_s	α_s	c_s	α_s
P28-0SV	66.2	0.509	0.171	0.490	0.187	0.494	0.189	0.485	0.195
P38-0SV	68.0	0.495	0.177	0.477	0.194	0.481	0.195	0.472	0.202
P50-0SV	71.2	0.529	0.258	0.520	0.264	0.521	0.268	0.518	0.270
P28-10SV	75.3	0.650	0.093	0.596	0.139	0.616	0.126	0.574	0.164
P33-10SV	76.2	0.638	0.140	0.584	0.187	0.602	0.175	0.565	0.210
P38-10SV	75.1	0.528	0.237	0.526	0.238	0.524	0.244	0.526	0.241
P38-0LC	68.0	0.480	0.215	0.483	0.208	0.481	0.217	0.485	0.209

Tableau 4.7 – Propriétés de résistance du solide C-S-H obtenues correspondantes à la valeur moyenne du module d'indentation $\overline{m_s}$. Les valeurs m_s et c_s sont en GPa.

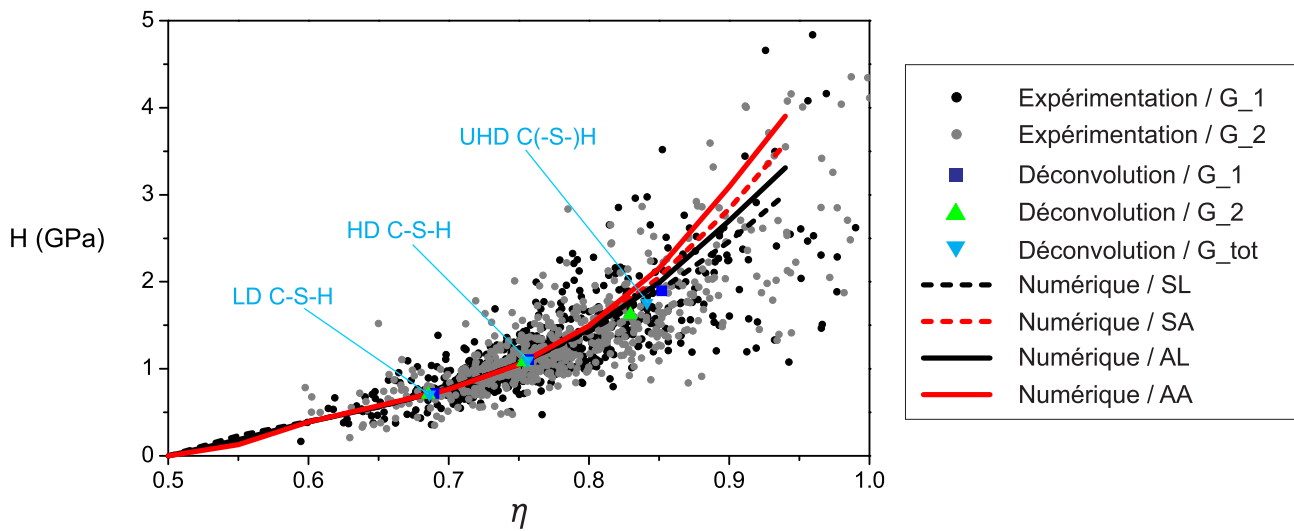


Figure 4.7 – Comparaison entre les résultats numériques (pour les quatre cas : **SL**, **SA**, **AL** et **AA**) et les données expérimentales obtenues pour l'échantillon de référence P28-0SV. Les notations G_1, G_2 et G_tot pour les grilles d'indentation correspondantes sont présentées dans le tableau 2.17 §2.4.1.1.

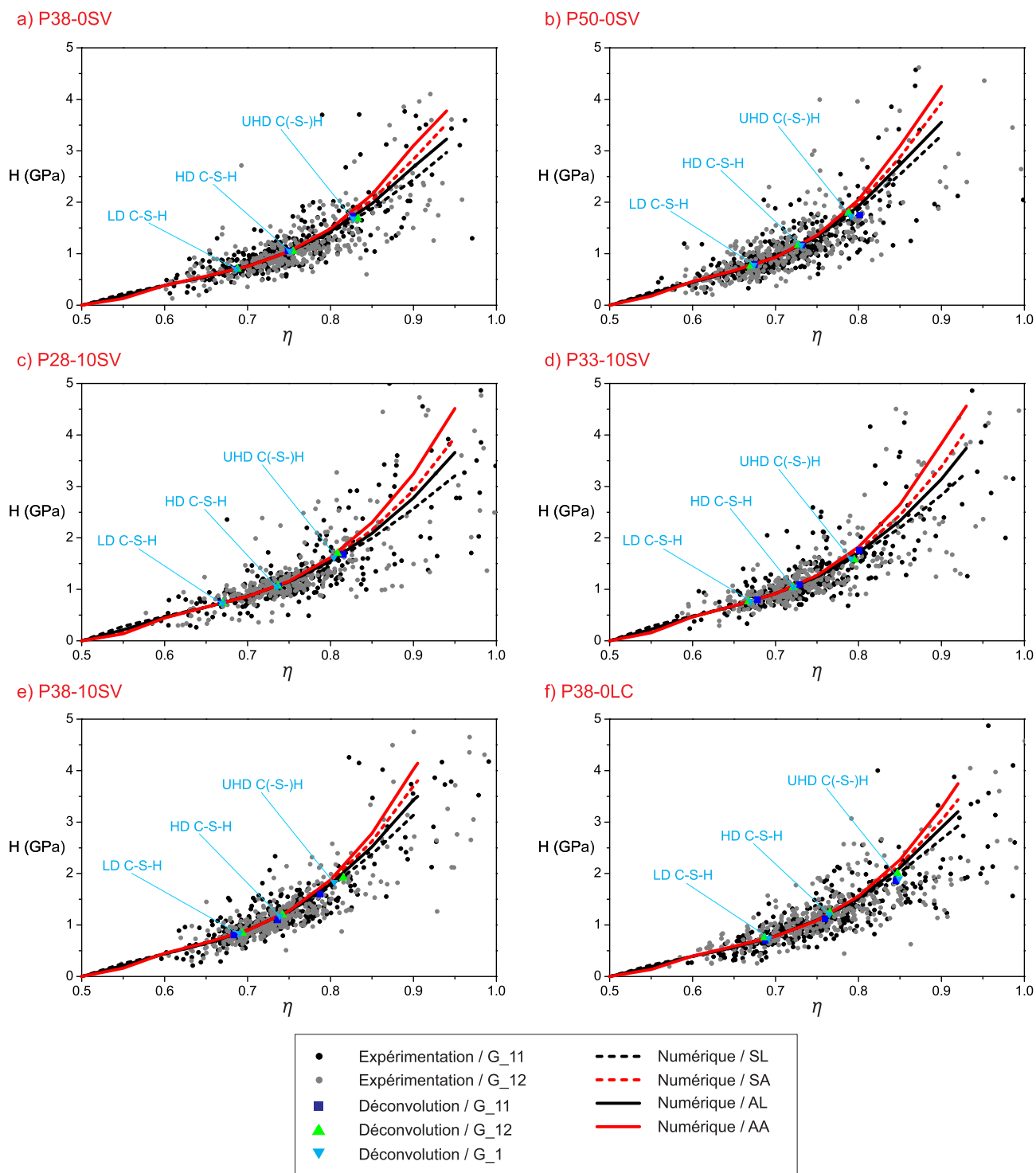


Figure 4.8 – Comparaison entre les résultats numériques et les données expérimentales obtenues pour les autres échantillons. Les notations G_11, G_12 et G_1 désignent les grilles d'indentation.

4.4 Conclusion

Une méthode d'identification a été présentée pour caractériser les propriétés de résistance des phases LD et HD C-S-H à partir de leurs valeurs de (M,H) obtenues par nano-indentation et des résultats numériques présentant la relation entre la dureté H et ces propriétés. Elles ont été obtenues après avoir déterminé les propriétés du solide C-S-H.

Le coefficient de poisson $\nu_s = 0.2$ a été choisi sachant que sa variation présente un effet faible sur la relation du module d'indentation entre les deux niveaux 0 et I du modèle multi-échelle. Par contre, le module m_s a été déterminé à partir de la composition du solide C-S-H (rapport Ca/Si). Le rapport Ca/Si des échantillons sans fumée de silice a été obtenu à partir des résultats expérimentaux de Muller *et al.* [89, 90] tandis qu'une méthode de calcul a été proposée pour évaluer ce rapport des échantillons avec 10% de fumée de silice ajoutée. Après avoir déterminé les valeurs m_s , la densité des phases LD et HD C-S-H a été obtenue grâce au choix de ν_s et à la relation entre m_s et le module d'indentation homogénéisée M_{hom} . Les propriétés de résistance (c_s, α_s) du solide C-S-H ont été ensuite déterminées en résolvant un système de 2 équations à 2 inconnues dont les équations décrivent la relation entre les duretés H_{LD} et H_{HD} des phases LD et HD C-S-H et les propriétés (c_s, α_s) . Les duretés H_{LD} et H_{HD} ont été obtenues par notre étude expérimentale tandis que cette relation est obtenue en associant nos résultats numériques avec l'approche de Dormieux *et al.* [39] qui détermine la relation entre les paramètres de résistance (a,b,c) des phases C-S-H et les propriétés (c_s, α_s, η) . Enfin, à partir de ces propriétés, les paramètres (a,b,c) ont été identifiés à partir du travail de Dormieux *et al.* [39].

La variation de m_s dépendant du rapport Ca/Si des échantillons, fait très peu varier la densité des phases C-S-H ($\eta_{\text{LD}} \approx 0.68$ et $\eta_{\text{HD}} \approx 0.75$). Concernant les propriétés de résistance du solide C-S-H, la cohésion c_s varie dans un petit intervalle ($\approx 13\%$) en fonction de la variation du coefficient de frottement α_s ($\approx 51\%$). De même, la variation des paramètres (a,b) ($\approx 10\%$) des deux phases C-S-H est également petite par rapport à c ($\approx 45\%$). Ces remarques sont valables pour tous les 4 cas abordés dans la simulation numérique.

Les relations entre la dureté H des phases C-S-H et leur densité η ont été déterminées pour les 4 cas étudié dans la simulation numérique à partir des propriétés (c_s, α_s) du solide C-S-H, qui sont déjà obtenus par la méthode d'identification. Ces résultats ont été comparés avec les couples de valeur (H_i, η_i) obtenus pour tous les essais effectués sur les grilles d'indentation. La bonne correspondance de cette comparaison permet de valider la méthode d'identification.

Conclusion générale et perspectives

CONCLUSIONS

L'identification de propriétés mécaniques locales d'un matériau hétérogène à l'échelle des phases constitutives demande toujours une recherche large et profonde. Cette thèse est donc proposée dans l'objectif principal de développer une méthodologie complète, ayant la capacité de les mettre en œuvre, qui pourra être appliquée directement à des matériaux de génie civil ou être modifiée pour adapter à d'autres types de matériaux. Il s'agit d'une combinaison de compétences très diverses, à la fois en théorique, en simulation numérique et en expérimentation. Plus précisément, la partie théorique concerne la détermination des relations nano-micro pour le module d'indentation homogénéisé par des techniques de changement d'échelle ; la partie numérique basée sur la théorie du calcul à la rupture est réalisée en vue de trouver de ces dernières relations applicables pour la dureté ; et la dernière partie est effectuée pour récupérer les propriétés homogénéisées par la voie expérimentale à l'aide de la technique de nano-indentation statistique. Dans le cas d'une application pour le matériau de la pâte de ciment, l'approche théorique étant reprise dans la littérature, nous nous concentrons sur le développement des deux dernières approches :

- L'approche expérimentale permet d'obtenir les propriétés mécaniques d'indentation des phases de la matrice C-S-H après la déconvolution statistique d'un grand nombre des mesures de nano-indentation, indentées sur les positions de forme d'une grille à la surface des échantillons étudiés. Suivant une procédure de préparation très soignée, la précision et la répétabilité de cette méthode sont également assurées par le choix des paramètres expérimentaux optimaux. Concernant les paramètres d'indentation, la profondeur d'indentation doit respecter la condition de séparation d'échelle ainsi que la règle de Buckle afin de caractériser correctement les phases auxquelles on s'intéresse. En outre, le profil de chargement est choisi en équilibrant le temps d'essais et son effet sur les propriétés d'indentation. Concernant les paramètres de la grille d'indentation, il est important d'effectuer un nombre convenable des essais sur une zone suffisamment grande de la surface d'échantillons.
- L'approche numérique permet de calculer la dureté de la matrice C-S-H, qui est supposée d'obéir au critère de résistance elliptique dont les paramètres sont fonction des propriétés mécaniques à l'échelle nanométrique. Le problème d'indentation dans ce type de matériau est résolu à l'aide d'une technique de programmation non-linéaire avec des itérations des modules sécants, qui a été numérisée par le logiciel de calcul par éléments finis Castem. Cette méthode consiste à chercher des états de contraintes et de déformations sur la frontière du domaine de résistance elliptique, satisfaisant au théorème d'association du calcul à la rupture. Les transformations finies existant dans ce problème sont prises en compte par la simulation numérique des systèmes avec évolution de géométrie. L'intervalle

des résultats obtenus sont limités par les valeurs extrêmes correspondantes aux deux conditions de contact (lisse et parfaitement adhérent).

Le solide C-S-H à l'échelle nanométrique étant supposé d'un matériau frottant caractérisé par le critère de Drucker-Prager, le critère de résistance obtenue pour les phases C-S-H à l'échelle micrométrique est de forme elliptique. Les propriétés élastiques du solide C-S-H sont déterminées grâce aux résultats recensés dans la littérature et grâce à un modèle proposé pour déterminer la composition du solide C-S-H. Les propriétés de résistance du solide C-S-H sont ensuite obtenues par résolution d'un système d'équations. Ces équations représentent les relations entre les propriétés d'indentation homogénéisée des phases C-S-H et celles mécaniques du solide C-S-H.

PERSPECTIVES

Étant de nature à améliorer le présent travail de thèse, certains aspects peuvent être approfondis :

- Dans la voie expérimentale, des effets plus nets concernant l'effet des formulations du mélange sur les propriétés d'indentation obtenues par la TNS, pourraient être obtenus en réalisant des essais supplémentaires sur un plus grand nombre des échantillons de pâte de ciment ayant de fortes variations de la formulation de mélange.
- Dans la voie numérique, il serait intéressant de calculer la charge limite de la structure constituée d'un matériau de critère de résistance hyperbolique. La relation de façon générale entre la telle charge et les paramètres du critère, qui pourrait être obtenue à l'aide de l'étude numérique de Gathier [46], seront utile pour nourrir des recherches actuelles. En outre, dans le cas d'avoir un système de calcul robuste, on pourrait essayer d'exécuter des calculs du problème d'indentation en 3D pour avoir accès à l'effet de la forme de la pointe d'indentation sur les résultats numériques.
- Dans la partie d'identification, le cristal d'aluminium étant existant dans la nanostructure C-A-S-H à l'échelle nanométrique de la pâte de ciment, il serait intéressant d'étudier l'effet de la composition de cette dernière sur ses propriétés mécaniques, au lieu du solide C-S-H, en se basant sur la méthode de simulation atomistique. De plus, la telle composition à cette échelle des échantillons serait mesurée par la technique de résonance magnétique nucléaire. Des résultats obtenus seront comparés avec ceux du modèle proposé.

Annexes

Annexe A

Équipements expérimentaux

A.1 Nano-indenteur NHT^2

Le nano-indenteur utilisé est un nano-indenteur NHT^2 fabriqué par “CSM instruments”. Cet appareillage a été acquis par le laboratoire Navier en mars 2013. La tête de nano-indentation est présentée sur la figure A.1.

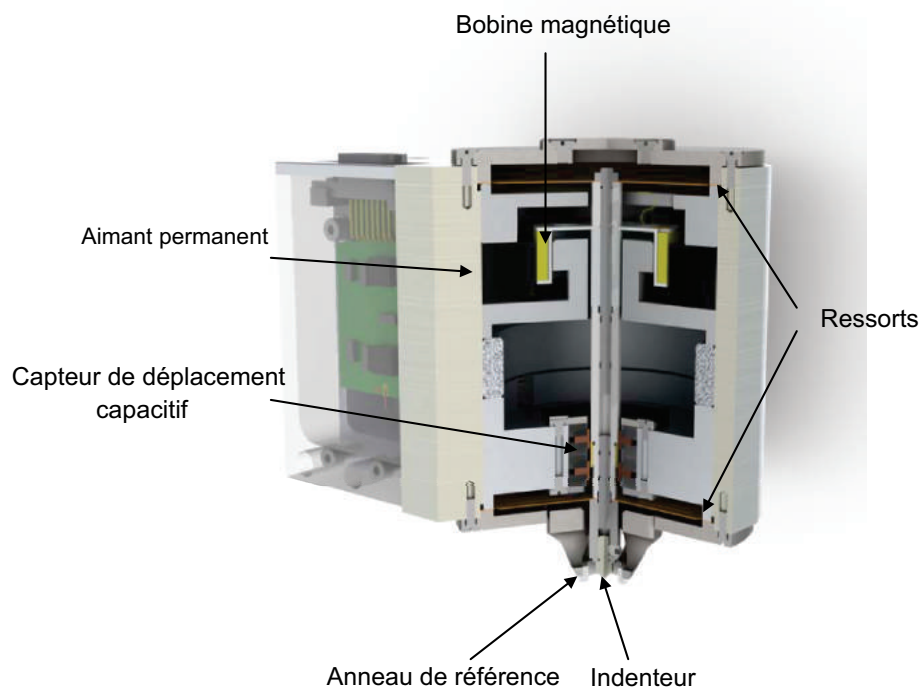


Figure A.1 – La tête de nano-indentation (NHT^2)

Principe de fonctionnement : Pendant le processus d’essai, la tête d’indentation est abaissée jusqu’à ce que l’anneau de référence entre en contact avec l’échantillon. La pointe d’indentation est maintenue sur une colonne supportée par des ressorts de maintien. La charge est appliquée par un actionneur de déplacement qui est constitué d’une bobine électromagnétique. Le mouvement de la colonne de l’indenteur est contrôlé par le déplacement de la bobine. Le capteur capacitif, situé à proximité de la pointe d’indentation, surveille le déplacement verti-

cal de l'indenteur. De plus, deux rangs de ressorts assurent que le déplacement de l'indenteur reste toujours vertical et qu'aucune distorsion ne se produise pendant une indentation. Il existe également une barrière magnétique afin d'isoler l'échantillon et la pointe de l'indenteur de toute influence du champ électromagnétique créé par la bobine.

Spécifications techniques : Lorsque la technique de nano-indentation est utilisée pour tester la surface de matériaux, il est nécessaire d'équiper l'appareillage d'indentation de capteurs de haute résolution. Cet appareillage doit permettre de bien contrôler l'application des gammes de force faibles (entre quelques dizaines et quelques centaines de microns) et de mesurer des profondeurs d'indentation avec une bonne résolution (inférieure au nanomètre). Le nano-indenteur *NHT*² répond à ces besoins et ses spécifications techniques sont présentées pour la force appliquée dans le tableau A.1 ainsi que pour la profondeur d'indentation dans le tableau A.2.

Gamme de force (F_{max})	0.1 - 500 mN
Résolution en force	0.04 μ N
Force minimale de contact	< 1 μ N
Taux de charge	jusqu'à 10N/min

Tableau A.1 – Spécifications de la force appliquée

Gamme	Standard	Large
Profondeur maximale (h_{max})	40 μ m	200 μ m
Résolution en profondeur	0.004 nm	0.03 nm
Course maximale	500 μ m	

Tableau A.2 – Spécifications de la profondeur d'indentation

Caractéristiques particulières : Comme présenté §1.6, le résultat obtenu par nano-indentation est influencé par plusieurs facteurs. Afin de diminuer ces impacts, le nano-indenteur *NHT*² est conçu avec des caractéristiques particulières :

- *Anneau de référence* (figure A.2b) : Tout d'abord, cet anneau fournit une référence constante pour le déplacement vertical de l'indenteur dans le matériau. De plus, il permet de référencer des changements de la surface de l'échantillon dus à la modification de la température dans le laboratoire. Enfin, la forme circulaire de l'anneau, qui entoure l'indenteur durant l'essai d'indentation, apporte sa contribution à la protection contre des courants d'air, des ondes sonores, des variations de la température et de l'humidité.
- *Cadre du système* : Le nano-indenteur *NHT*² considère la surface de l'échantillon comme une référence afin de mesurer la profondeur de pénétration de l'indenteur. En effet, la longueur de son cadre du système, qui correspond à la distance entre cette référence et le capteur de profondeur, est réduite à une valeur faible (de l'ordre de 6 mm) par rapport à la longueur d'environ 300 mm d'autres systèmes de nano-indentation (figure A.2). Grâce à cette conception, ce nano-indenteur est plus stable faces aux variations de température durant un essai d'indentation car la stabilité thermique de l'appareil dépend de la longueur du cadre. Ceci contribue, en général, à diminuer la complaisance de l'appareillage.

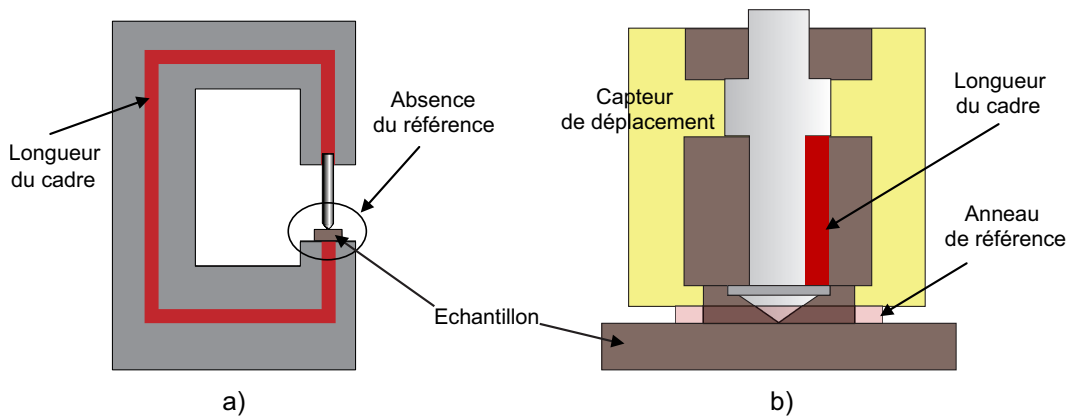


Figure A.2 – Comparaison entre le système de nano-indentation conventionnel (a) et celui du nano-indenteur NHT^2 (b)

Pointe d'indentation : La pointe utilisée durant la thèse est l'indenteur de type Berkovich de “CSM instruments”. C'est une pyramide à trois faces dont la base est un triangle équilatéral. Ses faces ont une inclinaison $\alpha = 65.3^\circ \pm 0.3^\circ$ par rapport à l'axe vertical (figure A.3). Cette pointe est en diamant dont le coefficient de Poisson ν_i est de 0.07 et le module d'Young E_i est de 1141 GPa.

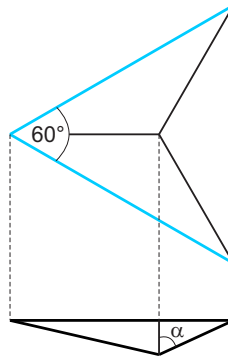


Figure A.3 – Géométrie de l'indenteur Berkovich

Pour éliminer l'influence des défauts de forme de cet indenteur sur le résultat d'essai, il est important d'effectuer une procédure de calibration sur un matériau connu. On utilise, dans ce travail, un échantillon de silice fondue ayant des propriétés certifiées ($\nu = 0.16$ et $E = 73.2 \pm 0.4$ GPa). Plus précisément, une série comprenant 110 indentations correspondantes à 22 niveaux de charge différents est réalisée sur la silice fondue. L'objectif de la calibration est de trouver l'expression de l'aire de contact projetée A_c en fonction de la profondeur de contact h_c de forme (1.10) dont les coefficients C_i sont déterminés numériquement de telle façon que le module d'Young obtenu pour la silice fondue est constant à sa valeur de 73.2 GPa. Pour notre pointe Berkovich, on obtient :

$$A_c = C_0 h_c^2 + C_1 h_c^1 + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + C_4 h_c^{1/8} + C_5 h_c^{1/16} + C_6 h_c^{1/32} \quad (\text{A.1})$$

où $C_0 = 24.5$, $C_1 = -63136.4$ nm, $C_2 = 15428998.3$ nm^{3/2}, $C_3 = -423643801.7$ nm^{7/4}, $C_4 = 2791432802.5$ nm^{15/8}, $C_5 = -5723130924.5$ nm^{31/16}, $C_6 = 3342377652.3$ nm^{63/32} et l'unité de h_c est en nanomètre. Le premier coefficient C_0 est de l'ordre du coefficient unique dans

la fonction d'aire de l'indenteur Berkovich parfait. Le rapport de la dureté H et du module d'élasticité réduit E_r (ou M) entre l'indenteur Berkovich parfait et notre indenteur est démontré sur la figure A.4. Ainsi, nous confirmons l'importance de la procédure de calibration sans laquelle les propriétés mécaniques obtenues par nano-indentation présentent des inexactitudes, notamment pour des essais à faible profondeur.

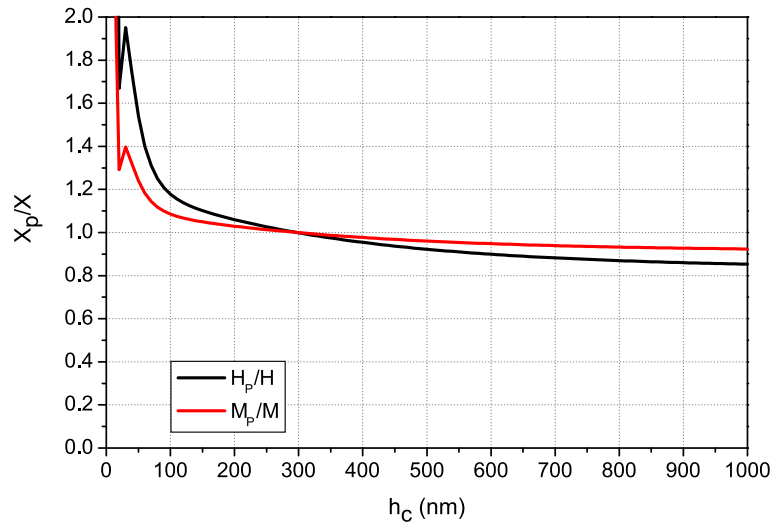


Figure A.4 – Comparaison de la dureté et du module d'élasticité réduit entre notre indenteur et l'indenteur parfait

A.2 Microscopes

L'utilisation de techniques d'imagerie est nécessaire pour effectuer et analyser les essais d'indentation. Le nano-indenteur est équipé de 2 types de microscopes : le microscope optique et le microscope à force atomique (AFM). Ceux-ci sont disposés à côté de la tête d'indentation avec laquelle ils sont alignés (figure A.5).



Figure A.5 – Disposition de la tête d'indentation, du microscope optique et de l'AFM

Microscope optique : Le microscope optique comprend deux objectifs Olympus de grossissements $\times 5$ et $\times 100$, qui sont fixés sur un porte-objectifs pouvant en accueillir 4 au maximum.

Ces deux objectifs peuvent être facilement changés, l'un et l'autre, en tournant le porte-objectifs. L'utilisation de ce microscope optique est utile pour sélectionner une zone spécifique à la surface de l'échantillon où l'on veut effectuer des mesures par nano-indentation ou par AFM. Des spécifications techniques des objectifs sont indiquées dans le tableau A.3.

Objectifs	x5	x100
Distance de travail	22.5 mm	0.3 mm
Grossissement	200x	4000x
Zone observée	800 x 1000 μm^2	40 x 50 μm^2

Tableau A.3 – Spécifications des objectifs du microscope optique

Microscope à force atomique (AFM) : Le microscope à force atomique utilisé dans notre étude, fabriqué par "Nanosurf", est bien conçu pour s'intégrer facilement dans le nano-indenteur *NHT*². Il s'agit d'un "*Nanite B*" qui peut notamment de mesurer la topographie avec une résolution nanométrique en balayant la surface de l'échantillon grâce à une pointe très fine, positionnée à l'extrémité libre d'un micro-levier flexible (appelé "cantilever"). Ce dernier est fabriqué en silicium (de longueur nominale de 225 μm ou plus et de largeur de 40 μm ou plus) et peut se déplacer dans toutes les directions de l'espace. Les spécifications techniques et le principe de fonctionnement du "*Nanite B*" sont respectivement présentées dans le tableau A.4 et sur la figure A.6.

Gamme	Large	Haute résolution
Plage de balayage maximum (1)(3)	110 μm	10 μm
Plage d'analyse en Z (1)	22 μm	1.8 μm
Résolution en X, Y (2)	1.7 nm	0.15 nm
Résolution en Z (2)	0.34 nm	0.027 nm

Tableau A.4 – Spécifications du microscope à force atomique "*Nanite B*". Les termes X et Y désignent les directions horizontales et Z désigne la hauteur de l'échantillon. (1) Les tolérances de fabrication sont de $\pm 10\%$ pour la large gamme et $\pm 15\%$ pour le cas de haute résolution; (2) Les valeurs calculées en divisant celle maximale par 16 bits et (3) La plage de balayage maximum est atteint lorsque la rotation de balayage est réglé à $\pm 45^\circ$.

Le "*Nanite B*" peut être utilisé en mode de fonctionnement statique ou dynamique. Lorsque la pointe du capteur s'approche de l'échantillon, il apparaît une force répulsive, agissant sur la pointe, qui augmente avec la diminution de la distance entre cette pointe et l'échantillon. Dans le mode statique, la courbure du micro-levier, due à cette force, est mesurée en utilisant un système de détection. Dans le mode dynamique, le micro-levier est excité au moyen d'un élément piézoélectrique. Il est amené à osciller avec une amplitude fixe à une fréquence de fonctionnement proche de la fréquence de résonance libre du micro-levier. La force répulsive agissant sur la pointe fait augmenter cette fréquence de résonance. Cela entraînera la diminution de l'amplitude de vibration de la poutre qui est également détectée à l'aide d'un système de détection. Ensuite, la mesure de la déviation du levier ou de l'amplitude des vibrations par le laser sont utilisées comme une entrée pour une boucle de rétroaction dont la sortie correspond à la hauteur de l'échantillon local. En fait, cette boucle maintient l'interaction entre la pointe et l'échantillon en changeant la hauteur de la pointe. Enfin, une image de la surface est faite

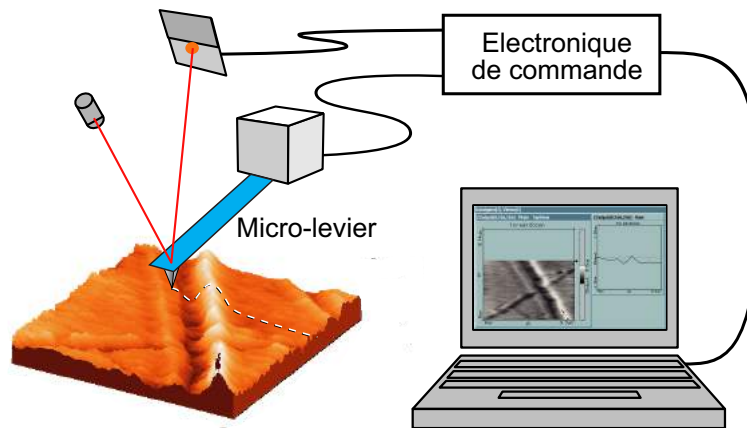


Figure A.6 – Principe de fonctionnement du système AFM. L'échantillon est visualisé sur un ordinateur avec un logiciel de balayage installé, qui dirige également le balayage lui-même

par balayage sur les deux directions du plan de la surface de l'échantillon et puis, la topologie de l'échantillon est obtenue en enregistrant la hauteur en fonction de la position de la pointe.

A.3 Polisseuse Tegramin-25

La polisseuse Tegramin-25 (voir la figure A.7) s'inscrit dans les systèmes de préparation avancée de "Struers". Elle donne des solutions innovantes permettant d'améliorer des résultats de préparation et de polir une grande variété d'échantillons et de matériaux. Deux parties principales de la polisseuse sont le disque et la tête dont les spécifications sont présentées dans le tableau A.5.

Disque	Diamètre	250 mm
	Vitesse	40 - 600 t/m
	Sens de rotation	Contre-rotation
	Torsion	23.8 Nm / 11.9 Nm / > 40Nm (1)
Tête	Vitesse	50 - 150 t/m
	Sens de rotation	Rotation ou Contre-rotation
	Force	30 - 300 N / 5 - 50 N (2)
	Torsion	7.5 Nm

Tableau A.5 – Spécifications de la polisseuse Tegramin-25. (1) La torsion du disque est alternativement pour les contraintes : < 300 t/m; 600 t/m et maximum; (2) La force peut être appliquée en pression centrale ou en pression individuelle suivant le type de porte-échantillons utilisé.

Porte-échantillons : La polisseuse est équipée de deux types de porte-échantillons : le porte-échantillons à pression centrale et celui à pression individuelle (dans le cadre de notre étude, on les appelle porte-échantillons I et II respectivement). Le porte-échantillons II est, dans notre étude, choisi pour le prépolissage fin (avec papiers abrasifs SiC Foil) et le polissage fin (avec suspensions diamantées) tandis que le porte-échantillons I est utilisé afin d'obtenir une bonne planéité de l'échantillon.

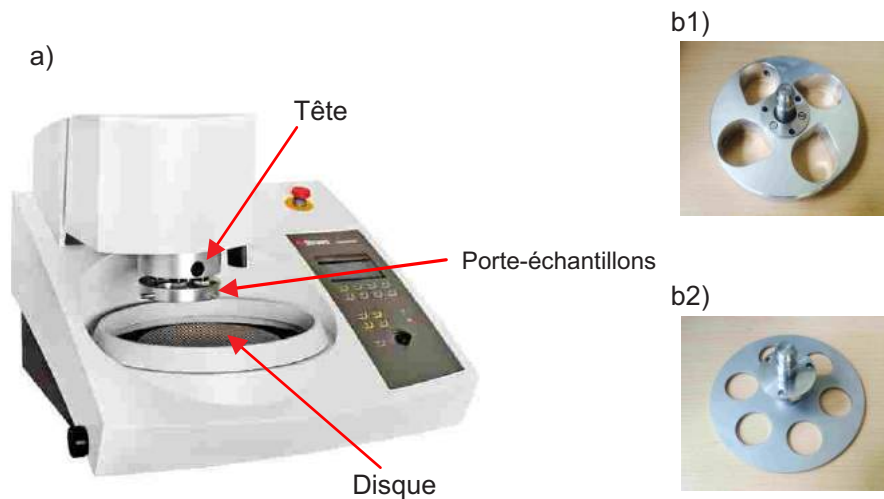


Figure A.7 – Polisseuse Tegramin-25 avec le porte-échantillons à pression centrale” (type I) pour le bridage de 4 échantillons de 10 à 40 mm de diamètre (b1) ou le porte-échantillons à pression individuelle” (type II) pour le bridage de 6 échantillons de 30 mm de diamètre (b2)

Papiers abrasifs : Ces feuilles sont fabriquées à partir des abrasifs très résistants de carbure de silicium dont la taille de grains varie comme indiquée dans le tableau A.6.

SiC Foil	#220	#500	#1200	#2000	#4000
Taille de grains (μm)	68	30	14	10	5

Tableau A.6 – Taille de grains des papiers abrasifs “SiC Foil”

Consommable MD-Gekko : L’utilisation de ce consommable permet de fixer des papiers abrasifs dans les étapes de polissage plan et de prépolissage fin. En effet, la surface de ce consommable se base sur le principe de l’adhésion intermoléculaire de surfaces, il permet de mettre en place ainsi que retirer facilement tous les papiers abrasifs SiC Foil. Il est lui même fixé par magnétisme sur le plateau de polissage.

Draps de polissage : Dans notre étude, on utilise le disque, appelé “MD-Dur”, pour les étapes de polissage fin afin d’atteindre une rugosité suffisamment petite. Ce disque en soie naturelle tissée a un niveau de planéité très élevé. Il est conseillé d’utiliser ce disque pour les polissages utilisant des suspensions diamantées de 1 à 9 μm .

Suspensions diamantées : Les propriétés de la pâte de ciment étant sensibles à l’eau, le choix d’une suspension à base d’alcool présente l’avantage d’éviter des réactions entre l’eau et ces matériaux. Des tailles de grains de 3 μm et 1 μm ont été utilisées dans notre étude. De plus, l’utilisation du lubrifiant est conseillée pour les étapes de polissage utilisant les suspensions diamantées.

A.4 Tronçonneuse Secotom-15

Les échantillons sont prélevés à l’aide d’une tronçonneuse dans des échantillons de plus grandes dimensions. Il est nécessaire d’assurer un tronçonnage précis sans générer d’endommagement de la surface. La tronçonneuse Secotom-15 sur la figure A.8, dont les spécifications

sont présentées dans le tableau A.7, permet de répondre à ce besoin. Cependant, le choix de la meule de tronçonnage est très important car elle influence directement à la qualité de la coupe. Pour les échantillons de la pâte de ciment, on a utilisé une meule diamantée. Étant donné que la température au contact entre la meule et l'échantillon augmente pendant la découpe, il faut ajouter un lubrifiant. En réalité, l'eau est utilisée dans la plupart des cas. Néanmoins, celle-ci doit être remplacée par un liquide spécial de refroidissement (condition sans eau) pour un matériau sensible à l'eau comme la pâte de ciment.



Figure A.8 – Tronçonneuse Secotom-15

Capacité de tronçonnage	Section ronde Section rectangulaire	70 mm de diamètre 165 x 50 mm ²
Meule de tronçonnage	Dimension	75 - 203 mm de diamètre
	Alésage	12.7 mm et 22 mm
	Vitesse de rotation	300 - 5000 t/m
Table de tronçonnage	Dimensions	258 x 184 mm ²
	Vitesse d'avance	0.005 - 3 mm/s/min
	Longueur de tronçonnage	0 - 190 mm

Tableau A.7 – Spécifications de la tronçonneuse Secotom-15

Annexe B

Résultats expérimentaux obtenus par la TNS

B.1 Effet de la profondeur d'indentation

Dans cette section, on étudiera l'effet du choix de la profondeur d'indentation sur les résultats obtenus par la TNS. Les essais de nano-indentation sont effectuée suivant une grille dont le paramètres sont présentés §2.3.3.2. Les résultats de la déconvolution pour les échantillons P28-0SV, P38-0SV et P50-0SV sont respectivement donnés dans les tableaux B.1, B.2 et B.3. Les propriétés de M et H sont présentés sur la figure B.1 et les écarts relatifs de (M,H) obtenus pour les cas $h = 100$ nm et $h = 300$ nm par rapport à $h = 200$ nm sont reportées sur la figure B.2. Les commentaires suivants sont remarqués :

- *En comparant les résultats pour $h = 300$ nm avec ceux pour $h = 200$ nm* : Nous trouvons que, de façon générale, les propriétés mécaniques (M,H) sont similaires dans les deux cas avec des écarts relatifs E_M et E_H obtenus pour LD et HD C-S-H de 8% maximum. Pour la phase UHD C(-S-)H, la dernière remarque est valable pour l'écart E_M tandis que l'écart E_H est plus grand (maximum de 15%).
- *En comparant les résultats $h = 100$ nm avec ceux pour $h = 200$ nm* : L'écart E_H est petit (3%) pour LD C-S-H. Il est plus grand pour les deux autres phases (maximum de 11% et 19% pour HD et UHD C(-S-)H respectivement). Concernant le module d'indentation, les écarts relatifs sont généralement importants, avec $M(h = 100 \text{ nm}) > M(h = 200 \text{ nm})$. Les valeurs moyennes de E_M sont respectivement d'environ 18%, 17% et 12% pour les phases LD, HD et UHD C(-S-)H. La raison de cet effet peut venir de l'influence de la rugosité de l'échantillon sur les résultats expérimentaux qui est plus importante dans le cas $h = 100$ nm. En effet, en examinant le tableau 2.13, on remarque un écart relatif de R_q demandée par rapport à R_q mesurée plus petit pour $h = 100$ nm (17%) par rapport aux cas $h = 200$ nm (38%) et $h = 300$ nm (60%).

ANNEXE B. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX OBTENUS PAR LA TNS

		$h = 100 \text{ nm}$			$h = 200 \text{ nm}$			$h = 300 \text{ nm}$		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	31.35	0.792	0.140	25.81	0.742	0.140	28.83	0.845	0.140
	s	4.23	0.109	-	3.33	0.073	-	3.94	0.119	-
Phase 2	μ	40.12	1.160	0.460	33.52	1.064	0.460	36.78	1.157	0.460
	s	3.84	0.205	-	4.37	0.250	-	4.01	0.193	-
Phase 3	μ	51.22	1.879	0.193	47.30	1.892	0.193	46.79	1.717	0.193
	s	5.01	0.237	-	6.75	0.420	-	5.24	0.211	-
Phase 4	μ	90.95	5.906	0.207	96.32	7.488	0.207	75.10	4.896	0.207
	s	29.81	3.394	-	22.64	2.509	-	23.07	2.969	-

Tableau B.1 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales correspondant aux profondeurs d'indentation de 100, 200 et 300 nm pour l'échantillon P28-OSV. M et H sont en GPa.

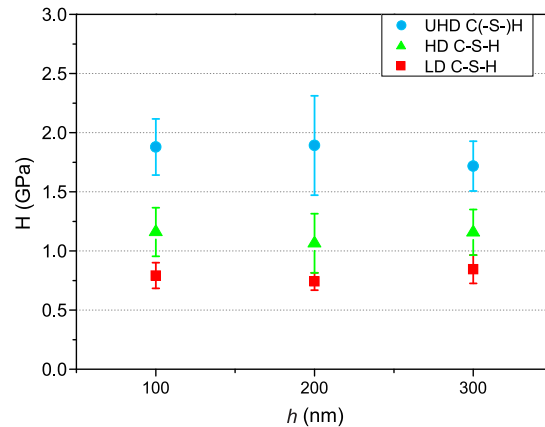
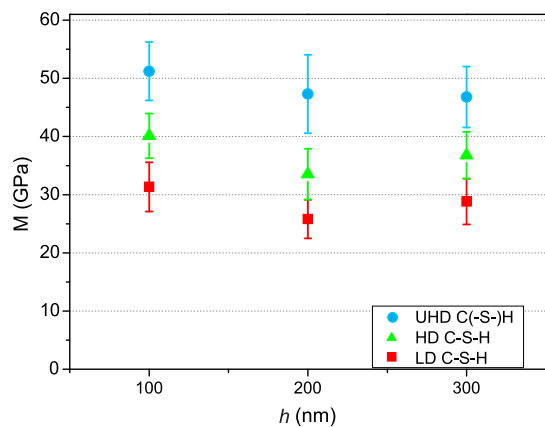
		$h = 100 \text{ nm}$			$h = 200 \text{ nm}$			$h = 300 \text{ nm}$		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	31.47	0.706	0.292	26.26	0.720	0.292	26.32	0.725	0.292
	s	3.93	0.141	-	5.21	0.178	-	3.24	0.132	-
Phase 2	μ	38.66	1.030	0.364	35.00	1.062	0.364	32.83	0.992	0.364
	s	3.27	0.152	-	3.52	0.164	-	3.26	0.135	-
Phase 3	μ	48.51	1.636	0.249	45.66	1.693	0.249	42.51	1.500	0.249
	s	6.58	0.454	-	7.14	0.467	-	5.53	0.257	-
Phase 4	μ	93.22	6.060	0.095	81.85	5.616	0.095	70.71	4.293	0.095
	s	17.24	1.908	-	22.11	1.633	-	15.44	1.338	-

Tableau B.2 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales correspondant aux profondeurs d'indentation de 100, 200 et 300 nm pour l'échantillon P38-OSV. M et H sont en GPa.

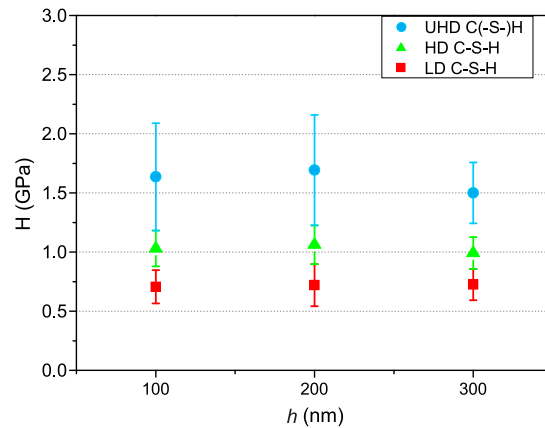
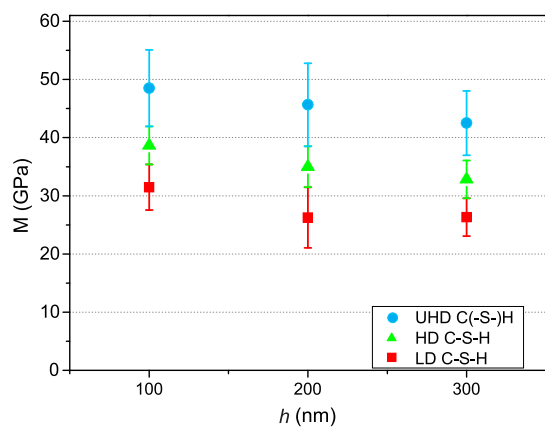
		$h = 100 \text{ nm}$			$h = 200 \text{ nm}$			$h = 300 \text{ nm}$		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	30.35	0.848	0.540	25.31	0.803	0.540	25.24	0.824	0.540
	s	6.37	0.289	-	5.27	0.222	-	6.44	0.235	-
Phase 2	μ	40.65	1.349	0.232	33.25	1.183	0.232	36.02	1.234	0.232
	s	3.92	0.212	-	2.67	0.157	-	4.34	0.175	-
Phase 3	μ	52.30	2.207	0.180	42.74	1.734	0.180	43.64	1.804	0.180
	s	7.73	0.467	-	4.34	0.394	-	3.27	0.395	-
Phase 4	μ	80.36	9.229	0.048	79.28	6.164	0.048	79.08	3.910	0.048
	s	8.60	3.066	-	8.69	1.960	-	8.71	1.160	-

Tableau B.3 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales correspondant aux profondeurs d'indentation de 100, 200 et 300 nm pour l'échantillon P50-OSV. M et H sont en GPa.

a) P28-0SV



b) P38-0SV



c) P50-0SV

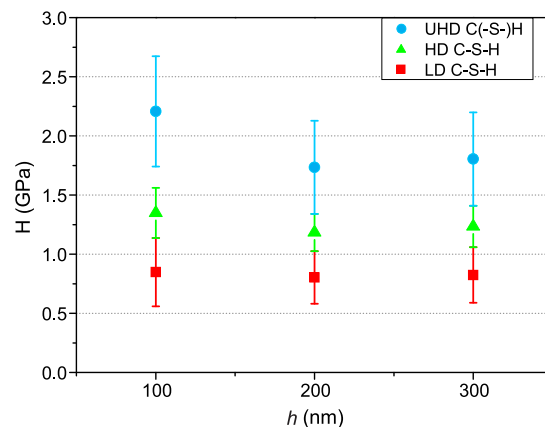
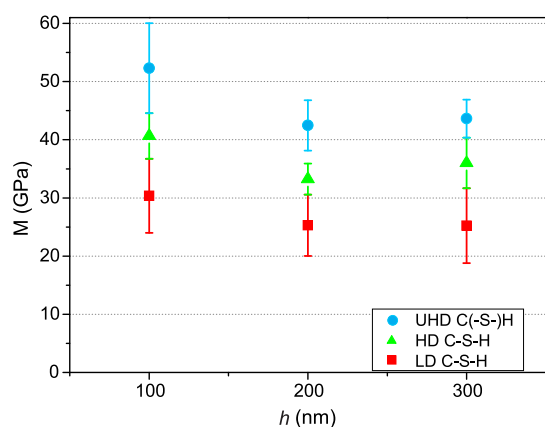


Figure B.1 – Effet de la profondeur d'indentation sur les propriétés M et H pour les échantillons P28-0SV, P38-0SV et P50-0SV.

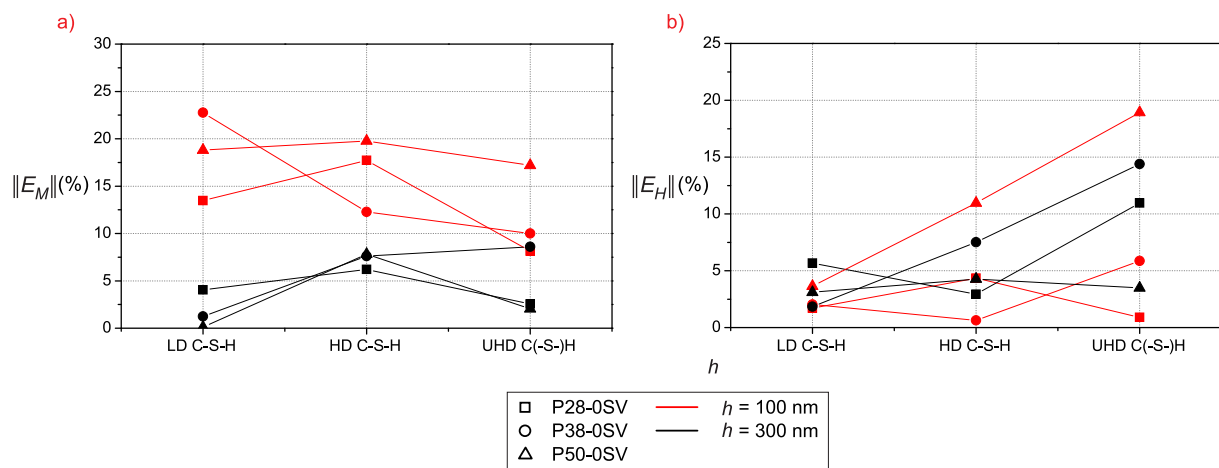


Figure B.2 – Valeur absolue des écarts relatifs des valeurs moyennes de (M,H) obtenues pour $h = 100$ nm et 300 nm par rapport à celles pour $h = 300$ nm .

B.2 Résultats obtenus pour l'échantillon P28-0SV

Nous présentons ici les résultats de déconvolutions, obtenus pour tous les grilles d'indentations étudiées de l'échantillon de référence P28-0SV. Les valeurs moyennes μ , ses écarts types des propriétés d'indentation (M,H) ainsi que la fraction volumique des phases sont respectivement détaillées dans les tableaux B.4, B.5 et B.6 pour les grilles d'indentation du polissage 1, 2 et pour la grille totale.

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	26.02	0.743	0.151	23.91	0.710	0.125	25.11	0.716	0.122
	s	3.30	0.081	-	5.80	0.218	-	4.07	0.141	-
Phase 2	μ	33.49	1.063	0.414	34.47	1.143	0.513	34.03	1.103	0.498
	s	4.17	0.239	-	4.76	0.216	-	4.84	0.247	-
Phase 3	μ	46.00	1.804	0.232	45.26	1.895	0.232	46.60	1.894	0.213
	s	8.16	0.502	-	6.04	0.536	-	7.73	0.521	-
Phase 4	μ	96.47	7.580	0.203	86.07	7.752	0.129	95.82	7.531	0.168
	s	23.47	2.425	-	13.46	3.563	-	24.09	2.816	-

Tableau B.4 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour les grilles d'indentation du polissage 1 sur l'échantillon P28-0SV. M et H sont en GPa.

		G_21			G_22			G_2		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	24.83	0.672	0.097	23.83	0.697	0.094	24.58	0.705	0.093
	s	5.05	0.229	-	3.96	0.175	-	5.02	0.180	-
Phase 2	μ	34.46	1.120	0.397	33.18	1.033	0.384	33.53	1.075	0.383
	s	4.58	0.219	-	3.24	0.162	-	3.92	0.191	-
Phase 3	μ	45.44	1.787	0.301	42.75	1.530	0.313	43.64	1.624	0.303
	s	6.40	0.448	-	6.33	0.268	-	6.19	0.358	-
Phase 4	μ	88.89	6.356	0.206	88.61	6.371	0.209	86.02	6.125	0.221
	s	18.39	2.352	-	26.19	2.631	-	23.37	2.679	-

Tableau B.5 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour les grilles d'indentation du polissage 2 sur l'échantillon P28-0SV. M et H sont en GPa.

		G_1			G_2			G_tot		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	25.11	0.716	0.122	24.58	0.705	0.093	24.66	0.708	0.110
	s	4.07	0.141	-	5.02	0.180	-	4.82	0.165	-
Phase 2	μ	34.03	1.103	0.498	33.53	1.075	0.383	33.91	1.096	0.449
	s	4.84	0.247	-	3.92	0.191	-	4.44	0.223	-
Phase 3	μ	46.60	1.894	0.213	43.64	1.624	0.303	45.18	1.758	0.251
	s	7.73	0.521	-	6.19	0.358	-	6.83	0.439	-
Phase 4	μ	95.82	7.531	0.168	86.02	6.125	0.221	90.88	6.824	0.190
	s	24.09	2.816	-	23.37	2.679	-	22.59	2.704	-

Tableau B.6 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour les grilles d'indentation G_1, G_2 et G_tot sur l'échantillon P28-0SV. M et H sont en GPa.

B.3 Résultats obtenus pour les autres échantillons

Nous présentons ici les résultats de déconvolutions, obtenus pour tous les grilles d'indentations étudiées de tous les échantillons. Les valeurs moyennes μ , ses écarts types des propriétés d'indentation (M,H) ainsi que la fraction volumique des phases sont respectivement détaillées dans les tableaux B.7, B.8, B.9, B.10, B.11 et B.12 pour les échantillons P38-0SV, P50-0SV, P28-10SV, P33-10SV, P38-10SV et P38-0LC.

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	25.41	0.702	0.289	25.55	0.700	0.258	25.37	0.697	0.272
	s	4.24	0.141	-	5.34	0.173	-	4.81	0.152	-
Phase 2	μ	33.84	1.053	0.449	34.65	1.048	0.401	34.16	1.048	0.423
	s	4.19	0.197	-	3.77	0.174	-	3.98	0.182	-
Phase 3	μ	44.50	1.728	0.190	45.27	1.680	0.237	44.54	1.685	0.217
	s	6.47	0.465	-	6.75	0.458	-	6.39	0.455	-
Phase 4	μ	82.62	5.829	0.072	83.47	5.389	0.105	81.87	5.577	0.089
	s	9.28	1.193	-	22.82	1.932	-	13.33	1.619	-

Tableau B.7 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour l'échantillon P38-0SV. M et H sont en GPa.

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	24.86	0.785	0.502	24.20	0.758	0.449	24.74	0.779	0.491
	s	5.15	0.214	-	5.10	0.268	-	5.19	0.242	-
Phase 2	μ	33.01	1.166	0.269	32.40	1.164	0.193	32.87	1.165	0.211
	s	3.00	0.167	-	3.10	0.138	-	2.94	0.145	-
Phase 3	μ	42.94	1.749	0.187	41.04	1.791	0.270	41.47	1.730	0.227
	s	4.91	0.416	-	5.55	0.488	-	5.39	0.420	-
Phase 4	μ	80.02	7.494	0.042	86.30	6.794	0.089	80.50	6.637	0.071
	s	8.19	1.931	-	10.88	2.728	-	10.61	1.866	-

Tableau B.8 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour l'échantillon P50-0SV. M et H sont en GPa.

ANNEXE B. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX OBTENUS PAR LA TNS

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	25.33	0.739	0.117	25.64	0.734	0.110	25.61	0.734	0.110
	s	6.09	0.161	-	5.03	0.189	-	5.58	0.176	-
Phase 2	μ	35.77	1.060	0.482	35.65	1.062	0.449	35.40	1.055	0.450
	s	4.34	0.160	-	4.18	0.140	-	4.21	0.145	-
Phase 3	μ	47.57	1.676	0.202	46.44	1.697	0.243	45.78	1.619	0.228
	s	7.46	0.455	-	6.49	0.448	-	6.16	0.419	-
Phase 4	μ	95.25	7.093	0.199	91.23	6.794	0.198	90.36	6.601	0.212
	s	22.03	2.799	-	23.10	2.910	-	22.81	2.977	-

Tableau B.9 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour l'échantillon P28-10SV. M et H sont en GPa.

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	27.20	0.793	0.241	25.54	0.762	0.167	25.94	0.767	0.170
	s	3.82	0.126	-	4.53	0.123	-	4.06	0.117	-
Phase 2	μ	34.88	1.090	0.391	33.74	1.040	0.407	33.80	1.047	0.413
	s	3.84	0.171	-	3.67	0.158	-	3.80	0.164	-
Phase 3	μ	45.88	1.753	0.211	44.93	1.573	0.247	44.37	1.597	0.227
	s	7.16	0.461	-	7.52	0.372	-	6.78	0.386	-
Phase 4	μ	92.03	6.182	0.157	93.04	6.356	0.179	87.34	5.732	0.190
	s	22.56	2.439	-	26.83	2.696	-	28.66	2.994	-

Tableau B.10 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour l'échantillon P33-10SV. M et H sont en GPa.

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	27.58	0.804	0.307	29.11	0.845	0.371	28.60	0.844	0.362
	s	3.58	0.153	-	3.73	0.152	-	3.78	0.152	-
Phase 2	μ	35.50	1.096	0.382	36.38	1.199	0.384	35.89	1.175	0.375
	s	3.35	0.139	-	3.54	0.202	-	3.51	0.180	-
Phase 3	μ	43.18	1.596	0.222	47.40	1.917	0.170	45.74	1.835	0.183
	s	5.32	0.252	-	5.24	0.516	-	6.29	0.479	-
Phase 4	μ	81.89	6.113	0.089	76.25	6.067	0.075	78.73	5.638	0.080
	s	9.73	1.895	-	11.57	3.635	-	11.91	3.324	-

Tableau B.11 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour l'échantillon P38-10SV. M et H sont en GPa.

		G_11			G_12			G_1		
		M	H	f	M	H	f	M	H	f
Phase 1	μ	25.54	0.705	0.343	25.41	0.755	0.287	26.12	0.747	0.350
	s	4.40	0.202	-	5.79	0.234	-	5.35	0.225	-
Phase 2	μ	35.33	1.124	0.356	36.13	1.239	0.446	36.01	1.204	0.362
	s	4.33	0.217	-	4.93	0.250	-	4.53	0.232	-
Phase 3	μ	47.01	1.864	0.201	47.22	2.002	0.170	47.48	1.904	0.193
	s	7.26	0.323	-	6.17	0.426	-	6.94	0.380	-
Phase 4	μ	83.40	5.252	0.100	79.12	5.979	0.097	85.33	5.928	0.095
	s	12.50	2.163	-	12.41	3.551	-	17.61	2.629	-

Tableau B.12 – Résultats de la déconvolution de 4 distributions normales pour l'échantillon P38-0LC. M et H sont en GPa.

Annexe C

Effet de la formulation de mélange

Les résultats obtenus sur les 7 échantillons (au moins 2 grilles par échantillons) permettent d'examiner l'influence du rapport de gâchage, de la fumée de silice ainsi que du ciment utilisé sur les propriétés mécaniques M et H à l'échelle micrométrique et sur la fraction volumique des phases identifiées.

C.1 Influence du rapport de gâchage e/c

Afin de mettre en évidence l'influence du rapport e/c sur les résultats de (M,H,f), nous comparons des échantillons (tableau 2.10), du même ciment (SV) avec des valeurs de e/c différentes, répartis au sein de 2 groupes :

- *Groupe 1* : il comprend les échantillons sans fumée de silice ajoutée ($s/c = 0$) : P28-0SV, P38-0SV et P50-0SV.
- *Groupe 2* : il comprend les échantillons avec 10% de la fumée de silice ajoutée ($s/c = 0.1$) : P28-10SV, P33-10SV et P38-10SV.

Influence sur les propriétés mécaniques : Puisque les propriétés M et H du clinker non-hydraté ne sont pas bien obtenues par TNS, nous nous concentrons sur l'effet de e/c sur les valeurs de M et H des trois phases restantes. Sur la figure C.1, les lignes pointillées, désignant la valeur moyenne des phases C-S-H, passent par tous les intervalles de (M,H) correspondants. De plus, ces lignes sont proches des valeurs moyennes de chaque phases lors de la variation du rapport e/c . En effet, sur la figure C.2, les écarts relatifs (équation (2.18)) de M et H des phases C-S-H par rapport à leur valeur moyenne ne dépassent pas 8% sauf la phase LD C-S-H de l'échantillon P38-0SV dont $E_H \approx 10\%$. On conclut donc que les propriétés mesurées (M,H) des phases C-S-H ne dépendent pas du rapport de e/c . Cette remarque est valable pour tous les deux groupes d'échantillons.

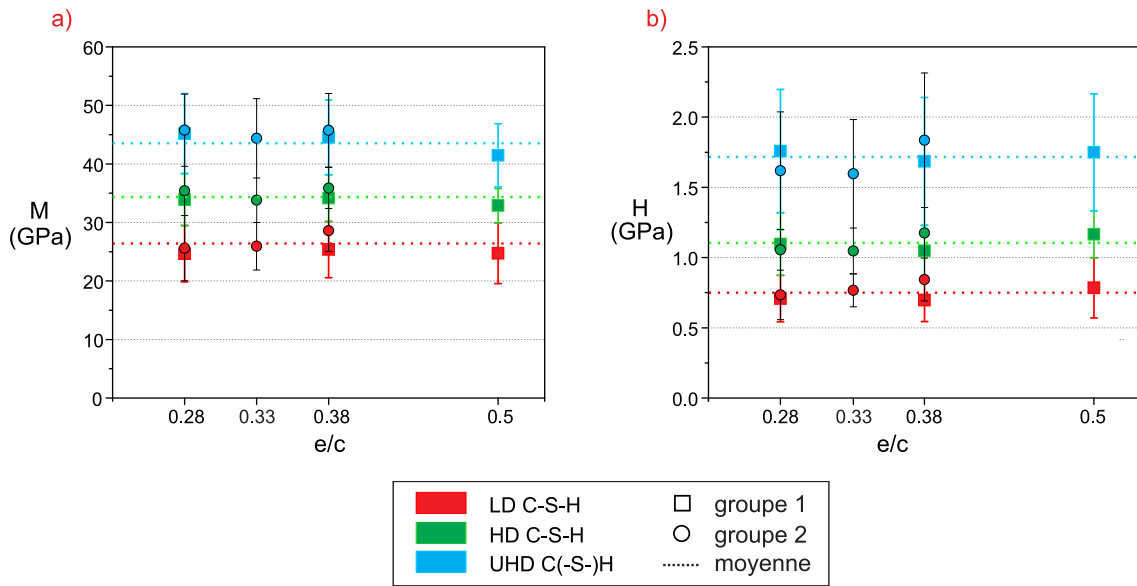


Figure C.1 – Effet du rapport e/c sur les propriétés (M,H) des phases C-S-H.

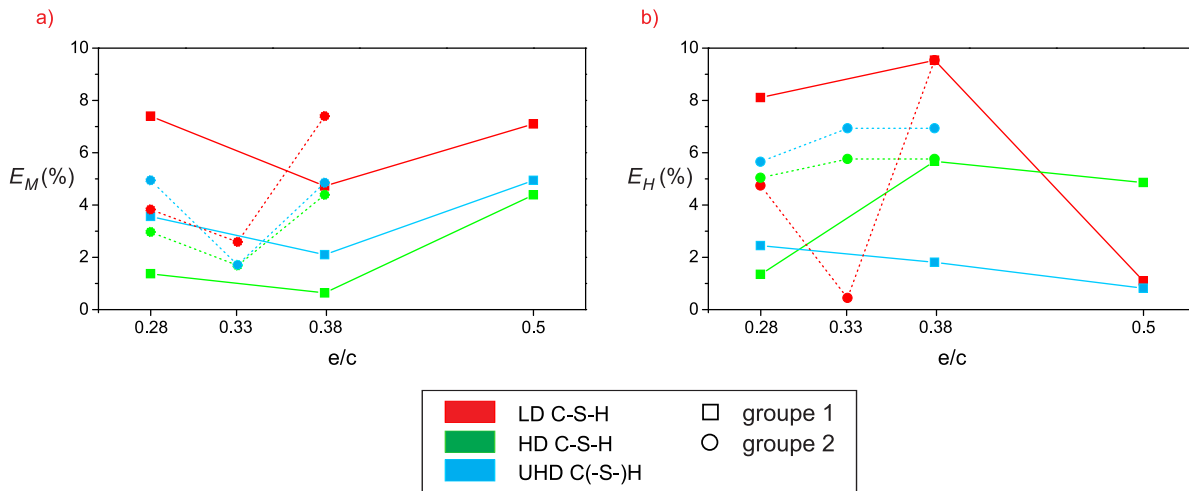


Figure C.2 – Valeur absolue de l'écart relatif de (M,H) des phases C-S-H par rapport à leur valeur moyenne.

Influence sur la fraction volumique : La fraction volumique des phases C-S-H dans l'ensemble de ces phases est présentée sur la figure C.3a. On observe que la fraction volumique, dans l'ensemble des phases C-S-H, de la phase LD C-S-H croît avec l'augmentation de e/c alors que celle de HD C-S-H diminue. En outre, la fraction volumique de UHD C(-S-)H a tendance à diminuer quand le rapport e/c augmente mais sa variation est faible par rapport aux deux autres phases et peut être du même ordre de grandeur que les erreurs de mesure. L'évolution de la fraction volumique du clinker non-hydraté f_{ck} dans la pâte de ciment en fonction de e/c pour les deux groupes d'échantillons est présentée sur la figure C.3b. Conformément aux attentes, cette fraction diminue en augmentant le rapport de gâchage pour l'ensemble des échantillons dans les deux groupes.

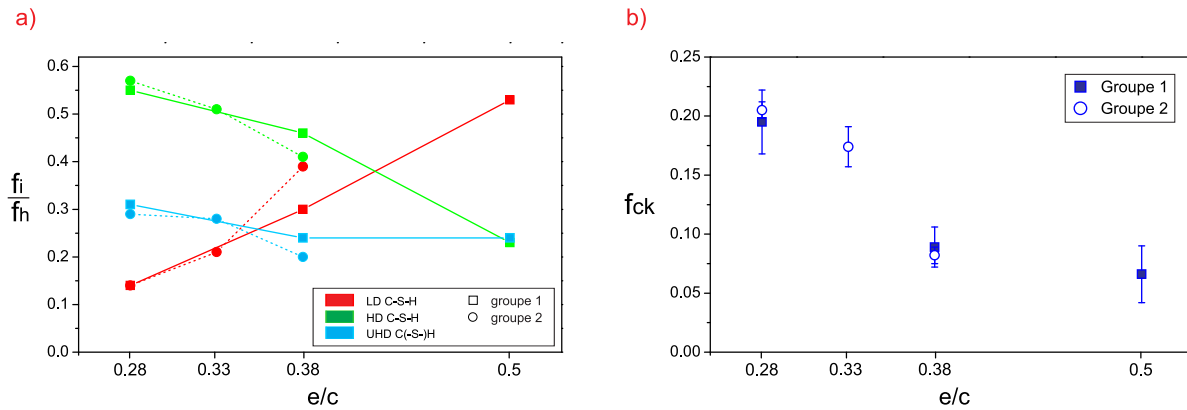


Figure C.3 – Effet du rapport e/c sur : a) la fraction volumique f_i des phases C-S-H dans l'ensemble de ces phases $f_h = \sum f_i$ et b) la fraction volumique du clinker dans la pâte de ciment.

C.2 Influence de la fumée de silice

Afin de mettre en évidence l'influence de la fumée de silice sur les résultats de (M,H,f), on comparera des échantillons du même ciment (SV) avec des valeurs de s/c différentes. Plus précisément, il s'agit de la comparaison entre les échantillons du groupe 1 ($s/c = 0$) et celles du groupe 2 ($s/c = 0.1$).

Influence sur les propriétés mécaniques : Comme les propriétés (M,H) des phases C-S-H obtenues par TNS ne dépendent pas du rapport de e/c , on comparera ici les valeurs moyennes globale de M et H obtenues pour la groupe 2 ($s/c = 0.1$) par rapport à la groupe 1 ($s/c = 0$). Pour le module M, les écarts relatifs obtenus E_M (équation (2.18)) sont faibles de 7%, 4% et 3% pour les phases LD, HD et UHD C(-S-)H respectivement. Pour la dureté H, les valeurs E_H sont également faible de 7%, 1% et 2% pour ces trois phases.

Influence sur la fraction volumique : Sur la figure C.4, nous présentons les écarts relatifs E_f des phases obtenues pour l'échantillon avec fumée de silice ($X_i = f_{10\%}$) par rapport à la valeur obtenue pour l'échantillon sans fumée de silice ($X_0 = f_{0\%}$). Les colonnes rouges et noires sont respectivement présentées pour $e/c = 0.28$ et $e/c = 0.38$. Pour le cas $e/c = 0.28$, les écarts E_f sont négligeables pour LD et HD C-S-H tandis que celles des deux autres phases sont petites (10%). Pour le cas $e/c = 0.38$, un écart relatif de 33% est obtenue pour LD C-S-H alors que $E_f \approx 14\%$ est obtenu pour les trois phases restantes. Ces écarts sont plus petits que l'ordre de grandeur de la sensibilité de la technique TNS pour la fraction volumique des phases (figure 2.27).

En résumé, l'influence de la fumée de silice, s'il existe, n'est pas suffisamment marquée pour être mis en évidence par cette technique sur si peu d'échantillons. Des études supplémentaires sur plusieurs échantillons avec une large variation de s/c pour des différents e/c seraient donc nécessaires.

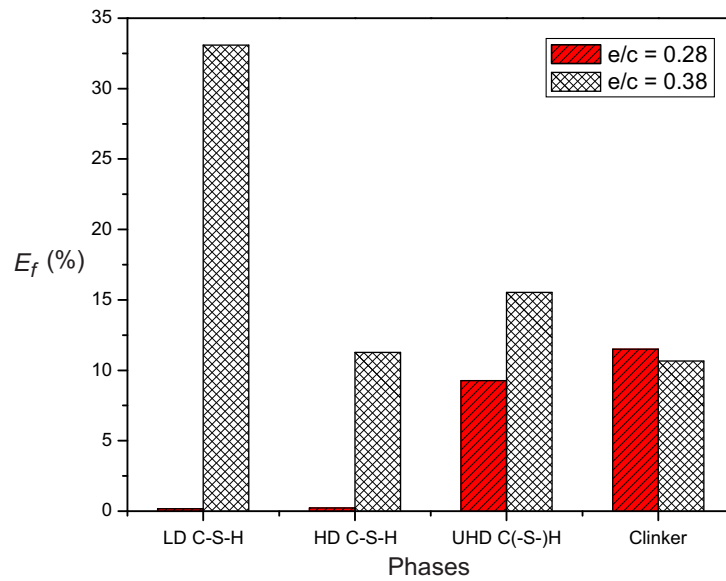


Figure C.4 – Valeur absolue des écarts relatifs obtenus lors de la comparaison entre la fraction volumique des phases dans la pâte de ciment des échantillons des groupes 1 et 2.

C.3 Influence du ciment utilisé

Afin de mettre en évidence l'influence du ciment utilisé sur les résultats de (M,H,f), on comparera des échantillons des différents ciments : P38-0SV (ciment de Saint Vigor) et P38-0LC (ciment de Saint-Pierre-la-Cour). Les propriétés M et H des phases C-S-H sont reportée sur la figure C.5 et les écarts relatifs de ces propriétés obtenues pour l'échantillon P38-0LC par rapport à celles obtenues pour l'échantillon P38-0SV sont présentées sur la figure C.6. On observe que les propriétés (M,H) de ces deux échantillons sont similaires avec des écarts relatifs E_M de 7% maximum et E_H de 15% maximum pour toutes les phases. A propos de la fraction volumique, les valeurs E_f sont également reportées sur la figure C.6. De façon générale, nous retrouvons les mêmes remarques lorsque l'on compare les deux échantillons P38-0SV et P38-10SV. Nous n'avons donc pas assez d'échantillon pour conclure sur l'influence des deux types de ciment sur les valeurs mesurées de (M,H,f).

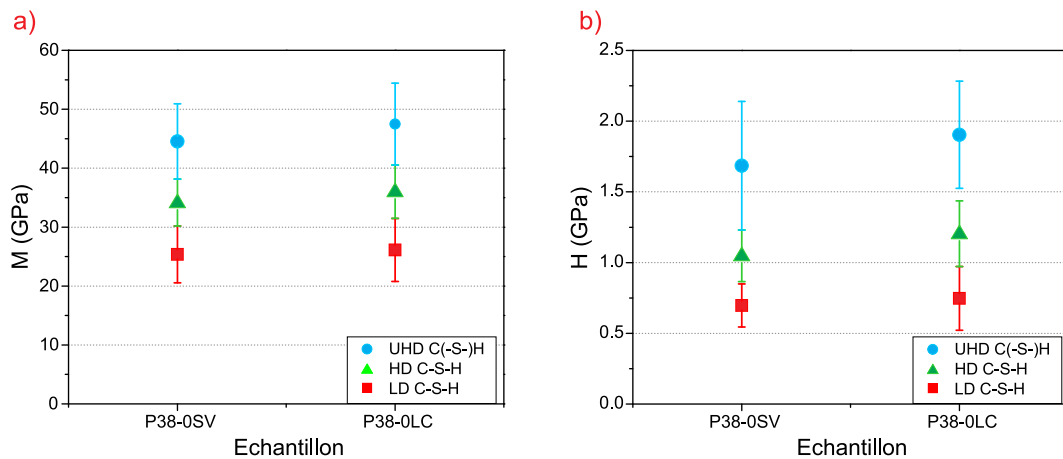


Figure C.5 – Effet du ciment utilisé sur les propriétés (M,H) des phases d'hydratation de la pâte de ciment.

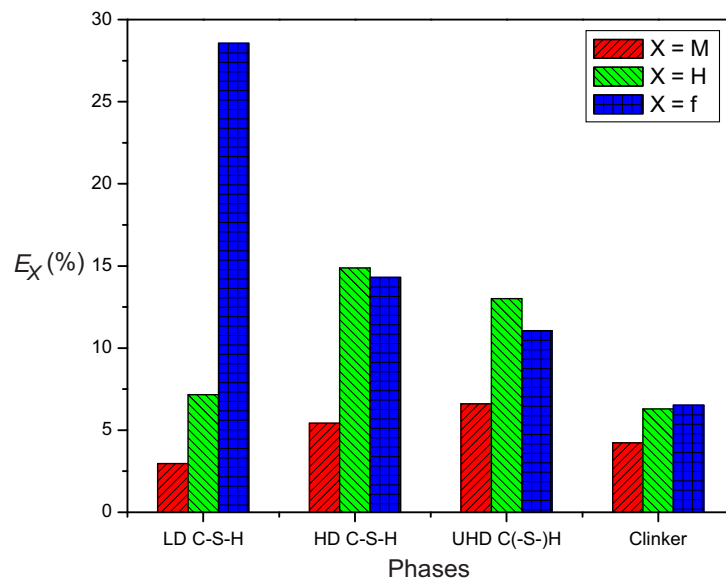


Figure C.6 – Valeur absolue des écarts relatifs obtenus lors de la comparaison entre les valeurs de (M,H,f) des échantillons P38-0SV et P38-0LC.

Annexe D

Théorie du calcul à la rupture

Cette annexe rappelle des points plus importants de la théorie du calcul à la rupture présentant dans les livres de Salençon [114, 115] et de *de Buhan* [35].

D.1 Problème de calcul à la rupture

La théorie du calcul à la rupture est construite pour un système de géométrie Ω “fixée”¹ qui est supposé soumis à un mode de chargement à n paramètres $\mathbf{P} = P_{i,i=1..n}$. En utilisant cette théorie, il est important de prendre en compte l'équilibre du système ainsi que la résistance du matériau sollicité. La compatibilité entre les deux dernières doit être également assurée dans les calculs à la rupture.

Domaine de résistance G : Chaque matériau est caractérisé par son critère de résistance qui est défini par une limitation de l'état de contrainte pour tous les points du système. De ce fait, un domaine de résistance G est présenté dans l'espace des contraintes, tel que :

$$\forall \mathbf{x} \in \Omega, f(\mathbf{x}, \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})) \leq 0 \quad \Leftrightarrow \quad \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \quad (\text{D.1})$$

où f est une fonction à valeur scalaire du tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}$ au point \mathbf{x} . Les valeurs négative et positive de f désignent respectivement que le tenseur $\boldsymbol{\sigma}$ est intérieur et extérieur au domaine G tandis que la valeur nulle se produit si $\boldsymbol{\sigma}$ se situe sur la frontière de G .

Le domaine G possède généralement des propriétés suivantes :

$$\forall \mathbf{x} \in \Omega \left| \begin{array}{l} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{0} \in G(\mathbf{x}) \\ \forall \boldsymbol{\sigma} \in G, \forall \alpha \in [0, 1] : \alpha \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \end{array} \right. \quad (\text{D.2})$$

et dans le cas d'une convexité de G , la condition suivante est également validée :

$$\forall \mathbf{x} \in \Omega, \forall \alpha \in [0, 1], \forall \boldsymbol{\sigma}^1, \boldsymbol{\sigma}^2 \in G : \alpha \boldsymbol{\sigma}^1(\mathbf{x}) + (1 - \alpha) \boldsymbol{\sigma}^2(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \quad (\text{D.3})$$

Domaine des chargements potentiellement supportables K : Ce domaine K comporte l'ensemble des chargements avec lesquels il existe un champ de contrainte qui, d'une part, est statiquement admissible (S.A.) avec \mathbf{P} et d'autre part, satisfait au critère de résistance du matériau en tout point :

1. Avec l'hypothèse des petites perturbations, des changements possibles de géométrie peuvent être négligés.

$$\mathbf{P} \in K \Leftrightarrow \exists \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \left\{ \begin{array}{l} \text{S.A. avec } \mathbf{P} \\ \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \quad \forall \mathbf{x} \in \Omega \end{array} \right. \quad (\text{D.4})$$

Le domaine K possède généralement des propriétés suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{P} = \mathbf{0} \in K \\ K \text{ est convexe} \end{array} \right. \quad (\text{D.5})$$

Chargements extrêmes : Il s'agit des chargements qui se situent sur la frontière du domaine des chargements potentiellement supportables K .

D.2 Approche statique par l'intérieur de K

Avec chaque champ de contrainte satisfaisant aux conditions dans (D.4), on obtient un chargement potentiellement supportable correspondant à un point représentatif appartenant au domaine K . Par conséquent, dans l'espace des paramètres de chargement \mathbf{P} , on aura un ensemble des tels points. De plus, grâce à la convexité de K , une enveloppe convexe de ces points est incluse dans K (voir la figure D.1). C'est la raison pour laquelle, on appelle l'approche (statique) par l'intérieur du calcul à la rupture qui représente un minorant des chargements extrêmes du système.

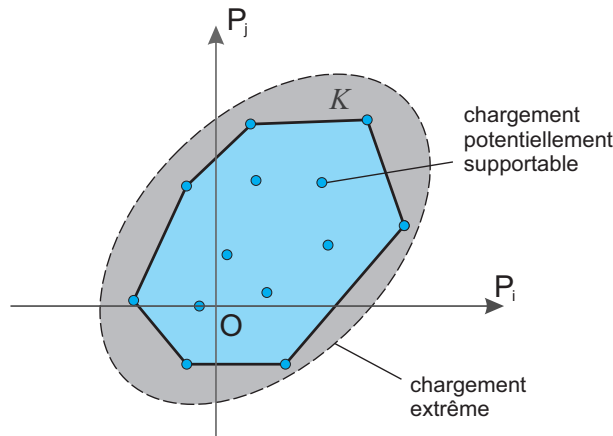


Figure D.1 – Construction d'une approche statique par l'intérieur du domaine K .

D.3 Approche cinématique par l'extérieur de K

Principe des puissances virtuelles : En désignant un champ de vitesses virtuelle $\hat{\mathbf{U}}$ cinématiquement admissible (C.A.) dans le mode de chargement et le taux de déformation virtuelle du système $\dot{\mathbf{q}}(\hat{\mathbf{U}})$, la puissance virtuelle des efforts extérieurs P_e au système peut être écrite sous la forme d'un produit scalaire comme suit :

$$\forall \hat{\mathbf{U}} \text{ C.A.}, P_e(\mathbf{P}, \hat{\mathbf{U}}) = \mathbf{P} \cdot \dot{\mathbf{q}}(\hat{\mathbf{U}}) \quad (\text{D.6})$$

En prenant l'égalité de la puissance virtuelle de déformation et de P_e , le principe des puissances virtuelles s'écrit par :

$$\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) : \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) d\Omega + \int_{\Sigma_{\widehat{\mathbf{U}}}} \left[\left[\widehat{\mathbf{U}}(\mathbf{x}) \right] \right] \cdot \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \cdot \mathbf{n}(\mathbf{x}) da = \mathbf{P} \cdot \dot{\mathbf{q}}(\widehat{\mathbf{U}}) \quad (\text{D.7})$$

où $\widehat{\mathbf{d}}$ est le taux de déformation virtuel associé au champ $\widehat{\mathbf{U}}$, \mathbf{n} est le vecteur normal à des surfaces de discontinuité $\Sigma_{\widehat{\mathbf{U}}}$ où il existe des discontinuités de vitesse $\left[\left[\widehat{\mathbf{U}} \right] \right]$.

Puissance résistante maximale : Afin de calculer la valeur maximale de la puissance virtuelle de déformation en tout point du système, on introduit les fonctions d'appui π^2 :

$$\begin{cases} \pi(\mathbf{x}, \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) = \sup \left\{ \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) : \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) \mid \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \right\} \\ \pi(\mathbf{x}, \mathbf{n}, \left[\left[\widehat{\mathbf{U}}(\mathbf{x}) \right] \right]) = \sup \left\{ \left[\left[\widehat{\mathbf{U}}(\mathbf{x}) \right] \right] \cdot \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \cdot \mathbf{n}(\mathbf{x}) \mid \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \in G(\mathbf{x}) \right\} \end{cases} \quad (\text{D.8})$$

La puissance résistante maximale s'écrit donc :

$$P_{rm}(\widehat{\mathbf{U}}) = \int_{\Omega} \pi(\mathbf{x}, \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x})) d\Omega + \int_{\Sigma_{\widehat{\mathbf{U}}}} \pi(\mathbf{x}, \mathbf{n}, \left[\left[\widehat{\mathbf{U}}(\mathbf{x}) \right] \right]) da \leq +\infty \quad (\text{D.9})$$

Avec les désignations ci-dessus, on déduit la relation pour un chargement \mathbf{P} dit potentiellement supportable :

$$\forall \mathbf{P} \in K, \forall \widehat{\mathbf{U}}; C.A., P_e(\mathbf{P}, \widehat{\mathbf{U}}) = \mathbf{P} \cdot \dot{\mathbf{q}}(\widehat{\mathbf{U}}) \leq P_{rm}(\widehat{\mathbf{U}}) \leq +\infty \quad (\text{D.10})$$

Cette inégalité nous permet de conclure que le domaine des chargements potentiellement supportables K est inclus dans le demi-espace contenant l'origine de l'espace des paramètres de chargement et délimité par le plan d'équation $P_e(\mathbf{P}, \widehat{\mathbf{U}}) = P_{rm}(\widehat{\mathbf{U}})$. De ce fait, en réalisant des calculs avec des différents champs de vitesse virtuellement $\widehat{\mathbf{U}}$ C.A., on obtiendra des demi-espaces différents contenant le domaine K et puis, une enveloppe convexe formée par l'intersection des plans d'équation présentés ci-dessus. Étant donné que le domaine K est donc inclus dans cette enveloppe (voir figure D.2), on appelle l'approche (cinématique) par l'extérieur du calcul à la rupture qui représente un majorant des chargements extrêmes du système.

D.4 Théorème d'association

En utilisant les approches par intérieur et par l'extérieur présentées ci-dessus, on peut déterminer respectivement la borne inférieure et supérieure des chargements extrêmes du système. Afin d'associer ces deux approches, Salençon [114,115] a montré le théorème d'association disant que la solution complète pour le problème du calcul à la rupture est obtenue si :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \text{ est sur la frontière de } G(\mathbf{x}) \\ \widehat{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) \text{ est normal extérieur à } G(\mathbf{x}) \text{ en } \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \end{cases} \quad (\text{D.11})$$

2. Il existe des conditions de pertinence liées au critère de résistance. Satisfaire à ces dernières, la fonction d'appui prend des valeurs finis qui aident à calculer la valeur finie de la puissance résistante maximale.

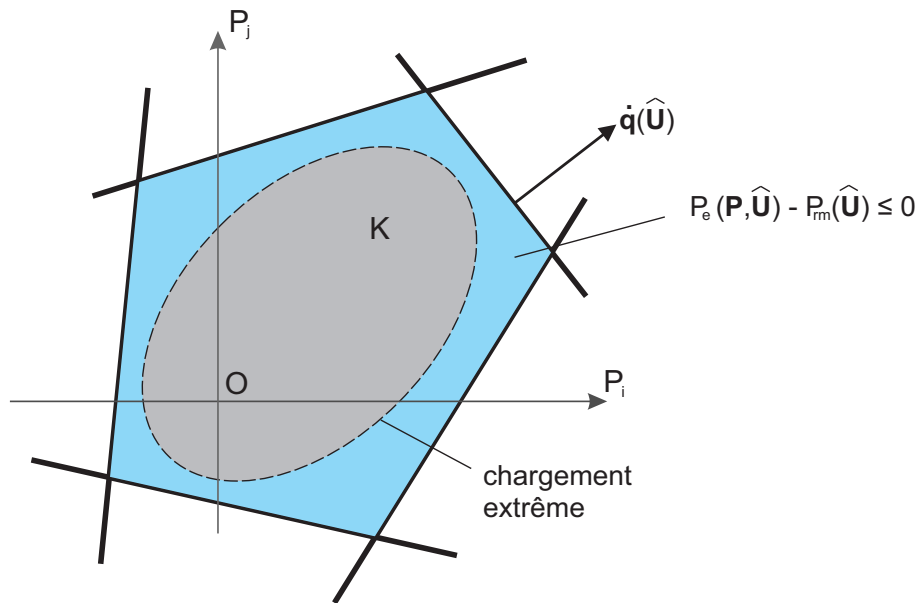


Figure D.2 – Construction d’une approche cinématique par l’extérieur du domaine K .

et

$$\begin{cases} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \text{ est sur la frontière de } G(\mathbf{x}) \\ \left[\left[\hat{\mathbf{U}}(\mathbf{x}) \right] \right] \otimes \mathbf{n}(\mathbf{x}) + \mathbf{n}(\mathbf{x}) \otimes \left[\left[\hat{\mathbf{U}}(\mathbf{x}) \right] \right] \text{ est normal extérieur à } G(\mathbf{x}) \text{ en } \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \end{cases} \quad (\text{D.12})$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ et $\hat{\mathbf{U}}$ satisfont respectivement à (D.4) et (D.10).

Annexe E

Critère de résistance elliptique

E.1 Présentation générale

Dans la littérature, un grand nombre de critères de résistance ont été développés pour des matériaux de génie civil. Ils peuvent être proposés grâce à des essais expérimentaux de même que des analyses théoriques ou numériques. En vérité, la plupart d'entre eux sont étudiés pour le cas des matériaux isotropes dont la fonction de charge ne dépende pas de l'orientation du tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}$. Ces dernières fonctions sont généralement exprimées par :

- soit une fonction symétrique des contraintes principales $\sigma_{i,i=1,3}$
- soit une fonction des invariants du tenseur des contraintes $I_{i,i=1,3}$

$$\begin{cases} I_1 = tr(\boldsymbol{\sigma}) \\ I_2 = 1/2 tr(\boldsymbol{\sigma}^2) \\ I_3 = 1/3 tr(\boldsymbol{\sigma}^3) \end{cases} \quad (\text{E.1})$$

- soit une fonction de l'invariant I_1 de $\boldsymbol{\sigma}$ et des invariants J_2, J_3 (lorsque $J_1 = tr(\boldsymbol{\sigma}_d) = 0$) de son déviateur calculé par $\boldsymbol{\sigma}_d = \boldsymbol{\sigma} - (I_1/3)\mathbf{1}$.

$$\begin{cases} J_2 = 1/2 tr(\boldsymbol{\sigma}_d^2) \\ J_3 = 1/3 tr(\boldsymbol{\sigma}_d^3) \end{cases} \quad (\text{E.2})$$

De plus, parmi des critères faisant intervenir la pression hydrostatique, il existe des critères prévoyant une valeur infinie de la résistance en compression triaxiale qui n'est pas vérifiée pour les matériaux réels. Il est donc important de limiter le domaine de résistance sollicité en fermant les surfaces de charge. On appelle généralement des critères "fermés". Par exemple, dans le "cap-model" révisé dans [116], le domaine défini par des critères est fermé par une ellipse dans le plan $(I_1, \sqrt{J_2})$. En outre, plusieurs types des critères "fermés" pour les matériaux poreux sont résumés par Aubertin *et al.* [5].

Parmi tous les critères "fermés", on m'intéresse, dans ce travail, aux critères de résistance elliptique de type Cam-Clay modifié qui est défini dans le plan des contraintes moyenne et déviatorique (σ_m, σ_d) (équivalent au plan $(I_1, \sqrt{J_2})$ lorsque $\sigma_m = I_1/3$ et $\sigma_d = \sqrt{2J_2}$ si l'on choisit $\sigma_d = \sqrt{\boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d}$).

E.2 Matériaux de critère de résistance elliptique

A vrai dire, plusieurs auteurs ont trouvé le type de critère de résistance présenté ci-dessus pour plusieurs types de matériaux (comme matériaux poreux, matériaux de type général “matrice/inclusion” et matériaux granulaires) dans leurs travaux dans le cadre de l’homogénéisation.

Matériaux poreux : En 1971, Green [47] a développé une théorie de la plasticité pour un solide de critère de Von-Mises, affaibli par de nombreuses fissures dont la direction est complètement aléatoire ou des vides qui sont à peu près sphérique. Ensuite, en basant sur la méthode d’homogénéisation et sur l’approche cinématique de l’analyse limite, Gurson [49] a présenté son critère¹ pour une sphère creuse soumise à des conditions de taux de déformation uniforme en 1977. Il s’agit le modèle le plus connu de la résistance macroscopique d’un matériau poreux dont la phase solide est également obéie au critère de Von-Mises. En effet, l’extension de ce critère est effectuée par plusieurs auteurs [68, 97, 128]. Puis, le travail de Ponte Castañeda [99] en 1991 nous aide à montrer un critère de résistance elliptique qui est comme une borne supérieure pour tout milieu poreux macroscopiquement isotrope de même type de phase solide à l’aide de son approche variationnelle (d’après [77]). L’équation de ces trois critères est bien résumée dans le tableau E.1.

Références	Critères de résistance macroscopique
Green [47]	$\left(\frac{3\sigma_m}{2 \ln e}\right)^2 + \frac{3}{2} \left(\frac{3 - 2e^{1/4}}{3(1 - e^{1/2})}\sigma_d\right)^2 - Y^2 = 0$
Gurson [49]	$2\varphi \cosh\left(\frac{3\sigma_m}{2Y}\right) + \left(\frac{\sqrt{3}\sigma_d}{\sqrt{2}Y}\right)^2 - 1 - \varphi^2 = 0$
Ponte Castañeda [99]	$\frac{9\varphi}{4Y^2}\sigma_m^2 + \frac{3 + 2\varphi}{2Y^2}\sigma_d^2 - (1 - \varphi)^2 = 0$

Tableau E.1 – Critère de résistance macroscopique pour un milieu poreux dont la phase solide est obéie au critère de Von-Mises. σ_m et σ_d présentent des contraintes macroscopiques du problème ; e est le rapport entre le volume des vides et celui du solide ; Y est la limite d’élasticité de la phase solide et φ est la porosité du matériau.

En outre, en utilisant la technique d’homogénéisation non-linéaire basant sur la méthode sécante modifiée [120], Barthélémy & Dormieux [6, 7] ont présenté un critère de résistance macroscopique elliptique d’un milieu poreux dont la matrice solide a un comportement de Drucker-Prager. L’équation de ce critère est présentée dans (E.3).

$$f(\sigma_m, \sigma_d) = \left(\frac{3\varphi}{2\alpha^2} - 1\right)\sigma_m^2 + \frac{1 + 2/3\varphi}{\alpha^2}\sigma_d^2 + 2(1 - \varphi)h_s\sigma_m - (1 - \varphi)^2h_s^2 = 0 \quad (\text{E.3})$$

1. Le critère de Gurson peut être réécrite sous la forme elliptique si l’on développe la terme ‘cosh’ comme $\cosh(x) = 1 + \frac{1}{2}x^2 + O(x^4)$

où α et h_s caractérisent le coefficient de frottement et la limite de résistance en traction triple de la phase solide. On remarque que ce critère devient celui de Ponte Castañeda dans le tableau E.1 lorsque $\alpha \rightarrow 0$ et $h_s \rightarrow +\infty$ avec $\alpha.h_s = \sqrt{2}c_s$ où c_s est la cohésion du solide. Il est donc logique car le critère de Drucker-Prager devient celui de Von-Mises dans ces conditions. Le même résultat est également trouvé dans l'étude de Maghous *et al.* [82].

La dernière technique a été ensuite utilisée dans l'étude de Dormieux *et al.* [39]. Ils ont proposé un modèle plus évolué pour des matériaux poreux frottant-cohérent. Plus précisément, ce modèle prend en compte l'effet de la morphologie du matériau en appliquant les deux schémas : Mori-Tanaka pour la morphologie matrice-inclusion poreuse et auto-cohérent pour la morphologie polycristalline. Par ailleurs, par la voie de l'application de la méthode *Linear Comparison Composite* (LCC) développée par Ponte Castañeda [99–101], un critère similaire ont été présenté par Gathier [46] ainsi que par Ortega *et al.* [96]. De ce fait, la fonction de charge générale de ces derniers peut être spécifiée par :

$$f(\sigma_m, \sigma_d) = \left(\frac{\sigma_m + c}{a}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_d}{b}\right)^2 - 1 = 0 \quad (\text{E.4})$$

où les paramètres de l'ellipse sont déterminés dans le tableau E.2.

Par ailleurs, des formes approximatives du critère de résistance elliptique (équation (E.4)) ont été indiquées dans les contributions de He *et al.* [51] et de Shen *et al.* [118] en réalisant l'homogénéisation en deux étapes pour les microstructures des macro-pores et des particules rigides dans une matrice poreuses.

Matériaux de type général “matrice/inclusion” : Le type des matériaux poreux présentés ci-dessus est le cas spécifique de celui des matériaux de type “matrice/inclusion” lorsqu'il existe la phase de pores à côté des autres phases dans le matériau. En réalité, dans notre recherche bibliographique, le critère de résistance elliptique est également trouvé dans des études concernant des matériaux de type général “matrice/inclusion”. Par exemple, Bignonnet *et al.* [10] ont étudié la résistance d'une matrice de critère de résistance elliptique renforcée par des inclusions rigides en tenant compte des interfaces parfaite et imparfaites (de type Tresca ou Mohr-Coulomb). Le résultat d'homogénéisation montre que le critère de résistance macroscopique de forme (E.4) n'est qu'obtenu lorsque les interfaces sont inactives. Dans ce cas-là, le critère elliptique est égal au critère avec des interfaces parfaites. De plus, à la suite des travaux de Gathier [46] et de Ortega *et al.* [96], Zhou & Meschke [143] ont proposé une procédure d'homogénéisation pour estimer la résistance macroscopique des composites de forme générale “matrice/inclusion” avec des caractéristiques de résistance différentes pour la matrice et des inclusions. La matrice est un matériau caractérisé soit par le critère de Drucker-Prager (hyperbolique) soit par un critère de résistance elliptique tandis que la phase d'inclusion peut représenter des pores vides, des pores remplis d'une fluide, des inclusions rigides ou des solides dont les caractéristiques de résistance peuvent être décrites par le même critère que la matrice, mais avec des propriétés différentes de résistance. Récemment, par l'extension de la méthode sécante modifiée pour les matériaux poreux de Dormieux *et al.* [39], Traxl & Lackner [126] a proposé une méthodologie d'homogénéisation afin d'estimer des propriétés mécaniques des matériaux élastoplastique de type “matrice/inclusion”. Dans ce modèle, il est possible de combiner des pores vides, des pores remplis d'une fluide et des particules rigides et à propos de la matrice, elle est régie par des surfaces de charge de second-ordre de forme $f(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_d^2 + a'\sigma_m + b'\sigma_m^2 - c' = 0$ (par exemple, critère de Drucker-Prager, de Mises-Schleicher ou critère elliptique) où les variables

Références	Dormieux <i>et al.</i> [39]	Gathier [46]; Ortega <i>et al.</i> [96]
a^2	$\frac{\eta^3 c_s^2 K}{(\eta - K\alpha^2)^2}$	$\frac{\eta^2 K(\eta - K\alpha^2) c_s^2}{(\eta - 2K\alpha^2)^2}$
b^2	$\frac{2\eta^2 c_s^2 M}{\eta - K\alpha^2}$	$\frac{2\eta M(\eta - K\alpha^2) c_s^2}{\eta - 2K\alpha^2}$
c	$\frac{\alpha \eta c_s K}{\eta - K\alpha^2}$	$\frac{\alpha \eta K c_s}{\eta - 2K\alpha^2}$
K_{mt}	$\frac{4\eta}{3(1 - \eta)}$	$\frac{4\eta}{3(1 - \eta) + 4\alpha^2}$
M_{mt}	$\frac{3\eta}{5 - 2\eta}$	$\frac{(9 + 8\alpha^2)\eta}{3(5 - 2\eta) + 4(5 - 3\eta)\alpha^2}$
K_{ac}	$\frac{4\eta(2\eta - 1)}{(1 - \eta)(2 + \eta)}$	$\frac{4\eta M_{ac}}{3(1 - \eta) + 4\alpha^2 M_{ac}}$
M_{ac}	$\frac{3(2\eta - 1)}{(2 + \eta)}$	$\frac{1}{2} - \frac{5}{4}(1 - \eta) - \frac{3}{16\alpha^2}(2 + \eta) + M'_{ac} (*)$

Tableau E.2 – Paramètres de résistance pour un matériau poreux composé d'un solide de type Drucker-Prager. $\eta = 1 - \varphi$ est la densité du matériau (ce paramètre doit être plus petit d'une valeur $\eta_{critique}$ pour que le critère reste sous la forme elliptique); la cohésion c_s et le coefficient de frottement α sont deux paramètres de résistance de la phase solide; K et M sont les deux paramètres dépendant de la densité et de la morphologie du matériau. (*) :

$$M'_{ac} = \frac{1}{16\alpha^2} \sqrt{144(\alpha^4 - \alpha^2) - 480\alpha^4\eta + 400\alpha^2\eta^2 + 408\alpha^2\eta - 120\alpha^2\eta^2 + 9(2 + \eta)^2}.$$

a' , b' et c' désignent des paramètres de la matrice. Le résultat de l'homogénéisation de deux dernière études, dans plusieurs cas, est décrit sous forme elliptique comme l'équation (E.4) mais avec des autres définitions de a , b et c .

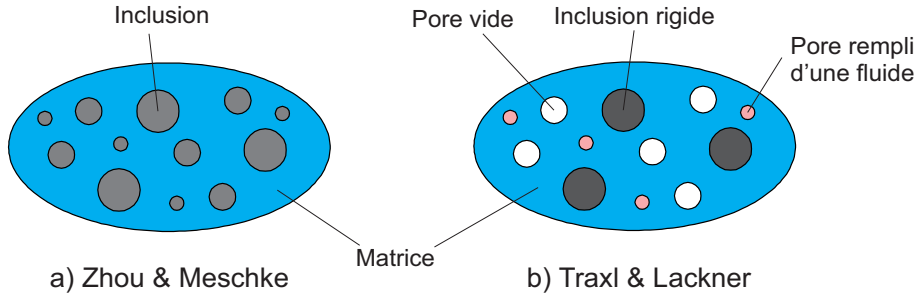


Figure E.1 – Microstructure du composite “matrice/inclusion” étudiée par : a) Zhou & Meschke [143] et b) Traxl & Lackner [126].

Matériaux granulaires : Afin d'étudier le comportement microscopique des matériaux granulaires, He *et al.* [52] ont proposé le modèle d'un milieu granulaire avec fluide saturé (figure E.2) dans lequel des grains sont de forme sphérique et l'interface imparfaite entre les drains est de type Mohr-Coulomb cohérent. Ainsi des paramètres d'entrée du modèle comportent ceux de l'interface (coefficient de frottement α_{inter} et limite de résistance en traction h_{inter}) et la porosité ϕ_0 du matériau. Avec ce modèle, les auteurs ont présenté leurs critères de résistance macroscopique en fonction de ces derniers paramètres. Le critère elliptique correspond au cas satisfaisant $1/3 < \phi_0 < 1/2$ et $\alpha_{inter} < \alpha_{inter}^{crit} = \sqrt{\frac{\phi_0(3\phi_0-1)(1-\phi_0)}{2}}$.

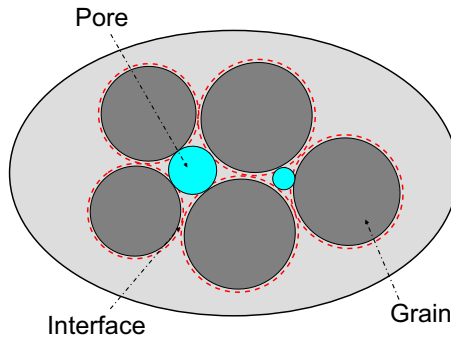


Figure E.2 – V.E.R d'un milieu granulaire de grains sphériques avec fluide saturé, d'après He *et al.* [52].

A la lumière de ce qui précède, on remarque que le critère de résistance elliptique dans le plan des contraintes moyenne et déviatorique est établi pour plusieurs types de matériau dans le cadre de l'homogénéisation. C'est la raison pour laquelle on effectuera, dans ce travail, la simulation numérique du problème d'indentation sur un matériau respectant le dernier type de critère. Les résultats obtenus sont donc applicables pour des matériaux sollicités et de plus, en confrontant les résultats numériques et expérimentaux, il est possible de déterminer des paramètres du critère macroscopique elliptique qui sont fonction des propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle plus petite que celle du modèle d'homogénéisation.

E.3 Simulation numérique d'un essai d'indentation

Cette section est pour présenter des études retrouvées dans notre recherche bibliographique, concernant la simulation numérique d'un essai d'indentation sur un matériau respectant le critère de résistance elliptique. Dans la telle recherche, on m'intéresse à la charge limite du problème d'indentation. On trouve donc les études numériques de Cariou *et al.* [21] et Gathier [46] effectués pour les matériaux poreux, indentés par une pointe d'indentation conique dont la relation entre l'aire de contact projetée et la profondeur de contact est équivalente à celle du point Berkovich.

Dans la première étude, en se basant sur les résultats de Barthélémy & Dormieux [7] et Dormieux *et al.* [39], Cariou *et al.* ont mis en oeuvre des calculs de charge limite en assurant les conditions axisymétriques du problème. Sa discrétisation axisymétrique par éléments finis est identique à celle mise au point par Ganneau *et al.* [45] pour un matériau de type Mohr-Coulomb. L'optimisation de la fonction d'appui du critère de résistance elliptique a été mise sous la forme d'un problème conique du second ordre (SOCP). Dans la deuxième étude, Gathier a obtenu le résultat de la charge limite à l'aide d'un algorithme d'analyse limite, adapté à partir de Borges *et al.* [13, 103].

Bien que les deux groupes de recherche ci-dessus utilisent des différentes formes des paramètres de résistance (voir le tableau E.2), leurs résultats sont presque pareilles comme présentés sur la figure E.3. En effet, on observe une légère tendance que les estimations de Gathier sont juste inférieures à celles de Cariou *et al.*

Effectivement, outre les deux études ci-dessus pour les matériaux poreux, on n'a pas trouvé le résultat de façon générale, applicable pour tous les critères de forme elliptique. De surcroît, il reste encore des améliorations à ces deux dernières approches lorsque :

- les résultats obtenus sont montrés pour le contact lisse entre l'indenteur et le matériau sollicité. Du fait que ce contact n'est qu'une condition extrême à la surface de contact, la prise en compte des autres conditions est également importante dans cette étude.
- les résultats obtenus sont montrés pour une géométrie fixée lorsque la pointe d'indentation est déjà indentée d'une profondeur h dans le matériau. Ce fait étant clairement pris en défaut par rapport à la réalité que l'indenteur enfonce de pas à pas dans le matériau et cet enfoncement implique une évolution de la surface de contact "indenteur-matériau". Il est donc intéressant de prendre en compte des transformations finies existantes dans ce problème.

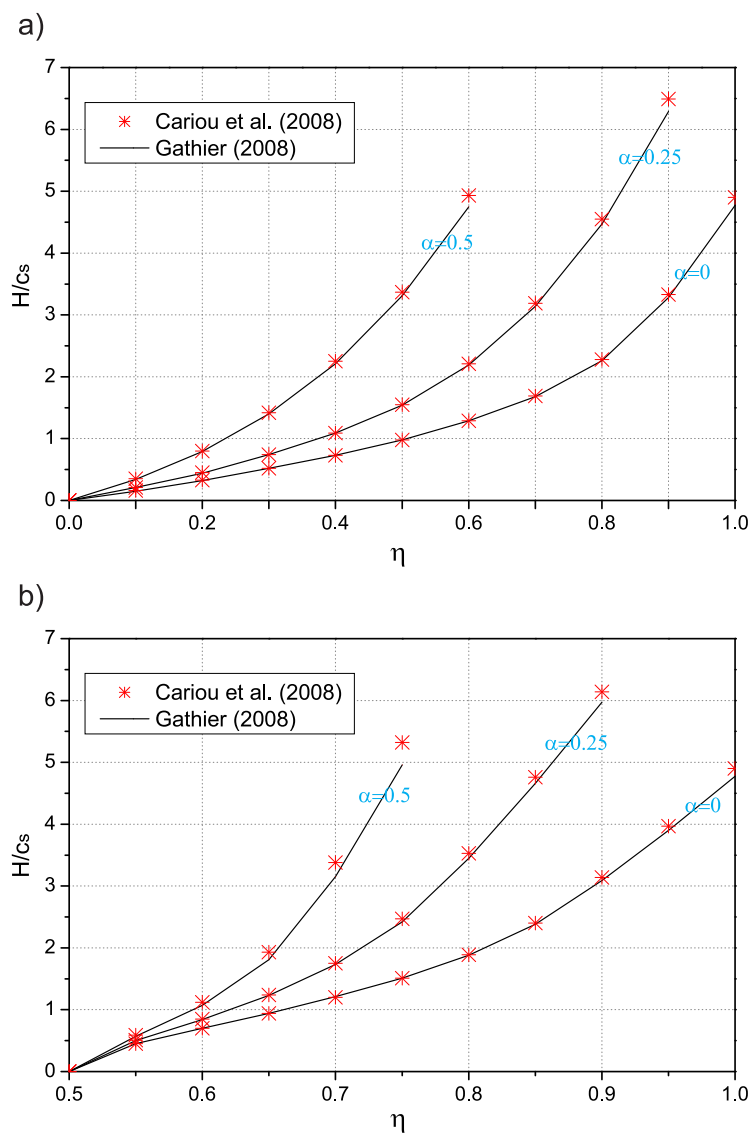


Figure E.3 – Comparaison entre les résultats de Cariou *et al.* avec ceux de Gathier pour : a) Schéma Mori-Tanaka et b) Schéma Auto-cohérent.

Annexe F

Résultats de la simulation numérique

Nous présentons ici les résultats numériques obtenus pour le critère de résistance elliptique pour les deux cas : sans évolution de géométrie §F.1 et avec évolution de géométrie §F.2.

F.1 Simulation sans évolution de géométrie

$b/a \setminus c/a$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
0.0	3.43	3.42	3.37	3.29	3.16	2.98	2.76	2.47	2.08	1.51	0.00
0.1	3.37	3.41	3.41	3.38	3.30	3.19	3.03	2.79	2.47	2.01	0.78
0.2	3.21	3.30	3.35	3.37	3.36	3.31	3.20	3.04	2.79	2.42	1.49
0.3	2.95	3.08	3.19	3.26	3.30	3.31	3.27	3.18	3.01	2.72	2.07
0.4	2.61	2.78	2.93	3.05	3.14	3.20	3.22	3.20	3.12	2.93	2.47
0.5	2.24	2.42	2.59	2.74	2.88	2.98	3.06	3.11	3.10	3.01	2.75
0.6	1.92	2.08	2.24	2.39	2.54	2.68	2.80	2.89	2.96	2.96	2.84
0.7	1.70	1.84	1.98	2.11	2.23	2.35	2.47	2.58	2.68	2.76	2.77
0.8	1.55	1.67	1.79	1.90	2.00	2.11	2.20	2.29	2.37	2.45	2.50
0.9	1.43	1.54	1.64	1.74	1.83	1.92	2.00	2.07	2.14	2.19	2.24
1.0	1.34	1.44	1.53	1.61	1.69	1.77	1.83	1.89	1.95	1.99	2.03

Tableau F.1 – Valeur de H/b en fonction des paramètres du critère de résistance elliptique pour le cas du contact lisse.

$b/a \setminus c/a$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
0.0	3.98	3.97	3.93	3.84	3.69	3.49	3.22	2.88	2.42	1.77	0.00
0.1	3.90	3.95	3.96	3.94	3.86	3.74	3.56	3.30	2.94	2.45	0.93
0.2	3.63	3.75	3.83	3.88	3.88	3.85	3.75	3.59	3.32	2.96	1.76
0.3	3.21	3.39	3.53	3.65	3.72	3.76	3.76	3.69	3.53	3.24	2.43
0.4	2.71	2.92	3.11	3.28	3.42	3.52	3.59	3.61	3.57	3.41	2.93
0.5	2.26	2.45	2.64	2.82	2.99	3.15	3.28	3.37	3.42	3.40	3.16
0.6	1.94	2.11	2.27	2.42	2.57	2.71	2.85	2.98	3.10	3.18	3.13
0.7	1.73	1.87	2.00	2.13	2.26	2.38	2.49	2.60	2.70	2.79	2.85
0.8	1.57	1.69	1.81	1.92	2.03	2.13	2.22	2.31	2.39	2.46	2.52
0.9	1.45	1.56	1.67	1.76	1.85	1.94	2.02	2.09	2.15	2.21	2.25
1.0	1.37	1.46	1.55	1.64	1.72	1.79	1.86	1.91	1.96	2.00	2.04

Tableau F.2 – Valeur de H/b en fonction des paramètres du critère de résistance elliptique pour le cas du contact parfaitement adhérent.

F.2 Simulation avec évolution de géométrie

$b/a \setminus c/a$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
0.0	3.95	3.93	3.87	3.77	3.61	3.42	3.15	2.81	2.36	1.72	0.00
0.1	3.84	3.88	3.87	3.83	3.75	3.61	3.42	3.13	2.75	2.18	0.80
0.2	3.58	3.68	3.73	3.76	3.74	3.67	3.55	3.37	3.08	2.58	1.52
0.3	3.17	3.32	3.44	3.52	3.57	3.57	3.53	3.43	3.24	2.89	2.11
0.4	2.67	2.86	3.02	3.16	3.27	3.34	3.37	3.36	3.27	3.08	2.57
0.5	2.24	2.42	2.60	2.76	2.90	3.02	3.11	3.16	3.17	3.09	2.83
0.6	1.92	2.08	2.24	2.39	2.54	2.68	2.80	2.90	2.96	2.97	2.88
0.7	1.70	1.84	1.98	2.11	2.23	2.35	2.47	2.58	2.68	2.76	2.77
0.8	1.55	1.67	1.79	1.90	2.00	2.11	2.20	2.29	2.37	2.45	2.50
0.9	1.43	1.54	1.64	1.74	1.83	1.92	2.00	2.07	2.14	2.19	2.24
1.0	1.34	1.44	1.53	1.61	1.69	1.77	1.83	1.89	1.95	1.99	2.03

Tableau F.3 – Valeur de H/b en fonction des paramètres du critère de résistance elliptique pour le cas du contact lisse.

$b/a \setminus c/a$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
0.0	4.57	4.54	4.47	4.35	4.18	3.94	3.65	3.24	2.74	2.01	0.00
0.1	4.39	4.45	4.45	4.43	4.35	4.19	3.97	3.68	3.27	2.60	0.95
0.2	4.01	4.15	4.23	4.28	4.28	4.23	4.12	3.93	3.63	3.14	1.78
0.3	3.44	3.64	3.80	3.92	4.00	4.05	4.04	3.96	3.79	3.47	2.47
0.4	2.78	3.00	3.21	3.41	3.56	3.68	3.76	3.79	3.74	3.58	2.98
0.5	2.26	2.46	2.65	2.84	3.02	3.19	3.33	3.44	3.50	3.49	3.20
0.6	1.94	2.11	2.27	2.42	2.57	2.72	2.87	3.00	3.12	3.21	3.17
0.7	1.73	1.87	2.00	2.13	2.26	2.38	2.49	2.60	2.70	2.79	2.85
0.8	1.57	1.69	1.81	1.92	2.03	2.13	2.22	2.31	2.39	2.46	2.52
0.9	1.45	1.56	1.67	1.76	1.85	1.94	2.02	2.09	2.15	2.21	2.25
1.0	1.37	1.46	1.55	1.64	1.72	1.79	1.86	1.91	1.96	2.00	2.04

Tableau F.4 – Valeur de H/b en fonction des paramètres du critère de résistance elliptique pour le cas du contact parfaitement adhérent.

F.3 Interpolation des résultats numériques

Les résultats de simulation numérique d'un essai d'indentation d'une pointe Berkovich (également utilisée expérimentalement) dans un matériau à critère de résistance elliptique ont été présentés dans le chapitre 3. A partir de ces résultats, on cherche maintenant la relation algébrique entre la dureté et les paramètres (a,b,c) de l'ellipse (équation (3.57)). Il faut noter que ces paramètres sont fonction des propriétés de résistance (c_s et α_s) du solide C-S-H et des propriétés de la microstructure (η et η_0) (d'après Dormieux *et al.* [39]).

Posant $x = b/a$, $y = c/a$ et $z = H/b$, l'équation (3.86) devient $z = f(x,y)$ qui présente une surface en 3D dans le repère (x,y,z) . Nous cherchons une fonction f de la forme suivante :

$$z_m(x, y) = \sum_{k=0}^m z_k(x, y) \tag{F.1}$$

où m est la valeur de l'ordre maximale dans la fonction cherchée et le terme $z_k(x, y)$ comporte tous les paramètres à l'ordre k de la fonction définis par :

$$\begin{array}{rcccccc}
 z_0 : & & & & & 1 \\
 z_1 : & & & x & & y \\
 z_2 : & & & x^2 & xy & y^2 \\
 z_3 : & & x^3 & x^2y & xy^2 & y^3 \\
 z_4 : & x^4 & x^3y & x^2y^2 & xy^3 & y^4 \\
 \vdots & \ddots & & \vdots & & \ddots
 \end{array} \tag{F.2}$$

A titre d'exemple, la forme de la fonction d'ordre 2 ($m = 2$) s'écrit :

$$z_2(x, y) = z_0 + z_1 + z_2 = d_1 + d_2x + d_3y + d_4x^2 + d_5xy + d_6y^2 \tag{F.3}$$

où d_j sont des constantes de la fonction telles que : $z_0 = d_1$; $z_1 = d_2x + d_3y$ et $z_2 = d_4x^2 + d_5xy + d_6y^2$.

Pour chaque valeur de m , on peut donner une fonction d'ajustement dont les coefficients d_j sont déterminés en minimisant l'erreur quadratique entre les données obtenues dans la simulation numérique (z_i) et celles de la fonction choisie (zm_i) :

$$E = \min \sum_{i=1}^n (z_i - zm_i)^2 \tag{F.4}$$

où n est le nombre des données de la simulation numérique. Après avoir déterminé les fonctions d'ajustement, on peut les comparer en calculant le rapport entre l'erreur quadratique moyenne ($EQM = \sqrt{E/n}$) et la valeur moyenne des données de la simulation numérique

$$\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i :$$

$$I = \frac{EQM}{\bar{z}} \tag{F.5}$$

Sur la figure F.1, la valeur I est évidemment en relation inverse de l'ordre de la fonction d'ajustement car la fonction de l'ordre plus grand contient plus de paramètres de la fonction de l'ordre plus petit. On obtient $I \approx 1\%$ pour les quatre cas étudiés dans le chapitre 3 (SL, SA, AL et AA) à partir de l'ordre 5. Sur la figure F.2, on constate le bon accord entre les données de la simulation numérique et celles obtenues par la fonction d'ajustement d'ordre 5. Nous choisissons donc finalement une fonction d'ordre 5 ($z5(x,y)$ définie équation (F.1)). La relation entre la dureté H et les paramètres (a,b,c) s'écrit par l'équation (F.6) dont 21 constantes sont présentés tableau F.5 pour les quatre cas étudiés.

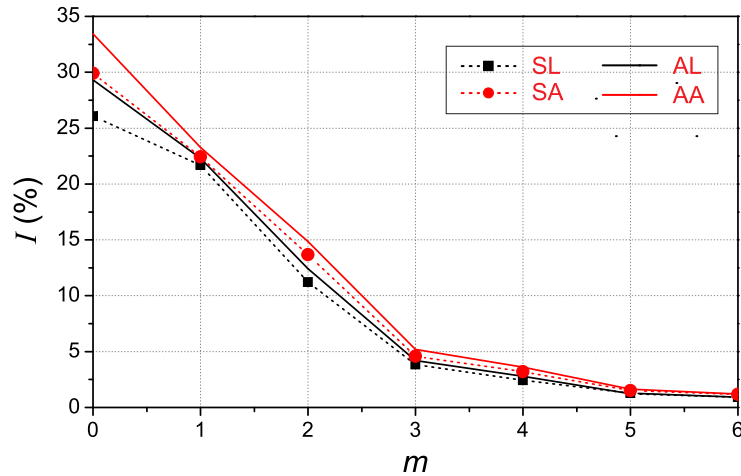


Figure F.1 – Les valeurs I en fonction de l'ordre m de la fonction d'ajustement pour les cas : a) sans évolution/lisse (SL), b) sans évolution/adhérent (SA), c) avec évolution/lisse (AL) et d) avec évolution/adhérent (AA).

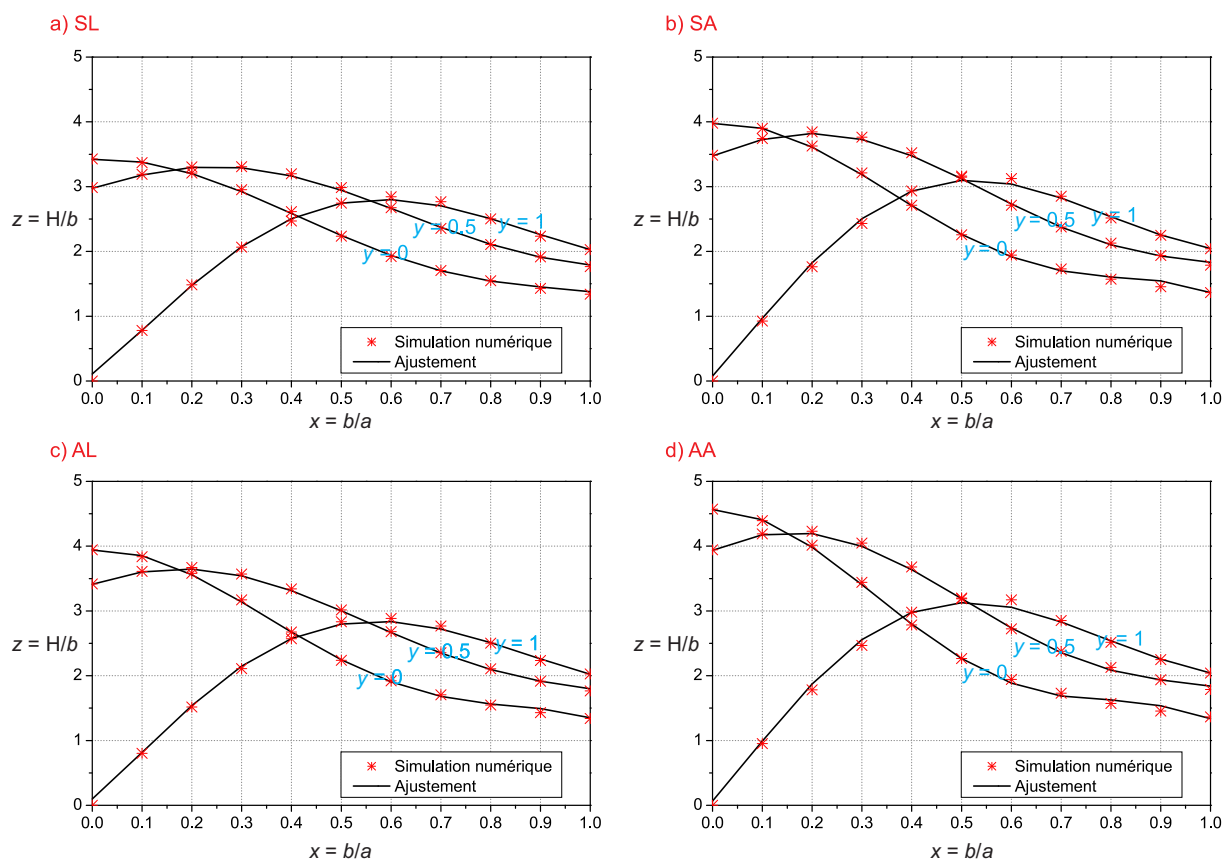


Figure F.2 – Comparaison entre les données de la simulation numérique et celles obtenues par la fonction d’ajustement pour $y = c/a = 0, 0.5$ et 1 dans les cas : SL, SA, AL et AA

$$\begin{aligned}
 \frac{H}{b} = & \overbrace{d_1}^{z_0} + \overbrace{d_2 \left(\frac{b}{a}\right) + d_3 \left(\frac{c}{a}\right)}^{z_1} + \overbrace{d_4 \left(\frac{b}{a}\right)^2 + d_5 \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right) + d_6 \left(\frac{c}{a}\right)^2}^{z_2} \\
 & + \overbrace{d_7 \left(\frac{b}{a}\right)^3 + d_8 \left(\frac{b}{a}\right)^2 \left(\frac{c}{a}\right) + d_9 \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^2 + d_{10} \left(\frac{c}{a}\right)^3}^{z_3} \\
 & + \overbrace{d_{11} \left(\frac{b}{a}\right)^4 + d_{12} \left(\frac{b}{a}\right)^3 \left(\frac{c}{a}\right) + d_{13} \left(\frac{b}{a}\right)^2 \left(\frac{c}{a}\right)^2 + d_{14} \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^3 + d_{15} \left(\frac{c}{a}\right)^4}^{z_4} \\
 & + \overbrace{d_{16} \left(\frac{b}{a}\right)^5 + d_{17} \left(\frac{b}{a}\right)^4 \left(\frac{c}{a}\right) + d_{18} \left(\frac{b}{a}\right)^3 \left(\frac{c}{a}\right)^2 + d_{19} \left(\frac{b}{a}\right)^2 \left(\frac{c}{a}\right)^3 + d_{20} \left(\frac{b}{a}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^4 + d_{21} \left(\frac{c}{a}\right)^5}^{z_5}
 \end{aligned}
 \tag{F.6}$$

d_j	SL	SA	AL	AA
d_1	3.4233	3.9768	3.9420	4.5649
d_2	0.2809	0.4511	0.4079	0.1154
d_3	0.2832	0.4040	0.1857	0.2367
d_4	-7.3540	-12.8772	-13.9858	-18.2384
d_5	5.3371	6.7325	6.4611	8.6904
d_6	-2.8058	-3.1795	-3.0772	-3.4350
d_7	-0.0480	4.1616	10.364	12.9073
d_8	4.0291	6.5365	6.2126	5.8037
d_9	2.6850	3.8488	0.7460	3.0820
d_{10}	-2.5158	-4.0706	-2.0998	-4.4174
d_{11}	11.7581	18.6151	8.9768	16.8854
d_{12}	-25.6851	-41.0105	-35.6498	-48.2728
d_{13}	19.5726	25.1113	25.4618	31.9431
d_{14}	-18.6549	-23.3897	-19.1664	-26.6428
d_{15}	11.9072	16.2456	11.8878	18.1192
d_{16}	-6.6833	-12.9631	-8.3535	-14.8982
d_{17}	15.3923	26.4590	22.1445	32.6014
d_{18}	-8.3012	-11.5650	-11.3330	-15.8996
d_{19}	-6.8859	-8.8757	-8.5072	-9.5805
d_{20}	16.4756	20.7341	18.1440	23.4791
d_{21}	-10.1830	-13.3012	-10.7390	-15.0030

Tableau F.5 – Paramètres de la fonction d’ajustement de l’ordre 5 pour les quatre cas : SL, SA, AL et AA.

Annexe G

Résultats d'identification

G.1 Densité des phases C-S-H

Nous présentons, sur le tableau [G.1](#), la densité des phases LD et HD C-S-H obtenue par la méthode d'identification.

	η_{LD}	η_{HD}
P28-0SV	0.687 ± 0.011	0.757 ± 0.015
P38-0SV	0.687 ± 0.011	0.752 ± 0.014
P50-0SV	0.674 ± 0.010	0.732 ± 0.013
P28-10SV	0.671 ± 0.009	0.736 ± 0.012
P33-10SV	0.671 ± 0.009	0.722 ± 0.011
P38-10SV	0.691 ± 0.010	0.740 ± 0.012
P38-0LC	0.693 ± 0.011	0.766 ± 0.015

Tableau G.1 – Densité des phases LD et HD C-S-H.

G.2 Propriétés de résistance du solide C-S-H

Nous présentons ici les propriétés de résistance (c_s et α_s) du solide C-S-H, obtenues par la méthode d'identification. Ces résultats sont respectivement détaillés dans les tableaux [G.2](#) et [G.3](#) pour la simulation sans et avec évolution de géométrie.

	SL		SA	
	c_s (GPa)	α_s	c_s (GPa)	α_s
P28-0SV	0.509±0.001	0.169±0.044	0.491±0.001	0.185±0.043
P38-0SV	0.495±0.001	0.175±0.043	0.478±0.001	0.191±0.042
P50-0SV	0.530±0.005	0.255±0.036	0.521±0.006	0.262±0.035
P28-10SV	0.648±0.011	0.093±0.028	0.595±0.005	0.139±0.032
P33-10SV	0.637±0.004	0.140±0.033	0.585±0.002	0.186±0.035
P38-10SV	0.529±0.004	0.235±0.035	0.527±0.004	0.235±0.035
P38-0LC	0.482±0.002	0.211±0.040	0.485±0.002	0.205±0.041

Tableau G.2 – Propriétés de résistance du solide C-S-H obtenues par la simulation sans évolution de géométrie pour les deux cas de contact : a) lisse (SL) et b) parfaitement adhérent (SA).

	AL		AA	
	c_s (GPa)	α_s	c_s (GPa)	α_s
P28-0SV	0.495±0.001	0.186±0.043	0.486±0.001	0.193±0.043
P38-0SV	0.482±0.001	0.193±0.042	0.473±0.001	0.200±0.041
P50-0SV	0.523±0.006	0.266±0.035	0.519±0.006	0.267±0.035
P28-10SV	0.614±0.007	0.126±0.031	0.573±0.003	0.164±0.034
P33-10SV	0.602±0.003	0.175±0.034	0.565±0.002	0.209±0.035
P38-10SV	0.526±0.004	0.242±0.035	0.528±0.003	0.239±0.035
P38-0LC	0.482±0.002	0.213±0.041	0.486±0.001	0.206±0.042

Tableau G.3 – Propriétés de résistance du solide C-S-H obtenues par la simulation avec évolution de géométrie pour les deux cas de contact : a) lisse (AL) et b) parfaitement adhérent (AA).

G.3 Paramètres de résistance des phases LD et HD C-S-H

Nous présentons ici les paramètres de résistance (a_{LD}, b_{LD}, c_{LD}) de LD C-S-H et (a_{HD}, b_{HD}, c_{HD}) de HD C-S-H. Les résultats pour LD C-S-H sont détaillés dans les tableaux G.4 et G.5 tandis que les résultats pour HD C-S-H sont détaillés dans les tableaux G.6 et G.7.

	SL			SA		
	a_{LD} (GPa)	b_{LD} (GPa)	c_{LD} (GPa)	a_{LD} (GPa)	b_{LD} (GPa)	c_{LD} (GPa)
P28-0SV	0.492±0.020	0.396±0.010	0.109±0.019	0.480±0.018	0.384±0.009	0.116±0.018
P38-0SV	0.482±0.018	0.386±0.009	0.111±0.018	0.470±0.016	0.375±0.008	0.118±0.017
P50-0SV	0.505±0.011	0.407±0.005	0.162±0.013	0.499±0.010	0.401±0.004	0.164±0.012
P28-10SV	0.549±0.015	0.468±0.005	0.062±0.015	0.513±0.016	0.433±0.007	0.088±0.014
P33-10SV	0.549±0.017	0.464±0.008	0.094±0.016	0.516±0.015	0.431±0.008	0.118±0.015
P38-10SV	0.552±0.013	0.428±0.005	0.174±0.015	0.550±0.013	0.426±0.005	0.174±0.015
P38-0LC	0.498±0.015	0.389±0.007	0.142±0.017	0.498±0.016	0.390±0.008	0.137±0.017

Tableau G.4 – Paramètres de résistance (a_{LD}, b_{LD}, c_{LD}) de LD C-S-H obtenus par la simulation sans évolution de géométrie pour les deux cas de contact : a) lisse (SL) et b) parfaitement adhérent (SA).

	AL			AA		
	a_{LD} (GPa)	b_{LD} (GPa)	c_{LD} (GPa)	a_{LD} (GPa)	b_{LD} (GPa)	c_{LD} (GPa)
P28-0SV	0.485±0.018	0.388±0.009	0.118±0.018	0.478±0.017	0.381±0.009	0.121±0.017
P38-0SV	0.474±0.016	0.378±0.008	0.120±0.017	0.468±0.016	0.372±0.008	0.123±0.016
P50-0SV	0.502±0.010	0.403±0.004	0.168±0.012	0.499±0.010	0.400±0.004	0.168±0.012
P28-10SV	0.526±0.016	0.446±0.007	0.082±0.015	0.500±0.016	0.420±0.008	0.101±0.014
P33-10SV	0.528±0.016	0.442±0.008	0.114±0.015	0.507±0.014	0.420±0.007	0.130±0.014
P38-10SV	0.552±0.012	0.427±0.005	0.179±0.015	0.552±0.003	0.428±0.005	0.177±0.015
P38-0LC	0.499±0.015	0.389±0.007	0.144±0.017	0.500±0.016	0.391±0.008	0.138±0.018

Tableau G.5 – Paramètres de résistance (a_{LD}, b_{LD}, c_{LD}) de LD C-S-H obtenus par la simulation avec évolution de géométrie pour les deux cas de contact : a) lisse (AL) et b) parfaitement adhérent (AA).

ANNEXE G. RÉSULTATS D'IDENTIFICATION

	SL			SA		
	a_{HD} (GPa)	b_{HD} (GPa)	c_{HD} (GPa)	a_{HD} (GPa)	b_{HD} (GPa)	c_{HD} (GPa)
P28-0SV	0.743±0.031	0.491±0.009	0.215±0.035	0.730±0.027	0.478±0.008	0.232±0.033
P38-0SV	0.706±0.027	0.473±0.009	0.209±0.032	0.695±0.024	0.460±0.007	0.225±0.029
P50-0SV	0.738±0.015	0.500±0.003	0.297±0.021	0.733±0.014	0.494±0.002	0.303±0.020
P28-10SV	0.789±0.028	0.572±0.006	0.116±0.027	0.746±0.027	0.533±0.007	0.165±0.025
P33-10SV	0.741±0.026	0.549±0.009	0.157±0.025	0.706±0.021	0.513±0.008	0.199±0.023
P38-10SV	0.753±0.017	0.505±0.004	0.287±0.023	0.751±0.017	0.503±0.004	0.288±0.023
P38-0LC	0.785±0.023	0.490±0.005	0.296±0.031	0.782±0.024	0.491±0.006	0.286±0.032

Tableau G.6 – Paramètres de résistance (a_{HD}, b_{HD}, c_{HD}) de HD C-S-H obtenus par la simulation sans évolution de géométrie pour les deux cas de contact : a) lisse (SL) et b) parfaitement adhérent (SA).

	AL			AA		
	a_{HD} (GPa)	b_{HD} (GPa)	c_{HD} (GPa)	a_{HD} (GPa)	b_{HD} (GPa)	c_{HD} (GPa)
P28-0SV	0.738±0.027	0.483±0.008	0.236±0.033	0.730±0.026	0.476±0.007	0.242±0.032
P38-0SV	0.702±0.024	0.465±0.007	0.229±0.030	0.695±0.023	0.458±0.007	0.235±0.029
P50-0SV	0.739±0.014	0.497±0.002	0.310±0.020	0.736±0.014	0.494±0.002	0.310±0.020
P28-10SV	0.763±0.027	0.547±0.007	0.153±0.025	0.733±0.025	0.518±0.008	0.191±0.025
P33-10SV	0.719±0.023	0.526±0.008	0.191±0.023	0.699±0.019	0.502±0.006	0.221±0.022
P38-10SV	0.757±0.016	0.504±0.004	0.298±0.022	0.756±0.017	0.505±0.004	0.294±0.023
P38-0LC	0.788±0.023	0.492±0.005	0.301±0.032	0.786±0.025	0.493±0.006	0.288±0.033

Tableau G.7 – Paramètres de résistance (a_{HD}, b_{HD}, c_{HD}) de HD C-S-H obtenus par la simulation avec évolution de géométrie pour les deux cas de contact : a) lisse (AL) et b) parfaitement adhérent (AA).

Bibliographie

- [1] P. Acker et al. Micromechanical analysis of creep and shrinkage mechanisms. *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and other quasi-brittle Materials*, Cambridge, MA, pages 15–25, 2001.
- [2] J. M. Antunes, L. F. Menezes, and J. V. Fernandes. Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests. *International Journal of Solids and Structures*, 43(3) :784–806, 2006.
- [3] J. M. Antunes, L. F. Menezes, and J. V. Fernandes. Influence of Vickers tip imperfection on depth sensing indentation tests. *International Journal of Solids and Structures*, 44(9) :2732–2747, 2007.
- [4] P. Aubert and O. Maciejak. *Mesure de dureté par nano-indentation*. Ed. Techniques Ingénieur.
- [5] M. Aubertin, L. Li, R. Simon, and B. Bussière. *A general plasticity and failure criterion for materials of variable porosity*. Montréal : École polytechnique, 2003.
- [6] J.-F. Barthelemy. *Approche micromécanique de la rupture et de la fissuration dans les géomatériaux*. PhD thesis, Ecole des Ponts ParisTech, 2005.
- [7] J.-F. Barthélémy and L. Dormieux. Détermination du critère de rupture macroscopique d'un milieu poreux par homogénéisation non linéaire. *Comptes Rendus Mécanique*, 331(4) :271–276, 2003.
- [8] J. J. Beaudoin. Comparison of mechanical properties of compacted calcium hydroxide and Portland cement paste systems. *Cement and Concrete Research*, 13(3) :319–324, 1983.
- [9] S. Bec, A. Tonck, J.-M. Georges, E. Georges, and J. L. Loubet. Improvements in the indentation method with a surface force apparatus. *Philosophical Magazine A*, 74(5) :1061–1072, 1996.
- [10] F. Bignonnet, L. Dormieux, and E. Lemarchand. Strength of a matrix with elliptic criterion reinforced by rigid inclusions with imperfect interfaces. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 52 :95–106, 2015.
- [11] E. Bonaccorsi, S. Merlino, and A. R. Kampf. The Crystal Structure of Tobermorite 14 Å (Plombierite), a C-S-H Phase. *Journal of the American Ceramic Society*, 88(3) :505–512, 2005.
- [12] E. Bonaccorsi, S. Merlino, and H. F. W. Taylor. The crystal structure of jennite, $Ca_9Si_6O_{18}(OH)_6 \cdot 8H_2O$. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1481–1488, 2004.
- [13] L. A. Borges, N. Zouain, and A. E. Huespe. A nonlinear optimization procedure for limit analysis. *European Journal of Mechanics Series A Solids*, 15 :487–512, 1996.
- [14] K.-D. Bouzakis, N. Michailidis, S. Hadjiyiannis, G. Skordaris, and G. Erkens. The effect of specimen roughness and indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress-strain laws by nanoindentation. *Materials Characterization*, 49(2) :149–156, 2002.
- [15] P. Brammer, X. Hernot, G. Mauvoisin, O. Bartier, and S.-S. Sablin. A method to take account of the geometrical imperfections of quasi-spherical indenters. *Materials and Design*, 49 :406–413, 2013.
- [16] J. D. Bressan, A. Tramontin, and C. Rosa. Modeling of nanoindentation of bulk and thin film by finite element method. *Wear*, 258(1) :115–122, 2005.
- [17] H. J. H. Brouwers. The work of Powers and Brownyard revisited : Part 1. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1697–1716, 2004.
- [18] H. Bückle, J. W. Westbrook, and H. Conrad. The science of hardness testing and its research applications. *American Society for Metals, Materials Park, Ohio*, 1973.
- [19] S. I. Bulychyev, V. P. Alekhin, M. H. Shorshorov, A. P. Ternovskii, and G. D. Shnyrev. Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram. *Ind. Lab.*, 41(9) :1409–1412, 1975.

- [20] N. A. Burnham, S. P. Baker, and H. M. Pollock. Model for mechanical properties nanopores. *Journal of Materials Research*, 15(09) :2006–2014, 2000.
- [21] S. Cariou, F.-J. Ulm, and L. Dormieux. Hardness-packing density scaling relations for cohesive-frictional porous materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(3) :924–952, 2008.
- [22] G. Chanvillard. Le matériau béton : connaissances générales. *Les cours de l'ENTPE*, 1999.
- [23] J. J. Chen, L. Sorelli, M. Vandamme, F.-J. Ulm, and G. Chanvillard. A coupled nanoindentation/SEM-EDS study on low water/cement ratio Portland cement paste : Evidence for C-S-H/ $Ca(OH)_2$ nanocomposites. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(5) :1484–1493, 2010.
- [24] J. J. Chen, J. J. Thomas, H. F. W. Taylor, and H. M. Jennings. Solubility and structure of calcium silicate hydrate. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1499–1519, 2004.
- [25] L. Chen, A. Ahadi, J. Zhou, and J.-E. Ståhl. Modeling effect of surface roughness on nanoindentation tests. *Procedia CIRP*, 8 :334–339, 2013.
- [26] Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *Journal of Applied Physics*, 84(3) :1284–1291, 1998.
- [27] Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 44(4) :91–149, 2004.
- [28] G. Constantinides. *Invariant mechanical properties of calcium-silicate-hydrates (C-S-H) in cement-based materials : instrumented nanoindentation and microporomechanical modeling*. PhD thesis, Massachusetts Institute of Technology, 2006.
- [29] G. Constantinides, K. S. Ravi Chandran, F.-J. Ulm, and K. J. Van Vliet. Grid indentation analysis of composite microstructure and mechanics : principles and validation. *Materials Science and Engineering : A*, 430(1) :189–202, 2006.
- [30] G. Constantinides and F.-J. Ulm. The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials : Results from nanoindentation and micromechanical modeling. *Cement and Concrete Research*, 34(1) :67–80, 2004.
- [31] G. Constantinides and F.-J. Ulm. The nanogranular nature of C-S-H. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(1) :64–90, 2007.
- [32] M. M. Costoya Fernández. Effect of particle size on the hydration kinetics and microstructural development of tricalcium silicate. 2008.
- [33] W. R. L. Da Silva, J. Němeček, and P. Štemberk. Application of multiscale elastic homogenization based on nanoindentation for high performance concrete. *Advances in Engineering Software*, 62 :109–118, 2013.
- [34] D. Davydov, M. Jirásek, and L. Kopecký. Critical aspects of nano-indentation technique in application to hardened cement paste. *Cement and Concrete Research*, 41(1) :20–29, 2011.
- [35] P. de Buhan. *Plasticité et calcul à la rupture*. Presses des Ponts, 2007.
- [36] S. Diamond. The microstructure of cement paste and concrete—a visual primer. *Cement and Concrete Composites*, 26(8) :919–933, 2004.
- [37] M. F. Doerner and W. D. Nix. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research*, 1(04) :601–609, 1986.
- [38] E. Donnelly, S. P. Baker, A. L. Boskey, and M. C. H. van der Meulen. Effects of surface roughness and maximum load on the mechanical properties of cancellous bone measured by nanoindentation. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 77(2) :426–435, 2006.
- [39] L. Dormieux, D. Kondo, and F.-J. Ulm. *Microporomechanics*. John Wiley & Sons, 2006.
- [40] K. Durst, M. Göken, and H. Vehoff. Finite element study for nanoindentation measurements on two-phase materials. *Journal of Materials Research*, 19(01) :85–93, 2004.
- [41] C. Famy, K. L. Scrivener, A. Atkinson, and A. R. Brough. Effects of an early or a late heat treatment on the microstructure and composition of inner C-S-H products of Portland cement mortars. *Cement and Concrete Research*, 32(2) :269–278, 2002.

- [42] R. F. Feldman and P. J. Sereda. A model for hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties. *Materiaux et Construction*, 1(6) :509–520, 1968.
- [43] A. C. Fischer-Cripps. *Nanoindentation*, volume 1. Springer, 2011.
- [44] E. Gallucci, X. Zhang, and K. L. Scrivener. Effect of temperature on the microstructure of calcium silicate hydrate (CSH). *Cement and Concrete Research*, 53 :185–195, 2013.
- [45] F. P. Ganneau, G. Constantinides, and F.-J. Ulm. Dual-indentation technique for the assessment of strength properties of cohesive-frictional materials. *International Journal of Solids and Structures*, 43(6) :1727–1745, 2006.
- [46] B. Gathier. *Multiscale strength homogenization : application to shale nanoindentation*. PhD thesis, Massachusetts Institute of Technology, 2008.
- [47] R. J. Green. A plasticity theory for porous solids. *International Journal of Mechanical Sciences*, 14(4) :215–224, 1972.
- [48] G. Guillonneau. *Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température*. PhD thesis, Ecully, Ecole centrale de Lyon, 2012.
- [49] A. L. Gurson. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I-Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99(1) :2–15, 1977.
- [50] S. A. Hamid. The crystal structure of the 11 Å natural tobermorite $Ca_{2.25}[Si_3O_{7.5}(OH)_{1.5}].1H_2O$. *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials*, 154(1-4) :189–198, 1981.
- [51] Z. He, L. Dormieux, and D. Kondo. Strength properties of a Drucker-Prager porous medium reinforced by rigid particles. *International Journal of Plasticity*, 51 :218–240, 2013.
- [52] Z. He, L. Dormieux, E. Lemarchand, and D. Kondo. Cohesive Mohr-Coulomb interface effects on the strength criterion of materials with granular-based microstructure. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 42 :430–440, 2013.
- [53] A. V. Hershey. The elasticity of an isotropic aggregate of anisotropic cubic crystals. *Journal of Applied mechanics-transactions of the ASME*, 21(3) :236–240, 1954.
- [54] G. Hochstetter, A. Jimenez, and J. L. Loubet. Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements. *Journal of Macromolecular Science-Physics*, 38(5-6) :681–692, 1999.
- [55] T. Howind, J. J. Hughes, W. Zhu, F. Puertas, S. Goñi Elizalde, M. S. Hernandez, A. Guerrero Bustos, M. Palacios, and J. S. Dolado. Mapping of mechanical properties of cement paste microstructures. 2011.
- [56] C. Hu and Z. Li. Micromechanical investigation of Portland cement paste. *Construction and Building Materials*, 71 :44–52, 2014.
- [57] C. Hu, Z. Li, Y. Gao, Y. Han, and Y. Zhang. Investigation on microstructures of cementitious composites incorporating slag. *Advances in Cement Research*, 26(4) :222–232, 2013.
- [58] Y. Huang, F. Zhang, K. C. Hwang, W. D. Nix, G. M. Pharr, and G. Feng. A model of size effects in nano-indentation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 54(8) :1668–1686, 2006.
- [59] J. J. Hughes and P. Trtik. Micro-mechanical properties of cement paste measured by depth-sensing nanoindentation : a preliminary correlation of physical properties with phase type. *Materials Characterization*, 53(2) :223–231, 2004.
- [60] H. M. Jennings. A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. *Cement and Concrete Research*, 30(1) :101–116, 2000.
- [61] H. M. Jennings. Colloid model of C-S-H and implications to the problem of creep and shrinkage. *Materials and Structures*, 37(1) :59–70, 2004.
- [62] H. M. Jennings and P. D. Tennis. Model for the developing microstructure in Portland cement pastes. *Journal of the American Ceramic Society*, 77(12) :3161–3172, 1994.

- [63] H. M. Jennings, J. J. Thomas, J. S. Gevrenov, G. Constantinides, and F.-J. Ulm. A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 37(3) :329–336, 2007.
- [64] W.-G. Jiang, J.-J. Su, and X.-Q. Feng. Effect of surface roughness on nanoindentation test of thin films. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(17) :4965–4972, 2008.
- [65] S.-K. Kang, Y.-C. Kim, Y.-H. Lee, J.-Y. Kim, and D. Kwon. Determining effective radius and frame compliance in spherical nanoindentation. *Materials Science and Engineering : A*, 538 :58–62, 2012.
- [66] J.-Y. Kim, S.-K. Kang, J.-J. Lee, J.-I. Jang, Y.-H. Lee, and D. Kwon. Influence of surface-roughness on indentation size effect. *Acta Materialia*, 55(10) :3555–3562, 2007.
- [67] F. Knoop, C. G. Peters, and W. B. Emerson. A sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurements. *Journal of Research of the National Bureau of standards*, 23(1) :39–61, 1939.
- [68] J. Koplik and A. Needleman. Void growth and coalescence in porous plastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, 24(8) :835–853, 1988.
- [69] E. Kröner. Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls. *Zeitschrift für Physik*, 151(4) :504–518, 1958.
- [70] J. Kumar and M. Chakraborty. Upper-bound axisymmetric limit analysis using the Mohr-Coulomb yield criterion, finite elements, and linear optimization. *Journal of Engineering Mechanics*, 140(12), 2014.
- [71] J. Kumar and V. N. Khatri. Bearing capacity factors of circular foundations for a general $c-\phi$ soil using lower bound finite elements limit analysis. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 35(3) :393–405, 2011.
- [72] W. Kurdowski. *Cement and concrete chemistry*. Springer Science & Business, 2014.
- [73] O. Kusakabe, H. Suzuki, and A. Nakase. An upper bound calculation on bearing capacity of a circular footing on a non-homogeneous clay. *Soils and Foundations*, 26(3) :143–148, 1986.
- [74] B. Lagerblad, H. M. Jennings, and J. J. Chen. Modification of cement paste with silica fume—a NMR study. *Special Publication-Royal Society of Chemistry*, 292 :123–134, 2004.
- [75] R. Le Roy. *Déformations instantanées et différées des bétons à hautes performances*. PhD thesis, École Nationale des Ponts et Chaussées, 1995.
- [76] X. Li and B. Bhushan. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Materials Characterization*, 48(1) :11–36, 2002.
- [77] J. Lin. *Modélisation numérique de l'endommagement des matériaux poreux ductiles et application aux géomatériaux*. PhD thesis, Lille 1, 2009.
- [78] J. L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, and B. Gauthier-Manuel. Nanoindentation with a surface force apparatus. In *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, pages 429–447. Springer, 1993.
- [79] J. L. Loubet, J. M. Georges, O. Marchesini, and G. Meille. Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO). *Journal of Tribology*, 106(1) :43–48, 1984.
- [80] J. L. Loubet, J. M. Georges, and G. Meille. Vickers indentation curves of elastoplastic materials. *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP*, 889 :72–89, 1986.
- [81] B. N. Lucas, W. C. Oliver, and J. E. Swindeman. The dynamics of frequency-specific, depth-sensing indentation testing. In *MRS Proceedings*, volume 522, page 3. Cambridge Univ Press, 1998.
- [82] S. Maghous, L. Dormieux, and J. F. Barthélémy. Micromechanical approach to the strength properties of frictional geomaterials. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 28(1) :179–188, 2009.
- [83] C. M. Martin. ABC-Analysis of bearing capacity. Available online from [www-civil. eng. ox. ac. uk/people/cmm/software/abc](http://www-civil.eng.ox.ac.uk/people/cmm/software/abc), 2004.
- [84] P. K. Mehta, P. J. M. Monteiro, and M.-H. Education. *Concrete : microstructure, properties, and materials*, volume 3. McGraw-Hill New York, 2006.
- [85] S. Merlino, E. Bonaccorsi, and T. Armbruster. The real structure of tobermorite 11Å normal and anomalous forms, OD character and polytypic modifications. *European Journal of Mineralogy*, 13(3) :577–590, 2001.

- [86] M. Miller, C. Bobko, M. Vandamme, and F.-J. Ulm. Surface roughness criteria for cement paste nanoindentation. *Cement and Concrete Research*, 38(4) :467–476, 2008.
- [87] P. Mondal, S. P. Shah, and L. Marks. A reliable technique to determine the local mechanical properties at the nanoscale for cementitious materials. *Cement and Concrete Research*, 37(10) :1440–1444, 2007.
- [88] P. J. M. Monteiro and C. T. Chang. The elastic moduli of calcium hydroxide. *Cement and Concrete Research*, 25(8) :1605–1609, 1995.
- [89] A. C. A. Muller. *Characterization of porosity and C-S-H in cement pastes by 1H NMR*. PhD thesis, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2014.
- [90] A. C. A. Muller, K. L. Scrivener, A. M. Gajewicz, and P. J. McDonald. Densification of C-S-H measured by 1H NMR relaxometry. *The Journal of Physical Chemistry C*, 117(1) :403–412, 2012.
- [91] A. C. A. Muller, K. L. Scrivener, J. Skibsted, A. M. Gajewicz, and P. J. McDonald. Influence of silica fume on the microstructure of cement pastes : New insights from 1H NMR relaxometry. *Cement and Concrete Research*, 74 :116–125, 2015.
- [92] W. D. Nix and H. Gao. Indentation size effects in crystalline materials : a law for strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46(3) :411–425, 1998.
- [93] A. Nonat. The structure and stoichiometry of C-S-H. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1521–1528, 2004.
- [94] W. C. Oliver and G. M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(06) :1564–1583, 1992.
- [95] W. C. Oliver and G. M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(01) :3–20, 2004.
- [96] B. Ortega, J. A. and Gathier and F.-J. Ulm. Homogenization of cohesive-frictional strength properties of porous composites : Linear comparison composite approach. *Journal of Nanomechanics and Micromechanics*, 1(1) :11–23, 2011.
- [97] G. Perrin and J. B. Leblond. Analytical study of a hollow sphere made of plastic porous material and subjected to hydrostatic tension-application to some problems in ductile fracture of metals. *International Journal of Plasticity*, 6(6) :677–699, 1990.
- [98] G. M. Pharr, W. C. Oliver, and F. R. Brotzen. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *Journal of Materials Research*, 7(03) :613–617, 1992.
- [99] P. Ponte Castañeda. The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39(1) :45–71, 1991.
- [100] P. Ponte Castañeda. Exact second-order estimates for the effective mechanical properties of nonlinear composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(6) :827–862, 1996.
- [101] P. Ponte Castañeda. Second-order homogenization estimates for nonlinear composites incorporating field fluctuations : I-theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(4) :737–757, 2002.
- [102] A. R. S. Ponter and K. F. Carter. Limit state solutions, based upon linear elastic solutions with a spatially varying elastic modulus. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 140(3) :237–258, 1997.
- [103] I. D. S. Pontes Fo, L. A. Borges, N. Zouain, and F. R. Lopes. An approach to limit analysis with cone-shaped yield surfaces. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 40(21) :4011–4032, 1997.
- [104] T. C. Powers and T. L. Brownyard. *Studies of the physical properties of hardened portland cement paste*. Bulletin. Portland Cement Association, Research Laboratories, 1948.
- [105] M. Qasmi and P. Delobelle. Influence of the average roughness Rms on the precision of the Young’s modulus and hardness determination using nanoindentation technique with a Berkovich indenter. *Surface and Coatings Technology*, 201(3) :1191–1199, 2006.

- [106] M. J. Abdolhosseini Qomi, K. J. Krakowiak, M. Bauchy, K. L. Stewart, R. Shahsavari, D. Jagannathan, D. B. Brommer, A. Baronnet, M. J. Buehler, S. Yip, et al. Combinatorial molecular optimization of cement hydrates. *Nature Communications*, 5, 2014.
- [107] I. G. Richardson. The nature of C-S-H in hardened cements. *Cement and Concrete Research*, 29(8) :1131–1147, 1999.
- [108] I. G. Richardson. Tobermorite/jennite-and tobermorite/calcium hydroxide-based models for the structure of C-S-H : applicability to hardened pastes of tricalcium silicate, β -dicalcium silicate, Portland cement, and blends of Portland cement with blast-furnace slag, metakaolin, or silica fume. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1733–1777, 2004.
- [109] I. G. Richardson. The calcium silicate hydrates. *Cement and Concrete Research*, 38(2) :137–158, 2008.
- [110] I. G. Richardson and G. W. Groves. Models for the composition and structure of calcium silicate hydrate (C-S-H) gel in hardened tricalcium silicate pastes. *Cement and Concrete Research*, 22(6) :1001–1010, 1992.
- [111] I. G. Richardson and G. W. Groves. The incorporation of minor and trace elements into calcium silicate hydrate (C-S-H) gel in hardened cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 23(1) :131–138, 1993.
- [112] J. E. Rossen, B. Lothenbach, and K. L. Scrivener. Composition of C-S-H in pastes with increasing levels of silica fume addition. *Cement and Concrete Research*, 75 :14–22, 2015.
- [113] CSM Instruments SA. Nanoindentation tester (*NHT*²) - user manual. 88, 2012.
- [114] J. Salençon. *Calcul à la rupture et analyse limite*. 1983.
- [115] J. Salençon. *De l'élasto-plasticité au calcul à la rupture*. Editions Ecole Polytechnique, 2002.
- [116] I. S. Sandler. Review of the development of cap models for geomaterials. *Shock and Vibration*, 12(1) :67–71, 2005.
- [117] R. Shahsavari, M. J. Buehler, R. J.-M. Pellenq, and F.-J. Ulm. First-principles study of elastic constants and interlayer interactions of complex hydrated oxides : Case study of tobermorite and jennite. *Journal of the American Ceramic Society*, 92(10) :2323–2330, 2009.
- [118] W. Q. Shen, J.-F. Shao, L. Dormieux, and D. Kondo. Approximate criteria for ductile porous materials having a Green type matrix : Application to double porous media. *Computational Materials Science*, 62 :189–194, 2012.
- [119] 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*, 3(1) :47–57, 1965.
- [120] P. Suquet. Overall properties of nonlinear composites : a modified secant moduli theory and its link with Ponte Castañeda's nonlinear variational procedure. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences. Série II, Mécanique, Physique, Chimie, Astronomie*, 320(11) :563–571, 1995.
- [121] D. Tabor. A simple theory of static and dynamic hardness. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, pages 247–274, 1948.
- [122] H. F. W. Taylor. Proposed structure for calcium silicate hydrate gel. *Journal of the American Ceramic Society*, 69(6) :464–467, 1986.
- [123] H. F. W. Taylor. Nanostructure of C-S-H : Current status. *Adv.Cem.Based Mater.*, 1 :38–46, 1993.
- [124] H. F. W. Taylor. *Cement chemistry*. Thomas Telford, 1997.
- [125] P. D. Tennis and H. M. Jennings. A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 30(6) :855–863, 2000.
- [126] R. Traxl and R. Lackner. Multi-level homogenization of strength properties of hierarchical-organized matrix-inclusion materials. *Mechanics of Materials*, 2015.
- [127] S. Turgeman and J. Pastor. Limit analysis : a linear formulation of the kinematic approach for axisymmetric problems. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 6(1) :109–128, 1982.
- [128] V. Tvergaard. Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions. *International Journal of Fracture*, 17(4) :389–407, 1981.

- [129] E. Tyulyukovskiy and N. Huber. Neural networks for tip correction of spherical indentation curves from bulk metals and thin metal films. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(2) :391–418, 2007.
- [130] F.-J. Ulm, G. Constantinides, and F.H. Heukamp. Is concrete a poromechanics materials? - A multiscale investigation of poroelastic properties. *Materials and Structures*, 37(1) :43–58, 2004.
- [131] F.-J. Ulm, M. Vandamme, C. Bobko, J. Alberto Ortega, K. Tai, and C. Ortiz. Statistical indentation techniques for hydrated nanocomposites : concrete, bone, and shale. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(9) :2677–2692, 2007.
- [132] M. Vandamme. *The nanogranular origin of concrete creep : a nanoindentation investigation of microstructure and fundamental properties of calcium-silicate-hydrates*. PhD thesis, Massachusetts Institute of Technology, 2008.
- [133] M. Vandamme and F.-J. Ulm. Nanogranular origin of concrete creep. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 106(26) :10552–10557, 2009.
- [134] M. Vandamme and F.-J. Ulm. Nanoindentation investigation of creep properties of calcium silicate hydrates. *Cement and Concrete Research*, 52 :38–52, 2013.
- [135] M. Vandamme, F.-J. Ulm, and P. Fonollosa. Nanogranular packing of C-S-H at substoichiometric conditions. *Cement and Concrete Research*, 40(1) :14–26, 2010.
- [136] K. Velez, S. Maximilien, D. Damidot, G. Fantozzi, and F. Sorrentino. Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of Portland cement clinker. *Cement and Concrete Research*, 31(4) :555–561, 2001.
- [137] C. Walter, T. Antretter, R. Daniel, and C. Mitterer. Finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of thin films with spherical indenters. *Surface and Coatings Technology*, 202(4) :1103–1107, 2007.
- [138] C. Walter and C. Mitterer. 3D versus 2D finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 203(20) :3286–3290, 2009.
- [139] Z. Wang. Influences of sample preparation on the indentation size effect and nanoindentation pop-in on nickel. 2012.
- [140] A. W. Warren and Y. B. Guo. Machined surface properties determined by nanoindentation : experimental and FEA studies on the effects of surface integrity and tip geometry. *Surface and Coatings Technology*, 201(1) :423–433, 2006.
- [141] Q. Zhang. *Creep properties of cementitious materials : effect of water and microstructure : An approach by microindentation*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2014.
- [142] T.-Y. Zhang, W.-H. Xu, and M.-H. Zhao. The role of plastic deformation of rough surfaces in the size-dependent hardness. *Acta Materialia*, 52(1) :57–68, 2004.
- [143] M.-M. Zhou and G. Meschke. Strength homogenization of matrix-inclusion composites using the linear comparison composite approach. *International Journal of Solids and Structures*, 51(1) :259–273, 2014.
- [144] W. Zhu, J. J. Hughes, N. Bicanic, and C. J. Pearce. Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks. *Materials Characterization*, 58(11) :1189–1198, 2007.
- [145] T. I. Zohdi, P. J. M. Monteiro, and V. Lamour. Extraction of elastic moduli from granular compacts. *International Journal of Fracture*, 115(3) :49–54, 2002.