



UNIVERSITÉ DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE
ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES TECHNOLOGIE SANTE (547)
UNIVERSITÉ DJILLALI LIABES SIDI-BEL-ABBÈS

THÈSE EN CO-TUTELLE

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DJILLALI LIABES SIDI-BEL-ABBÈS

Discipline : Génie Civil

Et

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE

*Discipline : MÉCANIQUE DES SOLIDES, GÉNIE MÉCANIQUE, PRODUCTIQUE, TRANSPORT ET
GÉNIE CIVIL*

Spécialité : Génie Civil

Présentée et soutenue publiquement par

Rim BENKABOU

Le 25 Avril 2018

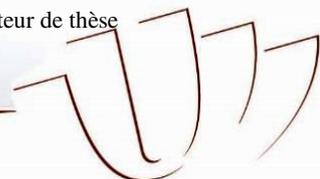
ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS NANO-MÉCANIQUES D'UN BÉTON

Thèse dirigée par M. Aïssa ASROUN, Professeur, UNIVERSITÉ DJILLALI LIABES SIDI-BEL-ABBÈS

Et par M. Boussad ABBÈS, Professeur, UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE

JURY

M.,Habib TROUZINE	Professeur,	Université Djillali Liabès Sidi-Bel-Abbès,	Président
M.,Rafik BELARBI	Professeur,	Université de la Rochelle ,	Rapporteur
M.,Youcef GHERNOUTI	Professeur,	Université M'Hamed Bougara Boumerdes,	Rapporteur
Mme,Fazilay ABBÈS	Maître de Conférences,	Université de Reims Champagne-Ardenne,	Co-Directectrice de thèse
M.,Aïssa ASROUN	Professeur,	Université Djillali Liabès Sidi-Bel-Abbès,	Directeur de thèse
M.,Boussad ABBÈS	Professeur,	Université de Reims Champagne-Ardenne,	Directeur de thèse



Dédicaces

À mes parents

À mon mari

À mes sœurs et mon frère

À mes grands parents

À toutes ma famille

À mes amis

Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu puissant qui est la source de toute réussite et du savoir, qui m'a donné la sérénité et les capacités pour réaliser ce travail de thèse.

Je tiens à remercier chaleureusement Pr TROUZINE Habib d'avoir accepté la présidence de ce jury. Je remercie également les membres du jury Pr. BELARBI Rafik et Pr. GHERNOUTI Youcef pour leur disponibilité et d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

J'exprime ma profonde gratitude à mes directeurs de thèse M. Boussad ABBES, Professeur à l'Université de Reims Champagne-Ardenne en France et M. Aissa ASROUN Professeur à l'Université Djillali Liabès de Sidi-Bel-Abbès en Algérie, sans oublier Mme Fazilay ABBES, Maître de Conférences à l'Université de Reims Champagne-Ardenne en France.

Je tiens à leur témoigner toute ma reconnaissance pour leur suivi, leur disponibilité, leur orientation, sachant répondre à toutes mes interrogations, leurs aides précieuses, leurs confiances, leurs encouragements, leurs patiences, leurs remarques constructives et enrichissantes, leurs conseils, leur sympathie et leurs soutien favorable pour l'aboutissement de ce travail. En outre, Je remercie le laboratoire GRESPI de l'Université de Reims Champagne-Ardenne (France) de m'avoir accueilli pendant mes 18 mois et plus particulièrement M. Patrick Jupillat pour son aide précieuse.

Enfin, les mots me manquent pour exprimer ma gratitude et mes remerciements à mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance, sans oublier mon mari, mes sœurs et mon frère pour m'avoir soutenu, encouragé et supporté durant ce travail. Je remercie aussi tous mes collègues pour leurs conseils et leurs encouragements.

Table des Matières

Dédicaces	2
Remerciements	3
Résumé	7
Abstract	8
Introduction Générale	9
1. Le béton à haute performance	11
1.1 Introduction	11
1.2 Présentation du béton	11
1.2.1 Du béton à des bétons à haute performance	13
1.2.2 Caractère multi-échelle du béton.....	14
1.3 La pâte de ciment dans le béton	15
2. Modélisation de la nanoindentation d'un béton à haute performance	30
2.1 La technique de nanoindentation.....	30
2.2 Analyse des matériaux hétérogènes par indentation	31
2.3 Modélisation de l'essai de nanoindentation	33
2.3.1 Présentation du matériau étudié	33
2.3.2 Méthode des éléments finis	35
2.3.3 Lois de comportement.....	36
2.3.3.1 Lois de comportement élasto-viscoplastique	37
2.3.3.2 Modèle de Drucker-Prager	38
2.3.4 Modèle de nanoindentation 2D axisymétrique.....	41
2.3.5 Modèle de nanoindentation 3D	43
2.4 Méthode d'identification inverse de la loi de comportement.....	45
2.5 Résultats	46
2.5.1 Résultats de l'identification pour le cas 2D axisymétrique.....	46
2.5.2 Résultats pour le cas 3D	50
2.6 Conclusion.....	52
3. Homogénéisation numérique d'un béton à haute performance	53
3.1 Généralités sur l'homogénéisation	53
3.2 Méthodes d'homogénéisation analytiques	54
3.2.1 Etape de représentation	54

3.2.2	Etape de localisation.....	54
3.2.3	Etape d'homogénéisation	55
3.3	Méthodes d'homogénéisation analytiques	56
3.3.1	Modèle de Voigt et de Reuss.....	56
3.3.2	Modèle de Hashin et Shtrikman	56
3.3.3	Modèle de De Lallard et Le Roy	57
3.3.4	Approximation diluée.....	58
3.3.5	Modèle de Mori Tanaka	60
3.3.6	Modèle auto-cohérent.....	60
3.4	Méthodes d'homogénéisation numériques.....	61
3.4.1	Méthode de test des échantillons.....	62
3.4.1.1	Conditions aux limites mixtes	62
3.4.1.2	Conditions aux limites homogènes	62
3.4.1.3	Conditions aux limites périodiques	63
3.4.2	Méthode FFT.....	64
3.5	Homogénéisation numérique du BHP.....	65
3.5.1	Homogénéisation de niveau I pour l'obtention des propriétés de la matrice cimentaire 65	
3.5.2	Homogénéisation de niveau II pour l'obtention des propriétés du BHP.....	69
3.6	Conclusion.....	71
4.	Caractérisation mécanique d'un béton	72
4.1	Introduction	72
4.2	Matériaux et méthodes	72
4.2.1	Le sable	72
4.2.2	Le gravier	74
4.2.3	Le ciment.....	76
4.2.4	Les adjuvants.....	76
4.3	Confection des éprouvettes en béton.....	77
4.4	Essais mécaniques sur le béton	79
4.4.1	Essai de consistance du béton à l'état frais	79
4.4.2	Essai de compression sur éprouvettes cubiques	80
4.5	Conclusion.....	85

Conclusion Générale et Perspectives	87
Références bibliographiques	89

Résumé

Cette thèse vise à développer une méthode d'homogénéisation numérique multi-échelle pour la prédiction des propriétés élasto-viscoplastiques d'un béton à haute performance (BHP), où les hétérogénéités microstructurales sont analysées par nanoindentation. La procédure d'homogénéisation a été effectuée en deux niveaux en fonction de la microstructure du BHP : le niveau correspondant à la matrice composée de produits d'hydratation, de clinker et de cendre volante, et le niveau correspondant au mortier qui contient la porosité et les agrégats. Le comportement élasto-viscoplastique des phases microstructurales individuelles de la matrice est identifié à partir des données de nanoindentation. Une méthode inverse est réalisée en utilisant la simulation par éléments finis des tests de nanoindentation combinée à une procédure d'optimisation numérique. Les résultats micromécaniques sont ensuite utilisés comme paramètres d'entrée pour l'homogénéisation élasto-viscoplastique numérique à l'échelle microscopique. Le niveau correspondant au mortier est analysé par homogénéisation numérique en utilisant la simulation par éléments finis pour prédire les propriétés globales du béton. Les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux et analytiques macroscopiques issus de la littérature montrant un bon accord. La procédure développée dans ce travail donne des résultats prometteurs pour la prédiction des propriétés élasto-viscoplastiques du BHP et peut être étendue à d'autres lois de comportement, y compris l'endommagement. La dernière partie de la thèse est consacrée à l'étude expérimentale de deux bétons préparés avec deux adjuvants différents.

Mots-clés : Nanoindentation ; béton ; homogénéisation ; méthode des éléments finis.

Abstract

This thesis aims at developing a numerical multiscale homogenization method for prediction of elasto-viscoplastic properties of a high performance concrete (HPC) where the microstructural heterogeneities are analyzed with the nanoindentation. The homogenization procedure was separated into two-levels according to the microstructure of the HPC: the matrix level composed of hydration products, clinker and fly-ash and the mortar level which accounts for large air porosity and aggregates. The elasto-viscoplastic behavior of individual microstructural phases of the matrix are identified from nanoindentation data. An inverse method is applied by using the finite element simulation of the nanoindentation tests combined with a numerical optimization procedure. The micromechanical results are then used as input parameters for numerical elasto-viscoplastic homogenization at microscale. The mortar level is analyzed with numerical homogenization by using the finite element simulation to predict the overall elasto-viscoplastic high performance concrete properties. The results are compared with macroscopic experimental and analytical results from the literature showing a good agreement. The procedure developed in this work gives promising results for the prediction of HPC properties and can be extended to other constitutive laws including damage. The last part of the thesis is dedicated to the experimental study of two concretes prepared with two different adjuvants.

Keywords: Nanoindentation; concrete; homogenization; finite element method.

Introduction Générale

Le béton à hautes performances (BHP) est l'un des matériaux composites les plus utilisés au monde. Constitué d'une matrice cimentaire et de granulats de tailles variables, il se caractérise par une faible porosité grâce à une teneur en eau réduite. Les BHP ont rapidement démontré qu'ils permettaient d'offrir un potentiel de progrès extraordinaire pour la construction de bâtiments et de structures de génie civil. Outre leur bonne résistance mécanique, ils sont désormais valorisés par des performances telles que la rhéologie à l'état frais, la durabilité à long terme et l'esthétisme des structures. L'optimisation de la formulation de tels matériaux passe notamment par une caractérisation fiable de leurs propriétés mécaniques. L'hétérogénéité microstructurale intrinsèque à ce matériau rend nécessaire la prise en compte des propriétés mécaniques locales de chaque phase pour la détermination de la loi de comportement macroscopique. L'établissement de cette dernière nécessite la mise en place d'une approche par homogénéisation. Les méthodes d'homogénéisation analytique ont fait l'objet de nombreux travaux. Les approches les plus couramment utilisées sont la théorie de l'inclusion d'Eshelby, les bornes de Voigt-Reuss-Hill, les bornes de Hashin-Shtrikman et les modèles auto-cohérents. Si ces méthodes sont largement utilisées pour la description des comportements linéaires, leur mise en œuvre pour l'étude des comportements non linéaires s'avère difficile. Les méthodes d'homogénéisation numérique constituent alors une alternative intéressante.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons développé une méthodologie d'identification inverse couplant la simulation numérique 3D à des essais d'indentation instrumentée menés sur les quatre phases constitutives de la matrice cimentaire d'un béton à hautes performances.

Le manuscrit est organisé en quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à la présentation du béton à hautes performances (BHP) en insistant sur le caractère multi-échelle de celui-ci. La modélisation de l'essai de nanoindentation par la méthode des éléments finis fait l'objet du deuxième chapitre. Des modèles 2D axisymétrique et 3D ont été utilisés. Une procédure d'identification du comportement élasto-viscoplastique a été développée pour caractériser le comportement des différentes phases d'un BHP. Dans le chapitre trois, à l'aide des comportements des phases constitutives ainsi identifiés un modèle d'homogénéisation numérique a été développé pour remonter d'abord aux propriétés de la phase cimentaire, et ensuite aux propriétés du BHP. Le chapitre quatre est consacré à la préparation et à la

caractérisation mécanique de deux bétons avec deux différents adjuvants en utilisant le système de mesure 3D de déformations sans contact par stéréo-corrélation d'images ARAMIS. Pour finir, nous présentons les principales conclusions de ce travail ainsi que les perspectives d'amélioration et d'exploitation des résultats obtenus.

1. Le béton à haute performance

1.1 Introduction

Le béton est largement utilisé dans tous les domaines de la construction sans exception : bâtiment ou autoroute. Il est le matériau le plus utilisé mondialement avec une production annuelle de 20 millions de tonnes avec une augmentation annuelle de 5%. A partir d'une combinaison simple entre des matériaux de différentes formules chimiques, on peut produire un béton sous forme de fluide qui durcira avec le temps. On obtiendra non seulement un matériau multi-échelle, mais avec une structure complexe et amorphe. De ce fait, la science des matériaux cimentaires ne cesse de se poser des questions sur les mystères cachés de ce matériau. L'évolution des propriétés du béton est basée sur les propriétés fondamentales de la pâte de ciment. A partir de cette hypothèse, les nouvelles recherches scientifiques se basent sur la nanoscience, qui vise à analyser le béton à une échelle nanométrique. Cette analyse permet de fournir une meilleure compréhension de l'évolution de ses propriétés et une compréhension des différents hydrates formés lors de la confection du béton. On s'intéresse à l'interaction du béton avec d'autres matériaux tels que les adjuvants ou les nano-charges. Ces interactions peuvent être un plus dans le futur pour le développement de nouveaux matériaux industriels en béton. Les industriels du secteur (Lafarge, Holcim, Italcement, Heidelberg...etc.) ont créé avec des laboratoires de recherches le réseau Nanocem. Le but principal de ce réseau est de créer une compétence européenne sur l'application des concepts « Nano » aux matériaux cimentaires. Cette nouvelle technologie permettra de développer une voie de fabrication écologique plus contrôlée de ces matériaux, et une mise en œuvre de matériaux durables pour répondre à la demande mondiale croissante.

1.2 Présentation du béton

Le béton est un matériau composite hétérogène formé de l'association de plusieurs matériaux qui sont : les granulats (Sable et gravier), l'eau et un liant hydraulique qui est souvent le ciment. Généralement, les granulats ont un comportement indépendant dans le béton, par contre la pâte de ciment joue un rôle très important sur les propriétés mécaniques de ce dernier ainsi que sur ces déformations à long terme (fluage). De ce fait, le béton est souvent présenté schématiquement par une phase importante appelée « la matrice cimentaire », qui représente la

pâte de ciment durcie dans laquelle sont noyés des granulats de différentes formes et tailles. Vu la complexité du béton, il faut une connaissance approfondie de la microstructure et du comportement de la pâte de ciment à une échelle plus fine pour la compréhension de son comportement mécanique.

La formation du béton commence par le début de l'hydratation défini par la formation d'un réseau capillaire obtenu en présence de l'eau avec du ciment afin d'entourer chaque grain, alors que les composés hydratés commencent à se former. Dans le cas des silicates de calcium C_3S et C_2S , la chaux hydratée se dissout, et il se dépose des cristaux de $Ca(OH)_2$ en plaquettes hexagonales alors que les silicates de calcium hydratés (C-S-H) forment un gel composé de feuillets très minces à la surface du ciment. Ce gel représente le produit principal obtenu lors de ce processus d'hydratation et représente 50 à 70% du volume ([1], [2], [3], [4]). Ces feuillets augmentent de dimension et de nombre avec la diminution des vides qui sont souvent appelés « interstices capillaires » entre les grains. A ce niveau, on a une phase appelée « début de prise ». Cette phase est définie par le rapprochement des feuillets dans le ciment. Après quelques heures, le gel se multiplie et se forme de plus en plus pour combler les interstices capillaires. La pâte de ciment commence à acquérir une certaine résistance et à ce niveau-là on passera de la phase de prise à une phase de durcissement qui commence. Dans cette phase, le gel devient de plus en plus compact, par une augmentation de la cohésion entre les aiguilles et la formation de feutrage dans ces derniers ; et parce qu'il y aura une formation de sorte de soudure entre les aiguilles de tobermorite et le reste des grains de ciments. A partir de là, on aura d'une part une augmentation de la résistance de l'ensemble, qui continue avec le temps et d'autre part d'autres grains de ciment restent toujours non hydratés. Ce processus d'hydratation continue non seulement des mois, mais durant des années, pour autant que le gel soit entouré d'eau, car le gel tobermorite ne se forme qu'en présence d'eau et son comportement dépend intrinsèquement d'elle [4].

Les travaux menés par Nilsen et Monterio ([5], [6]) ont permis de constater que la microstructure du béton contient une zone supplémentaire importante qui participe, en plus de la pâte de ciment et des agrégats, à la résistance de ce matériau. Cette zone est définie par l'interface entre la pâte de ciment et les granulats et est appelée « auréole de transition » ou « zone interfaciale de transition » (ITZ). L'existence de cette zone est indispensable dans la description d'un béton car elle affecte l'ensemble des propriétés physiques du béton et

notamment les propriétés mécaniques ([1], [7], [8]). Depuis des années cette zone a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche ([7], [8], [9], [10], [11]). L'existence de l'ITZ est due à un effet de parois qui se manifeste par un empilement granulaire différent au voisinage des granulats. Cette zone entoure les granulats dont la largeur est de l'ordre de 15 à 20 μm . Dans d'autres travaux ([7], [12]) la largeur de la zone a été estimée à 50 μm . D'autres travaux ([12], [13]) ont émis l'hypothèse que l'ITZ n'est autre que les produits CH, puisque son module d'élasticité est de l'ordre de 13 GPa et celui des CH varie entre 5 et 15 GPa. Cette zone a une porosité nettement plus élevée que la pâte de ciment et de ce fait elle présente une zone de faiblesse du matériau qui réduira la résistance globale du béton [1].

1.2.1 Du béton à des bétons à haute performance

Au début des années 1990, les bétons à haute performance (BHP) ont vu le jour. Ils ont été conçus pour offrir plus d'avantage dans le domaine de la construction des structures. Les BHP sont différents des bétons ordinaires par l'utilisation d'autres matériaux cimentaires tels que la fumée de silice, la cendre volante...etc. Ils se caractérisent par un niveau supérieur de propriétés, de durabilité, de robustesse et de stabilité volumique. Par la suite, de nouveaux composés sont apparus comme les adjuvants organiques, les fibres et des matériaux cimentaires supplémentaires ([14], [15], [16]).

La résistance de compression de ce type de béton peut varier de 50 MPa jusqu'à 200 MPa pour des mortiers à très haute performance [17]. Il existe également de nombreuses méthodes de dosage spécialement adaptées aux BHP. Le choix des proportions du mélange et la détermination de ses quantités sont réalisés sur la base de : la résistance recherchée, l'aspect économique, la durabilité et finalement la consistance requise ([15], [18]). Les éléments permettant d'aboutir à un BHP sont :

- Un faible rapport E/C.
- L'utilisation d'une grande quantité de matériaux cimentaires (ex : Fumée de silice).
- L'utilisation d'une petite taille d'agrégats et d'un sable fin.
- Un dosage élevé de super plastifiant.

1.2.2 Caractère multi-échelle du béton

Les bétons sont des matériaux hétérogènes très complexes par leur microstructure et leur nature multi-échelle, dont les dimensions de leurs particules varient de quelques centaines de nanomètres jusqu'au centimètre. Par conséquent, l'utilisation de l'approche macroscopique se limite à définir et à comprendre certaines sollicitations encore plus complexes. Les propriétés macroscopiques étant reliées à la microstructure du matériau, ils ne sont alors plus considérés homogènes à une échelle plus fine, où l'étude à cette échelle peut apporter des éléments utiles à la compréhension et à la modélisation de son comportement. Les chercheurs à partir de plusieurs investigations ont pu distinguer quatre différents niveaux représentés sur la Fig. 1.1 ([19], [20], [21], [22], [23], [24], [25]). Les propriétés homogènes de chaque niveau sont calculées à partir des propriétés intrinsèques des composants qui le constituent, et ensuite les propriétés globales sont obtenues à partir des méthodes d'homogénéisation.

Actuellement, la plus petite échelle de longueur du béton est représentée par la matrice de calcium silicate hydraté (C-S-H) qui se forme à un âge précoce d'hydratation. Ces particules ayant des dimensions qui varient de quelques dizaines de nanomètre à quelques centaines de nanomètre. Ce niveau 1 (Fig. 1.1(a)) contient plusieurs types de C-S-H de différentes densités et différentes fractions volumiques ([19], [26]). Le niveau 2 (Fig. 1.1(b)), dont l'échelle varie de quelques centaines de nanomètre à quelques micromètres, est défini par l'association de la matrice C-S-H et les particules non-hydratées du ciment : i.e. clinker résiduel. Ce niveau d'échelle représente un seuil de percolation de la matrice C-S-H ([19]) pour finalement obtenir une pâte de ciment qui sera constituée d'inclusions (clinker résiduel, Portlandite (CH), eau et porosité capillaire qui dépend du rapport E/C) noyée dans la matrice C-S-H. En plus de cette complexité de la matrice cimentaire, on rajoute du sable pour se retrouver au niveau 3 (Fig. 1.1(c)). Les particules de ce dernier ont un diamètre de plusieurs centaines de micromètres. Ce niveau représente le mortier composé de trois matériaux : la matrice cimentaire, le sable et l'ITZ ([19]), qui a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche numériques ([27], [28]) et analytiques ([29], [30]). L'homogénéisation de ce niveau est décrit par les chercheurs comme étant constitué de 3 phases différentes : les agrégats noyés dans le mortier et l'ITZ ([28], [30]). Pour faciliter l'homogénéisation, généralement on se limite à deux phases : mortier et agrégats [19].

Finalement, en ajoutant du gravier on passe d'un mortier (niveau 3) au béton (niveau 4) (Fig. 1.1(d)) avec des dimensions centimétriques.

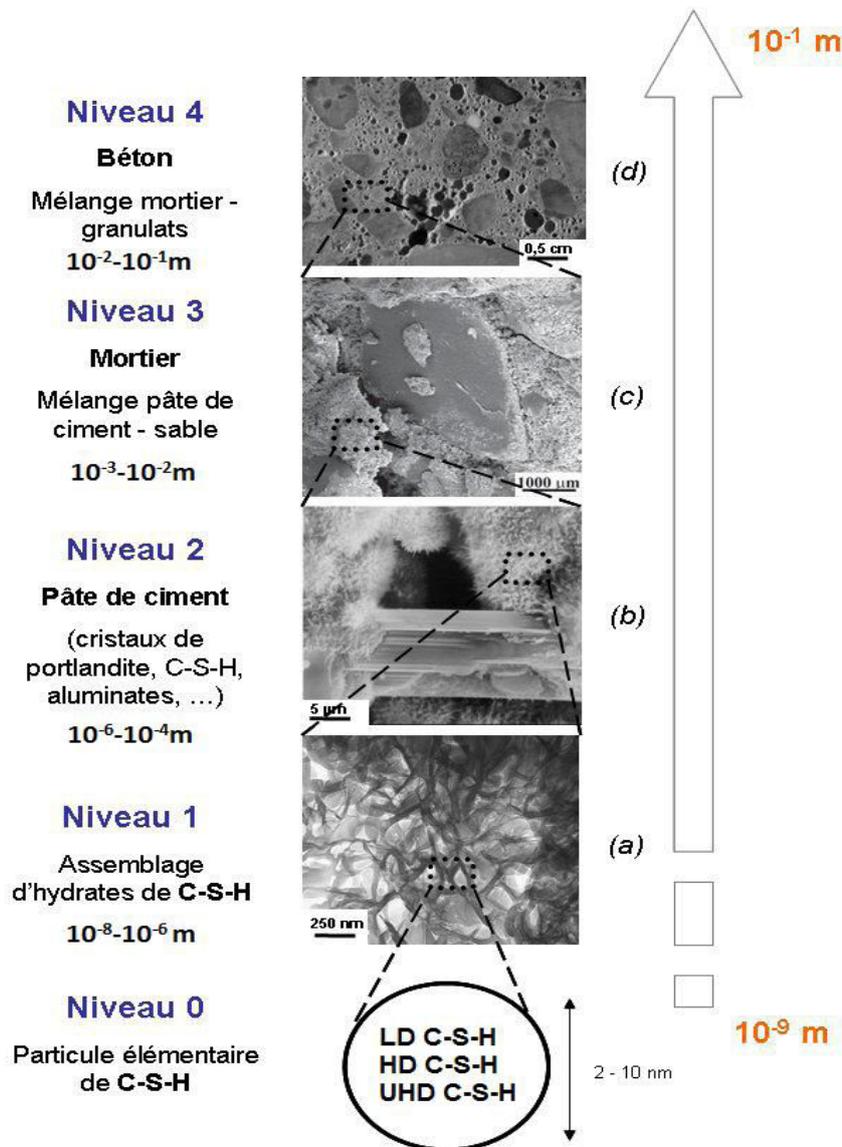


Figure 1.1 : Caractère multi-échelle du béton [25].

1.3 La pâte de ciment dans le béton

1.3.1 Le ciment à l'état anhydre

Le ciment est issu principalement de la cuisson d'un mélange de 20% d'argile et de 80% de calcaire. L'argile dans le ciment est constituée de silice (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3) et d'oxyde ferrique (Fe_2O_3). Cette argile et les 80% de calcaire sont extraits à partir des roches de calcaire.

1.3.2 Le ciment à l'état hydraté : Processus d'hydratation

Dès que l'eau entre en contact avec le ciment il y a le déclenchement d'un processus d'hydratation. Ce processus se traduit par un ensemble de réactions chimiques de nature exothermique de dissolution-précipitation. Ce processus a été décrit pour la première fois par Le Chatelier en 1887 [31] puis revu par Taylor [32].

Les réactions du processus d'hydratation se passent entre les phases minérales (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF) et l'eau de gâchage [33]. Ces réactions seront la source majeure de la prise et du durcissement des matériaux cimentaires [34]. Elles sont également responsables du développement progressif non seulement des propriétés mécaniques, mais aussi de la variation des différentes fractions volumiques de la pâte de ciment (Fig. 1.2) [35]. De ce fait, les matériaux cimentaires passent de l'état de suspension de particules flocculées à celui de solide viscoélastique. Les différents produits issus de l'hydratation sont [25] :

- Les silicates de calcium hydratés : C-S-H (existe dans la pâte de 50 à 70%).
- La portlandite : CH (existe dans la pâte de 10 à 20%).
- Les aluminates de calcium hydratés (existe dans la pâte de 5 à 15%) : l'ettringite (C_3A , $3CS$, H_{32}) ou (Aft), le monosulfoaluminate (C_3A , CS , H_{12}) ou (Afm), l'hydrogarnet ($2C_3(A,F)H_6$, C_4AH_{13}).

Le processus d'hydratation est un processus de nature très complexe. Les réactions se produisent selon des cinétiques variables : les réactions de tous les constituants se déroulent en même temps avec la possibilité que les réactions interfèrent entre elles [33].

Le mécanisme mis en jeu lors de ce processus est décrit par deux étapes importantes. Premièrement, l'étape de formation des ions calcium (Ca^{2+}), des ions hydroxyles (OH^-), des ions silicates ($SiO_4H_2^{-2}$) ou aluminates ($Al(OH)^4-$, AlO^{2-}), et des ions sulfates (SO_4^{2-}) dès le premier contact du ciment avec l'eau. Deuxièmement, la combinaison de ces ions en composés hydratés [33]. Les paragraphes suivants développent plus en détail les deux grandes étapes du processus d'hydratation du ciment ([36], [33], [35], [37]).

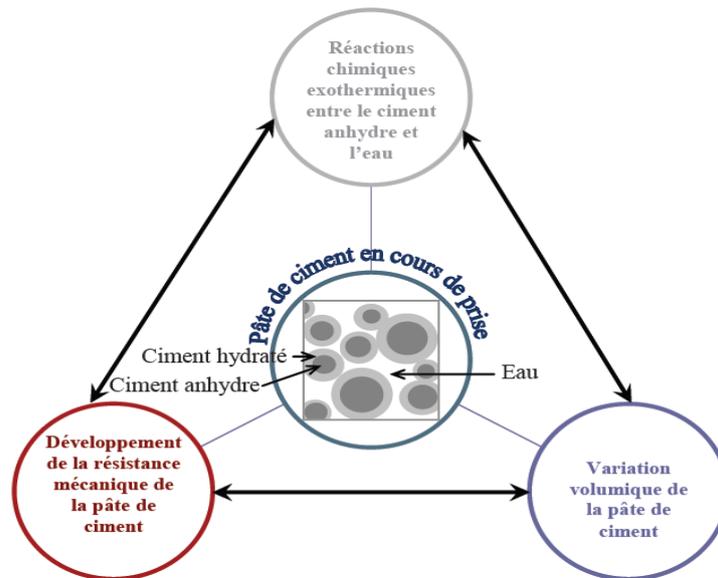
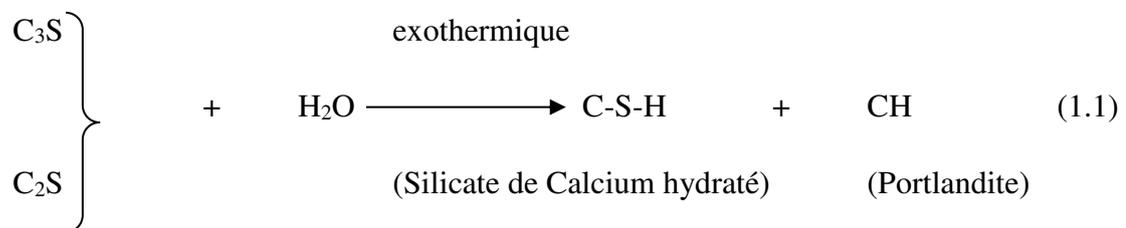


Figure 1.2 : Comportement Chimio-Mécanique de la pâte de ciment au jeune âge [35].

1.3.2.1 Première étape : Hydratation des C-S-H

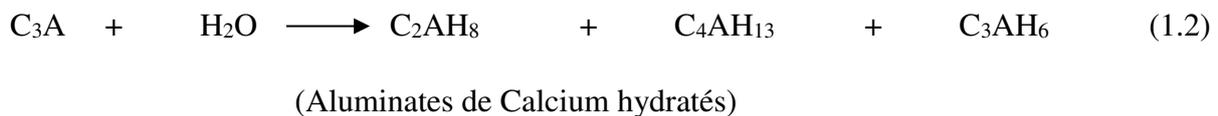
La première réaction du processus d'hydratation commence lorsque le ciment se met en contact avec l'eau de gâchage. Les C_3S et les C_2S s'hydratent pour former des silicates de calcium hydraté (C-S-H) Eq. (1.1). Le principal produit d'hydratation de cette première réaction est le C-S-H qui contribue le plus aux propriétés macroscopiques du béton.



Durant ce processus, à court terme les C_3S sont responsables de la résistance de la matrice cimentaire. Ces produits seront responsables de la prise et du durcissement rapide. Par contre, les réactions du C_2S se font avec une cinétique 10 à 20 fois moins rapide pour assurer d'avantage une résistance à plus long terme [33]. Ensuite, une diminution du rapport C/S (calcium et silicium) causera l'apparition de la portlandite CH. Finalement, ce dernier s'hydrate partiellement et se cristallise sous forme de plaquettes hexagonales empilées entre les grains de ciment.

1.3.2.2 Deuxième étape : Hydratation des aluminates

Les réactions des aluminates tricalciques dépendent de la présence ou non de gypse dans le mélange. La première réaction se passe en absence du gypse, où les aluminates réagissent d'une manière quasi-instantanée Eq. (1.2). D'une part, on aura la formation des aluminates de calcium hydratés, qui se présentent soit sous forme de plaquettes hexagonales (C_3AH_8 et C_4AH_{13}) ou de cristaux cubiques (C_3AH_6). D'autre part, pendant ces réactions, l'hydratation du clinker peut être bloquée, et de ce fait le mélange contiendra des particules de clinker non hydratées appelées clinker résiduel. La deuxième réaction se passe en présence du gypse : le C_3A réagit de deux différentes manières Eq. (1.3). Il y aura une partie de C_3A qui réagira avec du gypse pour former du trisulfo-aluminate appelé ettringite de formule $C_3A.3CaSO_4.32H_2O$. Quand tout le gypse sera consommé, le reste du C_3A réagira une autre fois avec l'ettringite formée pour donner des monosulfo-aluminates de calcium, puis des aluminates hydratés.



1.3.2.3 La pâte de ciment hydratée

Après le processus d'hydratation, on obtient une pâte de ciment avec une microstructure très hétérogène constituée de particules et de pores de tailles et de formes variables. Le Tableau (1.1) montre les différents composés formés au cours des réactions d'hydratation du ciment [35]. La composition de la pâte de ciment mature est indiquée dans le Tableau (1.2) [38]. À partir de ce tableau, on remarque que le gel C-S-H est le produit d'hydratation principal issu du processus d'hydratation, puisqu'il occupe une fraction importante du volume total. Il existe d'autres produits d'hydratation primaires : portlandite, Afm...etc. Les particules de ciment non hydratées peuvent occuper différentes fractions volumiques en fonction du degré d'hydratation ou du rapport (E/C) [39].

Tableau 1.1 : Regroupe des composés majoritaires ou minoritaires formés au cours des réactions d’hydratation du ciment [35].

Hydrates simples ou hydroxydes	Composés hydratés binaires	Composés hydratés ternaires
Portlandite Ca(OH)_2	Silicates de calcium hydratés C-S-H ou $3\text{CaO}_2, \text{SiO}_2,$ $4\text{H}_2\text{O}$	Galhénite hydratée C_2ASH_8
Hydroxyde d’aluminium 2Al(OH)_3	Aluminates de calcium hydratés C_4AH_{13} C_2AH_8 C_3AH_6	Sulfoaluminates et mono-sulfoaluminates de calciums hydratés
Acide silicique SiOH_4		Ettringite $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{CaSO}_4,$ $32\text{H}_2\text{O}$

Vu le caractère multi-échelle du béton, les pores existants dans le mélange de béton sont également multi-échelle. Une étude réalisée par Mindess et al. [40] a montré qu’il existe une large gamme de pores de tailles allant de 0.5 nm jusqu’à 10000 nm. La classification de la porosité dans la pâte de ciment ainsi que son influence sont présentées dans le Tableau (1.3) [40]. La classification des pores est réalisée selon deux grandes gammes de pores : les pores capillaires et les pores gel ou porosité nanométrique.

- Les pores capillaires ont une dimension qui varie entre 10 nm et 10000 nm, et où se produisent la plupart des phénomènes de dissolution-précipitation du processus d’hydratation ([41], [42]). Cette gamme regroupe trois différentes sous catégories : les macropores qui sont les plus grands pores dans la pâte, et les larges mésopores qui sont dus à l’empilement du C-S-H. Ces derniers affectent généralement la résistance, la perméabilité et causent un retrait à forte humidité.
- Les pores gel dont la taille varie de 0.5 nm à 10 nm qui sont principalement causés par une porosité créée lors de l’hydratation au sein du C-S-H. La porosité moyenne du C-S-H a été évaluée entre 28% et 31% du volume ([43], [39]). Cette porosité varie selon le type de C-S-H (LD C-S-H : 37.3% de porosité, HD C-S-H : 23.7% de porosité) (

[44], [45]). Cette gamme regroupe trois sous-catégories de pores : les petits mésopores, les micropores et les nanopores. Tous ces pores sont causés par la microstructure du C-S-H, et ils affectent le retrait et le fluage.

Tableau 1.2 : Composition de la pâte de ciment durcie (E/C = 0.5) et sommaire des propriétés des produits d'hydratation [40].

composant	Volume ~ (%) (E/C = 0.5)	Densité	Cristallisation	Dimension des particules dans la pâte	Remarques
Silicate de Calcium Hydraté (C-S-H)	50	2.3- 2.6 ^a	Très mauvaise	1×0.1µm (l'épaisseur est moins de 0.01 µm)	Structure amorphe, comprend un gel pores
Portlandite (CH)	12	2.24	Très bonne	0.01×0.1mm	Structure cristalline
Aft (Etringite) et Afm (mono-sulfoaluminate)	13	Aft = -1.75	Bonne	10×0.5µm	Structure cristalline
		Afm = 1.95		1×1×0.1µm	
Clinker résiduel	5				Dépend de l'hydratation
Pores capillaires	20				Dépend du rapport E/C

^a dépend de l'eau.

1.3.1 L'évolution de la microstructure des C-S-H

Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) sont les composants les plus importants issus de l'hydratation du ciment et représentent les plus petites particules des matériaux cimentaires. Ils contrôlent les propriétés de la pâte du ciment telles que la résistance et la cohésion, ainsi qu'ils assurent leur stabilité.

Tableau 1.3 : Classification des pores dans la pâte de ciment et leur influence sur les propriétés mécaniques [40].

Désignation	Catégorie	Dimensions	Propriétés de la pâte affectée
Pores capillaires	macrospores	10000 – 50 nm	- Résistance - Perméabilité
	larges mésopores	50 – 10 nm	- Résistance - Perméabilité - Retrait à forte humidité
Gel pores ou porosité nanométrique	petits mésopores	10 – 2.5 nm	- Retrait à une humidité relative de 50%
	micropores	2.5 – 0.5 nm	- Retrait - Fluage
	nanopores	≤ 0.5 nm	- Retrait - Fluage

A un très jeune âge d'hydratation, les C-S-H ont une porosité très élevée et leur microstructure se développe par un remplissage des grains de ciment avec de l'eau. Ensuite, à partir d'un agencement de feuilles très minces qui vont s'enrouler sur elles-mêmes pour former un tube creux. Après le séchage, ces derniers se présentent avec une variété de formes morphologiques qui leur donne un aspect dît hérissón [35]. Finalement, la structure des C-S-H est semblable à la structure de la tobermorite et des minéraux jénite avec une épaisseur de lamelles de l'ordre 1 à 5 nanomètres ([46], [47], [48]). A ce niveau d'échelle, les C-S-H contiennent beaucoup d'impuretés [40] et se présentent sous forme de plusieurs types de C-S-H, dont la différence réside dans la proportion minéralogique du rapport C/S (Calcium sur Silicium). Ce rapport peut varier de 0.6 jusqu'à 2 [36]. Par contre, la morphologie du gel serait peu influencée par le type de ciment utilisé ou par le rapport E/C [33].

Au cours des dernières décennies, il y a eu beaucoup de travaux de recherche expérimentale afin d'établir la microstructure exacte des C-S-H. Cependant, à cause de leur caractère amorphe, de la variabilité de leur composition et de leur morphologie, ils restent difficiles à étudier. Plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées pour la compréhension de la microstructure des C-S-H : la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique à transmission (MET) et la microtomographie ([36], [49], [50], [51], [52]).

Avec l'évolution des recherches, la description de la structure des C-S-H a évolué et plusieurs modèles ont été proposés. Parmi les premiers modèles, on peut citer : le modèle de Feldman et Sereda [49] (Fig. 1.4), les modèles proposés par Wittman en 1976, ensuite Taylor en 1986 ([2], [53]). Ces modèles représentent les C-S-H sous forme de lamelles constituées de 2 à 4 feuilles mal cristallisées et séparées par des espaces interfoliaires [54]. Gauffinet et al. [55] ont pu obtenir les dimensions de la nanostructure des C-S-H. Cette taille est sensible au rapport C/S : les C-S-H sont représentés comme des objets de taille 60×30×5 nm lorsque le rapport est élevé (entre 1.7 et 2) (Fig. 1.5) [56]. Par la suite, Richardson et Cabrera [57] ont introduit une nouvelle notion pour les C-S-H. Ils ont confirmé l'existence de deux types de C-S-H appelés : les IP C-S-H (Inter Product) ou produits loin des grains et les OP C-S-H (Outer Product) ou produits près des grains ([50], [58]).

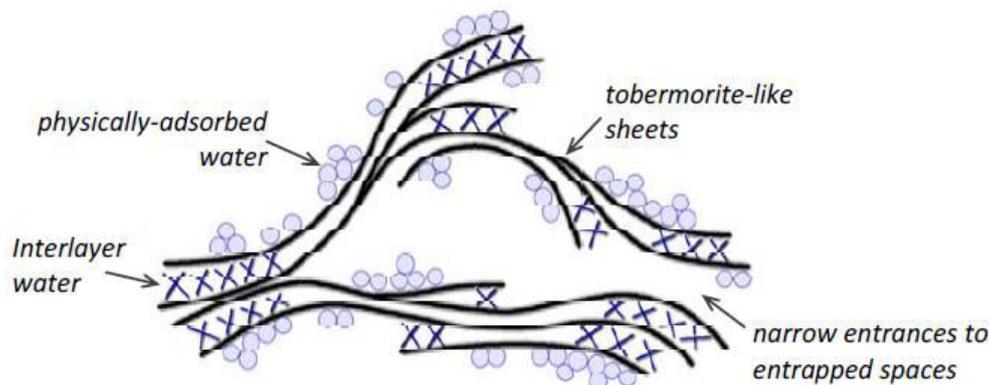


Figure 1.4 : Modèle de Feldman et Sereda [49].

Dans la même année, Jennings ([44], [59]) a expliqué que de la variation de la densité de l'arrangement de plusieurs paquets de globules conduit à la formation de deux types de C-S-H : les C-S-H de faible densité (LD C-S-H) et les C-S-H de forte densité (HD C-S-H). Le modèle explique que les LD C-S-H sont des globules composés de feuillettes de C-S-H avec une certaine porosité comme le montre la Fig. 1.6.

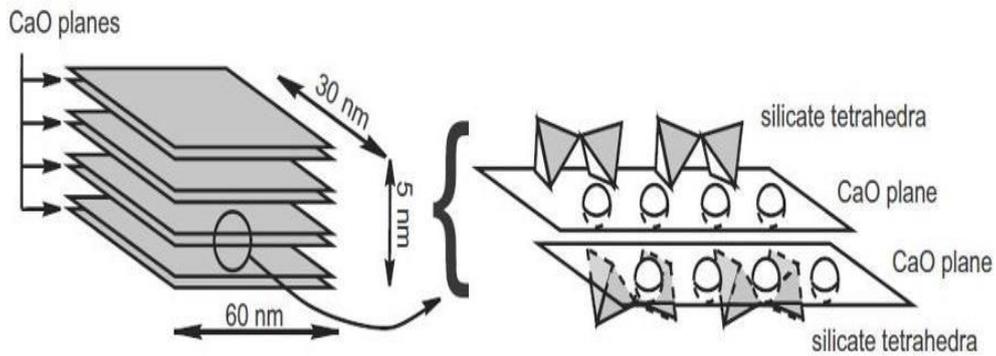


Figure 1.5 : Représentation schématique d'une particule C-S-H [56].

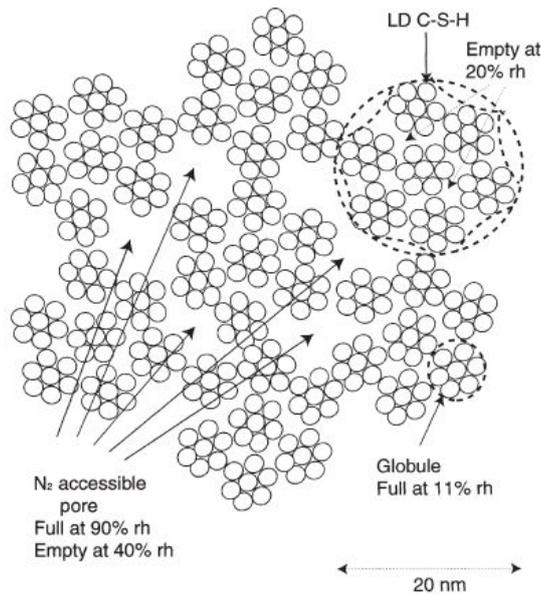


Figure 1.6 : Description des LD C-S-H [44].

En 2009, Vandamme et Ulm [52], en utilisant la technique de nano-indentation, ont pu montrer qu'en plus des deux phases HD C-S-H et LD C-S-H, il y a la formation d'une troisième phase mécanique avec une très haute densité appelée UHD C-S-H (Ultra High densité C-S-H). Un exemple de cartographie mécanique des différents C-S-H est montré sur la Fig. 1.7. Ils ont également montré qu'avec un faible rapport E/C les deux phases HD C-S-H et UHD C-S-H

sont dominantes dans la pâte de ciment, par contre avec un rapport E/C plus élevé la phase LD C-S-H est dominante (Fig. 1.8).

Ces trois types de C-S-H ont des fractions volumiques différentes qui évoluent dès le premier âge d'hydratation. Elles dépendent de la progression du processus d'hydratation du clinker, du C_3S et des C_2S . Au point de vue micromécanique, chaque phase de C-S-H est associée à un état de déformations et des propriétés mécaniques homogènes. Cette définition mécanique des différentes phases du C-S-H a été confirmée par les résultats de nanoindentation locale de chacune des phases.

Malgré tous les modèles proposés jusqu'à présent, les investigations sur cet hydrate continuent et plusieurs questions restent en suspens.

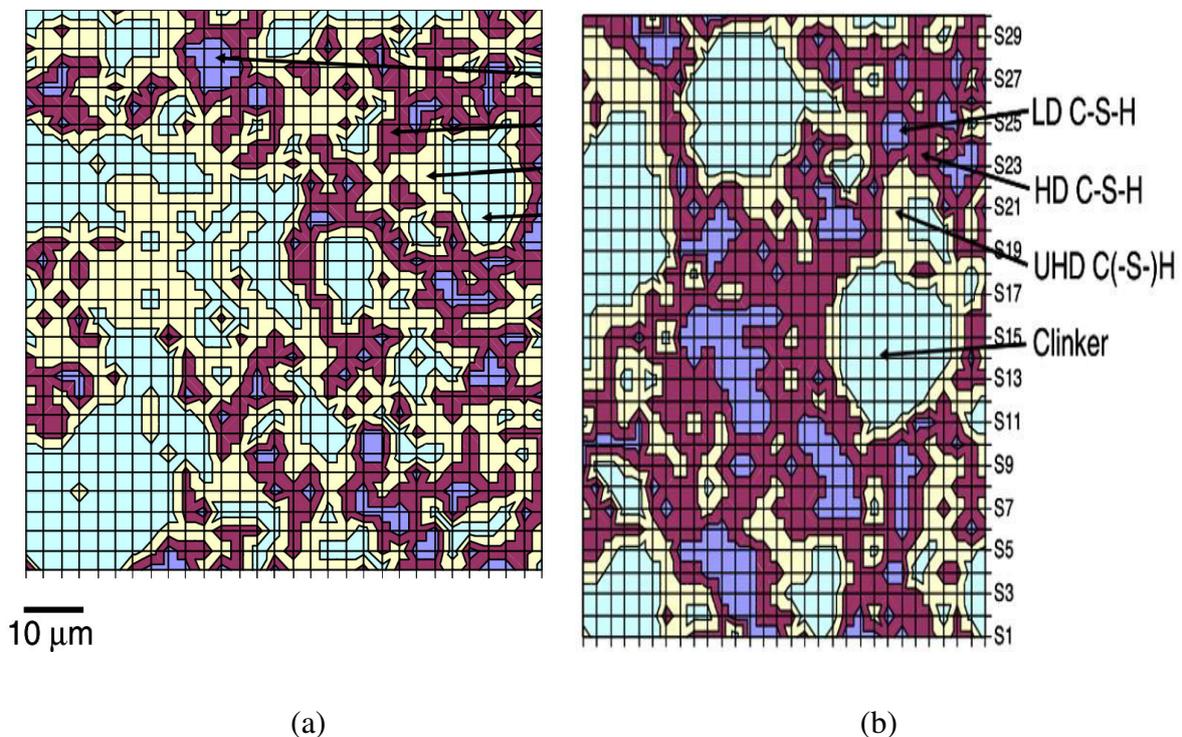


Figure 1.7 : Cartographie mécanique des différentes densités du C-S-H et de clinker : (a) Pâte de ciment avec $E/C \leq 0.2$ – (b) Pâte de ciment avec $E/C \geq 0.2$ [52].

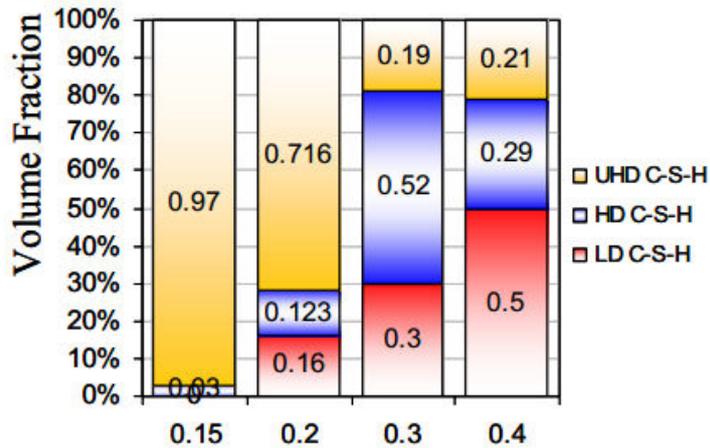


Figure 1.8 : Fractions volumiques des différentes phases de C-S-H avec différents rapports E/C [60].

1.3.2 Les propriétés mécaniques du béton

La caractérisation mécanique d'un matériau est un paramètre primordial dans l'étude de ce dernier tout comme l'étude de l'évolution de ces paramètres. De plus, la résistance du béton est presque toujours un élément vital dans la conception des structures [61]. Vu sa nature composite, plusieurs facteurs à différentes échelles jouent un rôle dans la résistance à la compression du béton [62]. Les propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie représentent 70% de la résistance du béton. La caractérisation de ses propriétés est difficile, puisque la pâte de ciment est un assemblage de particules microscopiques qui se développent pendant un processus d'hydratation complexe tel que détaillé dans les précédents paragraphes. La pâte de ciment constitue un solide hétérogène par le caractère multi-échelle de sa porosité qui influe sur ses propriétés mécaniques. Plusieurs autres facteurs à différentes échelles jouent un rôle important sur la résistance mécanique du béton. En raison de l'hétérogénéité de la composition de ses constituants, les propriétés du béton peuvent varier considérablement [63].

Les facteurs initiaux les plus pertinents à gérer pour la confection du béton sont : le type de ciment utilisé, le type d'agrégats ou la méthode adoptée lors de la confection du béton. De ce fait, la résistance du béton résulte principalement de [61] :

- a- La résistance de la pâte de ciment durcie.
- b- La liaison entre, le mortier et les agrégats.
- c- La résistance du gros agrégat.

d- Le volume des vides résultants dans le béton, qui est généralement égal à 18.7% du volume total du béton.

La résistance à la compression du béton est l'un des paramètres qui reflète la qualité du béton. Cette dernière est liée directement à la structure de la pâte de ciment hydratée. La résistance qui peut être développée par un mélange de ciment donné, d'agrégats acceptables et d'eau, est influencée par [61] :

- a- Le rapport du ciment à l'eau E/C comme indiqué sur la Fig. 1.9.
- b- Le rapport du ciment à l'agrégat.
- c- La texture de la surface de l'agrégat, la forme, la résistance et l'étanchéité de ses particules.
- d- La taille maximale des agrégats

Il faut noter que les facteurs de (b) à (d) sont moins importants que le facteur (a).

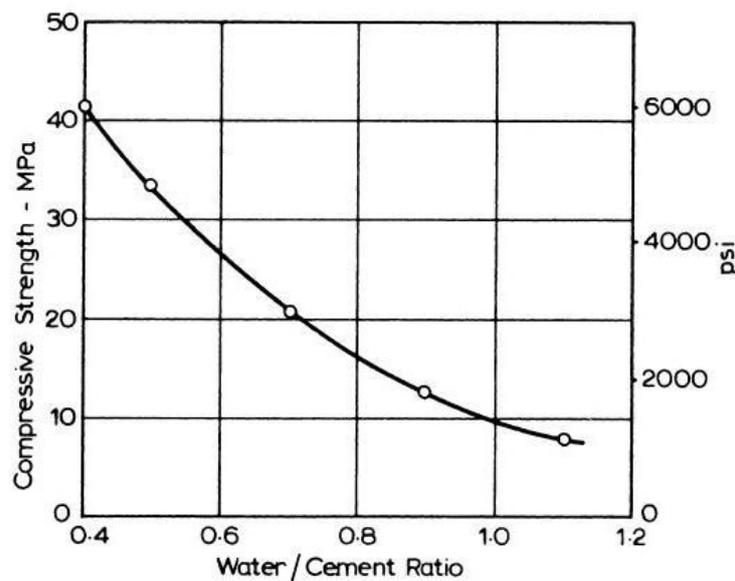


Figure 1.9 : Relation entre la résistance à la compression du béton à 7 jours et le rapport E/C pour un béton réalisé avec un ciment Portland à durcissement rapide [61].

En 1999, Vandamme [64] a indiqué que la résistance mécanique de l'ensemble résulte de la nature des liaisons formées entre les particules de la matrice cimentaire. Par la suite, Bernard et Soroka ([65], [66]) ont montré que les propriétés mécaniques augmentent d'une façon importante pendant la phase de prise durant le processus d'hydratation, en raison du remplissage

intergranulaire et que cette tendance se poursuit tout au long de la période de durcissement mais avec une cinétique plus lente.

Les investigations sur les propriétés des matériaux cimentaires ont montré qu'elles étaient sensibles principalement à la structure poreuse, et que la plus petite particule du béton représentée par un C-S-H joue un rôle très important par rapport à d'autres particules issues de l'hydratation. Les différentes propriétés mécaniques de la pâte de ciment ont fait l'objet de plusieurs travaux. Par exemple, la limite d'élasticité de la pâte dans le béton peut varier de 80 à 98 MPa [67] en fonction du rapport E/C. Les propriétés mécaniques telles que le module d'élasticité et la dureté des C-S-H ont été évaluées dans plusieurs travaux en utilisant la technique de nanoindentation. Ces propriétés varient selon le type de C-S-H en fonction de sa densité. Le module d'élasticité des LD C-S-H peut varier de 18 GPa à 24 GPa, alors que celui des HD C-S-H varie de 29 GPa à 32 GPa ([68], [69], [70], [71]). Il est important de signaler que la résistance des agrégats collabore aussi à la résistance du béton. Une étude expérimentale réalisée par Knab et al. [72] a montré que les agrégats rugueux conduisent à une résistance 10% plus importante qu'avec des agrégats lisses. La résistance des agrégats varie selon leur type et peut varier entre 80 MPa et 200 MPa [61].

1.3.3 Origine du fluage dans le béton

Le béton est sensible à un phénomène très fréquent dans ce type de matériau qui dépend du temps et détériore sa durabilité, le phénomène est connu sous le nom de fluage. Ce phénomène est défini par une déformation sous chargement constant. Depuis plusieurs années, des chercheurs ([73], [74]) ont essayé d'étudier ce phénomène à l'aide d'essais macroscopiques longs et coûteux, mais ce dernier reste encore mal connu. A l'échelle macroscopique, les agrégats subissent très peu de fluage et freine l'amplitude de ce phénomène. Cependant, la pâte de ciment hydratée subit la totalité du fluage existant dans le béton. Par conséquent, pour la bonne compréhension de ce phénomène les chercheurs ont approfondi leurs investigations en étudiant ce phénomène à une échelle plus fine. A l'échelle nanométrique, Vandamme et Ulm [75] ont utilisé la théorie dynamique de la physique des volumes granulaires. Ils ont pu montrer que le fluage présent dans les C-S-H est lié à la réponse visqueuse de ce dernier. Le fluage des C-S-H dépend principalement du réarrangement des différentes particules de C-S-H (LD, HD, UHD) présentes dans le béton à cette échelle. Le fluage est un phénomène complexe présent

dans le béton et est liée à la réponse viscoélastique des C-S-H et des différentes liaisons dans la pâte de ciment hydraté. Le fluage dans le béton se présente sous deux types :

- Un fluage volumétrique à court terme.
- Un fluage à long terme.

Ce deuxième type de fluage, qui est dû à une déformation par cisaillement, est le plus critique pour la durabilité des structures en béton. Le taux de ce type de fluage évolue selon une fonction de type puissance t^{-n} avec un exposant n compris entre 0.9 et 1 ([76], [77], [78], [79]).

Les niveaux d'échelles étudiées suggèrent que la zone la plus probable pour la déformation de fluage à l'échelle nanométrique est le contact particule-particule entre des particules de différentes densités du gel de C-S-H. Un paramètre appelé « complaisance de contact de fluage des C-S-H » évalué par la technique de nanoindentation a été proposé [80] :

$$\dot{L}(t) = 2a_u \Delta h(t) / P_{max} \quad (1.4)$$

où P_{max} est la force maximale, $\Delta h(t) = (h(t) - h_0)$ est la profondeur de pénétration, a_u est le rayon de contact entre l'indenteur et la surface indentée lors du déchargement, qui est lié à l'aire de contact A_c par :

$$a_u = \sqrt{A_c / \pi} \quad (1.5)$$

Le fluage logarithmique des phases C-S-H a été évalué en nanoindentation par la relation suivante [80] :

$$\dot{L}(t) = 1/Ct \quad (1.6)$$

où C représente le module de contact de fluage et a la même dimension qu'un module élastique.

Dans les essais de nanoindentation, les valeurs obtenues pour les différentes phases de C-S-H sont représentées sur la Fig. 1.10 : $C_{LD} = 120.4 \pm 22.6$ GPa, $C_{HD} = 183.6 \pm 30.5$ GPa et $C_{UHD} = 318.6 \pm 32.2$ GPa, ainsi que les résultats expérimentaux et théoriques de la densité de probabilité (PDF) d'une pâte de ciment d'un rapport E/C= 0.3. Il a été également montré dans cette étude que les mesures de fluage à l'échelle nanométrique qui durent quelques minutes donnent des valeurs similaires aux essais macroscopiques de fluage qui durent des années [80].

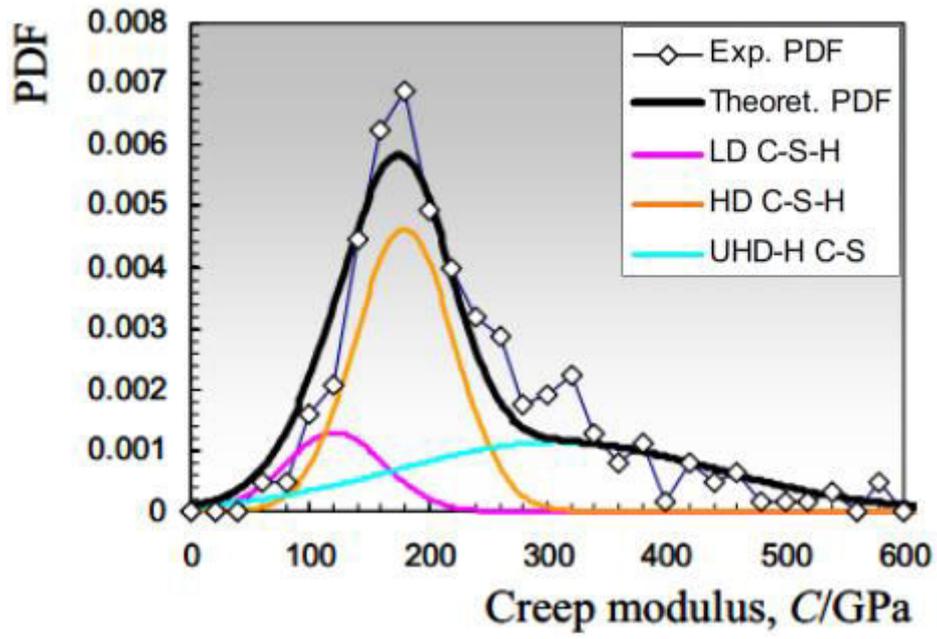


Figure 1.10 : Résultat du module de contact de fluage par la méthode statistique de nanoindentation d'une pâte de ciment d'un rapport E/C= 0.3 [80].

2. Modélisation de la nanoindentation d'un béton à haute performance

2.1 La technique de nanoindentation

Il y a 40 ans de nouvelles machines ont été créées pour mesurer en continu, lors d'un essai, le déplacement tout en appliquant une force verticale : c'est l'indentation instrumentée. L'indentation instrumentée est une technique qui permet de remonter aux propriétés mécaniques locales de différents matériaux. A différentes échelles de mesure et en fonction de la résolution des capteurs de force et de déplacement, on parlera de microindentation ou de nanoindentation. L'indentation a connu une évolution rapide depuis son avènement. Plusieurs relations empiriques ont été proposées pour l'obtention des propriétés mécaniques telles que le module (E) et la dureté (H) [69]. Ensuite, des travaux ont permis de relier la charge (P) au déplacement (h) et la zone de contact (A_c) pour tout indenteur décrit comme un solide de révolution [69].

Le principe de la nanoindentation consiste à mesurer les propriétés mécaniques à l'échelle de quelques microns, par l'enfoncement d'un indenteur sous l'action d'une charge (Fig. 2.1). Les déformations élastique, visqueuse et plastique sont alors obtenues à partir des courbes expérimentales charge-profondeur de pénétration. La charge appliquée (P) est de l'ordre de quelque milli ou micro-newtons et les profondeurs de l'ordre de quelques centaines de nanomètres pour les bétons par exemple [81].

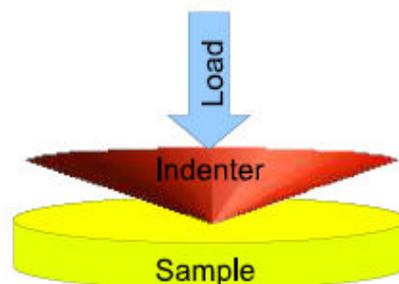


Figure 2.1 : Principe de la technique de nanoindentation [81].

L'appareil d'indentation est doté d'un système d'acquisition qui enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration. L'allure de la courbe d'indentation

dépend du comportement du matériau indenté. La Fig. 2.2 représente un exemple de courbes obtenues avec un chargement suivi d'un déchargement (Fig. 2.2(a)) ou avec un chargement, un maintien, puis un déchargement (Fig. 2.2(b)).

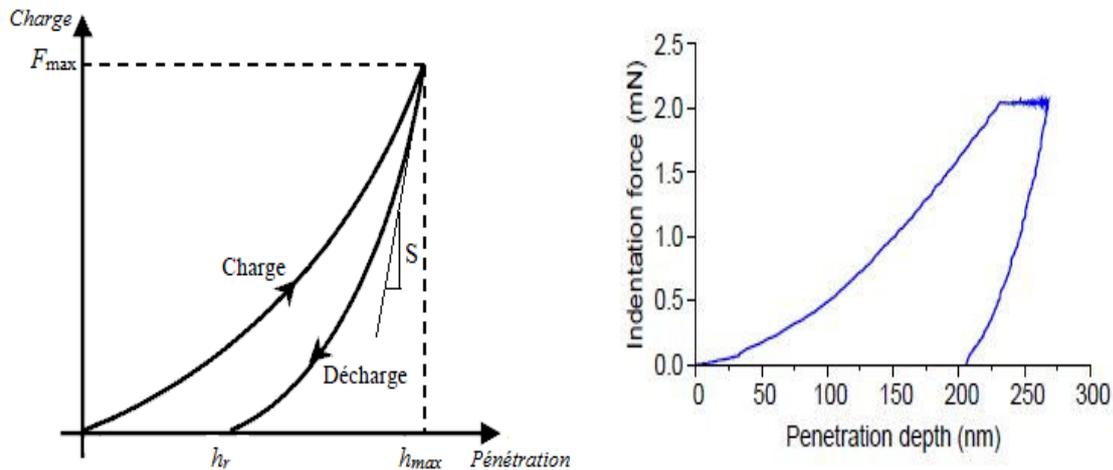


Figure 2.2 : Courbes typiques de : (a) chargement-déchargement, (b) chargement-maintien-déchargement ([82], [81]).

2.2 Analyse des matériaux hétérogènes par indentation

L'application de la technique d'indentation aux matériaux nano-composites avec une grande hétérogénéité est un grand défi, car il est très difficile de choisir l'emplacement des indents pour chaque phase individuelle avec une répétabilité suffisante. De ce fait, la technique de nanoindentation a évolué au fil du temps, elle traite non seulement les matériaux homogènes mais également des matériaux hétérogènes avec de nouvelles méthodes spécifiques aux matériaux composites. Dans le cas des matériaux cimentaires, la nanoindentation s'effectue en définissant une grille d'indentation avant l'essai. L'idée principale de cette grille d'indentation est de réaliser un grand nombre d'essais sur la surface de l'échantillon. L'analyse des résultats de cette grille s'effectue à l'aide d'une méthode statistique (SNT) ([83], [84], [85], [60]). La méthode statistique est basée sur le principe d'une méthode de déconvolution et des modèles micromécaniques pour relier la microstructure aux propriétés mécaniques de chaque phase.

La technique de la grille d'indentation a été décrite par Ulm et al. [85] pour un composite à deux phases. Elle s'applique évidemment pour des matériaux contenant plus de deux phases

à condition qu'elles présentent un contraste suffisant dans leurs propriétés. De plus, cette technique peut être appliquée à toute propriété obtenue à partir des tests d'indentation, c'est-à-dire le module d'indentation (E), la dureté d'indentation (H) ou la complaisance de contact de fluage ($L(t)$). Pour assurer la répétabilité de la technique, une analyse de la courbe de fréquence doit être automatisée par la technique de déconvolution [80]. Dans son développement original ([86], [83]), la technique de déconvolution a été réalisée manuellement en ajustant un certain nombre de fonctions de densité de probabilité (PDF) à la courbe de fréquence expérimentale de la grandeur mesurée (histogramme normalisé) ; rendant les résultats de déconvolution dépendant de l'opérateur [80].

La clé de la détermination des propriétés des phases dans la technique de la grille d'indentation est l'identification de la répartition statistique des phases (Fig. 2.3). Cela nécessite une déconvolution de l'hétérogénéité. Cette technique repose sur l'hypothèse que la répartition des propriétés mécaniques de chaque phase est supposée être correctement approchée par des distributions Gaussiennes.

Pour les matériaux cimentaires, la technique de déconvolution a été appliquée avec succès sur les particules de C-S-H par plusieurs chercheurs ([69], [87], [88], [89]). Une grille d'indentation sur des C-S-H est montrée sur la Fig. 2.3. En considérant un grand nombre de points de test, on peut estimer les propriétés micromécaniques des différentes phases des C-S-H. La fraction volumique de chaque phase du matériau peut également être obtenue par une analyse du graphique de fréquence expérimentale.

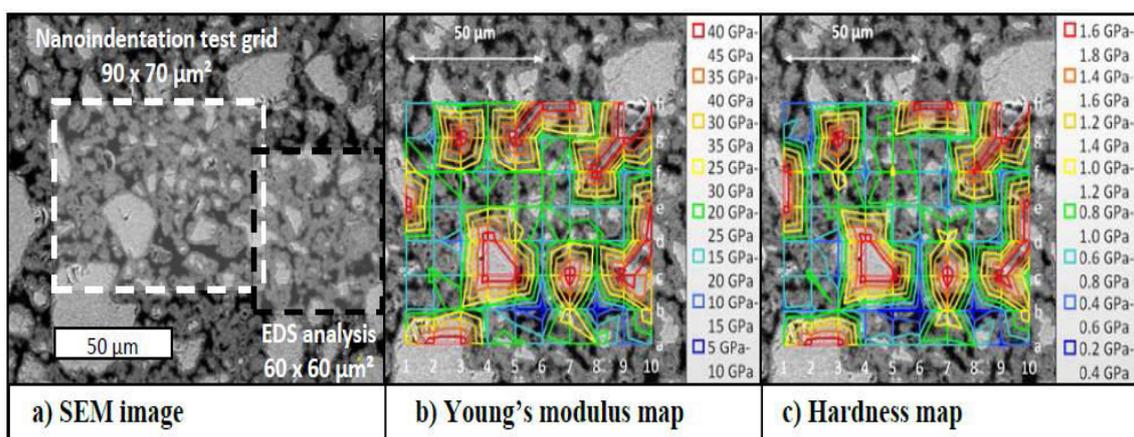


Figure 2.3 : Grille d'indentation et iso-propriétés dans un échantillon de ciment [89].

Une analyse statistique du grand nombre de résultats d'essai d'indentation peut être effectuée pour extraire les propriétés mécaniques spécifiques de chaque phase individuelle dans la zone testée en utilisant la technique de déconvolution comme le montre la Fig. 2.4.

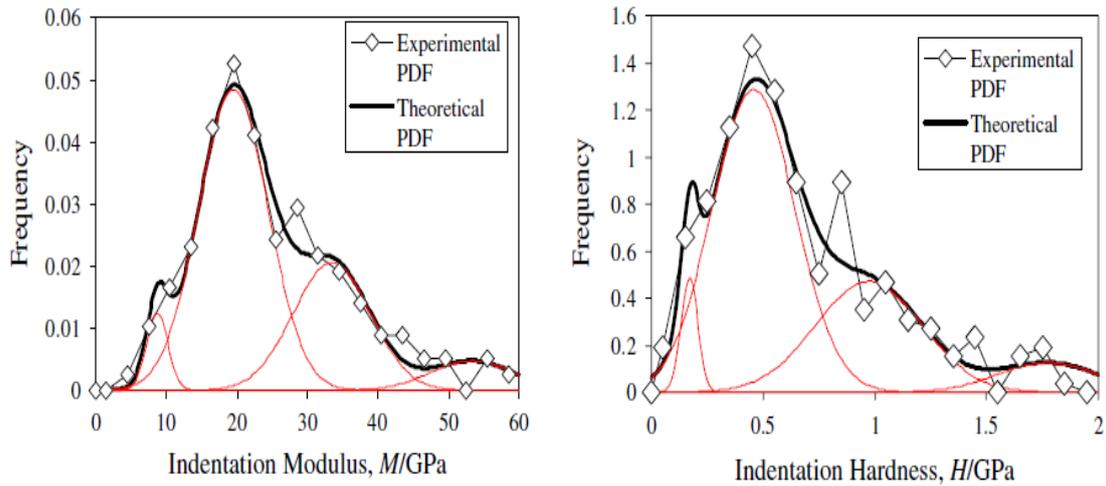


Figure 2.4 : Analyse statistique d'une pâte de ciment d'un rapport E/C = 0.5 [85].

2.3 Modélisation de l'essai de nanoindentation

2.3.1 Présentation du matériau étudié

Le matériau sur lequel nous avons basé nos travaux de modélisation et de simulation est un béton à haute performance constitué principalement de pâte de ciment, de cendre volante et d'agrégats. Tous les résultats expérimentaux sont issus des travaux de Da Silva et al. [90]. Le béton étudié est un ciment Portland de type CEM II/A-S 52.5N contenant de la cendre volante et du sable de quartz. La cendre volante silico-alumineuse est principalement constituée de silice (SiO_2 à 51.9% en teneur massique), d'alumine (Al_2O_3 à 32.8% en teneur massique), d'oxyde de fer (Fe_2O_3 à 6.3% en teneur massique) et de chaux (CaO à 2.7% en teneur massique). Les agrégats sont quant à eux essentiellement constitués de silice (SiO_2 à 99.2% en teneur massique) et d'oxyde de fer (Fe_2O_3 à 0.04% en teneur massique). Da Silva et al. [90] ont utilisé la technique des grilles d'indentations particulièrement adaptée à la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux fortement hétérogènes [91].

L'hétérogénéité de ce matériau apparaît à deux différentes échelles de longueurs : le niveau microscopique (niveau I) correspondant à la matrice cimentaire et le niveau macroscopique (niveau II) correspondant au béton. Au niveau I, la technique de

nanointentation a été utilisée avec l'analyse par déconvolution pour identifier les différentes phases de la matrice cimentaire. Une pointe Berkovich a été utilisée pour réaliser 550 indents sur des échantillons cylindriques de 30 mm de diamètre.

Les essais de nanoindentation ont été effectués à charge imposée, avec une mise en charge à 12 mN/mn jusqu'à la charge maximale P_{max} , suivi d'un maintien à P_{max} pendant 10 secondes et d'une décharge complète à une vitesse de 12 mN/mn. Le maintien à charge maximale et sa durée ont été fixés de sorte à minimiser les effets du fluage sur la décharge élastique [92]. Le post-traitement des essais par déconvolution statistique ([91], [93]) a permis d'extraire le module élastique des quatre phases dominantes, mises en évidence par les pics caractéristiques relevés sur le tracé de la fonction densité de probabilité expérimentale [90]. Le module d'élasticité est déterminé en utilisant la méthode d'Oliver et Pharr [94]. Les différentes phases identifiées sont mécaniquement distinctes. Ces phases sont notées par la suite A, B, C et D respectivement. La phase A est constituée de phases poreuses de faible rigidité. La phase B contient la majorité des principaux produits d'hydratation tels que les gels de silicates de calcium hydratés et une partie de Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. La phase C se compose de silicates de calcium hydratés de forte rigidité et d'une partie de Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Les éléments non hydratés tels que les clinkers et les cendres volantes constituent la phase D. Enfin, la porosité P a été estimée à 3.3 % environ. Le résultat obtenu par l'étude de ces différentes phases est résumé dans le Tableau (2.1).

Tableau 2.1 : Résultats des différentes phases à partir des travaux de Da Silva et al. [90].

Différentes Phases	E (GPa)	ν	V_f (%)
A	20.3	0.2	9.5
B	38.7	0.2	48.9
C	50.1	0.2	22.1
D	85.2	0.2	16.3
P	0	0.2	3.3

En raison des interactions entre les différentes phases les modules obtenus ne représentent pas les modules de la phase pure exactement. Par conséquent, la séparation des performances mécaniques des phases individuelles n'est pas possible. De ce fait, l'influence des interactions

est estimée à partir des résultats de déconvolution et de porosimétrie. La Fig. 2.5 montre les courbes expérimentales de nanoindentation pour les différentes phases obtenues par Da Silva et al. [90].

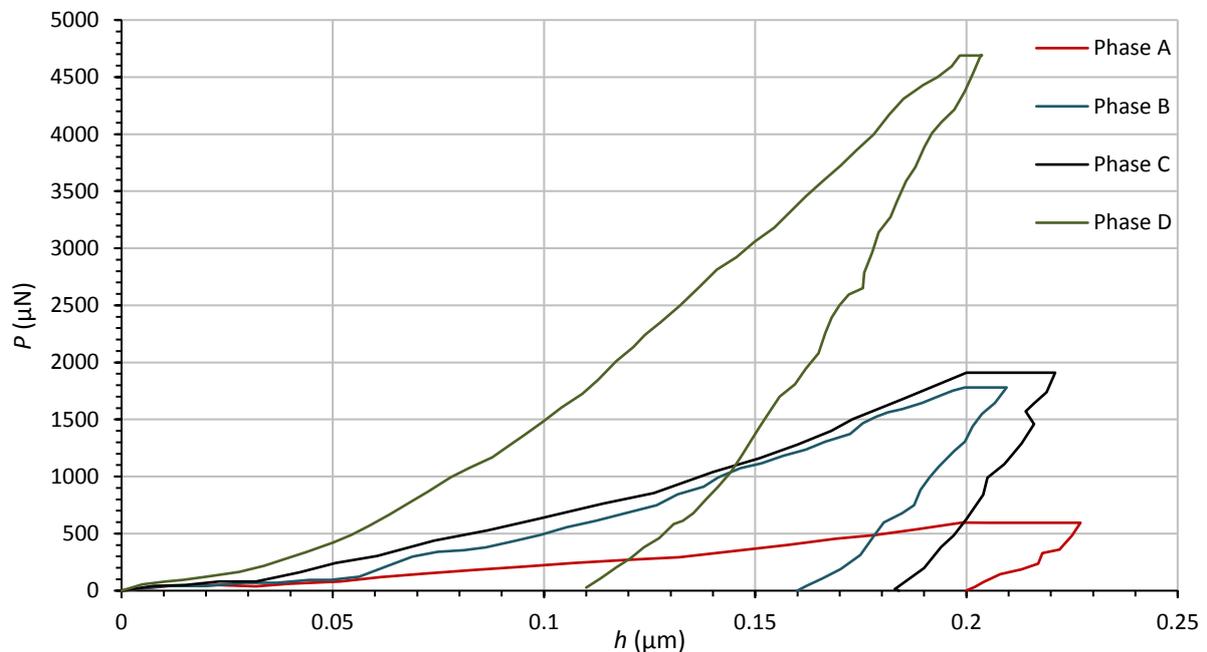


Figure 2.5 : Courbe $P-h$ expérimentales pour les différentes phases du béton d'après Da Silva et al. [90].

2.3.2 Méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis est une technique de simulation par ordinateur qui fait partie des différentes méthodes numériques utilisées dans l'ingénierie pour résoudre un large éventail de problèmes complexes [95]. Cette méthode est basée sur le principe du travail virtuel ou le principe de l'énergie potentielle [96]. Il existe de nombreux logiciels commerciaux basés sur la méthode des éléments finis comme Abaqus, Ansys ou Comsol.

La méthode des éléments finis se base sur des étapes pour résoudre le problème : description du système par un modèle géométrique simplifié, discrétisation de ce modèle par un maillage, chaque élément lui sera affecté les équations d'équilibre ainsi que les propriétés physiques correspondantes. En appliquant les conditions aux limites, un système d'équations linéaires ou non-linéaires doit être résolu. La précision de cette méthode dépend de la finesse du maillage dans le modèle [97].

Depuis le 20^{ème} siècle l'indentation a été utilisée pour mesurer le comportement mécanique des matériaux. La raison principale de sa grande utilisation est que le test d'indentation peut être réalisé à différentes échelles de longueurs. De nombreux types d'indenteurs sont utilisés dans le domaine pour différents matériaux :

- Indenteurs sphériques ([98], [99], [100]).
- Indenteurs coniques ([101], [102], [103], [104], [105]).
- Indenteurs Vickers ([106], [107], [108]).
- Indenteurs Berkovich ([109], [110], [111], [112]).

Vu la complexité de l'essai de nanoindentation, les chercheurs ont développé des modèles éléments finis pour simuler cet essai et extraire d'autres propriétés mécaniques que le module et la dureté. Ainsi, les codes de calcul aux éléments finis se sont considérablement développés notamment pour prendre en compte le contact avec une très bonne précision et sur des petites échelles de mesure ([113], [114]). Différentes lois de comportement ont également été prise en compte dans les modèles d'indentation comme par les lois élasto-plastiques et les lois élasto-viscoplastiques. Dans le cadre de cette thèse, les simulations numériques ont été réalisées en utilisant le code de calcul ABAQUS version 6.13 [115]. Dans nos simulations, des calculs implicites tenant compte des non linéarités matérielle et géométrique ont été effectués.

2.3.3 Lois de comportement

La bibliothèque de matériaux sur Abaqus [115] comprend plusieurs modèles de comportement inélastiques. La plupart des matériaux d'intérêt technique répondent initialement élastiquement. Le comportement élastique signifie que la déformation est entièrement récupérable : lorsque la charge est retirée, l'échantillon revient à sa forme originale. Si la charge dépasse une certaine limite (appelé la limite élastique), la déformation n'est plus entièrement récupérable. Dans ce cas, une partie de la déformation restera quand la charge est enlevée. Les théories de la plasticité modélisent la réponse mécanique du matériau pendant qu'il subit une déformation non récupérable de manière ductile. Vu la complexité du béton et ces propriétés particulières, les modèles de plasticité de ce dernier sont obtenus en modifiant les modèles de plasticité des métaux. Les trois aspects clés d'un modèle de plasticité sont la surface de charge, la loi d'écoulement et la loi d'écrouissage ([95], [116]).

Pour la modélisation du comportement du béton, de nombreux critères ont été développés et qui ont été classés par Chen [117] comme suit :

- Modèles à un paramètre : critère de contrainte de traction maximale ou critère de Rankine, critère de contrainte de cisaillement maximale ou critère de Tresca et critère énergétique de Von Mises.
- Modèles à deux paramètres : critère de Mohr-Coulomb, critère de Drucker-Prager.
- Modèles à trois paramètres : critère de Brester-Pister, critère de William-Warnke.
- Modèles à quatre paramètres : critère d'Ottosen.
- Modèles à cinq paramètres : le raffinement du critère de William-Warnke en ajoutant deux degrés de liberté supplémentaires.

La simulation de l'essai de nanoindentation a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches utilisant des modèles élasto-plastiques de type Mohr-Coulomb ou Drucker-Prager, ou des modèles d'endommagement ([118], [119], [120]). Dans nos travaux de simulation, le modèle utilisé est détaillé ci-dessous.

2.3.3.1 Lois de comportement élasto-viscoplastique

La non-linéarité du comportement du matériau provient de la dissipation interne de l'énergie de déformation à la fois plastique et visqueuse. En considérant un comportement dépendant du temps pour les matériaux plastiques, Perzyna [121] a supposé que les propriétés visqueuses du matériau se manifestaient uniquement après le passage à l'état plastique. Dans cette approche, une décomposition linéaire de la vitesse de déformation est supposée :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^e + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr} \quad (2.1)$$

où $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$ est le taux de déformation totale, $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^e$ est le taux de déformation élastique, $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$ est le taux de déformation plastique indépendant du temps, et $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr}$ est le taux de déformation anélastique dépendant du temps.

Le comportement élastique est supposé linéaire et la surface de plasticité est décrite au moyen des deux invariants du tenseur des contraintes, en l'occurrence :

- le premier invariant ou pression hydrostatique :

$$p = -\frac{1}{3} \text{trace}(\boldsymbol{\sigma}) \quad (2.2)$$

- la contrainte équivalente de von Mises :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \mathbf{S} : \mathbf{S}} \quad (2.3)$$

où \mathbf{S} représente le tenseur déviateur des contraintes, défini par :

$$\mathbf{S} = \boldsymbol{\sigma} + p\mathbf{I} \quad (2.4)$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes et \mathbf{I} est le tenseur identité.

En considérant que la composante plastique du comportement est indépendante du temps, la condition d'écoulement plastique s'écrit :

$$\sigma_{eq} = \sigma_0 \quad (2.5)$$

où σ_0 est la limite d'élasticité, supposée ici constante, ce qui indique une plasticité parfaite.

Concernant la composante visqueuse du comportement, supposée fonction du temps, le taux de déformation anélastique dépendant du temps peut être représenté par une loi puissance telle que :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr} = A \sigma_{eq}^n t^m \quad (2.6)$$

où $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr}$ est défini par :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{cr}} \quad (2.7)$$

où t représente le temps, A , n , et m sont les paramètres du modèle. Lors de l'identification, des contraintes sont imposées à ces paramètres : A et n doivent être positifs et $-1 < m \leq 0$.

2.3.3.2 Modèle de Drucker-Prager

Le modèle de plasticité de Drucker-Prager existant dans le logiciel Abaqus décrit le comportement des matériaux granulaires. Dans ce modèle, la surface de charge dépend de la pression et de la contrainte équivalente. La déformation inélastique peut parfois être associée à des mécanismes de frottement tels que le glissement des particules entre elles. Cette classe de modèles offre un choix de trois critères différents. La différence entre les critères est liée à la

forme de la surface de plasticité dans le plan méridional, qui peut être une forme linéaire, une forme hyperbolique ou une forme de loi puissance. Le comportement inélastique lié au temps (fluage) couplé au comportement plastique est également disponible dans un calcul standard d'Abaqus [115]. Le modèle de Drucker-Prager est largement utilisé pour modéliser le comportement du béton en raison de sa simplicité et de sa capacité à la bonne description du comportement de ce dernier.

Le comportement élastique est supposé linéaire et la surface de plasticité est décrite par le modèle linéaire de Drucker-Prager au moyen des trois invariants du tenseur des contraintes suivants :

- le premier invariant ou pression hydrostatique :

$$p = -\frac{1}{3} \text{trace}(\boldsymbol{\sigma}) \quad (2.8)$$

- la contrainte équivalente de von Mises :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \mathbf{S} : \mathbf{S}} \quad (2.9)$$

où \mathbf{S} représente le tenseur déviateur des contraintes, défini par :

$$\mathbf{S} = \boldsymbol{\sigma} + p\mathbf{I} \quad (2.10)$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes et \mathbf{I} est le tenseur identité.

- le troisième invariant de la contrainte déviatorique :

$$r = \left(\frac{9}{2} \mathbf{S} \cdot \mathbf{S} : \mathbf{S} \right)^{1/3} \quad (2.11)$$

Pour réduire le nombre de paramètre à identifier, nous avons choisi un critère d'écoulement plastique dont la forme de la surface d'écoulement est linéaire dans le plan méridional (Fig. 2.6) dont l'équation s'écrit :

$$f = q - p \tan \beta - d = 0 \quad (2.12)$$

avec :

$$q = \frac{1}{2} \sigma_{eq} \left[1 + \frac{1}{K} - \left(1 - \frac{1}{K} \right) \left(\frac{r}{\sigma_{eq}} \right)^3 \right] \quad (2.13)$$

Dans le cas où l'écroutissage est défini par la contrainte de traction σ_t :

$$d = \left(\frac{1}{K} + \frac{1}{3} \tan \beta \right) \sigma_t \quad (2.14)$$

Dans notre cas $\sigma_t = \sigma_0$ est supposée constante, ce qui indique une plasticité parfaite.

Le modèle linéaire est généralement utilisé avec la plasticité non-associée, le potentiel plastique s'écrit alors :

$$g = t - p \tan \psi \quad (2.15)$$

Le modèle original de Drucker-Prager est obtenu pour $\psi < \beta$ et $K = 1$.

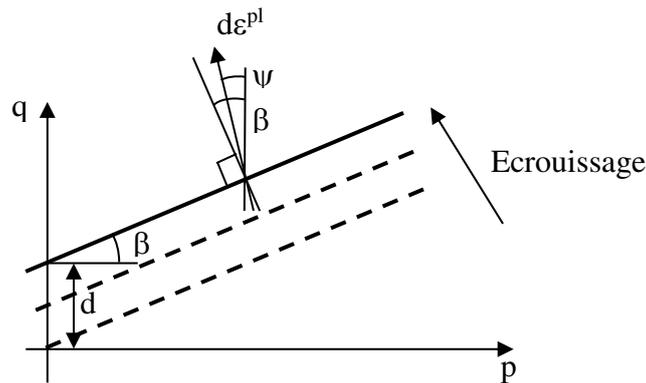


Figure 2.6 : Modèle linéaire Drucker-Prager : Surface et direction d'écoulement dans le plan méridional ($p - q$).

Dans Abaqus/Standard [115], si le fluage est défini en fonction de la contrainte de traction σ_t , la contrainte équivalente de fluage s'écrit :

$$\bar{\sigma}_{cr} = \frac{(\sigma_{eq} - p \tan \beta)}{\left(1 + \frac{1}{3} \tan \beta \right)} \quad (2.16)$$

Le taux de déformation de fluage peut être représenté par une loi puissance telle que :

$$\dot{\varepsilon}^{cr} = A(\bar{\sigma}_{cr})^n t^m \quad (2.17)$$

Si le fluage est défini en fonction de la contrainte de traction σ_t , alors $\dot{\varepsilon}^{cr}$ est donné par :

$$\dot{\varepsilon}^{cr} = \dot{\varepsilon}_{11}^{cr} \quad (2.18)$$

où t représente le temps, A , n , et m sont les paramètres du modèle à identifier.

2.3.4 Modèle de nanoindentation 2D axisymétrique

Au niveau microscopique, on peut considérer que la matrice cimentaire est composée de quatre phases mécaniquement distinctes [90], dont les propriétés mécaniques sont accessibles par nanoindentation. Le principe de la nanoindentation comme on l'a déjà défini implique l'application d'une force avec une très petite pointe en diamant sur la surface du matériau et la mesure simultanée de la profondeur de pénétration correspondante. En utilisant cette technique, différentes propriétés du matériau, telles que le module d'élasticité, la dureté, les paramètres plastiques ou visqueux, peuvent être obtenues à partir de résultats expérimentaux ([94], [122], [123]).

Considérant qu'une simulation 2D axisymétrique nécessite moins de temps de calcul et plus pratique qu'un modèle 3D, un modèle 2D axisymétrique a été utilisé dans un premier temps pour la simulation par éléments finis du comportement élasto-viscoplastique des quatre phases de la matrice cimentaire. Dans le modèle axisymétrique, on a utilisé une pointe sphéro-conique rigide ayant un angle semi-apical de 70.3° , qui a la même surface projetée que la fonction de profondeur Standard d'un indenteur Berkovich [124]. L'échantillon représenté sur la Fig. 2.7 est maillé avec 5329 quadrilatères bilinéaires axisymétriques à quatre nœuds avec intégration réduite (CAX4R) d'ABAQUS [115]. Un maillage fin a été utilisé sous la zone de contact et près de la pointe de l'indenteur pour définir avec précision la répartition des contraintes sous ce dernier. L'option non linéaire géométrique a été utilisée dans la simulation par éléments finis. Pour la simulation, la hauteur de l'échantillon est 50 fois plus grande que la profondeur d'indentation maximale. L'indentation a été appliquée en imposant la charge en fonction du temps de la même manière que les essais expérimentaux : chargement, maintien et déchargement. Dans les simulations, une interaction de contact a été appliquée par la définition

de l'indenteur comme «nœud maître» et l'échantillon comme des surfaces «esclaves». Le coefficient de frottement entre la pointe et la surface de l'échantillon a été fixé à 0.1, ce qui a donné une meilleure convergence de l'algorithme de contact. On a vérifié que le frottement n'a pas d'effet significatif sur la courbe de nanoindentation charge-profondeur de pénétration.

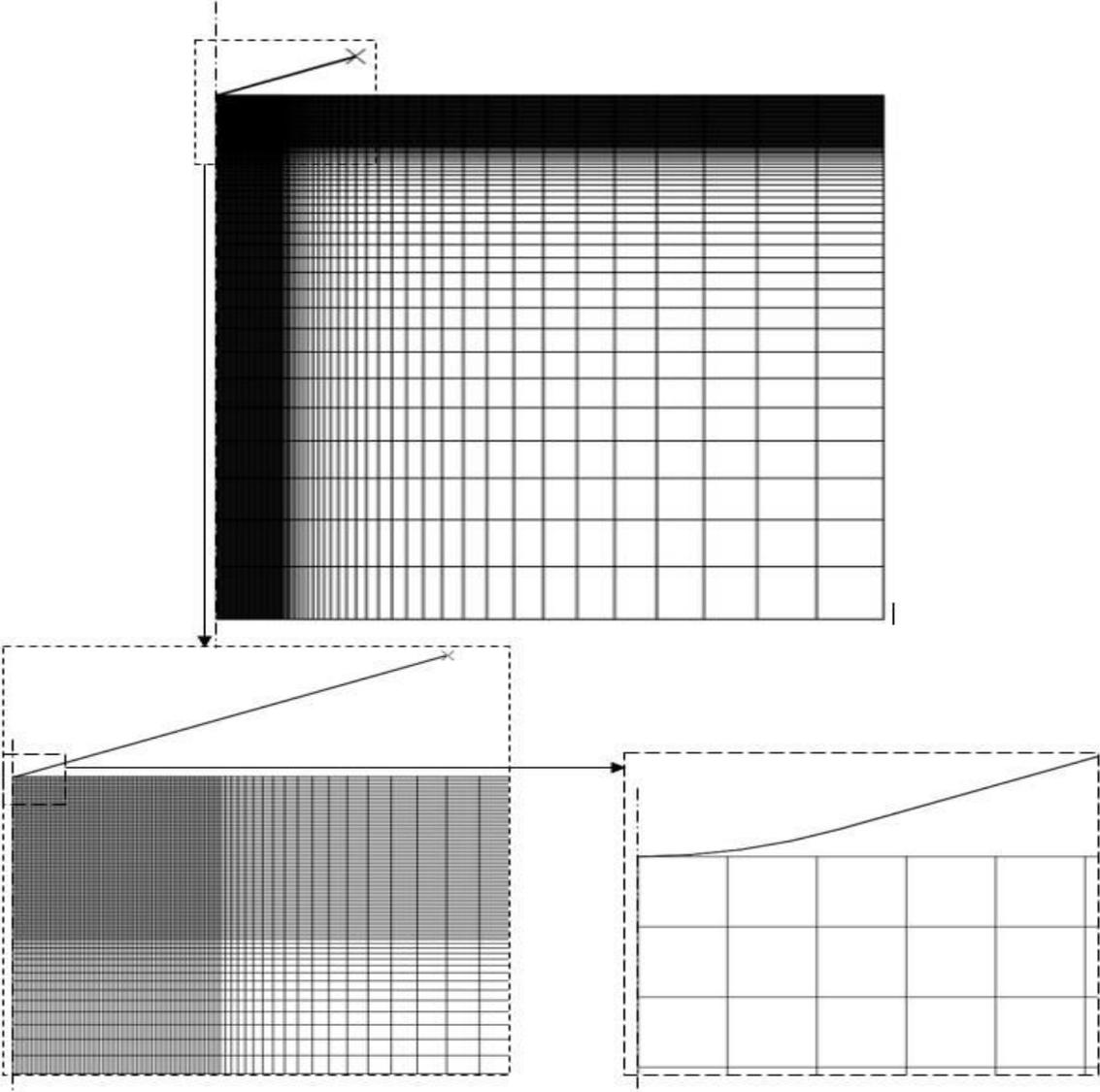


Figure 2.7 : Maillage éléments finis utilisé pour la simulation 2D axisymétrique de l'essai de nanoindentation.

2.3.5 Modèle de nanoindentation 3D

Nous avons également effectué des simulations 3D de l'essai de nanoindentation à l'aide d'un indenteur Berkovich. Afin de réduire le temps de calcul, et moyennant des considérations de symétrie, seul un sixième de l'échantillon a été modélisé. Les simulations 3D par éléments finis du comportement élasto-viscoplastique de chacune des quatre phases constitutives de la matrice cimentaire ont été réalisées. La pointe Berkovich, de rayon de pointe égal à 150 nm, est supposée rigide.

La Fig. 2.8 illustre le sixième de l'échantillon maillé avec 35674 éléments solides linéaires à 8 nœuds avec intégration réduite (C3D8R) d'ABAQUS [115]. Un maillage fin a été utilisé sous la zone de contact et près de la pointe pour une description fine des champs de contraintes et de déformations. La hauteur de l'échantillon est 50 fois plus grande que la profondeur de pénétration maximale.

L'essai d'indentation a été effectué à chargement imposé, en appliquant une montée en charge linéaire dans le temps, suivie d'une période de maintien à la charge maximale, puis d'une phase de déchargement. Dans les simulations, une interaction de contact a été appliquée entre l'indenteur et la surface de l'échantillon. Le coefficient de frottement entre la pointe et la surface de l'échantillon a été fixé à 0.1, assurant ainsi une meilleure convergence de l'algorithme de contact. Nous avons par ailleurs vérifié que la valeur du coefficient de frottement n'avait pas d'effet significatif sur la courbe charge-profondeur de pénétration. S'agissant des conditions aux limites appliquées pour cette simulation, la base de l'échantillon est supposée fixe, et des conditions de symétrie sont appliquées sur les parois planes de l'échantillon comme indiqué sur la Fig. 2.9.

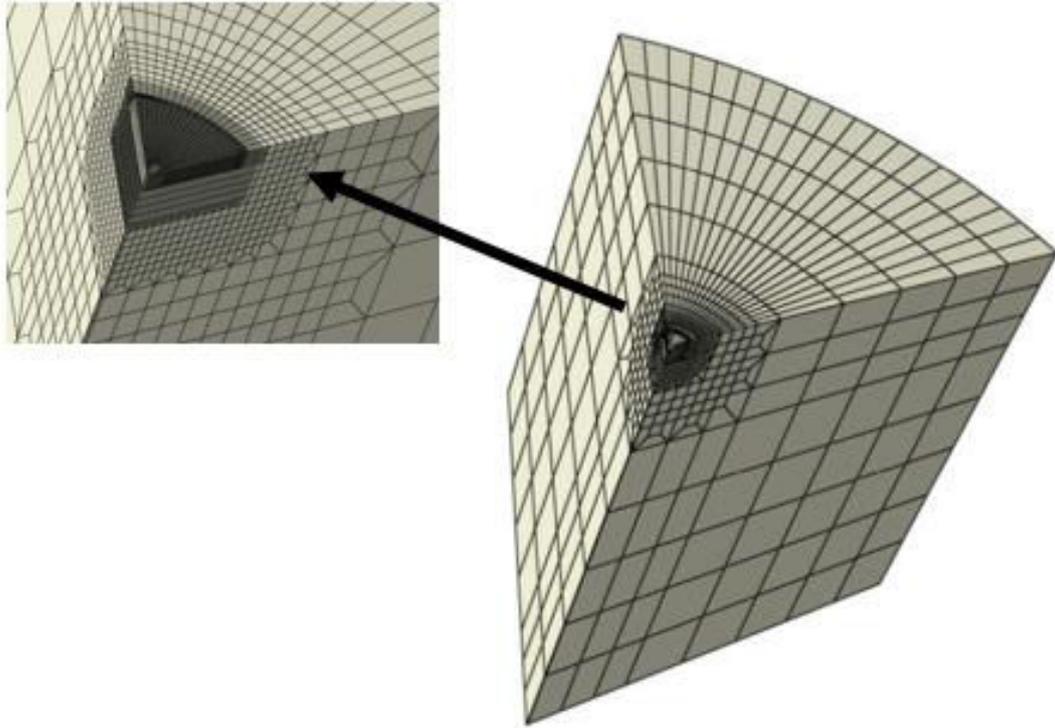


Figure 2.8 : Maillage éléments finis du sixième de l'échantillon.

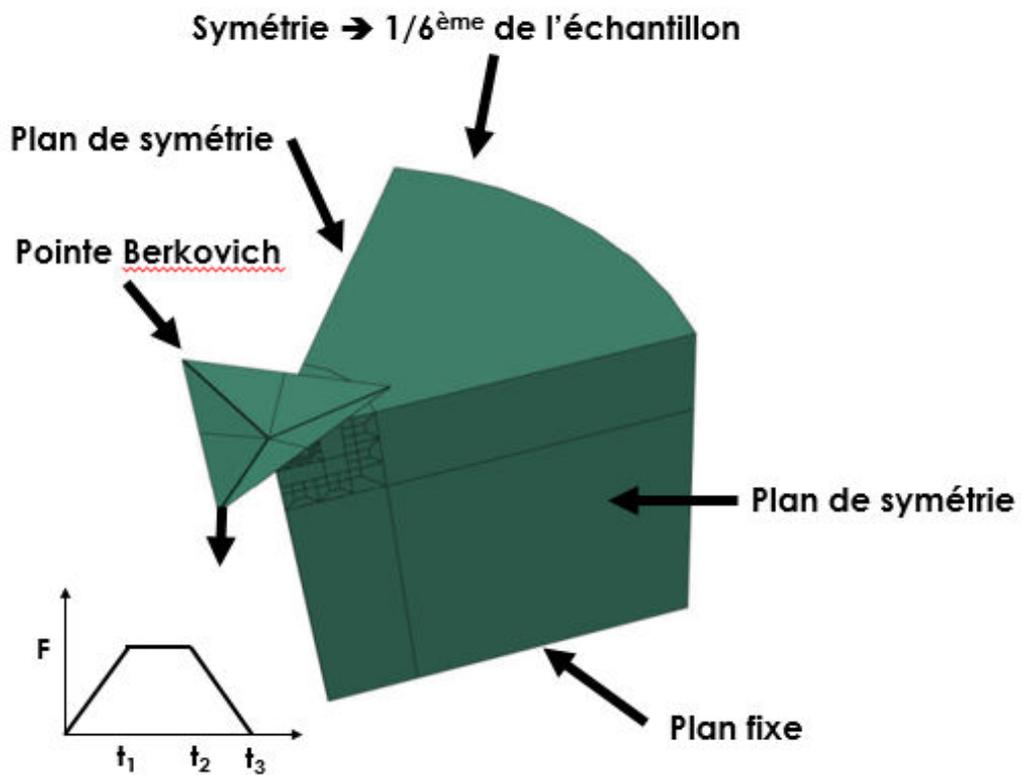


Figure 2.9 : Géométrie du sixième de l'échantillon et les conditions aux limites.

2.4 Méthode d'identification inverse de la loi de comportement

Pour chacune des quatre phases mécaniquement distinctes identifiées par Da Silva et al. [90], les auteurs ont déterminé expérimentalement le module d'élasticité (E) par la méthode d'Oliver et Pharr [94], avec l'hypothèse d'un coefficient de Poisson constant ($\nu = 0.20$).

Dans le cadre de cette thèse, nous avons identifié les paramètres du modèle de comportement élasto-viscoplastique choisi pour chaque phase en corrélant la réponse du modèle numérique avec les courbes expérimentales de nanoindentation correspondantes. Toutefois, les propriétés dépendant du temps ne sont pas directement accessibles par cette technique. Il est alors nécessaire de recourir à une méthode d'identification inverse, réalisée en combinant la modélisation par éléments finis et l'optimisation numérique. Le principe de cette méthode consiste en l'optimisation des paramètres du modèle pour la minimisation des écarts entre les courbes « Charge – Profondeur de pénétration » expérimentales et numériques. Les paramètres de la loi constitutive sont identifiés comme étant la solution optimisée ([125], [126]).

Dans ce travail, le processus d'optimisation est piloté par l'algorithme NSGA-II (Non-dominated Sorting Genetic Algorithm II) [127] qui minimise la fonction objectif au sens des moindres carrés définie par :

$$f(\mathbf{P}) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (h_{sim}(\mathbf{P}, t_i) - h_{exp}(t_i))^2 \quad (2.19)$$

où $\mathbf{P} = \{\sigma_0, A, n, m\}$ est le vecteur des paramètres inconnus, N est le nombre de points expérimentaux, et h_{sim} , h_{exp} sont les profondeurs de pénétration simulée et expérimentale, respectivement.

En pratique, un ensemble aléatoire de vecteurs des paramètres est d'abord généré. Les simulations éléments finis sont réalisées en utilisant tous les vecteurs de paramètres générés dans l'ensemble initial. Les combinaisons de paramètres qui fournissent les meilleurs résultats pour la minimisation de la fonction objectif sont utilisés pour générer un nouvel ensemble. Cette technique est répétée jusqu'à obtenir le vecteur de paramètres qui donne l'écart minimal entre

les résultats expérimentaux et numériques. La Fig. 2.10 résume le processus d'identification inverse développé dans le cadre de cette thèse.

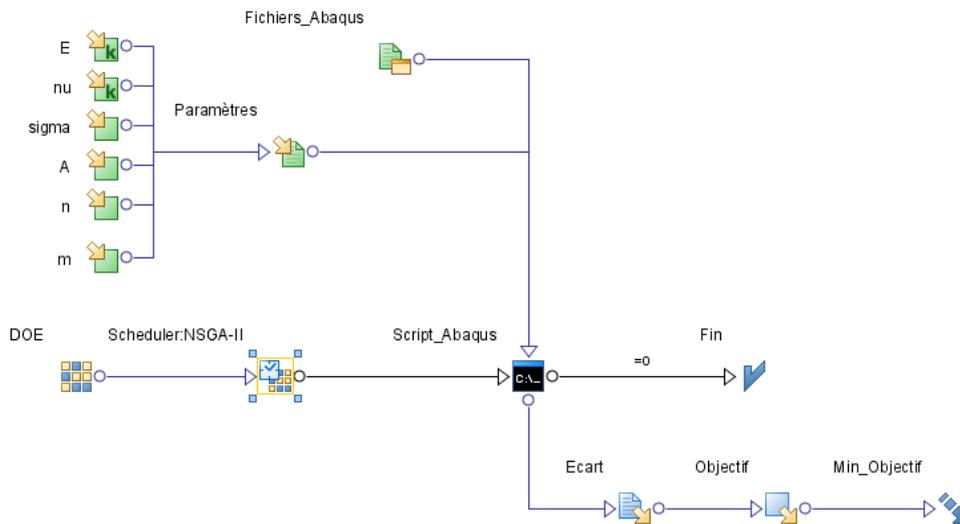


Figure 2.10 : Workflow du processus d'identification inverse.

Nous avons identifiés les paramètres du modèle élasto-viscoplastique pour chacune des quatre phases de la matrice cimentaire.

2.5 Résultats

2.5.1 Résultats de l'identification pour le cas 2D axisymétrique

Le tableau (2.2) montre les paramètres du modèle identifié obtenus par le modèle élasto-viscoplastique pour les quatre phases. La contrainte d'écoulement σ_0 a la valeur la plus faible pour la phase A composée de phases poreuses de faible rigidité et la plus grande valeur pour la phase D contenant le clinker non hydraté et les cendres volantes. Une valeur du même ordre de grandeur est trouvée pour la phase B contenant la majorité des principaux produits d'hydratation et la phase C composée de produits d'hydratation à haute rigidité. Le paramètre m est proche de -1 pour la phase A, ce qui démontre que cette phase est plus sensible au fluage en raison de la présence de phases poreuses. Les phases B et C ont presque la même sensibilité au fluage. Les paramètres A et n sont liés à la limite d'élasticité et leurs effets sont difficiles à analyser séparément.

Tableau 2.2 : Paramètres du modèle élasto-viscoplastique identifiés à partir des tests de nanoindentation pour le cas 2D axisymétrique.

	$E^{(*)}$ (GPa)	$\nu^{(*)}$	σ_0 (MPa)	A (MPa $^{-n}$.s $^{-(1+m)}$)	n	m
Phase A	19.6	0.2	66.0	$2.7 \cdot 10^{-4}$	3.9	-0.96
Phase B	39.8	0.2	107.0	$5.0 \cdot 10^{-6}$	2.1	-0.70
Phase C	50.9	0.2	300.0	$6.0 \cdot 10^{-6}$	3.0	-0.75
Phase D	82.0	0.2	350.0	$1.0 \cdot 10^{-6}$	2.0	-0.92

(*) Issu de Da Silva et al. [90].

Les figures 2.11 à 2.14 présentent les comparaisons entre les données expérimentales et la prédiction numérique en utilisant les paramètres identifiés par les simulations EF de nanoindentation pour les quatre phases constitutives de la matrice. Toutes les comparaisons indiquent qu'il y a un bon accord entre les mesures expérimentales et les simulations numériques. Les simulations numériques pour les expériences de nanoindentation prédisent avec précision les étapes de chargement, de maintien et de déchargement. Par conséquent, le modèle de comportement choisi ainsi que les paramètres identifiés à partir des expériences de nanoindentation peuvent caractériser le comportement élasto-viscoplastique des différentes phases de la matrice. Les résultats de la simulation numérique sont plus proches des données expérimentales dans l'étape de déchargement que du chargement et du maintien. En effet, le déchargement est purement élastique et les modules d'élasticité ont été directement calculés à partir des courbes expérimentales.

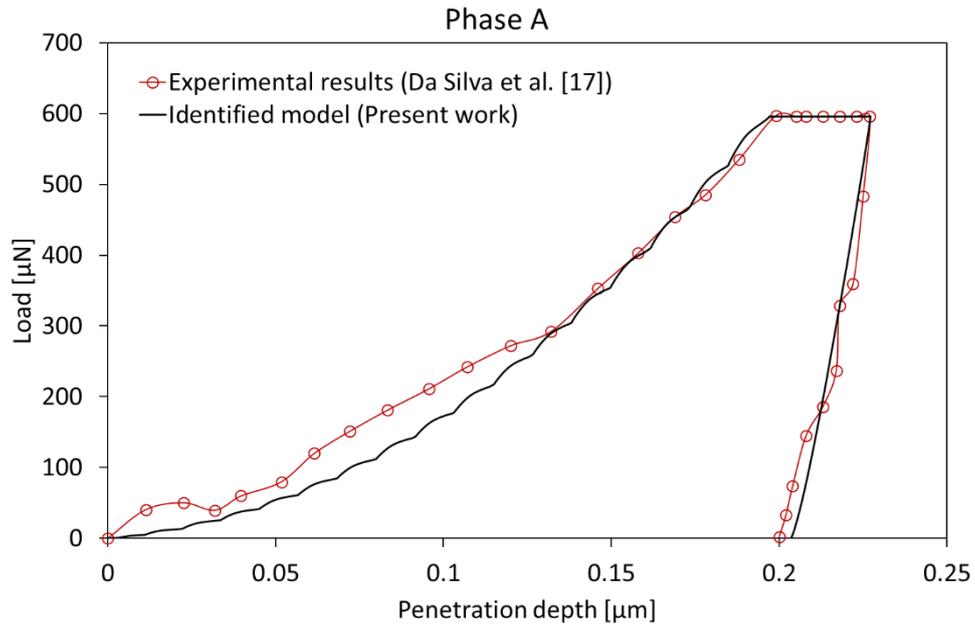


Figure 2.11 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle élasto-viscoplastique et les résultats expérimentaux de nanoindentation de Da Silva et al. [90] pour la phase A.

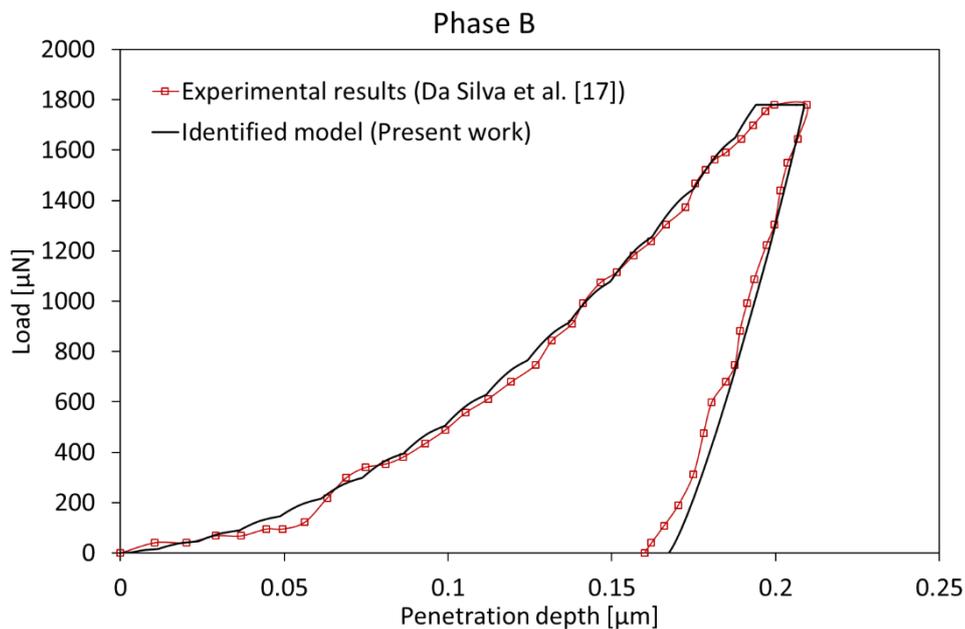


Figure 2.12 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle élasto-viscoplastique et les résultats expérimentaux de nanoindentation de Da Silva et al. [90] pour la phase B.

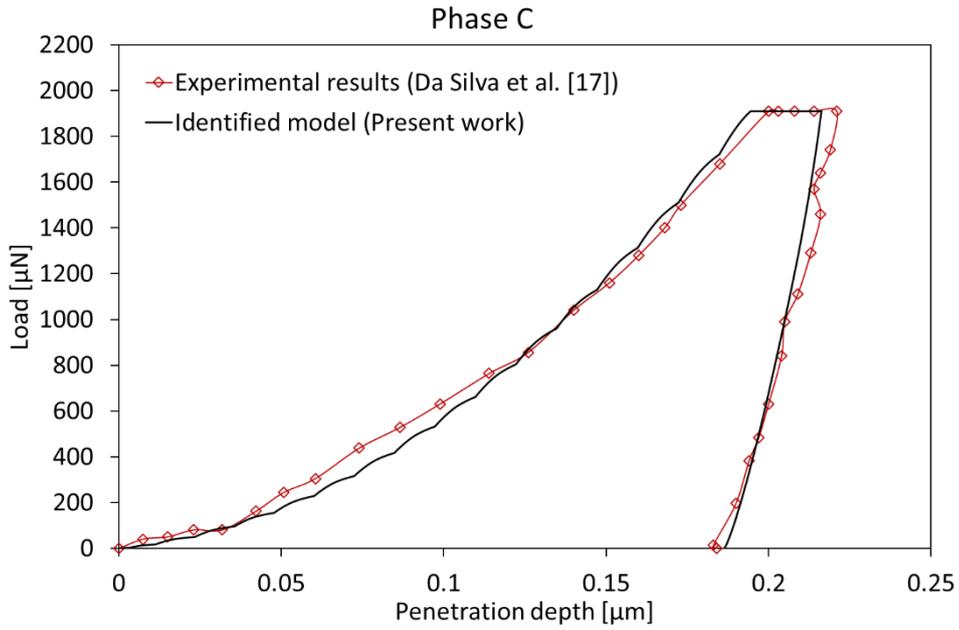


Figure 2.13 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle élasto-viscoplastique et les résultats expérimentaux de nanoindentation de Da Silva et al. [90] pour la phase C.

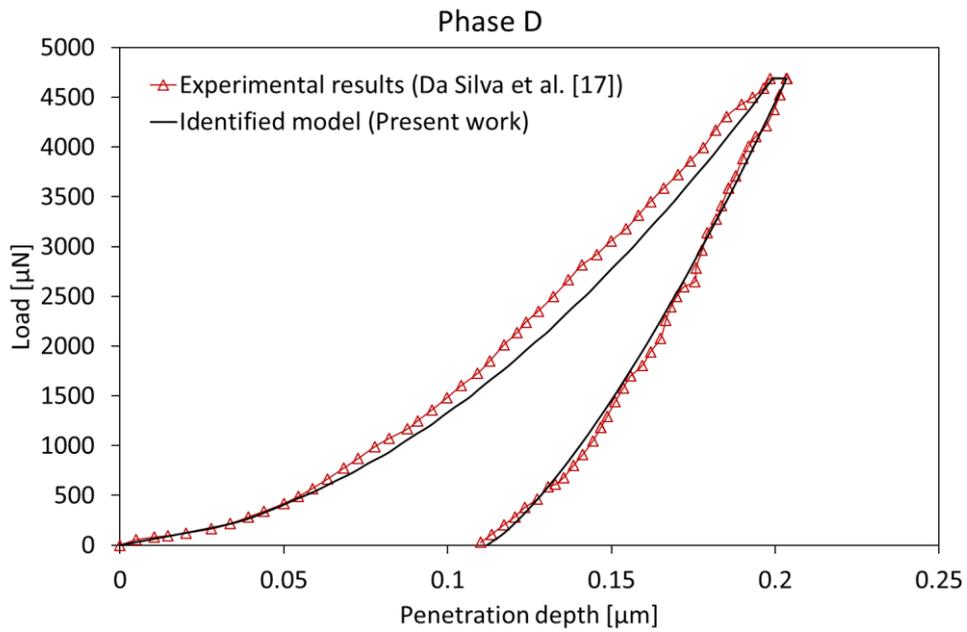


Figure 2.14 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle élasto-viscoplastique et les résultats expérimentaux de nanoindentation de Da Silva et al. [90] pour la phase D.

2.5.2 Résultats pour le cas 3D

Pour le cas 3D, nous avons utilisé le modèle original de Drucker-Prager avec $\beta = 66.8^\circ$, $\psi = 36.8^\circ$ et $K = 1$. Les paramètres viscoélastiques sont les mêmes que pour le modèle 2D axisymétrique donnés dans le tableau (2.2).

Les figures 2.15 à 2.18 illustrent la comparaison des résultats expérimentaux et ceux issus de la simulation numérique 3D avec le modèle de Drucker-Prager. Quelle que soit la phase considérée, les résultats numériques obtenus sont en très bonne adéquation avec les mesures expérimentales. Les phases de chargement, maintien de la charge et déchargement sont bien prédites, notamment la durée du plateau à charge maximale. Par conséquent, le modèle de Drucker-Prager permet de décrire le comportement élasto-viscoplastique de chacune des phases de la matrice cimentaire.

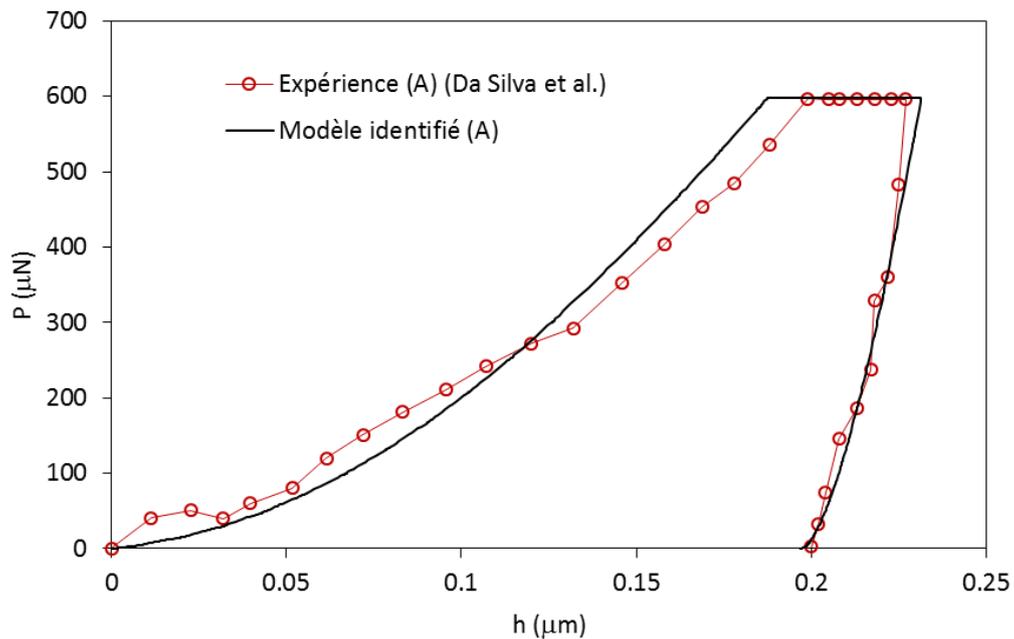


Figure 2.15 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle de Drucker-Prager et les résultats expérimentaux de Da Silva et al. [90] pour la phase A.

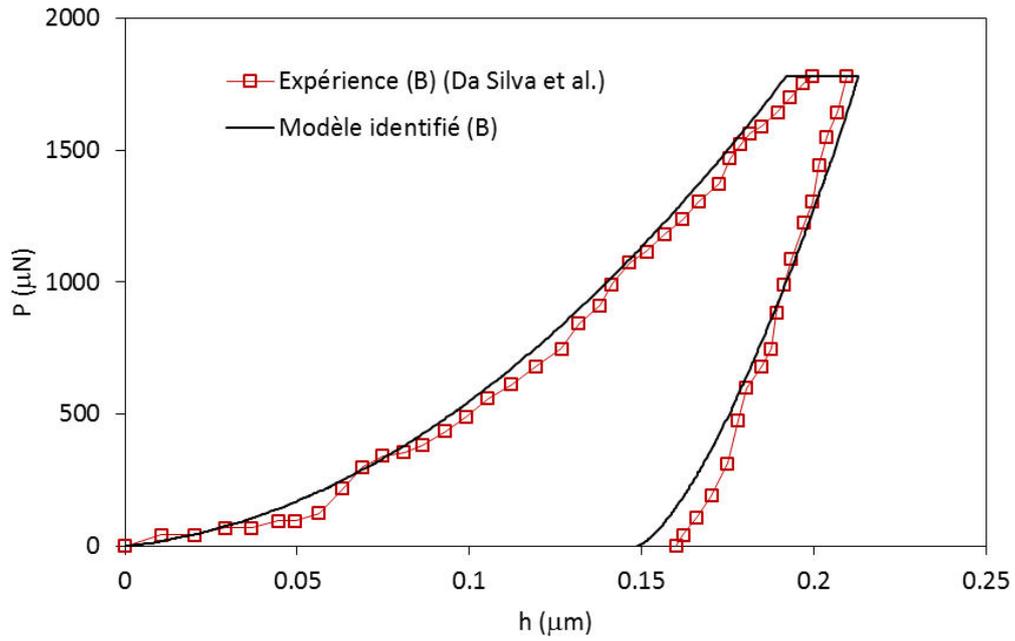


Figure 2.16 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle de Drucker-Prager et les résultats expérimentaux de Da Silva et al. [90] pour la phase B.

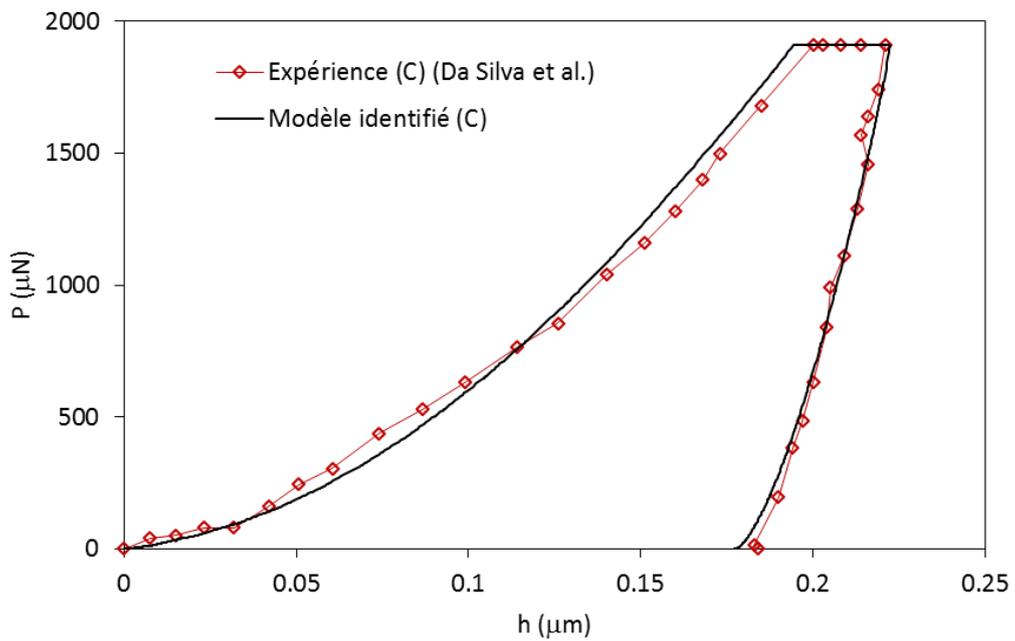


Figure 2.17 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle de Drucker-Prager et les résultats expérimentaux de Da Silva et al. [90] pour la phase C.

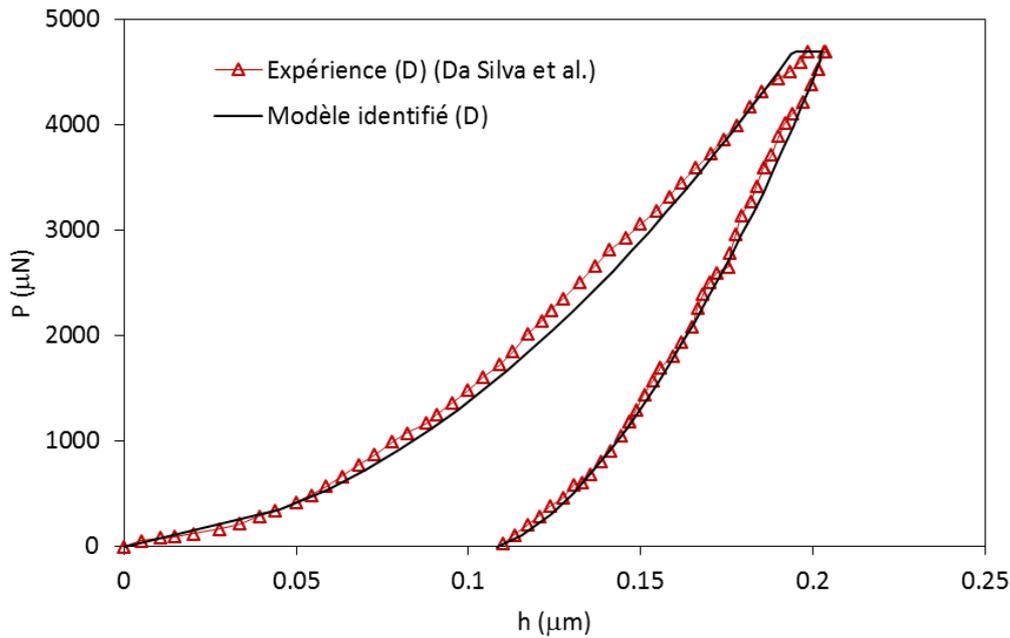


Figure 2.18 : Comparaison entre les résultats identifiés en utilisant le modèle de Drucker-Prager et les résultats expérimentaux de Da Silva et al. [90] pour la phase D.

2.6 Conclusion

La méthodologie développée au cours de ce chapitre a permis la détermination des lois de comportement des phases constituant la matrice cimentaire d'un BHP. Les données expérimentales utilisées, issues des travaux de Da Silva et al. [90], ont permis de caractériser le comportement élasto-viscoplastique de chacune de ces phases. Les paramètres des lois de comportement pour chaque phase ont été obtenus par identification inverse, en couplant les simulations numériques 2D axisymétrique et 3D de l'essai de nanoindentation à l'optimisation des paramètres au moyen d'un algorithme génétique. Les essais ayant été conduits à charge imposée, la fonction objectif à minimiser a été formulée en termes d'écart entre les profondeurs de pénétration numériques et expérimentales au sens des moindres carrés. Les résultats obtenus ont montré la bonne corrélation entre les courbes "charge-profondeur de pénétration" expérimentales et numériques.

3. Homogénéisation numérique d'un béton à haute performance

3.1 Généralités sur l'homogénéisation

La méthode d'homogénéisation ou « méthode de changement d'échelle » a pour but de prédire le comportement à l'échelle macroscopique d'un matériau hétérogène en partant d'une description de ses propriétés constitutives à une échelle plus fine. Les approches par changement d'échelle visent à établir un lien entre le comportement macroscopique des matériaux et leur état microstructural. L'objectif d'un tel « changement d'échelle » est alors la détermination d'un « comportement effectif » macroscopique d'un « milieu homogène équivalent » pour le matériau hétérogène réel. Ainsi, le matériau hétérogène réel est remplacé par « un milieu homogène équivalent » (Fig. 3.1).

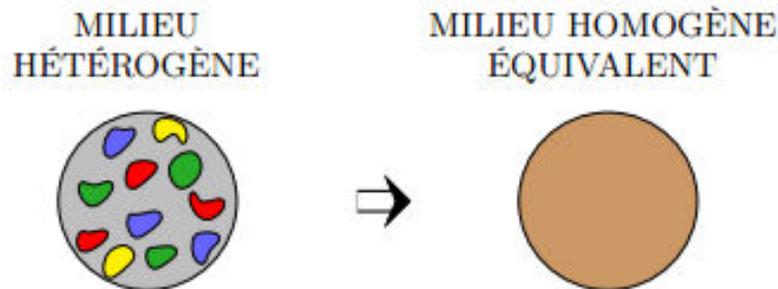


Figure 3.1 : Principe d'homogénéisation [128].

Les matériaux à base de ciment sont caractérisés par une hétérogénéité assez complexe et une microstructure aléatoire à différentes échelles de longueurs allant de l'échelle nanométrique à l'échelle macroscopique. On distingue deux types d'homogénéisation qui se différencient par la représentation de la microstructure. Ces matériaux sont bien décrits par la théorie des milieux effectifs [22]. Cette méthode des champs moyens est caractérisée par l'application d'un déplacement (déformation) ou d'une force (contrainte) à la limite du volume élémentaire représentatif (V.E.R.) développé.

Pour les matériaux cimentaires, il existe deux approches pour la détermination de la réponse de ce matériau composite :

- Les méthodes d'homogénéisation analytiques ([129], [19], [130], [131]) caractérisées par trois grandes étapes : une étape de représentation, une étape de localisation et une dernière étape d'homogénéisation. Le tenseur de localisation relie les quantités locales (déformation) au sein du V.E.R. au champ homogène (déformation) imposé à la limite du V.E.R., et est estimé au moyen de la solution des inclusions ellipsoïdales d'Eshelby [132].
- Les techniques d'homogénéisation numériques utilisant la méthode des éléments finis ou la méthode des éléments frontières ([133], [134], [135], [136]).

3.2 Méthodes d'homogénéisation analytiques

3.2.1 Etape de représentation

Cette étape est la plus importante. Elle consiste à décrire géométriquement le matériau hétérogène considéré. Ceci passe par l'identification des différentes phases et de leur morphologie dans le volume élémentaire représentatif (V.E.R.) du matériau hétérogène. Cette étape nécessite que l'on puisse distinguer deux échelles d'espace nettement différentes. Dans la majeure partie des cas, il ne sera pas possible de fournir une description complète et exacte du matériau. Il faudra donc introduire des hypothèses simplificatrices. Le V.E.R. consiste à définir les caractéristiques des différentes phases supposées homogènes, notamment leur forme, leur répartition spatiale et leurs propriétés mécaniques. La taille du V.E.R. doit être suffisamment grande à l'échelle microscopique pour contenir un nombre représentatif de phases constitutives et décrire ainsi les hétérogénéités ; mais aussi suffisamment petite à l'échelle macroscopique pour que les propriétés mécaniques calculées avec le modèle macroscopique soient très peu variables dans le V.E.R.

3.2.2 Etape de localisation

Une fois la définition du problème d'homogénéisation à résoudre établie, on doit pouvoir obtenir un lien entre les relations liant respectivement les contraintes et les déformations (σ , ε) à l'échelle microscopique (locales) et celles (Σ , E) à l'échelle macroscopique (globales). On considère que les champs locaux régnant dans le V.E.R. découlent des sollicitations qui lui sont imposées sous forme de champs globaux, qui eux-mêmes résultent des sollicitations imposées à la structure sous forme de force ou déplacement. A l'issue de cet étape, on dispose du tenseur de localisation en déformation et du tenseur de localisation en contrainte.

Supposons qu'un corps soit soumis à une contrainte homogène sur son contour, alors :

$$\langle \boldsymbol{\sigma} \rangle \equiv \frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) dV = \boldsymbol{\Sigma} \quad (3.1)$$

Si un corps est soumis à une déformation homogène sur son contour, alors :

$$\langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle \equiv \frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) dV = \mathbf{E} \quad (3.2)$$

Cette étape vise principalement à définir le tenseur de localisation des déformations ($\mathbf{A}(\mathbf{x})$) et le tenseur de localisation des contraintes ($\mathbf{B}(\mathbf{x})$) tels que :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) = \mathbf{A}(\mathbf{x}) : \mathbf{E} \quad (3.3)$$

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{B}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\Sigma} \quad (3.4)$$

3.2.3 Etape d'homogénéisation

L'étape d'homogénéisation peut être définie comme la dernière étape du processus d'homogénéisation. Elle consiste à déterminer entièrement le comportement homogène équivalent, à partir de trois informations importantes :

- Les relations de moyennes.
- Les relations obtenues à partir de l'étape de localisation.
- Les lois de comportements microscopiques attribuées à chacun des constituants lors de l'étape de représentation.

L'homogénéisation est basée sur la moyenne volumique sur le V.E.R. des relations constitutives définies à l'échelle des phases. L'homogénéisation fournit les propriétés macroscopiques du V.E.R. en fonction des propriétés des phases microscopiques, de leurs fractions volumiques et de leurs morphologies spécifiques.

A l'issue de cette étape, on obtient les lois de comportement homogénéisées du matériau homogène équivalent. Deux approches existent : approche en déformation (déformation imposée) et approche en contrainte (contrainte imposée).

3.3 Méthodes d'homogénéisation analytiques

L'approche analytique vise à déterminer la solution des champs dans le V.E.R. analytiquement. Elle se limite aux propriétés moyennes de matériaux composites avec une microstructure simple. L'application de l'approche analytique est strictement limitée aux matériaux composites à deux phases avec une géométrie d'inclusion simple comme le cercle ou l'ellipse.

3.3.1 Modèle de Voigt et de Reuss

Les premiers modèles d'homogénéisation sont ceux de Voigt [137] (connu sous le nom de la loi des mélanges) et de Reuss [138]. Dans le modèle de Voigt, il est supposé que la déformation de chaque phase est identique à la déformation macroscopique appliquée \mathbf{E} . Dans le modèle de Reuss, il est supposé que le champ imposé est uniforme dans le V.E.R. et égal à la contrainte macroscopique imposée $\mathbf{\Sigma}$. De plus, on peut montrer que le modèle de Voigt fournit une borne supérieure, tandis que le modèle de Reuss fournit une borne inférieure du comportement du matériau étudié. Ces deux modèles sont valables pour des matériaux faiblement hétérogènes.

3.3.2 Modèle de Hashin et Shtrikman

L'approche d'homogénéisation proposée par Hashin et Shtrikman ([139], [140], [141]) est une approche énergétique qui fournit des bornes supérieure et inférieure optimales du comportement d'un matériau composite élastique à deux phases (matrice (1), inclusion (2)). Les bornes de Hashin et Shtrikman sont plus restrictives que les bornes de Voigt et Reuss, car elles font apparaître en plus des fractions volumiques f_i , l'anisotropie du matériau. Les inclusions sont supposées sphériques, l'aspect morphologique est cette fois pris en compte dans cette approche énergétique du comportement équivalent. Les bornes de Hashin et Shtrikman (HS) sont construites en utilisant les théorèmes de l'énergie et des champs admissibles de déplacements et de contraintes pour le problème cellulaire.

Alors, $K^{(1)} > K^{(2)}$ et $\mu^{(1)} > \mu^{(2)}$, les encadrements proposés pour le module de compression équivalent K_{HS}^* et le module de cisaillement équivalent μ_{HS}^* sont les suivants :

$$K_{HS}^{max} > K_{HS}^* > K_{HS}^{min} \text{ et } \mu_{HS}^{max} > \mu_{HS}^* > \mu_{HS}^{min} \quad (3.5)$$

$$K_{max}^* = K^{(1)} + \frac{C_2}{\frac{1}{K^{(2)} - K^{(1)}} + \frac{3(1-C_2)}{3K^{(1)} + 4\mu^{(1)}}} \quad (3.6)$$

$$K_{min}^* = K^{(2)} + \frac{1-C_2}{\frac{1}{K^{(1)} - K^{(2)}} + \frac{3C_2}{3K^{(2)} + 4\mu^{(2)}}} \quad (3.7)$$

$$\mu_{max}^* = \mu^{(1)} + \frac{C_2}{\frac{1}{\mu^{(2)} - \mu^{(1)}} + \frac{6(K^{(1)} + 2\mu^{(1)})(1-C_2)}{5\mu^{(1)}(3K^{(1)} + 4\mu^{(1)})}} \quad (3.8)$$

$$\mu_{min}^* = \mu^{(2)} + \frac{1-C_2}{\frac{1}{\mu^{(1)} - \mu^{(2)}} + \frac{6(K^{(2)} + 2\mu^{(2)})C_2}{5\mu^{(2)}(3K^{(2)} + 4\mu^{(2)})}} \quad (3.9)$$

3.3.3 Modèle de De Lallard et Le Roy

A partir du modèle de sphères concentriques de Hashin, De Lallard et Le Roy ont proposé un modèle, désigné par DLR [142], visant à prendre en compte la distribution granulométrique du squelette granulaire des bétons. Le modèle de Hashin considère un composite à inclusions sphériques, de tailles dispersées, noyées dans une matrice également sphérique Fig. 3.2. De telles sphères, de tailles supposées variables, peuvent remplir tout l'espace.

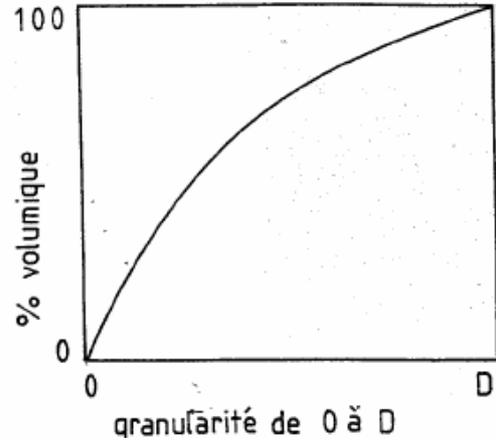
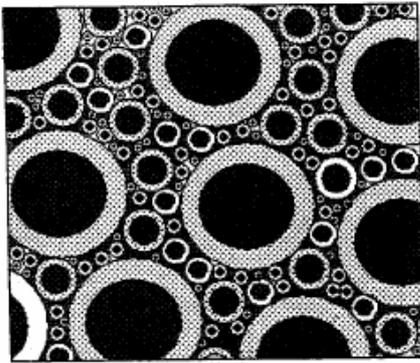


Figure 3.2 : Modèle des sphères concentriques d'Hashin [142].

Cela signifie que l'étendue granulaire du squelette est illimitée vers les petites tailles, ce qui n'est pas le cas dans les bétons réels. Pour s'affranchir de cette incompatibilité, De Lallard et Le Roy ont introduit la compacité C_2^* de l'empilement à sec des squelettes granulaires :

$$C_2^* = 1 - 0.47(d/D)^{0.2} \quad (3.10)$$

où d et D sont respectivement les tailles minimale et maximale des granulats, afin de réserver un espace $(1 - C_2^*)$ à remplir par la pâte de ciment (ou matrice). L'étendue granulométrique est ainsi limitée entre d et D (Fig. 3.3).

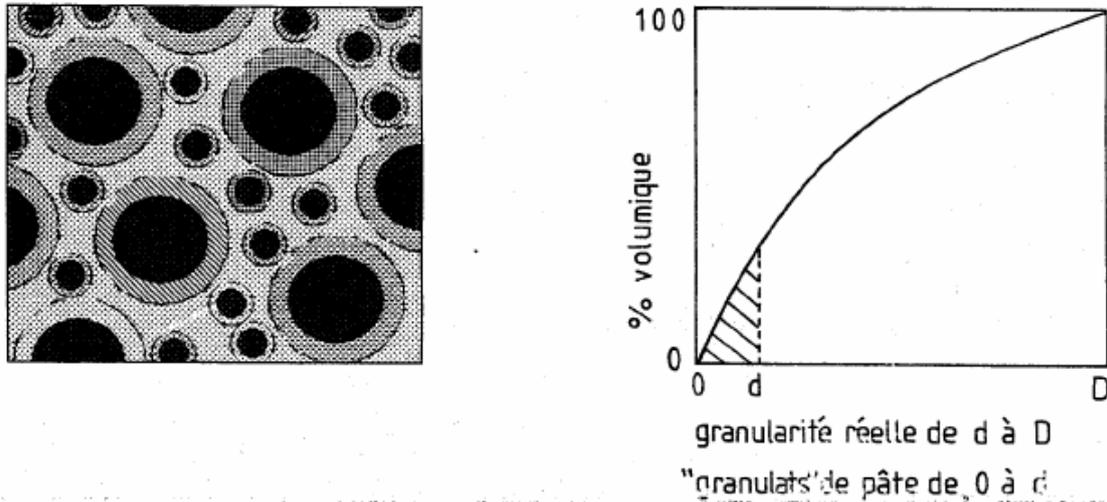


Figure 3.3 : Modèle prenant en compte l'étendue granulaire limitée du béton [142].

En supposant le coefficient de poisson égal à 0.2 pour la matrice (1) et les inclusions (2), l'expression du module d'Young équivalent du béton est alors donnée par la relation suivante :

$$E_{DLR}^* = \left(1 + 2C_2 \frac{(E^{(2)})^2 - (E^{(1)})^2}{(C_2^* - C_2)(E^{(2)})^2 + 2(2 - C_2^*)E^{(1)}E^{(2)} + (C_2^* + C_2)(E^{(1)})^2} \right) E^{(1)} \quad (3.11)$$

3.3.4 Approximation diluée

Dans cette approche [143], le volume V est constitué d'une inclusion (phase 2) sphérique isotrope de rayon a noyée dans une matrice (phase 1) isotrope supposée infinie (Fig. 3.4). Cette représentation du matériau suppose un matériau constitué d'inclusions sphériques suffisamment éloignées les unes des autres dans la phase continue, de sorte que toute interaction éventuelle entre-elles est négligée. Par conséquent, cette approche ne donne des modules effectifs fiables que pour les faibles fractions volumiques d'inclusions.

Comme nous l'avons précisé précédemment, les phases étant réparties aléatoirement, le comportement équivalent est isotrope, et deux cas de chargement élémentaires suffisent à déterminer les modules de compressibilité K_{ADD}^* et de cisaillement μ_{ADD}^* équivalents.

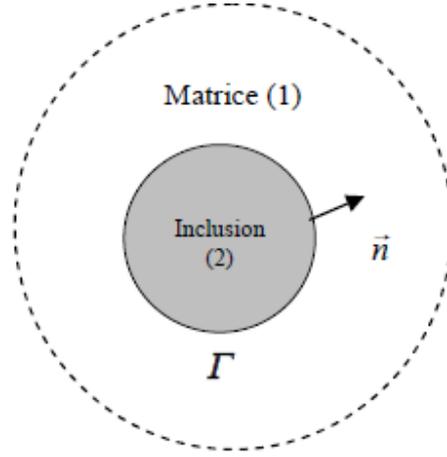


Figure 3.4 : Schématisation du modèle d'Approximation Diluée [143].

En supposant que le chargement macroscopique est un tenseur de déformation hydrostatique, on obtient l'expression suivante du module de rigidité équivalent K_{ADD}^* par l'approche diluée :

$$K_{ADD}^* = K^{(1)} + C_2(K^{(2)} - K^{(1)}) \frac{3K^{(1)} + 4\mu^{(1)}}{3K^{(2)} + 4\mu^{(1)}} \quad (3.12)$$

En supposant un chargement macroscopique de cisaillement, on obtient l'expression suivante du module de cisaillement équivalent μ_{ADD}^* pour l'approximation diluée en déformations :

$$\mu_{ADD}^* = \mu^{(1)} + C_2(\mu^{(2)} - \mu^{(1)}) \frac{15(1-\nu^{(1)})\mu^{(1)}}{(7-5\nu^{(1)})\mu^{(1)} + 2(4-5\nu^{(1)})\mu^{(2)}} \quad (3.13)$$

Ces deux modules équivalents K_{ADD}^* et μ_{ADD}^* permettent ensuite de déduire le module d'Young E^* et le coefficient de Poisson ν^* équivalents par les relations suivantes :

$$E^* = 9K^* \frac{\mu^*}{\mu^* + 3K^*} \quad \text{et} \quad \nu^* = \frac{3K^* - 2\mu^*}{6K^* + 2\mu^*} \quad (3.14)$$

De manière analogue, on peut résoudre analytiquement le problème cellulaire associé à une approche en contraintes, en considérant successivement un chargement macroscopique de contrainte hydrostatique puis de cisaillement simple. Avec l'application du chargement hydrostatique, on obtient l'expression suivante du module de rigidité équivalent K_{ADC}^* pour l'approximation diluée en contraintes :

$$\frac{1}{K_{ADC}^*} = \frac{1}{K^{(1)}} + C_2 \left(\frac{1}{K^{(2)}} - \frac{1}{K^{(1)}} \right) \frac{K^{(2)} 3K^{(1)} + 4\mu^{(1)}}{K^{(1)} 3K^{(2)} + 4\mu^{(1)}} \quad (3.15)$$

Le chargement de cisaillement simple permet d'obtenir l'expression du module de cisaillement équivalent μ_{ADC}^* pour l'approximation diluée en contraintes :

$$\frac{1}{\mu_{ADC}^*} = \frac{1}{\mu^{(1)}} + C_2 \left(\frac{1}{\mu^{(2)}} - \frac{1}{\mu^{(1)}} \right) \frac{\mu^{(2)}}{\mu^{(1)}} \frac{15(1-\nu^{(1)})\mu^{(1)}}{(7-5\nu^{(1)})\mu^{(1)} + 2(4-5\nu^{(1)})\mu^{(2)}} \quad (3.16)$$

3.3.5 Modèle de Mori Tanaka

Le modèle de Mori-Tanaka [144] permet de calculer le module d'une matrice contenant des inclusions. Ce modèle est utilisé dans le cas du mortier (la pâte étant considérée comme la matrice et le sable comme inclusion) et du béton (le mortier étant la matrice et les granulats les inclusions). Il nécessite de connaître la fraction volumique (donnée par la composition du matériau), les propriétés mécaniques des granulats et les propriétés mécaniques de la matrice.

$$K_{hom}^{est} = \left(1 + f_I \frac{K_I/K_m - 1}{1 + \alpha_m^{est}(1-f_I)(K_I/K_m - 1)} \right) * K_m \quad (3.17)$$

$$\mu_{hom}^{est} = \left(1 + f_I \frac{\mu_I/\mu_m - 1}{1 + \beta_m^{est}(1-f_I)(\mu_I/\mu_m - 1)} \right) * \mu_m \quad (3.18)$$

avec :

$$\alpha_0^{est} \equiv \alpha_m^{est} = \frac{3K_m}{3K_m + 4\mu_m} \quad (3.19)$$

$$\beta_0^{est} \equiv \beta_m^{est} = \frac{6(K_m + 2\mu_m)}{5(3K_m + 4\mu_m)} \quad (3.20)$$

où K_m, μ_m, K_I, μ_I sont les modules de compressibilité et de cisaillement de la matrice et des inclusions respectivement, et f_I est la fraction volumique d'inclusion.

3.3.6 Modèle auto-cohérent

Parmi les différentes méthodes d'homogénéisation, le modèle auto-cohérent est généralement utilisé pour évaluer les propriétés des matériaux polycristallins, où il n'y a pas vraiment de phases, mais un agencement de grains collés les uns aux autres. Pour appliquer ce modèle, deux principales hypothèses sont utilisées : isotropie du milieu de référence et de la phase locale, et inclusions sphériques.

Ce modèle a été introduit par Hershey [145] et reformulé par Hill [146] pour les matériaux comportant des inclusions ellipsoïdales. Certains auteurs ont utilisés d'autres formes d'inclusions pour montrer leur influence sur le seuil de percolation sur une pâte de ciment [131]. Le modèle auto-cohérent nécessite la résolution d'un système de deux équations (3.21) et (3.22) [19]. Cette résolution est obtenue à chaque pas d'hydratation par une méthode numérique de type Newton-Raphson.

$$K_{hom}^{est} = \frac{\sum_{r=1}^n f_r K_r \left(1 + \alpha_0^{est} \left(\frac{K_r}{K_{hom}^{est}} - 1 \right) \right)^{-1}}{\sum_{r=1}^n f_r \left(1 + \alpha_0^{est} \left(\frac{K_r}{K_{hom}^{est}} - 1 \right) \right)^{-1}} \quad (3.21)$$

$$\mu_{hom}^{est} = \frac{\sum_{r=1}^n f_r \mu_r \left(1 + \beta_0^{est} \left(\frac{\mu_r}{\mu_{hom}^{est}} - 1 \right) \right)^{-1}}{\sum_{r=1}^n f_r \left(1 + \beta_0^{est} \left(\frac{\mu_r}{\mu_{hom}^{est}} - 1 \right) \right)^{-1}} \quad (3.22)$$

avec :

$$\alpha_0^{est} = \frac{3K_{hom}^{est}}{3K_{hom}^{est} + 4\mu_{hom}^{est}} \quad (3.23)$$

$$\beta_0^{est} = \frac{6(K_{hom}^{est} + 2\mu_{hom}^{est})}{5(3K_{hom}^{est} + 4\mu_{hom}^{est})} \quad (3.24)$$

où n est le nombre de phases, K_r , μ_r , K_{hom}^{est} , μ_{hom}^{est} sont les modules de compressibilité et de cisaillement pour les phases r et le milieu de référence respectivement. $f_r = V_r/V$ représente les fractions volumiques.

3.4 Méthodes d'homogénéisation numériques

L'évolution des techniques informatiques et numériques a conduit les méthodes d'homogénéisation analytique à évoluer en méthodes d'homogénéisation numériques. Vu la complexité des matériaux composites et leurs microstructure, l'approche analytique se limite à résoudre les problèmes élastiques linéaires. Dans les paragraphes ci-après, nous allons détailler quelques approches numériques d'homogénéisation [147].

3.4.1 Méthode de test des échantillons

La méthode de test des échantillons est une méthode d'homogénéisation numérique basée sur la méthode des éléments finis analogue aux essais réalisés en laboratoire [148]. Pour cette méthode, différentes conditions aux limites peuvent être appliquées pour la méthode des éléments finis : les conditions aux limites mixtes, les conditions aux limites homogènes et les conditions aux limites périodiques.

3.4.1.1 Conditions aux limites mixtes

La Fig. 3.5 montre un exemple de conditions aux limites mixtes sur un V.E.R. Ces conditions aux limites génèrent une déformation moyenne ε_x . En supposant le matériau isotrope, l'équation (3.25) permet de déterminer approximativement le module d'élasticité du matériau ([148], [149], [150], [151]). Pour les problèmes non-linéaires, la courbe contrainte-déformation peut être créée étape par étape.

$$E_x = \frac{\sigma_x}{\varepsilon_x} \quad (3.25)$$

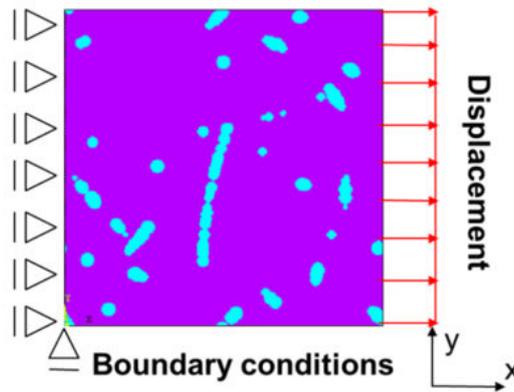


Figure 3.5 : Conditions aux limites mixtes sur un V.E.R. [148].

3.4.1.2 Conditions aux limites homogènes

Une condition aux limites homogène permet de produire des champs homogènes dans un V.E.R. homogène [152]. Elle est appliquée comme suit :

$$u_i(s) = \varepsilon_{ij}^0 x_j \quad (3.26)$$

$$t_i(s) = \sigma_{ij}^0 n_j \quad (3.27)$$

où u_i est le déplacement appliqué dans la i -ème direction sur la frontière s au point x_j ; ε_{ij}^0 est la déformation constante dans la direction ij , t_i est la traction appliquée dans la i -ème direction sur la frontière s au point x_j ; n_j est le vecteur normal à la frontière s ; σ_{ij}^0 est la contrainte constante dans la direction ij .

Les conditions aux limites en déplacement sur les quatre arêtes d'un V.E.R. représenté sur la Fig. 3.6 sont décrites par les équations suivantes :

$$\bar{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11} & \bar{\varepsilon}_{12} \\ \bar{\varepsilon}_{12} & \bar{\varepsilon}_{22} \end{bmatrix} \quad (3.28)$$

$$\begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{bmatrix}_{(CD,DA,AB,BC)} = \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11}x_1 + \bar{\varepsilon}_{12}x_2 \\ \bar{\varepsilon}_{21}x_1 + \bar{\varepsilon}_{22}x_2 \end{bmatrix}_{(CD,DA,AB,BC)} \quad (3.29)$$

où $\bar{\varepsilon}$ est la déformation moyenne ; u_1 , u_2 sont les déplacements imposés sur chaque nœud (x_1, x_2) dans la 1^{ère} et 2^{ème} directions respectivement.

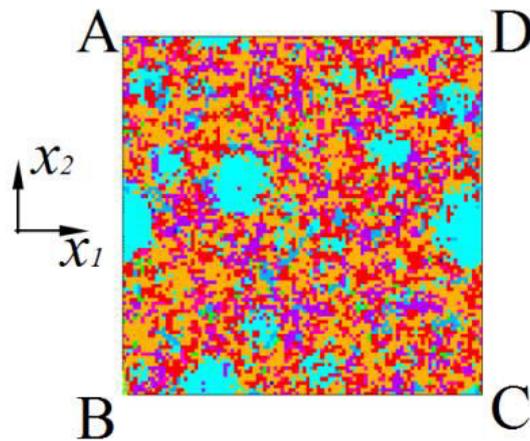


Figure 3.6 : V.E.R. représentatif de l'échantillon [148].

3.4.1.3 Conditions aux limites périodiques

Les conditions aux limites périodiques sur les bords d'un V.E.R. ont été proposées par Suquet [153] telles que :

$$u_i(s^+) = \varepsilon_{ij}^0 x_j^+ + u_i^* \quad (3.30)$$

$$u_i(s^-) = \varepsilon_{ij}^0 x_j^- + u_i^* \quad (3.31)$$

$$u_i(s^+) - u_i(s^-) = \varepsilon_{ij}^0 (x_j^+ - x_j^-) = \varepsilon_{ij}^0 L_{VER} \quad (3.32)$$

où s^+ et s^- sont les deux bords parallèles opposés du V.E.R., x_j^+ et x_j^- sont une paire de points sur les bords s^+ et s^- , u_i^* est une fonction de déplacement périodique inconnue, et L_{VER} est la taille du bord du V.E.R.

A partir de l'équation (3.32), la traduction de la condition aux limites en déplacement sur les quatre arêtes du V.E.R. est donnée par les équations suivantes :

$$\begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{bmatrix}_{(CD)} - \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{bmatrix}_{(AB)} = L_{VER} \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11} + \bar{\varepsilon}_{12} \\ \bar{\varepsilon}_{21} + \bar{\varepsilon}_{22} \end{bmatrix}_{(CD-AB)} \quad (3.33)$$

$$\begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{bmatrix}_{(AD)} - \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{bmatrix}_{(BC)} = L_{VER} \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11} + \bar{\varepsilon}_{12} \\ \bar{\varepsilon}_{21} + \bar{\varepsilon}_{22} \end{bmatrix}_{(AD-BC)} \quad (3.34)$$

La condition aux limites périodique utilisée ici est simplifiée en définissant u_1 et u_2 aux arêtes AB et BC comme arbitrairement nuls. En supposant que le matériau composite est isotrope, les équations suivantes peuvent être utilisées pour estimer le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν :

$$\begin{bmatrix} \bar{\sigma}_{11} & \bar{\sigma}_{12} \\ \bar{\sigma}_{21} & \bar{\sigma}_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} \\ C_{21} & C_{22} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11} & \bar{\varepsilon}_{12} \\ \bar{\varepsilon}_{21} & \bar{\varepsilon}_{22} \end{bmatrix} \quad (3.35)$$

$$\begin{bmatrix} \bar{\sigma}_{11} & \bar{\sigma}_{12} \\ \bar{\sigma}_{21} & \bar{\sigma}_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{E}{1-\nu^2} & \frac{E\nu}{1-\nu^2} \\ \frac{E\nu}{1-\nu^2} & \frac{E}{1-\nu^2} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11} & \bar{\varepsilon}_{12} \\ \bar{\varepsilon}_{21} & \bar{\varepsilon}_{22} \end{bmatrix} \quad (3.36)$$

$$\nu = \frac{C_{21}}{C_{11}} \quad (3.37)$$

$$E = C_{11}(1 - \nu^2) \quad (3.38)$$

où C_{11} , C_{12} , C_{21} et C_{22} sont les composantes du tenseurs de rigidité; $\bar{\sigma}_{11}$, $\bar{\sigma}_{12}$, $\bar{\sigma}_{21}$ et $\bar{\sigma}_{22}$ sont les composantes du tenseur des contraintes moyennes.

3.4.2 Méthode FFT

La méthode FFT est une méthode qui a été introduite par Moulinec et Suquet en 1994 [154] afin de résoudre des problèmes de mécanique sur des volumes élémentaires hétérogènes soumis à des conditions aux limites périodiques [155]. De nouveaux développements ont été introduits par la suite par Michel et al. [156]. La méthode consiste à résoudre itérativement l'équation de

Lippmann-Schwinger. La méthode de résolution de cette équation est donnée en détail dans le travail de Gélébart et al. [155].

3.5 Homogénéisation numérique du BHP

Après identification des propriétés élasto-viscoplastiques des phases constitutives de la matrice, une méthode d'homogénéisation numérique à l'aide de la méthode des éléments finis a été mise en œuvre pour obtenir d'abord les propriétés élasto-plastiques homogénéisées de la matrice cimentaire, et ensuite les propriétés élastiques du béton à haute performance étudié. Dans les deux cas, un modèle numérique bidimensionnel est considéré dans ce travail en utilisant les fractions volumiques données dans le travail de Da Silva et al. [90]. Dans le cadre de notre travail, l'homogénéisation est réalisée en considérant les hypothèses :

- Le schéma numérique utilisé dans cette étude consiste à trouver les propriétés élasto-viscoplastiques effectives avec un V.E.R. microscopiquement inhomogène et une répétition périodique en utilisant la méthode des éléments finis.
- La microstructure du béton à haute performance est représentée au moyen d'un modèle 2D biphasique (matrice + agrégats) et de la porosité en utilisant une morphologie de phase microstructurale arbitraire numérisée et explicitement considérée dans les modèles numériques comme indiqué sur la Fig. 3.7.
- La déformation élasto-viscoplastique est modélisée comme une superposition de déformations élastiques, parfaitement plastiques et de fluage à différentes échelles (constituants de la matrice, phase matricielle homogénéisée et BHP).
- Les granulats sont supposés élastiques.
- Le modèle élasto-viscoplastique homogénéisé pour la phase matrice cimentaire a été déterminé par une procédure d'identification inverse de ses différents constituants basée sur des tests mécaniques de nanoindentation.

Les deux étapes d'homogénéisation sont détaillées dans les paragraphes ci-dessous.

3.5.1 Homogénéisation de niveau I pour l'obtention des propriétés de la matrice cimentaire

Pour effectuer l'homogénéisation du premier niveau correspondant à la matrice cimentaire, nous supposons que celle-ci est composée des quatre phases mécaniquement distinctes

indiquées précédemment. Les trois phases (A, C et D) ainsi que la porosité sont représentées par des ellipses et sont réparties au hasard dans la 4ème phase majoritaire (B) (Fig. 3.8).

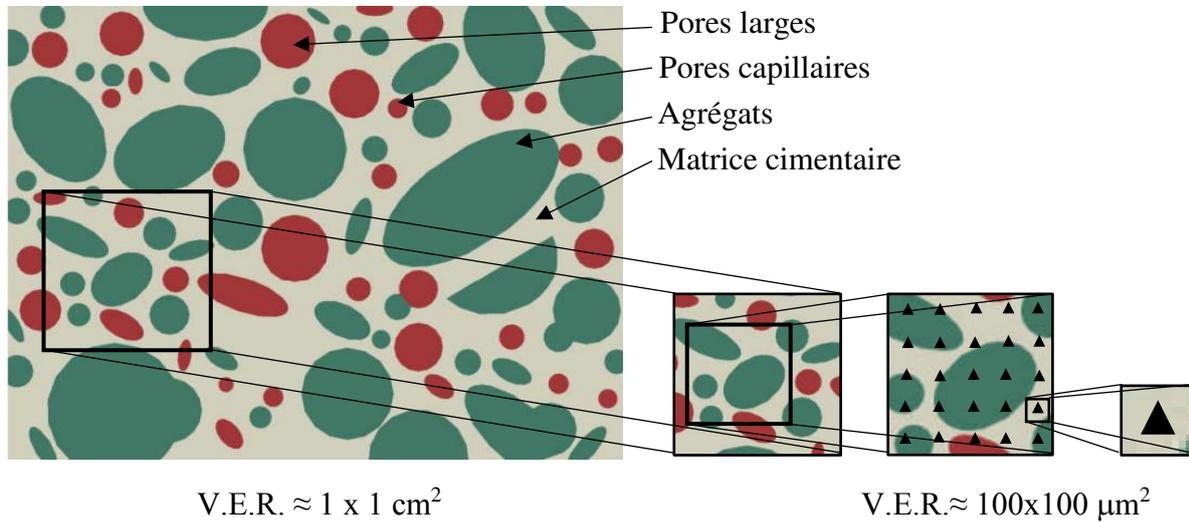


Figure 3.7 : Représentation de la modélisation multi-échelle du béton à haute performance.

En effet, Fakhari Tehrani et al. [157] ont étudié l'influence de la forme des agrégats sur les valeurs du module dynamique des mélanges d'asphalte. Ils ont montré que les formes d'inclusion n'avaient pas d'influence significative sur la moyenne du module complexe correspondant.

Dans notre travail, la dimension du V.E.R. pour l'homogénéisation du premier niveau est de $100 \text{ }\mu\text{m} \times 100 \text{ }\mu\text{m}$. Une étude de convergence du maillage a été effectuée pour identifier la taille optimale des éléments. La Fig. 3.9 montre les maillages du V.E.R. de la matrice cimentaire hétérogène et homogénéisée en utilisant respectivement 12139 et 625 éléments quadrilatères bilinéaires à quatre nœuds avec intégration réduite (CPS4R) du logiciel Abaqus [115].

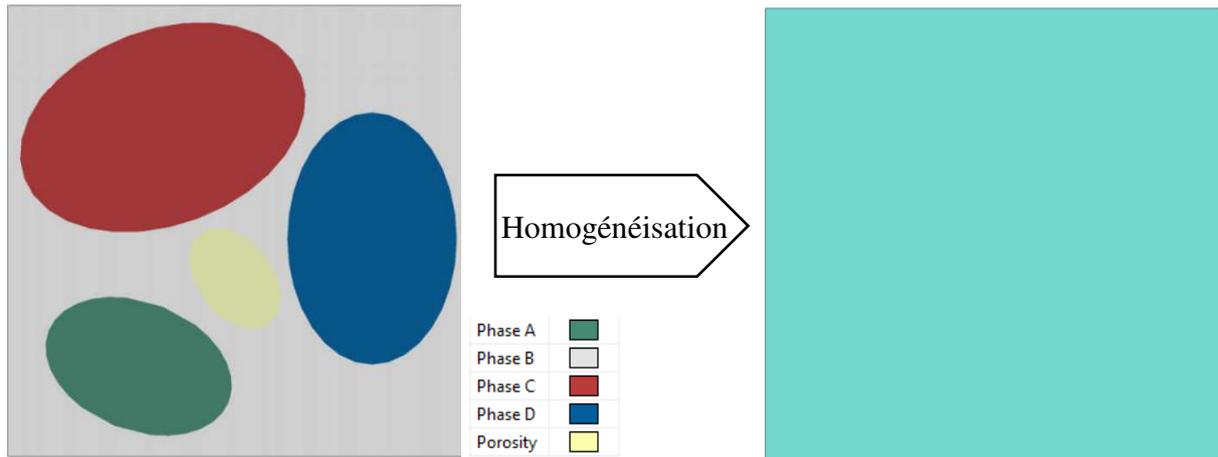


Figure 3.8 : Premier niveau d’homogénéisation.

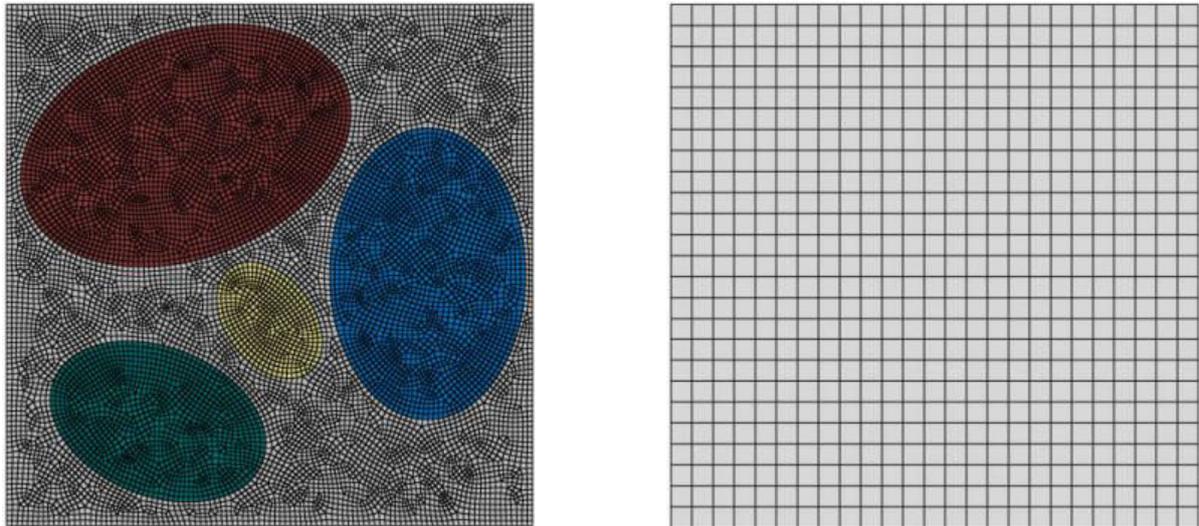


Figure 3.9 : Maillages éléments finis pour la matrice cimentaire hétérogène (à gauche) et homogénéisée (à droite).

Pour simuler un test de compression, le domaine est comprimé entre deux plaques rigides avec des conditions sans frottement. La plaque inférieure est encastrée et la plaque supérieure est soumise à une force verticale. La simulation est réalisée sous l’hypothèse des contraintes planes. Les conditions aux limites périodiques ([158], [159]) sont imposées sur les parois verticales du V.E.R. telles que définies dans le paragraphe §3.4.1.3. Ces conditions sont imposées par l’intermédiaire d’une équation de contrainte linéaire dans Abaqus [115].

Les propriétés élasto-viscoplastiques effectives de la matrice sont obtenues en comparant les réponses des matrices homogènes et hétérogènes dans les mêmes conditions de compression. Nous avons utilisé le même processus d'optimisation que pour les constituants de la matrice. Comme chacune des phases de la matrice cimentaire possède sa propre limite élastique σ_0 , nous avons introduit dans le modèle homogénéisé un module d'écrouissage E_t pour tenir compte de l'évolution de la limite élastique de la matrice.

Les résultats obtenus pour les paramètres élasto-viscoplastiques homogénéisés de la matrice sont présentés dans le Tableau (3.1). Les résultats montrent que l'application de la méthode d'homogénéisation numérique conduit à un module élastique effectif très cohérent avec les résultats obtenus par Da Silva et al. [90] avec le modèle analytique Mori-Tanaka et la méthode FFT. La Fig. 3.10 montre la comparaison entre les courbes contrainte de compression-déformation de compression simulées pour le V.E.R. de la matrice cimentaire hétérogène et homogénéisée en utilisant le modèle élasto-viscoplastique identifié. La comparaison montre un très bon accord entre les simulations numériques hétérogènes et homogènes. Le modèle numérique homogénéisé prédit avec précision le comportement élasto-viscoplastique équivalent de la matrice cimentaire.

Tableau 3.1 : Paramètres du modèle élasto-viscoplastique identifiés pour le premier niveau d'homogénéisation.

Modèle	E (GPa)	ν	σ_0 (MPa)	E_t (MPa)	A (MPa $^{-n}$.s $^{-(1+m)}$)	n	m
élasto-viscoplastique	39.44	0.2	77.0	600	$3.2 \cdot 10^{-6}$	2.2	-0.87
Mori-Tanaka [90]	40.7	0.2	-	-	-	-	-
FFT [90]	39.1-39.9	0.2	-	-	-	-	-

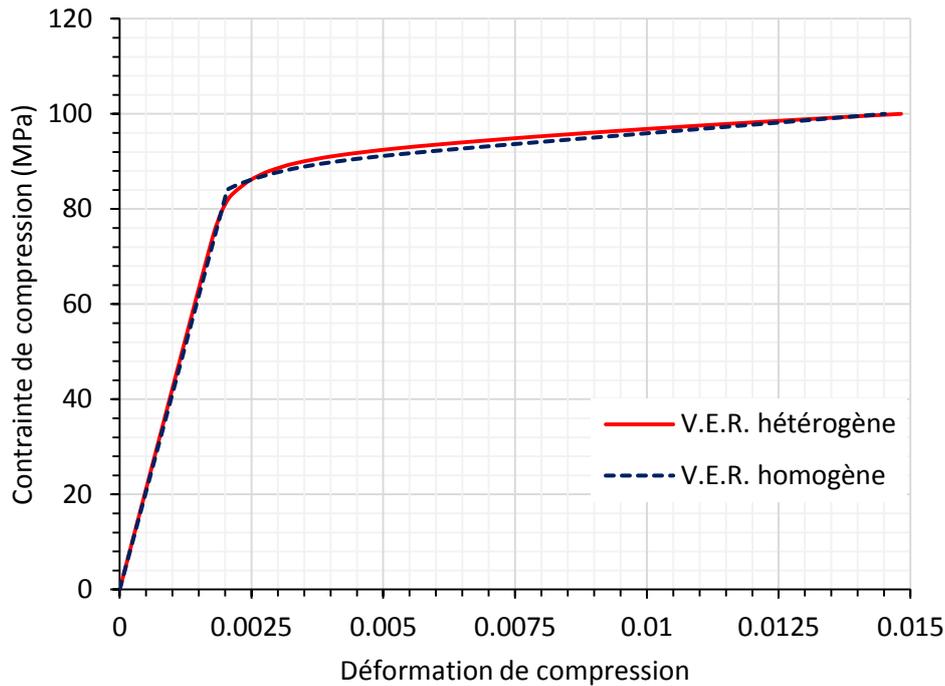


Figure 3.10 : Comparaison entre les courbes contrainte de compression-déformation de compression simulées pour le V.E.R. de la matrice cimentaire hétérogène et homogénéisée.

3.5.2 Homogénéisation de niveau II pour l'obtention des propriétés du BHP

Pour réaliser l'homogénéisation de niveau II correspondant au BHP étudié, nous supposons que celui-ci est composé de la matrice cimentaire déjà homogénéisée, des agrégats et des pores (larges et capillaires). Les agrégats et la porosité sont représentés par des ellipses réparties dans la matrice cimentaire. Dans ce travail, la dimension du V.E.R. pour l'homogénéisation du deuxième niveau est de $4.8 \text{ mm} \times 3.6 \text{ mm}$ obtenu à partir d'un traitement d'image d'une coupe microscopique d'un BHP (Fig. 3.11). Une étude de convergence du maillage a été effectuée pour identifier la taille optimale des éléments. La Fig. 3.12 montre les maillages du V.E.R. du BHP hétérogène et homogénéisé en utilisant respectivement 9620 et 2160 éléments quadrilatères bilinéaires à quatre nœuds avec intégration réduite (CPS4R) du logiciel Abaqus [115].

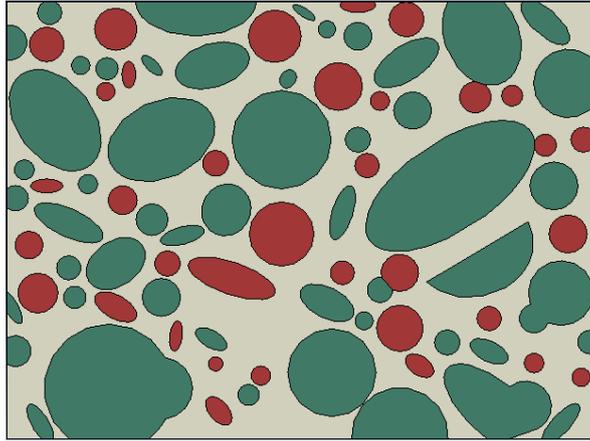


Figure 3.11 : V.E.R. représentant le BHP.

De la même manière que pour le niveau I, le domaine est comprimé entre deux plaques rigides avec des conditions sans frottement. La plaque inférieure est encastrée et la plaque supérieure est soumise à une force verticale. La simulation est réalisée sous l'hypothèse des contraintes planes. Les conditions aux limites périodiques sont imposées sur les parois verticales du V.E.R. Le Tableau (3.2) présente le résultat du module élastique effectif obtenu par notre homogénéisation numérique du niveau II comparé aux résultats obtenus par Da Silva et al. [90]. Le module élastique (E_{homog}) que nous avons obtenu pour le BHP est en parfait accord avec les modules élastiques expérimentaux statique (E_{static}) et dynamique ($E_{dynamique}$). Cependant, le module élastique effectif calculé par Da Silva et al. [90] en utilisant la loi des mélanges surestime en moyenne de 14% le module expérimental.

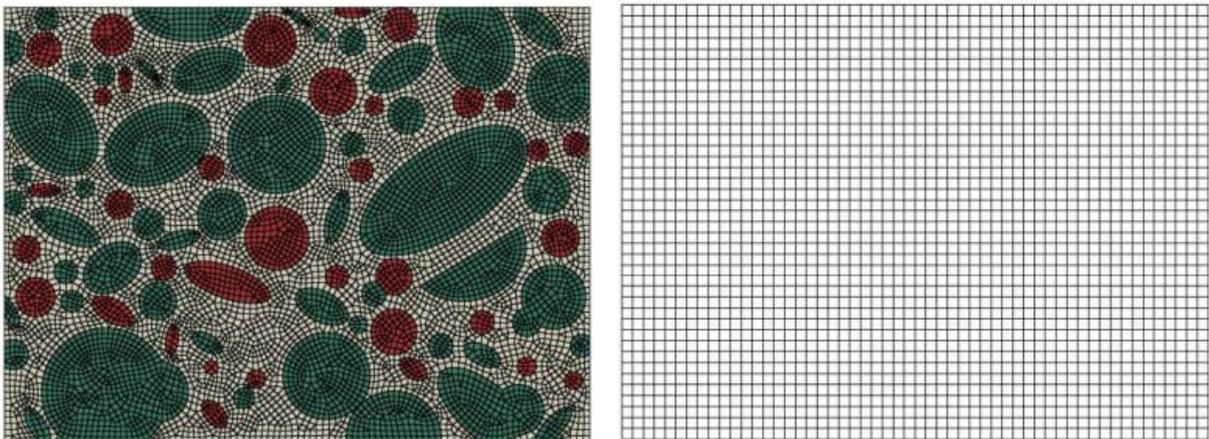


Figure 3.12 : Maillages éléments finis pour le BHP hétérogène (à gauche) et homogénéisé (à droite).

Tableau 3.2 : Module élastique identifiés pour le deuxième niveau d'homogénéisation.

E_{homog} (GPa)	$E_{homog}^{(*)}$ (GPa)	$E_{static}^{(*)}$ (GPa)	$E_{dynamique}^{(*)}$ (GPa)
35.0	40.9	34.9	36.7

(*) Issu de Da Silva et al. [90].

3.6 Conclusion

Nous avons proposé dans ce chapitre une procédure d'homogénéisation à deux niveaux en fonction de la microstructure du BHP : le niveau I correspondant à la matrice composée de produits d'hydratation, de clinker et de cendre volante, et le niveau II correspondant au mortier qui contient en plus la porosité et les agrégats.

Les comportements élasto-viscoplastiques des phases constitutives de la matrice ont été utilisés comme paramètres d'entrée pour l'homogénéisation numérique élasto-viscoplastique à l'échelle de la matrice cimentaire. Le module élastique effectif obtenu par la méthode d'homogénéisation numérique est très cohérent avec les résultats obtenus par Da Silva et al. [90] avec le modèle analytique Mori-Tanaka et la méthode FFT. La comparaison entre les courbes contrainte de compression-déformation de compression simulées pour le V.E.R. de la matrice cimentaire hétérogène et homogénéisée en utilisant le modèle élasto-viscoplastique identifié montre un très bon accord entre les simulations numériques hétérogènes et homogènes. Le modèle d'homogénéisation numérique proposé prédit avec précision le comportement élasto-viscoplastique équivalent de la matrice cimentaire.

Le niveau correspondant au mortier a été également analysé par homogénéisation numérique pour prédire les propriétés globales du béton. Le module élastique effectif obtenu par notre homogénéisation numérique du niveau II est en parfait accord avec les résultats expérimentaux obtenus par Da Silva et al. [90].

4. Caractérisation mécanique d'un béton

4.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la caractérisation mécanique macroscopique d'un béton. Le béton est fortement présent dans tous les secteurs de la construction. Un béton pour ouvrage d'art n'est pas le même que le béton routier utilisé pour une voie de circulation, ni un béton architectonique de façade. Mais, les principales caractéristique qu'il faut adapter à l'usage de ce matériau sont inchangeable pour n'importe qu'elle destination et qui sont : la résistance et la durabilité, la densité, l'aspect et la maniabilité lors de sa mise en œuvre. De ce fait, la confection d'un béton ce fait a partir de différentes normes qui définissent pour chaque constituant du béton les propriétés et les caractéristiques qu'il faut adapter. Ces normes définissent des essais pour s'assurer de la bonne qualité du béton dans son état frais et son état durci. Les Normes utilisées pour la confection d'un béton sont les suivantes :

- Préparation des matériaux :
 - Analyse granulométrique : NF EN 933-1 [160].
 - Mesure du coefficient d'aplatissement d'un granulat : NF EN 933-3 [161].
 - Equivalent de sable : NF EN 933-8 [162].
 - Eau de gâchage : EN 1008 [163].
 - Confection des bétons : EN 12390-2 [164].
- Normes à l'état frais :
 - Essais du cône d'Abrams : NF P 18-451 [165].
- Normes à l'état durci :
 - Essai de compression : NF EN 12390-3 [166].
 - Essai de traction par flexion : NF EN 12390-5 [167].

4.2 Matériaux et méthodes

4.2.1 Le sable

Le sable utilisé dans nos essais est un sable roulé de nature Silico-calcaire de classe granulaire (0/5 mm) issu de la carrière de Cloyes sur Marne en Haute Marne (France). Ce sable est caractérisé par un module de finesse $M_f = 3.07$ obtenu par un essai d'analyse de

granulométrie par tamisage (Fig. 4.1) réalisé conformément à la norme NF EN 933-1 [160]. Le sable utilisé a été lavé et séché à l'étuve à 105°C pendant 24 h.



Figure 4.1 : Sable employé et série de tamis utilisés pour l'analyse granulométrique.

La Fig. 4.2 représente la courbe granulométrique (A.G.) du sable employé et le fuseau de fabrication (F_{sup} et F_{inf}). Il est utilisé pour des résistances élevées au détriment de l'ouvrabilité et avec des risques de ségrégation selon son module de finesse.

L'adhérence du ciment avec les granulats est un paramètre très important pour les propriétés mécaniques du béton. En effet, la présence d'éléments fins telle que l'argile dans le sable induit de mauvais effets sur les propriétés du béton. Au-delà d'une certaine quantité de ces éléments, il y a la possibilité de former de la boue en absorbant trop d'eau. Ceci provoquera par la suite le phénomène de retrait qui favorisera l'apparition de fissures dans le béton. Il faut alors s'assurer de la propreté du sable et que ce dernier ne comporte pas une quantité importante d'argile avant la confection du béton. L'essai de propreté ou « équivalent de sable » consiste à analyser la nature du sable en mesurant la proportion de particules argileuses dans celui-ci afin de s'assurer que ces particules fines se trouvent dans des proportions qui permettent de réaliser un béton de bonne qualité.

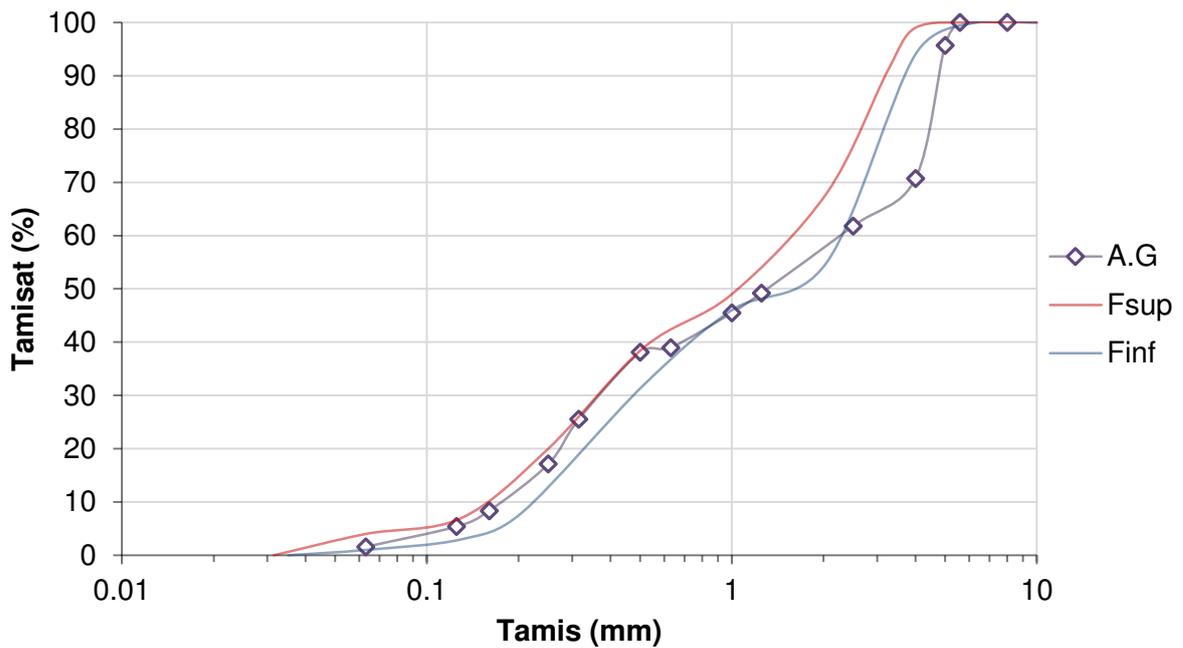


Figure 4.2 : Courbe granulométrique du sable.

Nous avons réalisé cette essai selon la norme NF EN 933-8 [162]. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau (4.1). Ces résultats indiquent que le sable est propre convenant au béton à haute qualité.

Tableau 4.1 : Résultats de l'essai de l'équivalent de sable.

<i>ESV (%)</i>	<i>ESP (%)</i>
88.1	78.2

4.2.2 Le gravier

Le gravier forme une disposition plus ou moins ordonnée dans le béton qui va conférer à se mélange sa résistance. Le gravier utilisé pour notre béton est un gravier roulé de nature alluvionnaire calcaire provenant de la région de Saint-Dizier en Haute Marne (France). On a utilisé un seul type de gravier de classe granulaire (3/8mm). Ce dernier a été tamisé à l'aide d'un tamis de 8 mm. Ce gravier a été lavé et séché en étuve à 105°C pendant 24 h. Nous avons déterminé la granulométrie avec la série de tamis définis selon la norme NF EN 933-1 [162], ainsi que le coefficient d'aplatissement selon la norme NF EN 933-3 [161] avec la série suivante : 5, 4, 3.15, 2.5 mm (Fig. 4.3).



Figure 4.3 : Gravier utilisé et série de tamis pour la granulométrie et le module d'aplatissement.

La Fig.4.4 représente la courbe granulométrique (A.G.) du gravier utilisé et le fuseau de fabrication (Fsup et Finf). Ces résultats montrent une granulométrie continue avec un module d'aplatissement égal à 0.23.

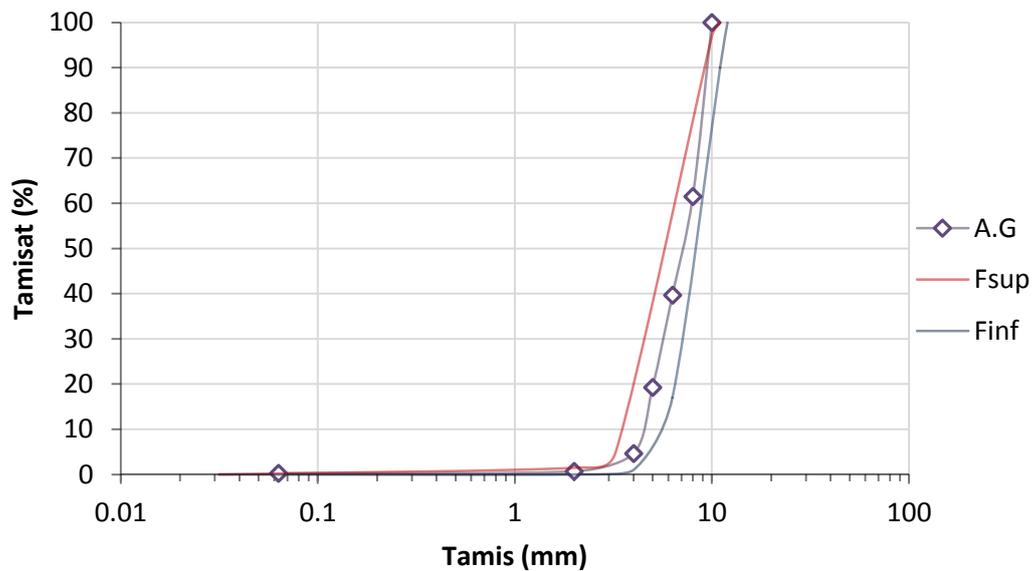


Figure 4.4 : Courbe granulométrique du gravier.

4.2.3 Le ciment

Pour toutes les éprouvettes réalisées, nous avons utilisé un seul type de ciment ULTRACEM 52.5 N – CEM I 52.5 N CE CP2 NF en une seule livraison provenant d'une cimenterie italienne appelé ITALCEMENTI (CALCIA). Ce ciment est principalement destiné aux travaux de Génie Civil ou d'ouvrages d'art. La réactivité de ce ciment réduit les effets du froid. Il permet des résistances à court terme, favorisant des décoffrages rapides. Ce ciment s'adapte parfaitement aux domaines des travaux en béton précontraint par pré ou posttension non soumis à traitement thermique et des travaux en béton armé nécessitant des résistances finales élevées.

La composition minéralogique du ciment (valeurs moyennes en %) et ses caractéristiques physiques sont données respectivement dans les Tableaux (4.2) et (4.3).

Tableau 4.2 : Composition minéralogique du ciment.

Clinker $\geq 95\%$			SO ₃	Classe	Na ₂ O
C ₃ A	C ₃ S	C ₂ S		CP ₂ S	Equivalent actif
11	66	13	3.5	<0.02	0.77

Tableau 4.3 : Caractéristiques physiques du ciment.

Résistance mécanique mortier CEN en MPa			Finesse Blaine (cm ² /g)	Eau pâte pure (%)	Début de prise
1 J	2 J	28 J			
24	39	62	4000	30.5	3h00

4.2.4 Les adjuvants

Deux types de gâchées ont été réalisées avec différents adjuvants : ALI PRE et ALI CEM provenant de la même cimenterie ITALCEMENTI (CALICIA). Le but est d'étudier l'effet de ces derniers sur les propriétés mécaniques du béton. Ces produits ont été récemment mis sur le marché permettant aux préfabricants une souplesse d'utilisation. Le dosage moyen utilisé est de 2% du poids du ciment selon la Norme NF P18-203 [168].

L'adjuvant ALI PRE est constitué à 10% de clinkers sulfo-alumineux broyés et utilisé dans les mélanges à trois composants avec du sulfate de calcium et du ciment portland. Il permet de faire varier les temps de prise sur un très grand intervalle de temps en modifiant les proportions du mélange. Le Tableau (4.4) présente les valeurs moyennes de sa composition minéralogique et de sa surface spécifique.

Tableau 4.4 : Composition minéralogique et de sa surface spécifique de l'adjuvant ALI PRE.

Phases principales (%)			Principaux composants chimiques (%)						Surface
C ₄ A ₃ S	C ₂ S	CS	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	MgO	spécifique
≥58	≤25	≤5	36-40	≤9	27-33	≤15	10-14	≤5	4750 ± 250

L'adjuvant ALI CEM est un mélange de clinkers sulfo-alumineux et de sulfates de calciums micronisés, i. Tech ALI CEM, liant sulfo-alumineux multi-usage, dosé en proportions stœchiométriques. Ce dernier s'utilise mélangé avec du ciment portland. Il présente une très bonne stabilité dans le temps, de sorte que les formulations n'ont pas besoin d'être ajustées en fonction du vieillissement du produit. Ces produits sont destinés principalement pour des mortiers, des coulis ou des chapes. Le Tableau (4.5) résume les propriétés mécaniques et physiques du produit i.tech ALI CEM.

Tableau 4.5 : Propriétés mécaniques et physiques de l'adjuvant i.tech ALI CEM.

Résistance de compression à 8h^(*) ≥ 15 MPa

Résistance mécanique à 28j^(*) ≥ 58 MPa

Temps de réglage initial ^(**) = 25 min

^(*) Obtenu selon la norme NF EN 196-1 [169].

^(**) Testé conformément à la norme EN 196-3 [170] sur un rapport eau/ i.tech ALI CEM = 0.33 ± 0.02

4.3 Confection des éprouvettes en béton

De nombreuses méthodes de composition de béton existent, mais actuellement la méthode de Dreux-Gorisse est la méthode analytique la plus répandue. Cette méthode analytique pratique permet de déterminer la composition des bétons. Son but principal est de définir d'une

façon simple et rapide les quantités de gravillons, de sable, de ciment et d'eau qui composent 1m^3 de béton. Elle utilise des résultats sous forme d'abaques obtenus à partir de résultats d'essais sur plusieurs compositions de béton.

La composition d'un béton a deux objectifs principaux : le béton doit avoir la meilleure ouvrabilité possible pour faciliter sa mise en œuvre lors du coulage et permet obtenir la meilleure résistance possible pour les éléments de construction. Pour la définition des différentes quantités de nos deux gâchés, on suppose un béton plastique défini par :

- Un affaissement $A = 7\text{ cm}$ ($6\text{ cm} < \text{béton plastique} < 9\text{ cm}$).
- Une résistance à 28 j de $\sigma'_{c28} = 50\text{ MPa}$.
- Un rapport $E/C = 0.55$.

Deux gâchés ont été réalisées :

- Béton 1 : 9 éprouvettes cubiques de dimensions $15 \times 15 \times 15\text{ cm}^3$ et 4 éprouvettes prismatiques de dimensions $10 \times 10 \times 40\text{ cm}^3$ contenant des adjuvants ALI PRE.
- Béton 2 : 10 éprouvettes cubiques et 3 éprouvettes prismatiques avec les mêmes dimensions que précédemment contenant des adjuvants ALI CEM.

Nous avons préparé nos 2 bétons à l'aide d'un malaxeur à cuve verticale tournante d'une capacité de 80 litres. La méthode utilisée pour l'introduction des différents matériaux est conforme à la norme NF EN 12390-2 [164] :

1. Préparation des matériels utilisés (balance électrique, pelle, brouette, malaxeur électrique, vibreur électrique, éprouvettes).
2. Préparation des pesés de chaque matériau (sable, gravier, ciment + adjuvant et eau).
3. Huiler les éprouvettes (cubique et cylindrique).
4. Mettre la bétonnière en marche et verser à l'intérieur la moitié du sable et ajouter la moitié du gravier et laisser bien mélanger à sec durant approximativement 1 min.
5. Ajouter la moitié du ciment et après 1 min, ajouter la deuxième moitié du sable et du gravier afin d'assurer un mélange homogène.
6. Ajouter le reste du ciment et laisser tourner durant 1 min.
7. Introduire la quantité d'eau tout doucement pour vérifier visuellement l'ouvrabilité du béton. Laisser la bétonnière tourner durant 2 à 3 min.

8. Réalisation de l'essai de consistance du béton à l'état frais qui sera décrit au paragraphe suivant.

9. Remplissage des moules :

- Remplir la moitié de l'éprouvette et vibrer la première couche du béton.
- Remplir le reste de l'éprouvette et vibrer une deuxième fois.

Après trois jours, toutes les éprouvettes ont été démoulées et stockées dans une salle régulée à 23°C et 30% d'humidité relative (Fig. 4.5).



Figure 4.5 : Epreuves cubiques démoulées.

4.4 Essais mécaniques sur le béton

4.4.1 Essai de consistance du béton à l'état frais

Nous avons utilisé un cône d'Abrams (Fig. 4.6) pour mesurer la consistance du béton à l'état frais selon la norme NF P 18-451 [165]. Cet essai, également appelé essai d'affaissement au cône d'Abrams, permet de déterminer la classe de consistance du béton selon le Tableau (4.5).



Figure 4.6 : Cône d'Abrams.

Tableau 4.5 : Différentes classes de consistance du béton.

Classe	Affaissement	Désignation
Ferme	0 – 4	F
Plastique	5 – 9	P
Très plastique	10 – 15	TP
Fluide	>16	FL

Sur notre béton, nous avons obtenu un affaissement de 7.5 ce qui correspond à un béton plastique.

4.4.2 Essai de compression sur éprouvettes cubiques

Cet essai permet de déterminer la résistance à la compression du béton à 28 jours. Selon la norme NF EN 12390-3 [166], les essais peuvent être réalisés sur des éprouvettes cylindriques ou cubiques. Cependant, en France les essais ne sont réalisés que sur des éprouvettes cubiques à cause de l'interdiction de l'utilisation du soufre pour le surfacage des éprouvettes cylindriques.

Nos essais ont été donc réalisés sur des éprouvettes cubiques sur une machine de compression de classe C conforme aux normes NF P 18-411 et NF P 18-412 ([171], [172]). La

capacité maximale de celle-ci est de 3000 kN. Elle est équipée d'une chaîne d'acquisition pilotée par le logiciel E2ME V 1.3K. Les essais ont été réalisés à une vitesse de 12 kN/s. La machine de compression est associée au système de mesure 3D de déformations sans contact par stéréo-corrélation d'images ARAMIS (Fig. 4.7). Une représentation schématique du montage ARAMIS est montrée sur la Fig. 4.8.

Les éprouvettes sont préalablement préparées en appliquant à leur surface un mouchetis ayant suffisamment de contraste (noir et blanc) par pulvérisation d'une peinture adéquate à l'aide d'une bombe de peinture. La Fig. 4.9 montre un mouchetis obtenu sur une éprouvette de compression cubique en béton.

Le dispositif est composé de deux caméras CCD à lumière blanche de longueur focale de 35 mm. Celles-ci sont focalisées sur l'éprouvette montée sur la machine de compression et permettent sa reconstruction en 3D sur une région de 150 mm × 150 mm à l'aide du logiciel ARAMIS. Les deux caméras sont installées sur un trépied qui est positionné à une distance de l'ordre de 470 mm. L'angle défini entre les caméras est fixé à 25°. La distance entre les caméras est ajustée pour que le centre de l'échantillon coïncide avec le centre de l'image. La netteté de l'image et le nombre d'ouverture des deux caméras ainsi que la lumière des spots sont réglés pour obtenir la meilleure image possible. Une étape de calibration est ensuite effectuée avant la réalisation des essais.



Figure 4.7 : Machine de compression associée au système de mesure 3D de déformations sans contact par stéréo-corrélation d'images ARAMIS.

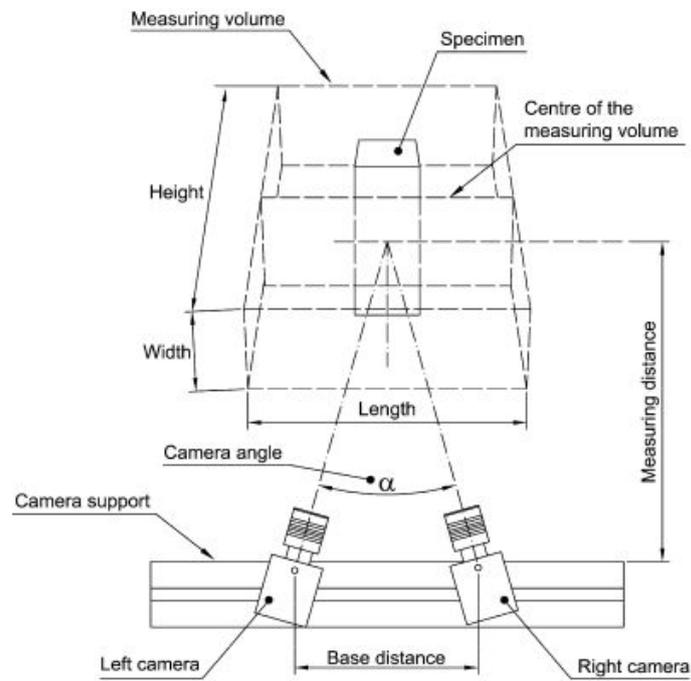


Figure 4.8 : Représentation schématique du montage ARAMIS [173].

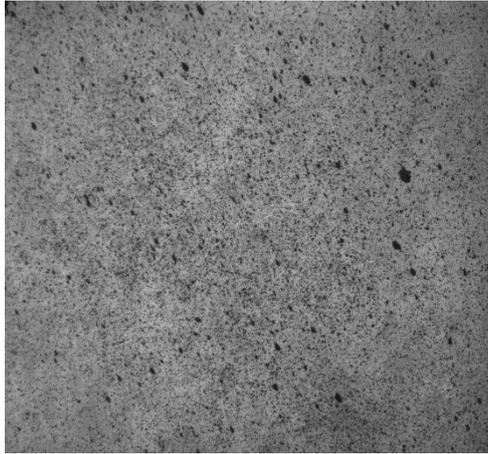


Figure 4.9 : Image d'un mouchetis obtenu sur une éprouvette de compression cubique en béton.

Les figures 4.10 et 4.11 montrent les courbes expérimentales de compression sur éprouvettes cubiques en béton avec l'adjuvant ALI PRE et ALI CEM respectivement. Ces courbes montrent clairement le comportement non linéaire du matériau. Le comportement linéaire (II) apparaît après une phase de raidissement (I). La phase (III) correspond au début de fissuration de l'interphase granulaire, suivi du développement de la macro-fissuration (IV), entraînant la rupture du béton de façon adoucissante (V).

Le Tableau (4.6) donne la résistance à la compression des deux bétons étudiés. L'utilisation de l'adjuvant ALI CEM permet d'améliorer la résistance à la compression de plus de 50% par rapport à l'adjuvant ALI PRE.

Tableau 4.6 : Résistance à la compression du béton σ'_{c28} .

Béton	Résistance à la compression	
	Moyenne	Ecart-Type
Béton + ALI PRE	30.6	1.8
Béton + ALI CEM	46.9	2.7

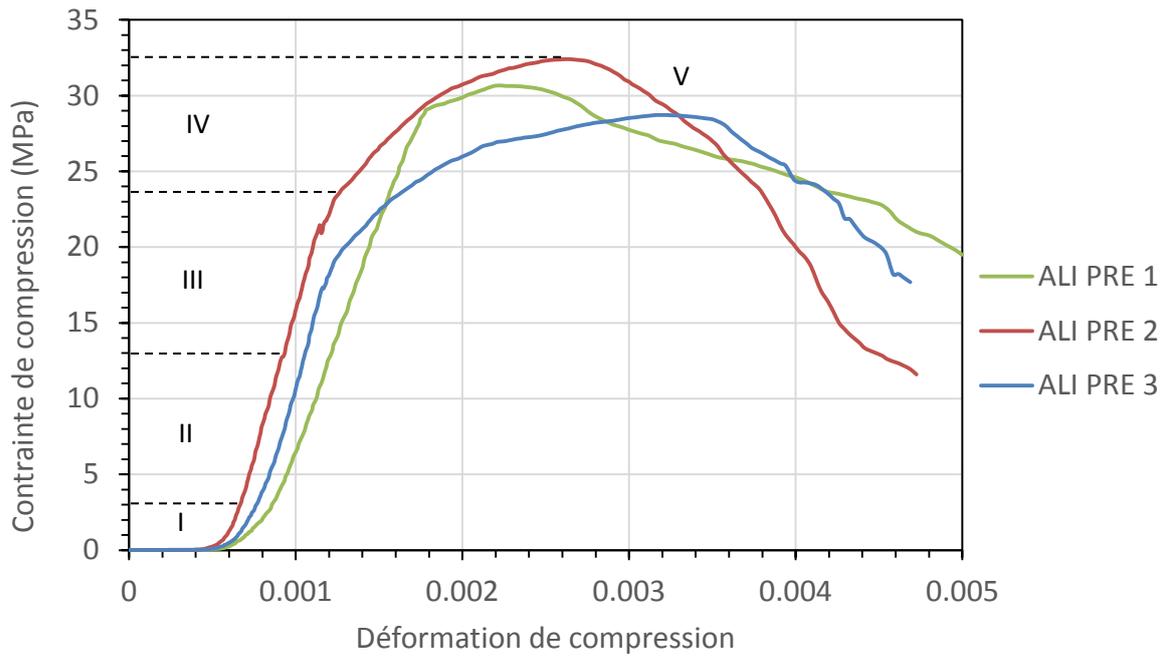


Figure 4.10 : Courbe expérimentales de compression sur éprouvettes cubiques en béton avec l'adjuvant ALI PRE.

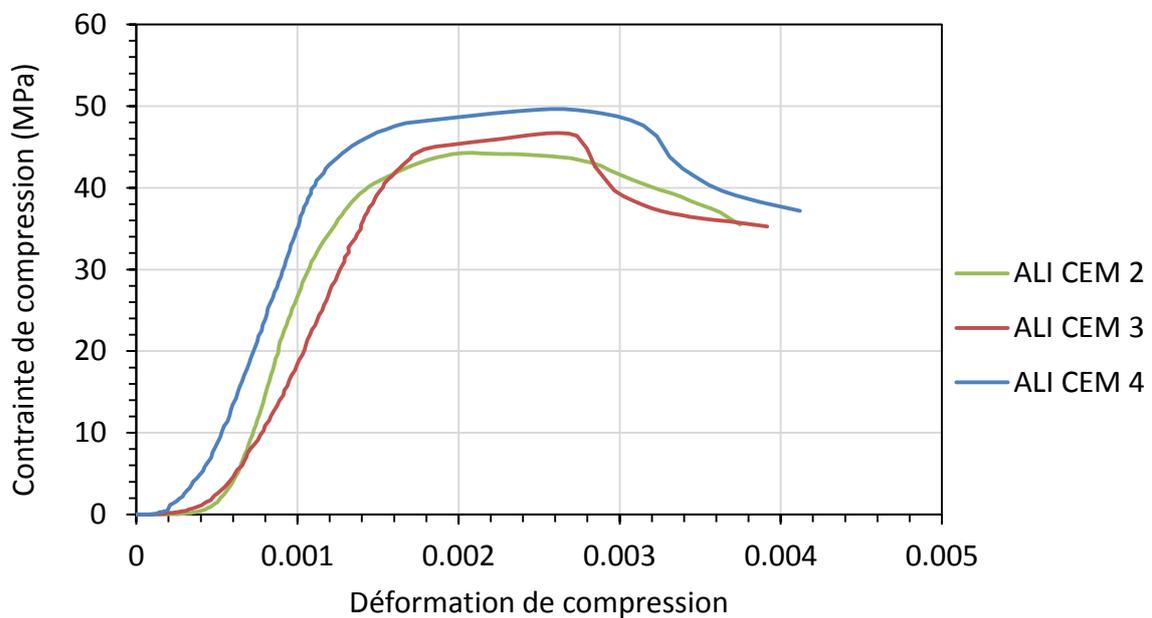


Figure 4.11 : Courbe expérimentales de compression sur éprouvettes cubiques en béton avec l'adjuvant ALI CEM.

Les Figures 4.12 et 4.13 représentent le développement des fissures et leur propagation sur les éprouvettes cubiques en béton avec l'adjuvant ALI PRE et ALI CEM respectivement.

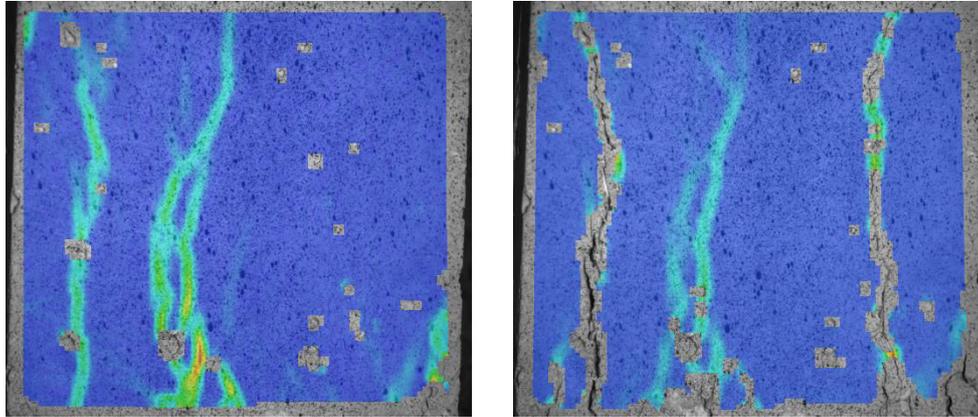


Figure 4.12 : Développement et propagation des fissures sur éprouvettes cubiques en béton avec l'adjuvant ALI PRE.

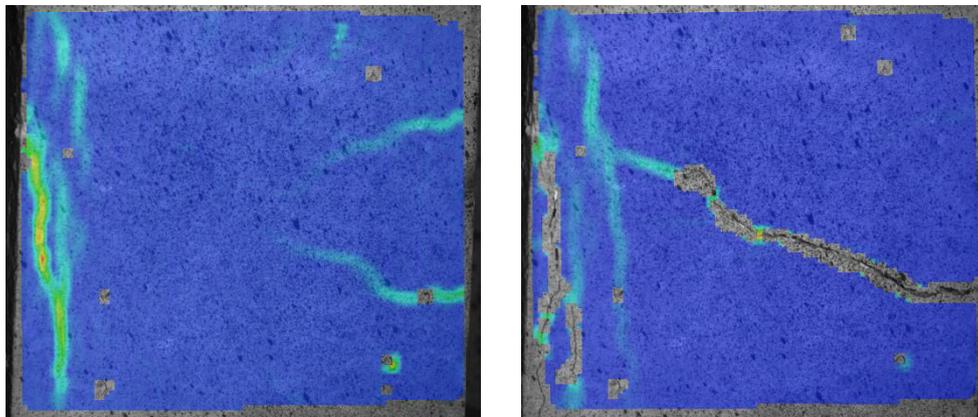


Figure 4.13 : Développement et propagation des fissures sur éprouvettes cubiques en béton avec l'adjuvant ALI CEM.

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé expérimentalement deux types de bétons réalisés avec deux différents adjuvants : ALI PRE et ALI CEM, afin d'étudier l'effet de ces derniers sur les propriétés mécaniques des deux bétons. Les essais de compression ont été réalisés sur des

éprouvettes cubiques. Les déformations des éprouvettes ont été mesurées à l'aide d'un système de mesure 3D de déformations sans contact par stéréo-corrélation d'images (ARAMIS). L'utilisation de l'adjuvant ALI CEM ($\sigma'_{c28} = 46.9$ MPa) permet d'améliorer la résistance à la compression du béton de plus de 50% par rapport à l'adjuvant ALI PRE ($\sigma'_{c28} = 30.6$ MPa).

Conclusion Générale et Perspectives

Les bétons sont des matériaux hétérogènes complexes par leur microstructure et leur nature multi-échelle. Leurs propriétés macroscopiques sont reliées à leurs microstructures. L'étude de ces matériaux à une échelle nanométrique peut apporter des éléments utiles à la compréhension et à la modélisation de leur comportement macroscopique.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons développé une méthodologie d'identification inverse qui a permis l'identification des lois de comportement des phases constituant la matrice cimentaire d'un BHP. Les données expérimentales issues de la littérature ont permis de caractériser le comportement élasto-viscoplastique de chacune de ses phases. La méthode d'identification inverse consiste à comparer les simulations numériques par éléments finis de l'essai de nanoindentation aux résultats expérimentaux au moyen d'un algorithme génétique pour optimiser les paramètres du modèle. Les résultats obtenus ont montré la bonne corrélation entre les courbes "charge-profondeur de pénétration" expérimentales et numériques.

Après identification des propriétés élasto-viscoplastiques des phases constitutives de la matrice cimentaire, une méthode d'homogénéisation numérique à l'aide de la méthode des éléments finis a été mise en œuvre. Cette méthode a d'abord permis d'obtenir les propriétés élasto-viscoplastiques homogénéisées de la matrice cimentaire, et ensuite les propriétés élastiques du béton à haute performance étudié. Dans les deux cas, un modèle numérique bidimensionnel est considéré en utilisant les fractions volumiques des différentes phases en présence. La microstructure du béton à haute performance a été représentée au moyen d'un modèle 2D biphasique (matrice + agrégats) et de la porosité en utilisant une morphologie de phase microstructurale arbitraire numérisée et explicitement considérée dans les modèles numériques. Les granulats ont été supposés élastiques. Le modèle élasto-viscoplastique homogénéisé pour la matrice cimentaire a été déterminé par une procédure d'identification inverse de ses différents constituants basée sur des tests de nanoindentation.

Pour réaliser l'homogénéisation du premier niveau correspondant à la matrice cimentaire, nous l'avons supposée constituée de quatre phases mécaniquement distinctes. Le module élastique effectif obtenu par la méthode d'homogénéisation numérique est très cohérent avec les résultats obtenus par Da Silva et al. [90] avec le modèle analytique Mori-Tanaka et la

méthode FFT. Un très bon accord a été constaté entre les courbes contrainte de compression-déformation de compression simulées pour le V.E.R. de la matrice cimentaire hétérogène et homogénéisée en utilisant le modèle élasto-viscoplastique identifié. Le modèle d'homogénéisation numérique proposé prédit avec précision le comportement élasto-viscoplastique équivalent de la matrice cimentaire.

Pour réaliser l'homogénéisation de niveau II correspondant au BHP étudié, nous avons supposé celui-ci constitué de la matrice cimentaire déjà homogénéisée, des agrégats et des pores (larges et capillaires). Les agrégats et la porosité ont été représentés par des ellipses réparties dans la matrice cimentaire. Le module élastique effectif obtenu par notre procédure d'homogénéisation numérique du niveau II est en parfait accord avec les résultats expérimentaux obtenus par Da Silva et al. [90].

La dernière partie de ce travail de thèse a été consacrée à la préparation et à la caractérisation mécanique de deux bétons avec deux différents adjuvants en utilisant le système de mesure 3D de déformations sans contact par stéréo-corrélation d'images ARAMIS. L'utilisation de l'adjuvant ALI CEM a permis d'améliorer la résistance à la compression du béton de plus de 50% par rapport à l'adjuvant ALI PRE.

À partir des résultats de ces travaux de recherche, nous pouvons donner quelques perspectives :

- Extension de la procédure d'homogénéisation 2D au cas 3D en utilisant la tomographie 3D d'un béton comme V.E.R.
- Identification d'une loi de comportement avec endommagement pour simuler le comportement macroscopique du béton.
- Valider le modèle en exploitation des résultats expérimentaux obtenus par le système de mesure 3D de déformations sans contact par stéréo-corrélation d'images ARAMIS.

Références bibliographiques

- [1] Q. T. Minh, «Modélisation micromécanique et simulation numérique du fluage des bétons avec prise de l'endommagement et des effets thermo-hydriques,» Thèse de l'Université Paris Est, 2012.
- [2] F. H. Wittman, « Structure of concrete and crack formation,» *Fracture of non-metallic materials*, pp. 309-340, 1987.
- [3] CSM, Mechanical properties of cementitious materials, 2009.
- [4] P. Aggarwal, R. P. Singh et Y. Aggarwal, «Use of nano-silica in cement based materials - A review,» *Civil and environmental engineering*, vol. 2, n°1, 2015.
- [5] A. Nilsen et P. Monteiro, «Concrete: a three phase material,» *Cem. Concr. Res*, vol. 23, n°1, pp. 147-151, 1993.
- [6] P. Simeonov et S. Ahmad, «Effect of transition zone on the Elastic behavior of cement-based composites,» *Cem. Concr. Res*, vol. 25, n°1, pp. 165-176, 1995.
- [7] J. P. Olivier, J. Maso et B. Bourdette, «Interfacial transition zone in concrete,» *Advanced Cement Based Materials*, vol. 2, n°1, p. 30, 1995.
- [8] S. K. Scrivener, A. Crumbie et P. Laugesen, «The interfacial transition zone (ITZ) Between Cement paste and aggregate,» *Concrete Interface Science*, vol. 12, n°4, pp. 411-421, 2004.
- [9] M. Sonebi, Utilization of micro-indentation technique to determine the micromechanical properties of ITZ in cementitious materials, ACI SP-254, Nanotechnology of Concrete, Sobolev & Shah Eds, 2008, p. 57–67.
- [10] A. K. Reinhardt, M. Sheyka, A. P. Garner, M. Al Haik et M. M. Taha, «Experimental and numerical nano characterization of two phases in concrete,» *Int. J. Materials and Structural Integrity*, vol. 3, n°2-3, 2009.
- [11] M. Paramita, «Nanomechanical properties of cementitious Materials,» Northwestern University, 2008.
- [12] K. Mehta et P. Monterio, *Concrete: Microstructure, Properties and Materials*, NY, USA: Third Edition, McGraw-Hill Professional, 2006.

- [13] J. J. Beaudoin, «Comparison of mechanical properties of compacted calcium hydroxide and Portland cement paste systems,» *Cement and Concrete Research*, vol. 13, n°3, p. 319–324, 1983.
- [14] M. F. M. Zain, M. N. Islam et I. H. Basri, «An expert system for mix design of high performance concrete,» *Advances in Engineering Software*, vol. 36, n°5, pp. 325-337, 2005.
- [15] V. Konkov, «Principle approaches to high performance concrete application in construction,» *Procedia Engineering*, vol. 57, pp. 589-596, 2013.
- [16] Y. R., P. Spiesz et H. J. H. Brouwers, «Mix design and properties assessment of ultra-high performance fibre reinforced concrete (UHPFRC),» *Cement and Concrete Research*, vol. 56, pp. 29-39, 2014.
- [17] P. L. J. Domone et S. M. N., «An approach to the proportioning of high-strength concrete mixes,» *Concrete International*, vol. 16, n°10, pp. 26-31, 1994.
- [18] S. P. Yu R. et H. J. H. Brouwers, «Development of an eco-friendly Ultra-High Performance Concrete (UHPC) with efficient cement and mineral admixtures uses,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 55, pp. 383-394, 2015.
- [19] O. Bernard, F. J. Ulm et E. Lemarchand, «A multiscale micromechanics hydration model for the early-age elastic properties of cement based materials,» *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, n°9, pp. 1293-1309, 2003.
- [20] J. Nadeau, «A multiscale model for effective moduli of concrete incorporating ITZ water-Cement ratio gradient aggregate size distributions, and entrapped voids,» *Cem. Concr. Res*, vol. 33, pp. 103-113, 2003.
- [21] V. Similmer et Z. Bittnar, «Micromechanical multiscale simulation of elastic properties of hydrating concrete,» chez *Proc. Of the Eight International Conference on Computational Structures Technology*, 2006.
- [22] C. Pichler et R. Lackner, «A multiscale creep model as basis for simulation of early-age concrete behavior,» *Computers and Concrete*, vol. 5, n°4, pp. 295-328, 2008.
- [23] J. Nemecek, Nano indentation of heterogeneous structural Materials, Czech technical university in Prague, 2009.

- [24] G. U. F. J. Constantinides, «The effect of two types C-S-H on the elasticity of cement based materials: results from nanoindentation and micromechanical modeling,» *Cement and Concrete Research*, vol. 34, pp. 67-80, 2004.
- [25] G. Caratini, «Approche multi-échelle des propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires soumis à des élévations de température,» Thèse de l'Université Paris-Est, 2012.
- [26] P. D. Tennis et H. M. Jennings, «A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement paste,» *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n°6, pp. 855-863, 2000.
- [27] A. Guidoum, «3D numerical simulation of the behavior of concretes as granular composites,» PhD. Disertation, No. 1310, Swiss Federal institute of technology in Lausanne, 1995.
- [28] E. J. Garboczi, «Computational materials science of cement based materials,» *Materials and Structures*, vol. 26, n°2, pp. 191-195, 1993.
- [29] R. Le Roy, «Instantaneous and time-dependent deformations of high performances concretes,» Rapport LPC OA22, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1996.
- [30] G. Q. Li, Y. Zhao, S. Pang et Y. Li, «Effective Young's modulus estimation of concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 29, n°9, 1999.
- [31] H. L. Le Chatelier, «Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques,» Thèse de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris, 1887.
- [32] H. F. W. Taylor, *Cement chemistry*, Thomas Telford Ltd, 1998.
- [33] D. Gonzalez, «Durabilité des assemblages colles du génie civil : effet du vieillissement hygrothermique aux échelles micro et macroscopiques,» Thèse de Doctorat de l'Université de Clermont-Ferrand II, 2006.
- [34] CSM, «The Influence of Surface Roughness on Instrumented Indentation Testing (IIT),» *Applications Bulletin CSM*, vol. 23, 2007.
- [35] J. Baron et R. Sauterey, «Le béton hydraulique : connaissance et pratique,» *Presses de l'ENPC*, 1982.
- [36] H. F. W. Taylor, *Cement chemistry*, Thomas Telford Ltd, 2nd Edition, 1997.

- [37] J. Gaidis et E. Gartner, «Hydration mechanisms II,» *Materials Science of Concrete*, pp. 9-39, 1989.
- [38] J. Bensted, *Structure and performance of cement*, Taylor and Francis, 2001.
- [39] R. P. Selvan, V. J. Subramani, S. Mauang et K. Hall, «Potential application of nanotechnology on cement based materials,» *University transportation centers program*, 2009.
- [40] S. Mindess, J. Young et D. Darwin, *Concrete*, Prentice-Hall, 2nd edition, 2003.
- [41] T. C. Power et T. L. Brownyard, «Studies of the physical properties of hardened Portland,» *Proceedings of the American Concrete Institute*, 1946.
- [42] J. L. Maso et J. C. Granju, «Résistance à la compression simple des pâtes pures de ciment durcies, temps de durcissement supérieur à quatre ans,» *Cement and concrete research*, vol. 8, pp. 7-14, 1987.
- [43] T. C. Power, «Physical properties of cement paste,» chez *4th international Symposium on the Chemistry of Cement*, Washington DC, 1960.
- [44] H. Jennings, «A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste,» *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n°1, pp. 101-116, 2000.
- [45] H. M. Jennings, «Colloid model of C-S-H and implications to the problem of creep and shrinkage,» *Materials and Structures*, vol. 37, n°265, pp. 59-70, 2004.
- [46] R. J. Pellenq, N. Lequex et M. Vandamme, «Engineering the bonding scheme in C-S-H; the ionic-covalent framework,» *Cement and Concrete Research*, vol. 38, pp. 159-174, 2008.
- [47] I. Richardson et G. Groves, «The microstructure and microanalysis of hardened cement pastes involving ground granulated blast-furnace slag,» *J. Mater. Sci.*, vol. 27, p. 6204–6212, 1992.
- [48] R. Kirkpatrick, J. Yarger, P. Mcmillan, P. Yu et X. Cong, «Raman spectroscopy of C-S-H, Tobermorite, and jennite,» *advn. Cem. Bas. Mat.*, vol. 5, pp. 93-99, 1997.
- [49] L. Raki, J. Beaudoin, R. Alizadeh, J. Makar et T. Sato, *Cement and Concrete Nanoscience and Nanotechnology*, National Research Council Canada: Institute for Research in Construction, 2010.

- [50] G. Groves, «TEM Studies of cement hydration,» *Material Research Society Symposium Proceedings*, vol. 85, pp. 3-12, 1987.
- [51] S. Lu, E. Landis et D. Keane, «X-ray microtomographic studies of pore structure and permeability in Portland cement concrete,» *Materials and Structures*, vol. 39, pp. 611-620, 2006.
- [52] F.-J. Vandamme et M. Ulm, *Probing Nano-structure of C-S-H by Micro-mechanics Based Indentation Techniques*, Cambridge: Massachusetts Institute of Technology, 2009.
- [53] H. Taylor, «Proposed structure for calcium silicate hydrate gel,» *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 69, n°6, pp. 464-67, 1986.
- [54] M. Regourd, «L'eau dans Le béton hydraulique,» *Presse de l'ENPC, sous la direction de Jacques Baron et Raymond Sauterey*, pp. 59-68, 1982.
- [55] S. Gauffinet, E. Finot, E. Lesniewska et A. Nonat, «Observation directe de la croissance d'hydrosilicate de calcium sur des surfaces d'alite et de silice par microscopie à force atomique,» *C.R. A cad. Sci. Paris, Sciences de la terre et des planètes*, pp. 231-236, 1998.
- [56] R. Barbarulo, «Comportement des matériaux cimentaires: actions des sulfates et de la température,» Thèse de doctorat, Faculté des sciences et de génie, Université Laval, Québec, 2002.
- [57] I. Richardson et J. Cabrera, «The nature of C-S-H in model slag-cements,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, pp. 259-266, 2000.
- [58] J. Taplin, «A method for following the hydration reaction in Portland cement paste,» *Australian Journal of Applied Science*, vol. 10, pp. 329-345, 1959.
- [59] H. Jennings, «Refinements to colloid model of C-S-H in cement: CM-II,» *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n°3, pp. 275-289, 2008.
- [60] F.-J. Ulm et M. Vandamme, «Nanogranular origin of concrete creep,» chez *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2009.
- [61] A. Neville, *Properties of concrete*, Harlow: Pearson Education Limited, 2011.
- [62] A. Neville, *Properties of concrete*, John Wiley and Sons, Inc, 1997.

- [63] L. Sadowski et T. G. Mathia, «Multi-scale metrology of concrete surface morphology: Fundamentals and specificity,» *Construction and Building Materials*, vol. 113, p. 613–621, 2016.
- [64] H. Vandamme, «La physique des liaisons entre les hydrates et les moyens d’agir au niveau moléculaire,» chez *Journée Technique de L’industrie Cimentière*, Orléans, 1998.
- [65] S. K. Bernard, F. Bernard, W. Prince et M. Hjiiaj, «Modélisation Tridimensionnelle et Multi-échelles du Comportement des Matériaux Cimentaires - Application à la Lixiviation,» *25e Rencontres de l’AUGC*, 2007.
- [66] O. Bernard, Comportement à long terme d’éléments de structure formés de bétons d’âges différents, Lausanne: Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2000.
- [67] H. A. Toutanji et T. El-Korchi, «The influence of silica fume on the compressive strength of cement paste and mortar,» *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n°7, pp. 1591-1602, 1995.
- [68] P. Acker, «Micromechanical analysis creep and shrinkage mechanisms,» chez *International conference on creep, shrinkage and durability mechanics of concrete and other quasi-brittle materials*, Cambridge, 2001.
- [69] G. Constantinides, F.-J. Ulm et K. Van Vliet, «On the use of nanoindentation for cementitious materials,» *Materials and Structures*, vol. 36, pp. 191-196, 2003.
- [70] W. Zhu, M. T. J. Fonteyn, J. Hughes et C. Pearce, Nanoindentation study of resin impregnated sandstone and early-age cement paste specimens, Berlin, Heidelberg: In: Z. Bittnar, P. J.M. Bartos, J. Nemecek, V. Smilauer, J. Zeman, *Nanotechnology in construction*, springer, 2009.
- [71] T. Howind, J. Hughess et W. Zhu, «Mapping of mechanical properties of cement paste microstructures,» chez *13th International Congress on the Chemistry of Cement*, Madrid, 2011.
- [72] L. I. Knab, J. R. Clifton et J. B. Inge, «Effects of maximum void size and aggregate characteristics on the strength of mortar,» *Cement and Concrete Research*, vol. 13, n°3, p. 383–90, 1983.

- [73] P. Acker et F.-J. Ulm, «Creep and shrinkage of concrete: Physical origins, practical measurements,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 203, n°2-3, p. 143–158, 2001.
- [74] Z. P. Bazant et W. P. Murphy, «Creep and shrinkage prediction model for analysis and design of concrete structures—Model B-3,» *Civil and Environmental Engineering*, vol. 28, p. 357–365, 1995.
- [75] F.-J. Ulm et M. Vandamme, Nanogranular origin of concrete creep, Edited by P. Zdenek Bazant, 2009.
- [76] F.-J. Ulm, F. Le Maou et C. Boulay, «Creep and Shrinkage of Concrete-Kinetics Approach,» chez *The Adam Neville Symposium: Creep and Shrinkage-Structural Design Effects*, Atlanta, 2002.
- [77] F. Wittmann, Creep and Shrinkage of Concrete Structures,, vol. 129–161, New York: Bazant ZP, Wittmann FH (J. Wiley & Sons), 1982.
- [78] Z. P. Bazant et J. Chern, «Double-power logarithmic law for concrete creep,» *Cement and Concrete Research*, vol. 14, n° 16, p. 793–806, 1984.
- [79] O. Bernard, F.-J. Ulm et J. Germaine, «Volume and deviator basic creep of calcium leached cement-based materials,» *Cement and Concrete Research*, vol. 33, n°8, pp. 1127-1136, 2003.
- [80] M. Vandamme, «The Nanogranular Origin of Concrete Creep: A Nanoindentation Investigation of Microstructure and Fundamental Properties of Calcium-Silicate-Hydrates,» PhD thesis, The Massachusetts Institute of Technology, 2008.
- [81] J. Nemecek, «Principals of Nanoindentation on Heterogeneous,» Habilitation thesis, Faculty of Civil Engineering, 2009.
- [82] P. Mondal, S. Shah et L. Marks, «A reliable technique to determine the local mechanical properties at the nanoscale for cementitious materials,» *Cement and Concrete Research*, vol. 37, n°10, pp. 1440-1444, 2007.
- [83] G. Constantinides, K. Chandran, F.-J. Ulm et K. Van Vliet, «Grid indentation analysis of composite microstructure and mechanics: Principles and validation,» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 430, n°1-2, pp. 189-202, 2006.
- [84] G. Constantinides et F.-J. Ulm, «The nanogranular nature of C–S–H,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 55, n°1, p. 64–90, 2007.

- [85] F.-J. Ulm, M. Vandamme, C. Bobko, J. Ortega, K. Tai et C. Ortiz, «Statistical indentation techniques for hydrated nanocomposites: Concrete, bone and shale,» *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 90, n°9, p. 2677–2692, 2007.
- [86] F.-J. Ulm et G. Constantinides, *Invariant mechanical properties of calcium silicate-hydrates (C-S-H) in cement-based materials: Instrumented nanoindentation and microporomechanical modeling*, Cambridge: Civil and Environmental Engineering Department, Massachusetts Institute of Technology, 2006.
- [87] F.-J. Ulm, M. Vandamme, C. Bobko, J. Ortega, K. Tai et C. Ortiz, «Statistical indentation techniques for hydrated nanocomposites: concrete, bones and shale,» *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 90, n°9, pp. 2677-2692, 2007.
- [88] W. Zhu, J. Hughes, N. Bicanic et C. Pearce, «Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks,» *Materials Characterization*, vol. 58, n°11-12, pp. 1189-1198, 2007.
- [89] L. Sorelli, G. Constantinides, F.-J. Ulm et T. F., «The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques,» *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n°12, pp. 1447-1456, 2008.
- [90] W. Da Silva, J. Němeček et P. Štemberk, «Application of multiscale elastic homogenization based on nanoindentation for high performance concrete,» *Advances in Engineering Software*, vol. 62–63, p. 109–118, 2013.
- [91] G. Constantinides, K. S. Ravi Chandran, F.-J. Ulm et K. J. Van Vliet, «Grid indentation analysis of composite microstructure and mechanics : Principles and validation,» *Materials Science and Engineering*, vol. A430, pp. 189-202, 2006.
- [92] J. Němeček, «Creep effects in nanoindentation of hydrated phases of cement pastes,» *Materials Characterization*, vol. 60, n°9, pp. 1028-1034, 2009.
- [93] J. Němeček, V. Smilauer et L. Kopecky, «nanoindentation characteristics of alkali-activated aluminosilicate materials,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, n°2, pp. 163-170, 2011.
- [94] W. Oliver et G. Pharr, «An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,» *Journal of Material Research*, vol. 7, n°6, p. 1564–1583, 1992.

- [95] O. Zienkiewicz et R. Taylor, *The finite element method set*, Elsevier, 2005.
- [96] A. Ugural et S. Feuster, *Advanced strength and applied elasticity*, Prentice-Hall PTR., 1995.
- [97] C. Chen, «2D finite element modeling for nanoindentation and fracture stress analysis,» Master of Science thesis, University of South Florida, 2009.
- [98] B. Taljat et G. Pharr, «Development of pile-up during spherical indentation of elastic-plastic solids,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 41, pp. 3891-3904, 2004.
- [99] E. Jeon, J. Kim, M. Bink, J. Park et D. Kwon, «Optimum definition of true strain beneath a spherical indenter for deriving indentation flow curves,» *Materials science and Engineering: A*, vol. 419, pp. 196-201, 2006.
- [100] E. Harson, S. Swaddiwudhipong et Z. Liu, «Material characterization based on simulated spherical-Berkovich indentation tests,» *Scripta Materialia*, vol. 60, pp. 972-975, 2009.
- [101] Y. Cheng et Z. Cheng, «Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 36, pp. 1231-1243, 1999.
- [102] A. Fischer-Cripps, «Use of combined elastic modulus in depth-sensing indentation with a conical indenter,» *Journal of Material Research*, vol. 18, pp. 1043-1045, 2003.
- [103] R. K. Abu Al-Rub, «Prediction of micro and nanoindentation on size effect from conical of pyramidal indentation,» *Mechanics of Materials*, vol. 39, pp. 787-802, 2007.
- [104] D. Masri et R. Durdan, «Conical indentation of strain-hardening solids,» *European Journal of Mechanics - A /solids*, vol. 27, pp. 210-221, 2008.
- [105] P. Berke, E. Tam, M. P. Plancke-Ogletree et T. J. Massant, «Study of the rate-dependent behavior of pure nickel in conical nanoindentation through numerical simulation coupled to experiments,» *Mechanics of Materials*, vol. 41, pp. 154-164, 2009.
- [106] J. Antunes, L. Menezes et J. Fernandes, «Influence of Vickers tip imperfection on depth sensing indentation tests,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 44, pp. 2732-2747, 2006.

- [107] J. Antunes, L. Menzes et J. Fernandes, «Three-dimensional numerical simulation of vickers indentation tests,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 43, pp. 784-806, 2007.
- [108] Z. Yin, S. Tao, X. Zhou et C. Ding, «Evaluating microhardness of plasma sprayed AL₂O₃ coatings using Vickers indentation technique,» *Journal of Physics: D-Applied Physics*, vol. 40, pp. 7090-7096, 2007.
- [109] A. Fischer-Cripps, «Use of the combined elastic modulus in the analysis of depth-sensing indentation data,» *Journal of Materials Research*, vol. 16, pp. 3050-3052, 2001.
- [110] K. Kese, Z. Li et B. Bergwan, «Method to account for true contact area in soda-lime glass during nanoindentation with the Berkovich tip,» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 404, pp. 1-8, 2005.
- [111] C. Foerster, D. Stankiewicz, F. Serbena, C. Lepienski et F. Zawislak, «Flat end and Berkovich instrumented indentation of N and Si irradiated polythylene- viscoelastic behavior, hardness and elastic modulus,» *Nuclear instruments and methods in physics research section B: Beam interactions with Materials and Atoms*, vol. 257, pp. 510-514, 2007.
- [112] N. Sakharova, J. Fernandes, J. Antunes et M. Oliveira, «Comparaison between Berkovich, Vickers and conical indentation tests: A three-dimensional numerical simulation study,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 46, pp. 1095-1104, 2009.
- [113] S. Soare, S. Bull, A. O'Neil, N. Wright, A. Horsfall et J. Dos Santos, «Nanoindentation assessment of aluminium metallization; the effect of creep and pile-up,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 177, pp. 497-503, 2004.
- [114] K. Kowvopoulos et J. Yang, «Dynamic analysis of single and cyclic indentation of an elastic-plastic multi-layered medium by a rigid fractal surface,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 54, pp. 927-950, 2006.
- [115] ABAQUS (Version 6.13), *Users Manual*, Providence, RI, USA: Dassault Systèmes Simulia Corp, 2013.
- [116] T. Yu, J. Teng, Y. Wong et S. Dong, «Finite element modeling of confined concrete-II: Plastic-damage model,» *Journal of Engineering Structures*, vol. 32, pp. 680-691, 2010.

- [117] W. Chen, *Plasticity in reinforced concrete*, New York: MC Graw-Hill Book Company, 1982.
- [118] E. Sarris et G. Constantinides, «Finite Element Modeling of Nanoindentation on C-S-H: effect of pile-up and contact friction,» chez *NICOM4: 4th International symposium on nanotechnology in construction*, Agios Nikolaos (Greece), 2012.
- [119] D. Keinde, «Etude du béton à l'échelle mésoscopique: simulation numérique et tests de micro-indentation,» Thèse Insa Rennes, Rennes, 2015.
- [120] P. Clement, «Détermination des propriétés mécaniques de ceramique poreuses par essais de microindentation instrumentée sphérique,» Thèse INSA Lyon, Lyon, 2013.
- [121] P. Perzyna, «Fundamental problems in viscoplasticity,» *Advances in Applied Mechanics*, vol. 9, p. 243–377, 1966.
- [122] S. Guessasma, M. Sehaki, D. Lourdin et A. Bourmaud, «Viscoelasticity properties of biopolymer composite materials determined using finite element calculation and nanoindentation,» *Computational Materials Science*, vol. 44, p. 371–377, 2008.
- [123] Z. Chen, S. Diebels, N. Peter et A. Schneider, «Identification of finite viscoelasticity and adhesion effects in nanoindentation of a soft polymer by inverse method,» *Computational Materials Science*, vol. 72, p. 127–139, 2013.
- [124] S. Shim, W. Oliver et G. Pharr, «A critical examination of the Berkovich vs. conical indentation based on 3D finite element calculation,» *MRS Proceedings*, 2004.
- [125] M. Bocciarelli, G. Bolzon et G. Maier, «Parameter identification in anisotropic elastoplasticity by indentation and imprint mapping,» *Mechanics of Materials*, vol. 37, p. 855–868, 2005.
- [126] T. Nakamura et Y. Gu, «Identification of elastic-plastic anisotropic parameters using instrumented indentation and inverse analysis,» *Mechanics of Materials*, vol. 39, p. 340–356, 2007.
- [127] K. Deb, A. Pratap, S. Agarwal et T. Meyarivan, «A fast and elitist multiobjective genetic algorithm: NSGA-II,» *IEEE Transactions on Evolutionary Computation*, vol. 6, p. 182–197, 2002.
- [128] V. Preault, «Méthode d'homogénéisation pour la modélisation électromagnétique des matériaux composite,» Thèse de doctorat, Université Paris-Sud, Paris, 2013.

- [129] P. Suquet, *Continuum micromechanics*, Vienna: Springer, 1997.
- [130] E. Stora, Q.-C. He et B. Bary, «Influence of inclusion shapes on the effective linear elastic properties of hardened cement pastes,» *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n°7, pp. 1330-1344, 2006.
- [131] J. Sanahuja, L. Dormieux et G. Chanvillard, «Modelling elasticity of a hardening cement paste,» *Cement and Concrete Research*, vol. 37, pp. 1427-1439, 2007.
- [132] J. Eshelby, «The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems,» *Proceeding of The Royal Society A*, pp. 376-396, 1957.
- [133] G. Cusatic et L. Cedolin, «Two-scale study of concrete fracturing behavior,» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 74, n°1-2, pp. 3-17, 2007.
- [134] F. Grondin, H. Dumontet, A. Ben Hamida, G. Mounajed et H. Boussa, «Multiscales modelling for the behaviour of damaged concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 10, n°37, pp. 1453-1462, 2007.
- [135] T. Zohdi, Homogenization methods and multiscale modeling: linear problems, In: Stein, E., de Borst, R., Hughes, T. (Eds) *Encyclopedia of Computational Mechanics*, Wiley, Chichester, 2004.
- [136] J. Füssl, R. Lackner, J. Eberhardsteiner et H. Mang, «Failure modes and effective strength of two-phase materials determined by means of numerical limit analysis,» *Acta Mech.*, vol. 195, n° 11-4, pp. 185-202, 2008.
- [137] W. Voigt, «Über die beziehung zwischen den beiden Elasticitat constanten isotroper korper,» *Annalen der physic*, vol. 274, n°12, pp. 537- 587, 1889.
- [138] A. Reuss, «Calculation of the flow limits of mixed crystals on the basis of the plasticity of monocrystals,» *Zeitschrift fur anagecuandt Mathematik und mechanic*, vol. 9, pp. 49-58, 1929.
- [139] Z. Hashin, «The elastic moduli of heterogeneous materials,» *Journal of Applied Mechanics*, vol. 29, pp. 143-150, 1962.
- [140] S. Shtrikman et Z. Hashin, «A variationnal approach to the theory of the effective magnetic permeability of multiphase materials,» *Journal of Applied Physics*, vol. 33, n°10, pp. 3125-3131, 1962.

- [141] S. Shtrikman et Z. Hashin, «A variationnal approach to the theory of the elastic behavior of multiphase materials,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 11, n°2, pp. 127- 144, 1963.
- [142] F. De Larrard et R. Le Roy, «Relation entre formulation et quelque propriétés mécaniques des bétons à hautes performances,» *J. Materials and structures*, vol. 25, pp. 464-475, 1992.
- [143] K. Yang, «Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers : expérience et modélisation,» Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2008.
- [144] T. Tanaka et K. Mori, «Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions.,» *Acta Metallurgica*, vol. 21, n°5, pp. 571-574, 1973.
- [145] A. V. Hershey, «The Elasticity of an isotropic aggregate of anisotropic cubic crystals,» *J. Appl. Mech.*, vol. 21, pp. 226-240, 1954.
- [146] R. Hill, «A self-consistent mechanics of composite materials,» *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 13, pp. 213-22, 1965.
- [147] Tai Fan, «Concrete microstructure homogenization technique with application to model concrete serviceability,» The University of New Mexico, Albuquerque, New Mexico, 2012.
- [148] Tai Fan, «Concrete microstructure homogenization technique with application to model concrete serviceability,» The University of New Mexico, Albuquerque, New Mexico, 2012.
- [149] S. Kurukuri, «Homogenization of damaged concrete meso-structure using representative volume elements: Implementation and application to Slang,» M.S. Thesis, University Weimar, Germany, 2005.
- [150] J. J. Kim, T. Fan et M. M. Reda Taha, «Examining uncertainty in deflection of reinforced concrete beams using concrete homogenization techniques.,» chez *Ist Computational Design and Engineering (CODE)*, Seoul, Korea, 2009.
- [151] S. M. Kim, R. K. et R. K. Abu Al-Rub, «Meso-scale computational modeling of the plastic-damage response of cementitious composites,» *Cement and Concrete Research*, vol. 41, pp. 339-358, 2011.

- [152] Z. Hashin, «Analysis of composite material-A survey,» *Journal of Applied Mechanics*, vol. 50, pp. 481-505, 1983.
- [153] P. M. Suquet, Local and global aspects in the mathematical theory of plasticity, Amsterdam: Plasticity today: Modelling, methods and applications (Sawczuk, A., & Bianchi, G.Editors), Elsevier, 1985, pp. 279-310.
- [154] H. Moulinec et P. Suquet, «A fast numerical method for computing the linear and nonlinear properties of composites,» *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, vol. série II, n°318, p. 1417–1423, 1994.
- [155] L. Gélébart, J. Déroutillat, Y. Chen, C. Chateau, M. Bornert, A. King et C. Sauder, «Simulations FFT massivement parallèles en mécanique des matériaux hétérogènes,» chez CSMA, *13ème Colloque Nationale en Calcul des Structures*, Giens (France), 2017.
- [156] J. C. Michel, H. Moulinec et P. Suquet, «A computational scheme for linear and non-linear composites with arbitrary phase contrast,» *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol. 52, n°1–2, p. 139–158, 2001.
- [157] F. Fakhari Tehrani, J. Absi, F. Allou et C. Petit, «Heterogeneous numerical modeling of asphalt concrete through use of a biphasic approach: Porous matrix/inclusions,» *Computational Materials Science*, vol. 69, p. 186–196, 2013.
- [158] X. Wang, X. Wang, G. Zhou et C. Zhou, «Multi-scale analysis of 3D woven composite based on periodicity boundary conditions,» *Journal of Composite Materials*, vol. 41, n°14, pp. 1773-1788, 2007.
- [159] A. Melro, P. Camanho, F. Andrade Pires et S. Pinho, «Micromechanical analysis of polymer composites reinforced by unidirectional fibres: Part II – Micromechanical analyses,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 50, n°11-12, p. 1906–191, 2013.
- [160] NF EN 933-1, *Essai pour déterminer les caractéristiques géométrique des granulats-partie 1 : Détermination de la granularité –Analyse granulométrique par tamisage*, Paris: Edition AFNOR, 1997.
- [161] NF EN 933-3, *Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 3 : détermination de la forme des granulats - Coefficient d'aplatissement*, Paris: AFNOR, 2012.

- [162] NF EN 933-8, *Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Partie 8 : Évaluation des fines — Équivalent de sable*, Paris: AFNOR, 1999.
- [163] NF EN 1008, *Eau de gâchage pour bétons- spécifications d'échantillonnage, d'essai et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton*, Paris: AFNOR, 2003.
- [164] NF EN 12390-2, *Essais pour béton durci - Partie 2 : confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistance*, Paris: AFNOR, 2012.
- [165] NF P 18-451, *essais d'affaissement du béton*, Paris .
- [166] NF EN 12390-3, *Essai pour béton-durci- partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes*, Paris: AFNOR, 2003.
- [167] NF EN 12390-5, *Essais pour béton durci - Partie 5 : résistance à la flexion sur éprouvettes*, Paris, 2012.
- [168] NF P 18-203, *dosage des adjuvants accélérateur de prise*, Paris: AFNOR, 1977.
- [169] NF EN 196-1, *Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques*, Paris: AFNOR, 2006.
- [170] NF EN 196-3, *Méthodes d'essais des ciments - Partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité*, Paris: AFNOR, 1995.
- [171] NF P18-411, *Bétons - Caractéristiques communes des machines hydrauliques pour essais de compression, flexion et traction des matériaux durs*, Paris: AFNOR, 1981.
- [172] NF P18-412, *Bétons - Caractéristiques particulières des machines hydrauliques pour essais de compression (presses pour matériaux durs)*, AFNOR, 1981.
- [173] J. Xavier, A. M. P. De Jesus, J. J. L. Morais et J. M. T. Pinto, «Stereovision measurements on evaluating the modulus of elasticity of wood by compression tests parallel to the grain,» *Constr. Build. Mater.*, vol. 26, n°1, p. 207–215, 2012.

Etude des propriétés nano-mécaniques d'un béton

Cette thèse vise à développer une méthode d'homogénéisation numérique multi-échelle pour la prédiction des propriétés élasto-viscoplastiques d'un béton à haute performance (BHP), où les hétérogénéités microstructurales sont analysées par nanoindentation. La procédure d'homogénéisation a été effectuée en deux niveaux en fonction de la microstructure du BHP : le niveau correspondant à la matrice composée de produits d'hydratation, de clinker et de cendre volante, et le niveau correspondant au mortier qui contient la porosité et les agrégats. Le comportement élasto-viscoplastique des phases microstructurales individuelles de la matrice est identifié à partir des données de nanoindentation. Une méthode inverse est réalisée en utilisant la simulation par éléments finis des tests de nanoindentation combinée à une procédure d'optimisation numérique. Les résultats micromécaniques sont ensuite utilisés comme paramètres d'entrée pour l'homogénéisation élasto-viscoplastique numérique à l'échelle microscopique. Le niveau correspondant au mortier est analysé par homogénéisation numérique en utilisant la simulation par éléments finis pour prédire les propriétés globales du béton. Les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux et analytiques macroscopiques issus de la littérature montrant un bon accord. La procédure développée dans ce travail donne des résultats prometteurs pour la prédiction des propriétés élasto-viscoplastiques du BHP et peut être étendue à d'autres lois de comportement, y compris l'endommagement. La dernière partie de la thèse est consacrée à l'étude expérimentale de deux bétons préparés avec deux adjuvants différents.

Mots clés : Nanoindentation ; béton ; homogénéisation ; méthode des éléments finis.

Study of the nano-mechanic properties of a concrete

This thesis aims at developing a numerical multiscale homogenization method for prediction of elasto-viscoplastic properties of a high performance concrete (HPC) where the microstructural heterogeneities are analyzed with the nanoindentation. The homogenization procedure was separated into two-levels according to the microstructure of the HPC: the matrix level composed of hydration products, clinker and fly-ash and the mortar level which accounts for large air porosity and aggregates. The elasto-viscoplastic behavior of individual microstructural phases of the matrix are identified from nanoindentation data. An inverse method is applied by using the finite element simulation of the nanoindentation tests combined with a numerical optimization procedure. The micromechanical results are then used as input parameters for numerical elasto-viscoplastic homogenization at microscale. The mortar level is analyzed with numerical homogenization by using the finite element simulation to predict the overall elasto-viscoplastic high performance concrete properties. The results are compared with macroscopic experimental and analytical results from the literature showing a good agreement. The procedure developed in this work gives promising results for the prediction of HPC properties and can be extended to other constitutive laws including damage. The last part of the thesis is dedicated to the experimental study of two concretes prepared with two different adjuvants.

Keywords: Nanoindentation; concrete; homogenization; finite element method.

Discipline : MÉCANIQUE DES SOLIDES, GÉNIE MÉCANIQUE, PRODUCTIQUE, TRANSPORT ET GÉNIE CIVIL

Spécialité : GÉNIE CIVIL

Université Djillali Liabès Sidi-Bel-Abbès
Laboratoire de Génie Civil et Environnement
BP 89
22000 Sidi-Bel-Abbès - Algérie

Université de Reims Champagne-Ardenne
Groupe de Recherche En Sciences Pour l'Ingénieur - (GRESPI - EA 4694)
Campus Moulin de la Housse - BP 1039 - 51687 Reims Cedex 2
Tél. : 03 26 91 81 35

