

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI
BORDJ BOU ARRERIDJ



MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

Filière : Génie Civil

Option : Matériau

THEME

**Caractérisation mécanique d'un béton auto
plaçant à partir d'un essai d'indentation**

Devant le jury :

Présentés par :

ZAIDI Hadj
SAADOUNE Lotfi

Président : Dr. Achour Yacine
Rapporteur : Dr. BENTOUMI Mohamed
Co-rapporteur : Dr. LOGZIT Nacer
Examineur : Dr. DAOUD Salah
Examineur : Dr. LOUMACHI Lazhar

ANNEE UNIVERSITAIRE 2019/2020

Remerciements

*La Première chose on remercie le Dieu pour le succès Qu'il nous a donné
la volonté et la patience tout au long de la période d'étude.*

*En second lieu nous remercions aussi notre encadreur **Mr. BENTOUMI
Mohamed**, et **Mr. LOGZIT Nacer** pour l'orientation, la confiance. et la
patience tout long de ce travail. Nous tenons à remercier vivement toute
personne qui a aidé à élaborer et réaliser ce mémoire, ainsi à tous ceux
qui nous ont aidé de près ou de loin à accomplir ce travail.*

*En fin, nous tenons à exprimer notre reconnaissance à tous nos parents
et amis et collègues.*

Dédicace

C'est avec un immense plaisir que je dédie ce modeste travail à :

A mes chers parents. A mes frères et mes sœurs

A toutes ma famille. A mes amis

A tous les enseignants qui m'ont aidé de proche ou de loin pour être

un jour avec un master en génie civil

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Chapitre 1 : Généralités sur le béton autoplaçant

1.1 Introduction	3
1.2 Historique	3
1.3 Définition de béton autoplaçant	4
1.4 Domaine d'utilisation des BAP	4
1.5 Avantages et inconvénients des BAP	5
1.6 Structure des BAP	5
1.7 Principaux constituants des BAP	6
1.7.1 Matériaux de base	7
1.7.2 Les additions minérales	8
1.7.3 Les Adjuvants chimiques	9
1.8 Propriétés des BAP à l'état frais	11
1.9 Caractérisation des BAP à l'état frais	13
1.9.1 Essai d'étalement	13
1.9.2 Essai de la boîte en L (L-box test)	14
1.9.3 Essai de stabilité au tamis	14
1.9.4 Essai d'entonnoir (V-Funnel NF EN 12350-9)	15
1.9.5 Essai de ressuage	16
1.9.6 Essai J-Ring	16
1.9.7 Essai à la boîte en U (U-Box)	17
1.9.8 Essai à la colonne	17
1.9.9 Essai à la bille	18
1.10 Caractérisation d'un BAP à l'état durci (destructif et non destructif)	19
1.10.1 Essais de compression	19
1.10.2 Essais de traction par flexion	20
1.10.3 Module d'élasticité	21
1.10.4 Essai d'auscultation dynamique	23
1.11 Formulation des BAP	24
1.11.1 Méthode japonaise	25
1.11.2 L'approche suédoise	25
1.11.3 Formulation par volume de pâte minimal	26
1.11.4 Formulation par optimisation du squelette granulaire	26
1.11.5 Méthode basée sur un plan d'expérience	26
1.11.6 Exemple d'application de la méthode	27
1.12 Conclusion	29
Annexe A Caractérisation des matériaux utilisés	30
1.13 Introduction	31
1.13.1 Sable	31
1.13.2 Gravier	32
1.13.3 Ciment	35
1.13.4 Filler	35
1.13.5 Adjuvant	36

Chapitre 2 : Indentation

2.1 Introduction	37
2.2 Essai d'indentation	37
2.2.1 Principe	37
2.2.2 Indentation conventionnelle	38
2.2.2.1 Dureté Brinell	39
2.2.2.2 Dureté Vickers	39
2.2.2.3 Dureté Rockwell	41
2.2.2.4 Dureté Knoop	42
2.2.2.5 Dureté Berkovich	43
2.2.2.6 Synthèse	44
2.3 Indentation instrumentée	44
2.3.1 Définition	44
2.3.2 Technique et analyse	44
2.3.3 Phases durant l'essai d'indentation	45
2.3.4 Séquences de l'indentation Vickers	46
2.4 Caractérisation par indentation	47
2.4.1 Introduction	47
2.4.2 Nano-indentation	48
2.4.3 Méthodes d'estimation de la ténacité KIC	49
2.4.3.1 Introduction	49
2.4.3.2 Méthodes nécessitant la mesure de la longueur des fissures	49
2.5 Indentation pour déterminer la ténacité interfaciale	52
2.5.1 Introduction	52
2.5.2 Principe de l'essai d'indentation interfaciale	52
2.5.3 Définition de la ténacité apparente d'interface	55
2.6 Conclusion	57

Chapitre 3 Partie expérimentale

3.1 Introduction	58
3.2 Matériaux et méthodes	58
3.2.1 Matériaux utilisés	58
3.2.2 Composition d'un béton (Béton autoplaçant)	58
3.2.3 Rodage et polissage	59
3.2.4 Observation d'une surface par le Microscope à force atomique	60
3.3 Technique d'indentation	61
3.3.1 Moyens utilisés	61
3.3.2 Essai d'indentation	64
3.4 Résultats et discussions	65
3.5 Conclusion	70
Conclusion générale	71

Liste des tableaux

Chapitre 1 : Généralités sur le béton autoplaçant

Tableau 1.1 : Propriétés d'ouvrabilité des BAP	12
Tableau 1.2 : Analyse granulométrique du sable (sable de Boussaâda)	31
Tableau 1.3 : Masse volumique absolue du sable	32
Tableau 1.4 : Masse volumique apparente du sable de Boussaâda à l'état lâche	32
Tableau 1.5 : Analyse granulométrique du gravier (3/8)	32
Tableau 1.6 : Analyse granulométrique du gravier (8/16)	33
Tableau 1.7 : Masse volumique apparente du gravier	34
Tableau 1.8 : Masse volumique absolue du gravier	34
Tableau 1.9 : Caractéristiques physiques du CEM II/B 42,5	35
Tableau 1.10 : La composition chimique et les propriétés physiques du filler calcaire	35
Tableau 1.11 : Caractéristique de l'adjuvant « MEDAFLOW 30 »	36
Tableau 1.12 : Propriétés de « MEDAFLOW 30 » à l'état frais et durci	36

Chapitre 2 : Indentation

Tableau 2.1 : Principe et nombres de dureté des principaux essais de dureté par Pénétration	44
--	----

Chapitre 3 : Partie expérimentale

Tableau 3.1 : Etapes de polissage du Béton BAP	59
Tableau 3.2 : Les grandeurs de E, HV, a, L et C obtenus durant chaque essai d'indentation	64
Tableau 3.3 : Equations utilisées pour le calcul de la ténacité K _{1c} pour différents hypothèses de géométrie de fissure	65
Tableau 3.4 : Valeurs moyennes de la ténacité, du Module d' Young et de la dureté Vickers des deux échantillons utilisés	65

Liste des figures

Chapitre 1 : Généralités sur le béton autoplaçant

Figure 1.1 : Comparaison de la structure d'un BAP et d'un BO	6
Figure 1.2 : (a) Pâte de ciment non adjuvante, (b) Pâte de ciment additionnée d'un Superplastifiant	10
Figure 1.3 : Essai d'étalement au cône d'Abrams (slump flow)	13
Figure 1.4 : Essai de la boîte en L (L-box test)	14
Figure 1.5 : Essai de stabilité au tamis	15
Figure 1.6 : L'essai V-funnel	16
Figure 1.7 : Essai de ressuage	16
Figure 1.8 : Essai J. Ring	17
Figure 1.9 : Essai de la boîte en U	17
Figure 1.10 : Essai de stabilité à la colonne	18
Figure 1.11 : Essai à la bille développé par Trudel	18
Figure 1.12 : Evaluation du module du béton en fonction de sa résistance, d'après le modèle réglementaire	19
Figure 1.13 : Mesure de la résistance à la compression	20
Figure 1.14 : Mesure de la résistance à la traction par flexion	20
Figure 1.15 : Comparaison des modules élastiques théoriques et expérimentaux de BAP et de bétons vibrés	21
Figure 1.16 : Appareil de mesure	23
Figure 1.17 : Mesures en transparence	24
Figure 1.18 : Mesures en surface	24
Figure 1.19 : Courbe d'analyse granulométrique de sable Bousaada	31
Figure 1.20 : Courbe Analyse granulométrique de gravier 3/8	33
Figure 1.21 : Courbe Analyse granulométrique de gravier 8/16	34

Chapitre 2 : Indentation

Figure 2.1 : Schéma de l'essai d'indentation	38
Figure 2.2 : Schéma du principe de la dureté Brinell	39
Figure 2.3 : Schéma du principe de la dureté Vickers	40
Figure 2.4 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRC	41
Figure 2.5 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRB	42
Figure 2.6 : Schéma du principe de la dureté Knoop HK	42
Figure 2.7 : Schéma représentatif la géométrie de l'indenteur Berkovich avec ses angles caractéristiques et des empreintes pyramidales à base triangulaire	43
Figure 2.8 : Description d'un essai d'indentation à une vitesse de chargement et déchargement constante	45
Figure 2.9 : Représentation schématique des séquences et des systèmes de fissures d'un verre induits par indentation Vickers	46
Figure 2.10 : Représentation schématique des systèmes de fissures induits par Indentation Vickers	48
Figure 2.11 : Schéma représentatif le contact entre un indenteur et un échantillon	48
Figure 2.12 : Représentation d'une indentation sur un matériau fragile	49
Figure 2.13 : Définition des énergies de déformation élastique (W_e) et plastique (W_p) en indentation instrumentée pour un matériau	51
Figure 2.14 : (a) Principe de l'essai d'indentation inter-faciale et (b) caractéristiques géométriques déduites de l'essai	52
Figure 2.15 : Exemple de fissures générées par l'essai d'indentation interfaciale	53
Figure 2.16 : Représentation schématique $\ln a - \ln P$ en fonction du régime de Fissuration	53
Figure 2.17 : Représentation schématique d'une droite de fissuration et de la droite de dureté apparente associée	54
Figure 2.18 : Schématisation géométrique d'une empreinte d'indentation à l'interface	56

Chapitre 3 : Partie expérimentale

Figure 3.1 : Représentation de la composition d'un béton ordinaire et un BAP	59
Figure 3.2 : Principe de rodage et polissage du matériau béton autoplaçant BAP par une polisseuse Struers	70
Figure 3.3 : Polissage du béton auto plaçant par des papiers abrasifs	70
Figure 3.4 : Machine d'indentation Zwick ZHU 2.5	62
Figure 3.5 : Les éléments constructifs de la tête (poinçon) mesurant la dureté Zwick ZHU 2,5KN	63
Figure 3.6 : Illustration de la séquence d'indentation pour le test de dureté Martens..	63
Figure 3.7 : Plusieurs essais effectués sur le béton BAP au moyen d'indentation Zwick ZHU 2.5	64
Figure 3.8 : Courbes charge - déplacement d'indentation pour l'échantillon utilisé de 5 à 20 N	66
Figure 3.9 : Empreintes d'indentations sur le béton BAP étudié	66
Figure 3.10 : Variation de la ténacité K_{Ic} du béton autoplaçant BAP25 en fonction de la charge appliquée P	67
Figure 3.11 : Variation de la dureté en fonction de la charge P sur le béton utilisé	68
Figure 3.12 : Variation de la longueur de fissuration C en fonction de charge P sur le béton utilisé	68
Figure 3.13 : Variation de la longueur de l'empreinte L en fonction de charge P sur le béton utilisé	69

Résumé :

La caractérisation mécanique du BAP s'est limitée pendant plusieurs années aux essais standards, qui présentent par fois un travail fastidieux, et dans d'autres cas une caractérisation qui ne tient pas compte des conditions réelles d'utilisation du béton, surtout dans le domaine industriel. Actuellement, On utilise des moyens plus significatifs pour simuler le comportement mécanique des matériaux à des situations plus réalistes. En effet, l'indentation instrumentée est largement utilisée pour caractériser les propriétés mécaniques de différents matériaux à savoir : les matériaux métalliques et non métalliques, béton, matériaux revêtus, composites et verre céramique, bois, etc.

Les essais d'indentation ont été effectués en faisant varier les charges de 5 à 20 N avec une bonne reproductibilité.

Le facteur d'intensité de contrainte dite la ténacité, KIc , de béton (BAP25) a été calculée à partir de la taille de l'empreinte et la longueur de fissures formées par deux relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures.

Les résultats obtenus sur ce type de béton, ainsi que les dispersions, sont comparés.

Mots- clés : béton ; béton autoplaçant ; indentation ; ténacité.

Abstract:

The mechanical characterization of BAP was limited for several years to standard tests, which sometimes involve tedious work, and in other cases a characterization which does not take into account the actual conditions of use of concrete, especially in the field industrial. Currently, more significant means are used to simulate the mechanical behavior of materials in more realistic situations. Indeed, instrumented indentation is widely used to characterize the mechanical properties of different materials, namely: metallic and non-metallic materials, concrete, coated materials, composites and ceramic glass, wood, etc.

The indentation tests were carried out by varying the loads from 5 to 20 N with good reproducibility.

The stress intensity factor known as the toughness, KIc , of concrete (BAP25) was calculated from the size of the footprint and the length of cracks formed by two relations according to the assumptions made on the geometry of the crack.

The results obtained on this type of concrete, as well as the dispersions, are compared.

Key words: Concrete; self-consolidation concrete; indentation, toughness

ملخص:

اقتصرت التوصيف الميكانيكي لـ BAP لخرسانة المصبوبة ذاتيا لعدة سنوات على الاختبارات المعتادة ، والتي تنطوي أحيانا على عمل شاق ، وفي حالات أخرى تعتبر توصيفا لا يأخذ في الحسبان الظروف الفعلية لاستخدام الخرسانة ، خاصة في القطاع الصناعي. حاليا ، يتم استخدام وسائل أكثر أهمية لمحاكاة السلوك الميكانيكي للمواد في مواقف أكثر واقعية. في الواقع ، يتم استخدام تجارب الغرس الآلية على نطاق واسع لحساب الخواص الميكانيكية للمواد المختلفة ، مثل المواد المعدنية وغير المعدنية ، الخرسانة ، المواد المطلية ، وغير المطلية، المركبة ، الزجاج الخزفي ، والخشب ، إلخ.

تم إجراء اختبارات الغرس عن طريق تغيير الأحمال من 5 إلى 20 نيوتن مع قابلية استنساخ جيدة. تم حساب عامل شدة الإجهاد المعروف باسم الصلابة KIc للخرسانة (BAP25) من حجم البصمة وطول الشقوق المتكونة بالاعتماد على علاقتين وفقاً للافتراضات التي تم إجراؤها على هندسة الشقوق. تمت مقارنة النتائج التي تم الحصول عليها على هذا النوع من الخرسانة وكذا مدى تشتت القيم.

الكلمات المفتاحية : الخرسانة ؛ الخرسانة المصبوبة ذاتيا؛ الغرس، الصلابة.

I

ntroduction générale

Le béton est devenu un matériau omniprésent, tant dans le monde de la construction que dans d'autres domaines tels que l'art. A la fois économique et facilement manipulable, le béton répond à de nombreux critères de performance. Sa durabilité et sa résistance font de lui un matériau incontournable dans le domaine de la construction. Sa composition peut être variable, ce qui permet d'obtenir un béton répondant à des besoins spécifiques. Aujourd'hui, un nouveau matériau BAP apparu dans les années 90. Il représente un avantage particulier par rapport au béton ordinaire qui, se propage dans le renforcement confiné, atteint tous les coins du coffrage et est consolidé sous son seul propre poids. Le béton auto plaçant (BAP) offre une excellente capacité de remplissage et présente une bonne résistance à la rupture et une bonne résistance aux essais mécaniques. Il est utilisé dans les domaines de recherche industrielle, les entreprises, les usines de préfabrication pour la réalisation de bâtiments ou de structures de génie civil.

La caractérisation mécanique du BAP s'est limitée pendant plusieurs années aux essais standards, qui présentent par fois un travail fastidieux, et dans d'autres cas une caractérisation qui ne tient pas compte des conditions réelles d'utilisation du béton, surtout dans le domaine industriel. On assiste actuellement à l'utilisation des moyens plus significatifs pour simuler le comportement mécanique des matériaux à des situations plus réalistes.

La technique d'indentation est largement répandue dans les laboratoires industriels. Actuellement, elle est devenue un instrument de base pour caractériser les propriétés mécaniques de différents matériaux. La caractérisation du béton (BAP) dépend de l'état de surface, donc de la méthode de préparation. Pour pouvoir visualiser précisément la qualité d'image du (BAP) après chaque test d'indentation, la forme du béton doit être plate et convenablement poli.

En effet, les différentes méthodes utilisées pour estimer la ténacité par indentation ont fait l'objet de nombreux travaux publiés. Les équations pour les matériaux fragiles utilisent la mesure des fissures formées par l'indenteur ou les hystérésis, observées sur la courbe charge-déplacement quand l'essai est instrumenté. Les différentes équations sont établies en comparant ces résultats au facteur d'intensité de contrainte (Ténacité) obtenue par les essais d'indentation classique. Les méthodes utilisées en indentation permettent généralement de déterminer la dite ténacité, K_{Ic} , par indentation avec une dispersion importante des incertitudes de mesure, celles-ci pouvant aller jusqu'à 50 %.

Notre objectif consiste en premier lieu, à préparer l'échantillon et procéder au processus de fabrication de surface à savoir : le sciage, le rodage et le polissage. En second lieu, nous présentons les résultats comparatifs obtenus lors de l'estimation du facteur d'intensité de contrainte (Ténacité), K_{Ic} , calculé à l'aide de différentes relations établies dans la littérature.

Le mémoire s'articule autour de trois chapitres :

Le premier est consacré à une étude et description générale du matériau fragile comme le Béton, et en particulier le béton auto plaçant (BAP). Nous distinguons quelques notions historiques, définitions, structures, et toutes les propriétés du béton auto plaçant (BAP) étudié.

Le deuxième chapitre présente la technique d'indentation classique, et le calcul de la ténacité à partir de la longueur des fissures et la longueur de la diagonale de l'empreinte formées par différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures.

Le troisième chapitre présente les résultats obtenus sur les propriétés mécaniques et en particulier le facteur d'intensité de contrainte (Ténacité), K_{Ic} , du béton (BAP) étudié à l'état durci, ainsi que les dispersions, sont toutes comparés.

Et finalement, une conclusion générale soulignera les résultats les plus marquants de ce travail, et proposera les différents objectifs à viser pour les futures études.

Chapitre I

Bétons Autoplaçant

1.1 Introduction

Les bétons autoplaçants (BAP, ou SCC, en anglais, self compacting concrete) ont été utilisés pour la première fois au Japon vers la fin des années 1980 afin d'améliorer la rentabilité de la construction, d'assurer constamment une mise en place correcte avec un béton de qualité et de diminuer les nuisances sonores [1]. Ces bétons se développent maintenant en Europe et semblent être amenés à remplacer, à terme, les bétons vibrés classiques dans de nombreuses applications. Ils présentent en effet des intérêts à la fois techniques et économiques : possibilité de bétonner des zones fortement ferraillées ou à géométrie complexe et obtention d'une meilleure qualité du parement (pratiquement indépendante du savoir-faire des ouvriers) d'une part, diminution du temps et de personnel lors de la mise en place et réduction des coûts des processus industriels, d'autre part.

1.2 Historique

Les bétons autoplaçants sont des bétons spéciaux à haute performance qui se caractérisent essentiellement par leur fluidité à l'état frais et leur homogénéité à l'état durci. Ces bétons ont la capacité de se mettre en place sous l'effet de la gravité, sans apport de vibration même dans les coffrages très ferraillés. L'idée de ces bétons a été lancée vers le milieu des années 80 par des chercheurs de l'université de Tokyo, puis a été rapidement reprise par les grands groupes industriels Japonais (Kajima, Taisei, Obayashi, etc.) pour des projets d'envergure.

L'essor important de ce type de bétons se justifie par le fait qu'ils présentent deux intérêts technico-commerciaux :

- Facilité de mise en place : diminution du temps de réalisation, diminution du personnel donc du coût de la main-d'oeuvre ; ainsi que la possibilité d'utiliser des coffrages de formes complexes et de forte densité d'armatures.
- Amélioration de la qualité du béton (résistance et durabilité), qui est indépendante du savoir-faire des ouvriers.

L'intérêt des autres pays pour ce type de béton n'est apparu qu'après quelques années, mais il est en plein essor. En France le LCPC (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées) se penche sur la question au début des années 90. Les premières applications en grandeur réelle sont réalisées au début de 1988, à Brest, sur le chantier d'extension du parc de loisirs Océan polis pour des voiles courbes de grande hauteur fortement ferraillées. Aussi lors de la construction d'un collège dont les façades sont inclinées, à géométrie complexe, et des formes non répétitives excluant toute possibilité de préfabrication [2].

Les chercheurs et les industriels Japonais n'ont pas tout de suite publié leurs recherches. La viabilité des bétons autoplaçants devait être prouvée. Plusieurs équipes de recherche et de développement s'y sont consacré. Des réalisations en vraie grandeur ont confirmé le travail mené au Japon depuis plus de dix ans [3].

Le challenge actuel consiste à maîtriser la formulation du béton autoplaçants dans plusieurs classes de résistance pour un prix compétitif, en prenant en compte d'une part le cahier des charges intégrant les performances rhéologiques et d'autre part les techniques et matériaux disponibles [4].

1.3 Définition de béton autoplaçant

Ces bétons sont des bétons spéciaux, très fluides, qui se mettent en place et se serrent sous le seul effet de la gravité, donc sans apport de vibration interne ou externe, même dans des coffrages très ferrillés. Ces bétons ne sont évidemment qualifiés d'auto-plaçant que si le matériau durci final présente des propriétés homogènes (pas de ségrégation) et présente de très bonne performance à court et à long terme. [5]

Les propriétés caractéristiques de BAP sont :

- fluidité et viscosité élevées, sans aucune tendance à la ségrégation.
- Des aérations du béton pendant son écoulement.
- Excellente aptitude au béton homogène en présence de réservations d'incorpores et de ferrillages denses. [5]

1.4 Domaine d'utilisation des BAP

Les BAP sont utilisables aussi bien pour la réalisation d'ouvrages horizontaux que verticaux, sur tous les types de chantier, de bâtiments ou de génie civil et pour la réalisation de nombreux produits préfabriqués en béton [6]. La plupart des ouvrages peuvent être réalisés en BAP (voiles, poteaux, piles, poutres, planchers, dalles, dallages, fondations, éléments de façade, mobiliers urbains, etc.).

Les BAP sont particulièrement adaptés à la réalisation des structures pour lesquelles la mise en oeuvre d'un béton classique est délicate, c'est-à-dire, présentant des :

- Densités de ferrillage importantes.
- Formes et géométries complexes : voiles, courbes.
- Voiles minces et de grande hauteur : piles de ponts.
- Voiles complexes avec de nombreuses réservations ou de grandes ouvertures.
- Exigences architecturales et qualité de parement particulière.

1.5 Avantages et inconvénients des BAP

Les bétons autoplaçants BAP présentent de nombreux avantages, on cite :

a) Avantages techniques :

- Facilité et rapidité la mise en œuvre du béton.
- Réalisation d'éléments de forme complexe.
- Bétonnage en milieux fortement ferraillés.

b) Avantages économiques :

- Réduction du cout de main d'œuvre et du temps de bétonnage.
- Absence de systèmes de vibration réduisant ainsi les couts et les nuisances sonores dans et au voisinage du chantier.

c) Avantages écologiques :

- Valorisation des déchets de construction (récupération de ces déchets au niveau des chantiers, industries, carrières, stations de concassage).
- Diminution de la quantité de CO₂ émise par l'industrie cimentaire (due à la réduction de la quantité de ciment nécessaire au BAP) ;

d) Inconvénients de BAP :

La composition des BAP implique un dosage délicat des matières premières. Il est donc préférable de faire appel à une entreprise spécialisée pour réaliser ces bétons. La liquidité des BAP est très précise et réclame donc un étroit partenariat entre la société de fabrication et l'entrepreneur du chantier. En effet, suivant le type de coffrage, sa disposition ou sa taille, on préférera plutôt un type de liquidité ou un autre. Cela rajoute donc des contraintes dans les préparatifs du chantier puisque beaucoup de discussions s'imposent. De plus, la rigueur dans les délais est de mise, sans quoi la liquidité du béton peut varier. Cet aspect prend beaucoup plus d'importance que pour les bétons vibrés. Rajoutons à cela que les matières premières en elles-mêmes sont spécifiques et ne sont pas toujours disponibles de stock chez les fabricants[8]

1.6 Structure des BAP

Pour parvenir au cahier de charges précédentes, les BAP sont formulés différemment des BO (fig 1.1). Dans leur cas, la pâte, définie comme le mélange du ciment, de l'eau, de l'air et d'une addition minérale, est privilégiée au détriment des gravillons. En général, les BAP possèdent un même dosage en ciment et en eau que les BO, ainsi qu'un volume de sable assez proche.

C'est donc principalement l'ajout d'une addition minérale qui sert de substitut aux gravillons. Cependant, cette formulation n'est pas suffisante pour atteindre la fluidité, il est donc nécessaire d'ajouter aux BAP un défloculant (super plastifiant), sans lequel la demande en eau du mélange serait trop élevée, d'autres adjuvants chimiques tels que les agents colloïdaux (dits aussi agents de viscosité) peuvent être introduits afin d'empêcher la ségrégation et d'assurer une meilleure stabilité de béton, en revanche, leur utilisation est au contraire peu répandue, car ils engendrent un surcoût, qui s'ajoute à ceux dus au super plastifiant et aux additions minérales, les proportions exactes de chaque constituant dépendent bien sûr de la méthode de formulation choisie [9].

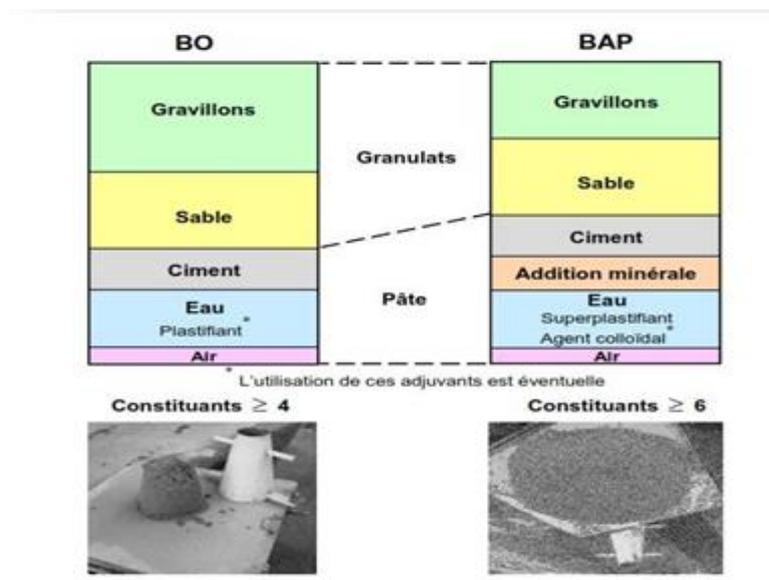


Figure 1.1 : Comparaison de la structure d'un BAP et d'un BO[9]

De manière plus approfondie, les recherches consacrées aux BAP nous permettent de souligner cinq particularités de leur structure dont le détail est décrit ci-dessous.

- Un volume de pâte élevé,
- Une quantité importante de fines,
- Un faible volume de gravillons,
- Un fort dosage de super plastifiant,
- L'utilisation éventuelle d'agent colloïdal [10].

1.7 Principaux constituants des BAP

Les constituants des BAP peuvent être assez différents de ceux des BO. Ils peuvent différer tant par leurs proportions que par leur choix, étant donné le mode de mise en placides BAP, il convient de porter une attention particulière au type de liant ainsi qu'à la granulométrie des gravillons si l'on désire obtenir de meilleures qualités de béton.

Généralement, on peut diviser les constituants entrant dans la fabrication du BAP, selon leur utilisation, en trois catégories ; les matériaux de base (ciment, granulats et eau de gâchage), les additions minérales, ainsi que les adjuvants chimiques [9].

1.7.1 Matériaux de base

Les granulats, le ciment et l'eau forment les éléments de base de tous types de béton.

Ils sont qualifiés ainsi puisqu'ils sont historiquement les seuls constituants des bétons de nos ancêtres et parce qu'ils ont toujours les plus grosses proportions relatives dans le mélange de BAP.

a) Les granulats :

Le choix des granulats pour les BAP est très important. Il s'agit en fait de déterminer leur granulométrie permettant de minimiser le plus possible le volume d'air dans le but d'améliorer les propriétés du béton.

Les granulats se divisent principalement en deux catégories soient les gravillons ($\Phi > 5$ mm) et le sable ($\Phi \leq 5$ mm).

Dans le cas des BAP, les gravillons sont essentiellement caractérisés par leur dimension maximale, cette dimension étant principalement limitée à 20 mm afin d'empêcher le risque de blocage lors de la mise en place. Les gravillons roulés ou concassés peuvent en principe être utilisés. En outre, le sable recommandé à la confection des BAP doit comporter des quantités assez fortes d'éléments fins ($\Phi \geq 0.125$ mm), dans la plage de 4 à 8 %. Ainsi, ses grains passants au tamis de 2 mm doivent être compris entre 38 et 42 % [11]. Cette optimisation de sable permet d'améliorer le comportement rhéologique des BAP, mais elle entraîne un surcoût supplémentaire.

b) Le ciment :

En principe, tous les types normalisés de ciment conviennent pour la fabrication de BAP. Cependant, l'utilisation du ciment portland (contenant seulement le clinker) nous donne toute latitude pour varier et contrôler les quantités introduites des additions minérales. Les analyses chimiques et minéralogiques du ciment sont d'une grande importance, mais elles sont souvent transparentes à l'utilisateur puisque celles-ci sont effectuées à la cimenterie et sont des critères d'assurance qualité.

c) L'eau de gâchage :

Pour convenir à la confection de BAP, l'eau de gâchage ne doit contenir ni composés risquant d'attaquer chimiquement le ciment, les granulats ou les armatures, ni particules en suspension dont la quantité pourrait modifier ses qualités originelles. À cet effet, une analyse

de l'alumine entre 12 et 30 % ainsi que de la magnésie et d'autres oxydes en très faibles quantités, tous ces éléments étant pratiquement les mêmes que ceux du clinker[13].

Le laitier granulé broyé est considéré comme un véritable ciment car il suffit d'ajouter un catalyseur activant pour amorcer la prise et le développement des résistances mécaniques[15].

d) La fumée de silice :

La fumée de silice est un sous-produit de l'industrie des alliages de silicium et notamment Ferro silicium récupérée dans les fumées émises par les fours électriques de fabrication de ces produits. Elle se présente sous forme de particules sphériques plus ou moins grisâtres et extrêmement fines dont le diamètre moyen est de l'ordre de 0.1 μm (100 fois plus petits que ceux du ciment)[13]. Sa composition chimique doit contenir au moins 85 % de dioxyde de silicium SiO_2 . La fumée de silice possède des propriétés pouzzolaniques s'avérant plus élevées que celles des pouzzolanes naturelles en raison de sa forte teneur en silice amorphe.

1.7.3 Les Adjuvants chimiques

Les adjuvants chimiques sont des agents organiques ou inorganiques qui, incorporés dans les bétons lors de leur malaxage ou avant leur mise en œuvre à des doses inférieures à 5 % du poids de liant, provoquent des modifications de certaines propriétés de ceux-ci comme la rhéologie, les propriétés mécaniques et la durabilité.

L'utilisation des adjuvants avait commencé déjà du temps des Romains et des Grecs qui les ajoutaient au mélange de la chaux et des pouzzolanes pour édifier leurs constructions[16]. À cette époque les adjuvants du béton étaient le sang et le blanc d'œuf.

Depuis plusieurs dizaines d'années, leur usage s'est généralisé et on peut admettre aujourd'hui que la grande majorité des bétons prêts à l'emploi contiennent des adjuvants. Au fur et à mesure du développement de leur emploi, la formulation des adjuvants est devenue de plus en plus élaborée et fait appel à des produits de synthèse.

Dans cette section, on s'intéressera seulement aux adjuvants modifiant la rhéologie des BAP puisque cette catégorie d'adjuvants a servi de base aux présents travaux de recherche. Dans cette catégorie d'adjuvants, il existe deux types bien distincts : le premier est celui des super-plastifiants et le second celui des agents colloïdaux [9].

a) Super-plastifiants :

La fluidité des bétons autoplaçants est obtenue en ajoutant des super-plastifiants. Ces fluidifiants sont identiques à ceux employés pour les autres types de béton, à savoir des polymères de type poly carboxylate, polyacrylate/polyacrylate ester acrylique.

Les super- plastifiants interagissent avec les particules du ciment et des fillers en s'adsorbant à leur surface pour diminuer le phénomène de floculation au contact de l'eau., ainsi les particules sont dispersées par combinaison d'effets électrostatiques et stériques et la proportion d'eau libre est plus importante.

Le niveau élevé de l'ouvrabilité requis par les bétons autoplaçants tout en maintenant la stabilité du mélange a mené à l'utilisation d'un certain nombre d'adjuvants dans le béton. La demande élevée en eau pour réaliser une fluidité requise par le béton autoplaçant, était impraticable compte tenu du dosage très élevé de ciment qui était souvent requis pour les résistances à la compression souhaitées. L'arrivée des super-plastifiants et la technologie de développements de ces adjuvants, ont joué un rôle essentiel dans le développement des bétons autoplaçants. Les super-plastifiants modernes (basés sur les éthers poly carboxyliques) favorisent la conservation de la fluidité souhaitée tout en maintenant la stabilité du mélange béton. Ces supers plastifiants réalisent ce qui est montré dans la figure 1.2, avec un mécanisme de répulsion électrostatique en combinaison avec l'obstacle stérique. Le mode d'action des super plastifiants est extrêmement complexe. Il peut être expliqué comme suit [17] :

Lorsqu'ils sont en contact avec un milieu aussi polaire que l'eau, les grains de ciment, qui présentent un grand nombre de charges opposées (positives et négatives) sur leur surface, tendent à s'agglomérer sous forme d'amas (floculation). Par conséquent, cette floculation piège un certain volume d'eau entre les grains de ciment (eau captive) qui n'est plus disponible pour assurer une bonne maniabilité au béton.

Les super plastifiants en s'adsorbant à la surface des grains de ciment brisent cette dynamique. Ils neutralisent les différentes charges et donnent la même charge électrostatique à chaque grain de ciment. Ces charges de même signe vont créer des forces répulsives entre les particules et, par conséquent, la dispersion des grains de ciment libère de l'eau qui est maintenant disponible à la lubrification du mélange d'où l'augmentation de la maniabilité

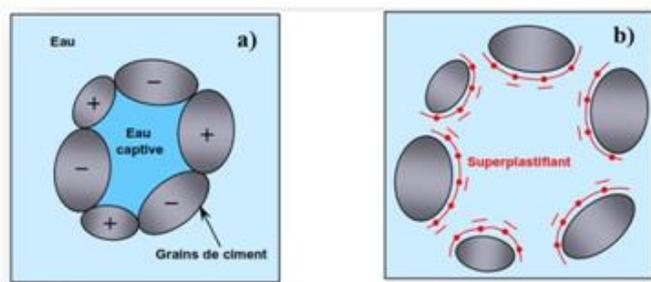


Figure 1.2 : (a) Pâte de ciment non adjuvante, (b) Pâte de ciment additionnée d'un Superplastifiant[17]

b) Autres additions :

En plus des additions minérales indispensables caractérisant la composition de la pâte de ciment du BAP, les additions inertes suivantes sont aussi parfois utilisées :

- les pigments pour la coloration d'éléments architectoniques
- les fibres d'acier comme armature constructive
- les fibres de polyéthylène (fibres PE) pour améliorer la résistance au feu
- les fibres de polyéthylène ne (fibres PP) pour empêcher les fissures de retrait plastique.

1.8 Propriétés des BAP à l'état frais

Les propriétés générales d'un béton autoplaçant frais sont la fluidité et l'homogénéité. Ces propriétés sont étudiées sur plusieurs aspects, et peuvent se diviser en trois critères mesurables par des tests empiriques : le remplissage, la résistance à la ségrégation, et la capacité à passer à travers les obstacles que nous appellerons capacité de passage [18].

a) Le remplissage :

Le remplissage du béton, ou la déformabilité, est un critère qui découle directement de sa fluidité. Le béton autoplaçant est capable de remplir les vides et les espaces difficiles dans un milieu confiné, en se déformant sous l'effet de son propre poids, et sans sollicitations.

Le remplissage est observé sous deux aspects, la capacité de remplissage et la vitesse de remplissage, le premier aspect est lié à la capacité de déformation du béton, il traduit le pourcentage rempli ou la distance atteinte dans l'espace, le second est lié à la vitesse de déformation, il traduit ainsi la vitesse d'écoulement du béton, le test d'étalement au cône d'Abrams donne des indications sur les deux aspects[7].

b) La résistance à la ségrégation :

La ségrégation d'un mélange correspond à l'absence d'homogénéité dans la distribution des constituants ce qui provoque généralement une séparation de phases solide et liquide ou bien une séparation des phases solides en fonction de leurs dimensions [19] .

La ségrégation peut donc se manifester dans un béton de façons différentes, comme la séparation entre la pâte et les granulats, la séparation entre le gravier et le mortier qui peut conduire à un blocage en zones confinées, et une répartition non homogène de l'air occlus. Pour éviter la ségrégation, il faut réduire la quantité d'eau libre dans le béton en réduisant le rapport E/C du béton. La résistance à la ségrégation du béton peut aussi être augmentée en élevant la viscosité de l'eau dans la suspension, avec certains agents de viscosité.

c) La capacité de passage :

Le béton autoplaçant doit réunir à la fois la fluidité (la capacité de remplissage) et la résistance à la ségrégation pour produire un bon écoulement. Cependant, dans les milieux confinés, il faut que le béton puisse s'écouler dans les espaces étroits et entre les armatures.

En effet, le blocage des granulats est provoqué par la quantité importante de granulats dans le béton, et par la taille des plus gros granulats par rapport à l'ouverture entre armatures ou dans un confinement [7] .

Donc, un béton est qualifié d'autoplaçant s'il satisfait les propriétés citées ci-dessus, en trouvant le bon compromis entre des caractéristiques presque contradictoires : fluidité et résistance à la ségrégation.

Pour résumer, on présente les propriétés des BAP, les moyens de les obtenir et les actions entreprises pour leur mise en œuvre dans le tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Propriétés d'ouvrabilité des BAP[7].

Propriétés D'un BAP	Moyens D'obtention	Actions A Mener Dans La Formulation
REPLISSAGE (FLUIDITE)	Réduction des frictions entre les particules	Augmentation des volumes de pate
	Optimisation de la pate	Utilisation des superplastifiants Optimisation du rapport e/c
RESISTANCE A LA SEGREGATION	Réduction de l'eau libre dans le Béton	Réduction du rapport e/c
		Utilisation des matériaux de grande surface Utilisation d'agent de viscosité
RESISTANCE A LA SEGREGATION	Réduction de la séparation de phases	Réduction du rapport e/c
		Utilisation d'agent de viscosité Réduction de la taille maximale des granulats
CAPACITE DE PASSAGE	Réduction de blocage des granulats	Réduction de volume de gravier Réduction de la taille maximale des granulats

L'ouvrabilité des bétons autoplaçant se décompose en trois caractéristiques ;

- La mobilité en milieu non confine (décrit par l'essai d'étalement) ;

- La mobilité en milieu confiné (décrit par la boîte en L) ;
- La stabilité (résistance à la ségrégation et au ressuage) [20].

1.9 Caractérisation des BAP à l'état frais

1.9.1 Essai d'étalement

L'essai d'étalement s'est imposé comme l'essai le plus facile à réaliser, il permet de mesurer la consistance d'un béton. Cet essai s'effectue comme un essai d'affaissement au cône d'Abrams (fig 1.3).

Cependant l'affaissement étant toujours supérieur à 25 cm, on mesure le diamètre moyen (moyenne sur deux diamètres orthogonaux) de la galette de béton obtenue au bout d'une minute, ainsi que le temps nécessaire à l'obtention du diamètre d'une galette de 50 cm de diamètre. Cette dernière valeur donne une indication sur la viscosité du matériau. Une observation permet également de constater si une ségrégation horizontale a lieu ou non. Cet essai réalisable sur chantier ne nécessite qu'un petit échantillon de béton. Une valeur de 60 à 75 cm est en général visée pour obtenir un BAP [21].

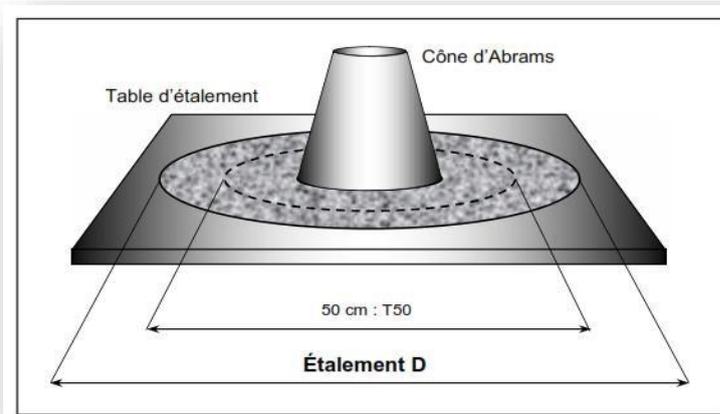


Figure 1.3 : Essai d'étalement au cône d'Abrams (slump flow) [21].

Des observations complémentaires peuvent aider à appréhender certaines propriétés à l'état frais des bétons autoplaçant :

- Un ressuage peut être détecté si de l'eau est présente en grande quantité sur les bords de la galette,
- En traçant à la truelle des lignes dans la « galette », on peut vérifier si le béton se referme bien, ce qui est synonyme de bon comportement,
- La fluidité du béton peut être évaluée en mesurant les temps de passage du béton aux diamètres 50 et 60 cm durant un écoulement au cône,

- Une forme bombée de la « galette » traduit un effet de voute, ce qui peut nuire à l'homogénéité du béton.

Toutes ces indications sont plus ou moins subjectives mais aident la formulation, expérimenté à effectuer certaines corrections en vue d'obtenir un béton qui correspond plus à ses attentes.

1.9.2 Essai de la boîte en L (L-box test)

Tout comme l'essai à l'anneau Japonais, cet essai permet de caractériser la mobilité en milieu confiné, c'est-à-dire la ségrégation dynamique.

La partie verticale du L (Figure 1.4) est remplie de béton en une seule fois. Après ouverture de la trappe, le béton s'écoule à travers un ferrailage standard (39 mm entre 3 barres $\text{\O} 14$) qui correspond à des ouvrages très ferrillés mais qui peut être éventuellement allégé (58 mm d'espace libre entre deux barres).

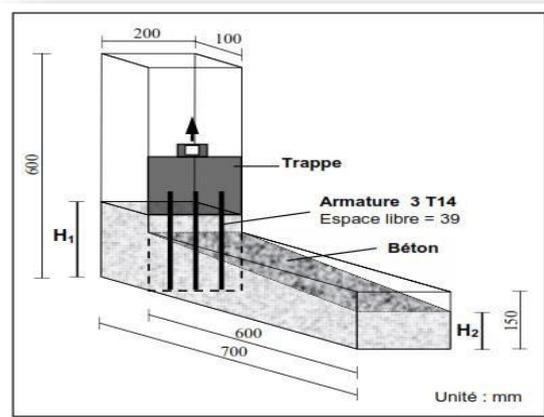


Figure 1.4. Essai de la boîte en L (L-box test) [21]

Pour que le béton autoplaçant soit accepté, le taux de remplissage de la boîte en L (rapport des hauteurs H/L_{\max}) doit être supérieur à 0,8. Des temps d'écoulement peuvent aussi être mesurés pour apprécier la viscosité du béton [21].

1.9.3 Essai de stabilité au tamis

Appelé aussi essai de caractérisation de la ségrégation des bétons autoplaçants, il vise à qualifier les bétons Autoplaçants vis-à-vis du risque de ségrégation (fig 1.5). Il peut être utilisé en phase d'étude de formulation d'un béton autoplaçant en laboratoire, ou pour le contrôle de réception de la stabilité du béton livré sur chantier [18].

Cet essai complète les essais permettant d'apprécier la mobilité, en milieu confiné ou non, en caractérisant la stabilité. Il consiste à évaluer le pourcentage en masse de laitance (P_{laitance}) d'un échantillon de béton ($4,8 \pm 0,2$ kg) passant à travers un tamis de 5 mm.

Les critères d'acceptabilité d'une formulation d'un béton autoplaçant sont divisés en trois classes[21] :

- $0\% \leq \% P_{\text{laitance}} \leq 15\%$: stabilité satisfaisante,
- $15\% < \% P_{\text{laitance}} \leq 30\%$: stabilité critique : essai de ségrégation à réaliser in situ,
- $\% P_{\text{laitance}} > 30\%$: stabilité très mauvaise : ségrégation systématique, béton inutilisable.

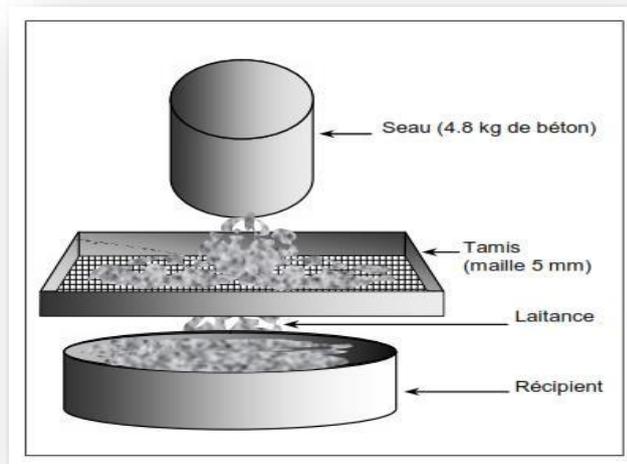


Figure 1.5 : Essai de stabilité au tamis[18].

1.9.4 Essai d'entonnoir (V-Funnel NF EN 12350-9)

La procédure d'essai avec l'entonnoir est la suivante, l'entonnoir dont les dimensions sont définies sur la figure 1.6 est remplie de béton jusqu'en haut. Le clapet de fermeture situé à sa base est ensuite ouvert, ce qui provoque l'écoulement du béton, dont on mesure le temps nécessaire jusqu'à ce que l'entonnoir se soit entièrement vidé. Ce temps d'écoulement est souvent le critère utilisé pour définir la viscosité du béton autoplaçant. Plus le béton s'écoule rapidement hors de l'entonnoir, plus sa viscosité est faible. Un temps d'écoulement compris entre 8 et 14 secondes est recommandé pour le BAP [22] .

Le temps d'écoulement au V-Funnel dépend également du type d'application, mais n'est groupé que selon 2 classes :

- Classe VF1 : temps d'écoulement inférieur à 10s.
- Classe VF2 : temps d'écoulement compris entre 7 et 27s.

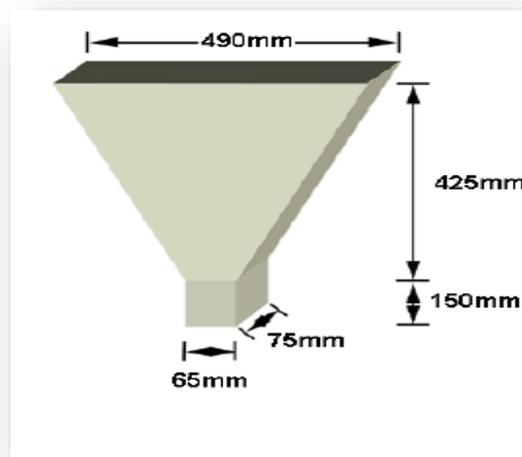


Figure 1.6 : L'essai V-funnel[22].

1.9.5 Essai de ressuage

La capacité de ressuage peut être mesurée par l'essai à l'aéromètre modifié (développé par le LCPC (fig 1.7) : le volume d'eau libéré par l'échantillon de béton remonte au-dessus du perchloroéthylène (dont la densité est supérieure à celle de l'eau : 1,59) dans une colonne graduée où il est facile de l'estimer [23], ce test semble cependant peu pratique à être utilisé étant donné la nocivité du produit employé.

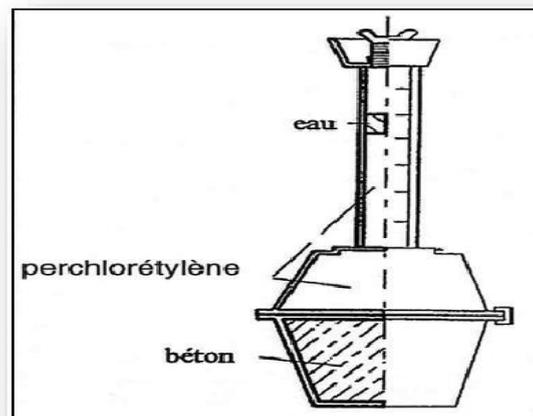


Figure 1.7 : Essai de ressuage[23]

1.9.6 Essai J-Ring

Cet essai consiste à faire écouler le béton au travers de barres d'armatures afin de pouvoir évaluer sa tendance au phénomène de blocage, le béton s'écoule à partir du cône disposé au

centre d'un anneau métallique (fig 1.8), on caractérise donc la tendance à la ségrégation et l'enrobage d'armatures, de plus, la répartition des granulats doit être homogène [22].

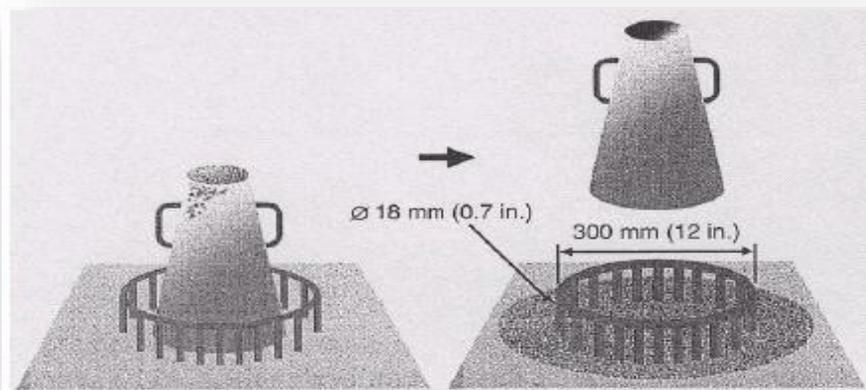


Figure 1.8 : Essai J. Ring[22].

1.9.7 Essai à la boîte en U (U-Box)

Il est utilisé au Japon et en Angleterre, le principe est sensiblement le même que pour la boîte en L, le béton doit s'écouler à travers des armatures et remonter dans la deuxième partie du U de la boîte, une hauteur de remplissage supérieure à 300 mm est requise [24].

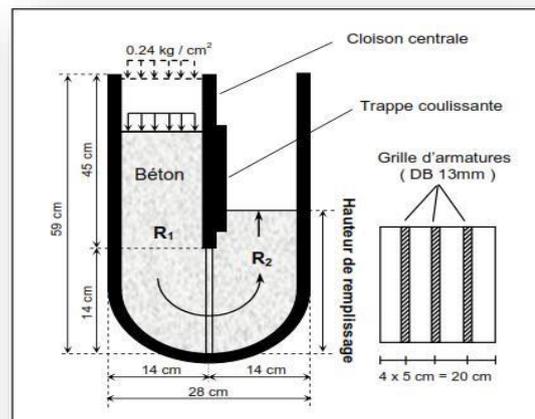


Figure 1.9 : Essai de la boîte en U[24].

1.9.8 Essai à la colonne

Cet essai a été développé indépendamment par le centre ACM de l'Université de Paisley (en 2002) et par l'Université de Ghent (en 2001).

Il s'agit de remplir une colonne et de laisser le matériau au repos pendant 1 min, après cette phase de repos, la colonne est vibrée à l'aide d'une table à secousses, les échantillons des différentes parties de la colonne (haut, milieu, fond) sont prélevés, chaque prélèvement est lessivé et tamisé afin de ne récupérer que les gros granulats qui sont ensuite pesés [24].

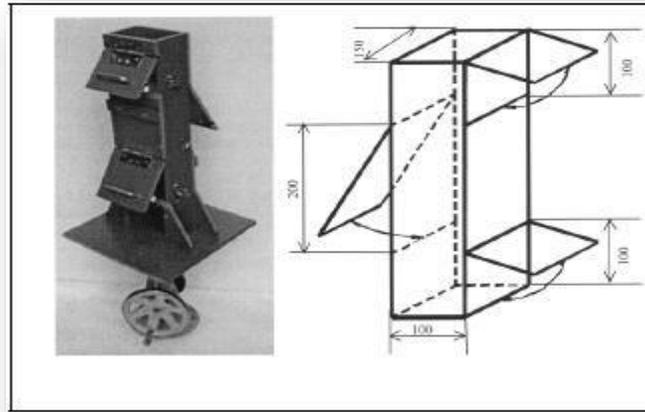


Figure 1.10 : Essai de stabilité à la colonne [25].

Le critère de stabilité de cet essai est le suivant :

- Si le rapport entre la masse de l'échantillon supérieur/ masse de l'échantillon inférieur est supérieur à 0,95 alors le béton a une bonne résistance à la ségrégation
- Si ce rapport est inférieur à 0,9 il y a un risque de ségrégation du béton.

Cet essai permet d'obtenir une certaine appréciation de la ségrégation (gradation de la ségrégation). Le principe est simple et les résultats sont obtenus directement. Cependant, la réalisation d'un essai nécessite un appareillage spécifique (colonne et balances pour les pesées) et prend du temps [24].

1.9.9 Essai à la bille

L'essai a été développé au LCPC en collaboration avec l'Université de Sherbrooke par Trudel et repris par Sedran [26], il s'agit de mesurer l'enfoncement d'une bille de même dimension que les gros granulats, immergée dans un échantillon de béton (fig 1. 11), la densité apparente de la bille peut être ajustée grâce à un contrepoils et le déplacement de la bille est mesuré par un capteur LVDT relié à un ordinateur. Les résultats sont donc obtenus directement [24].

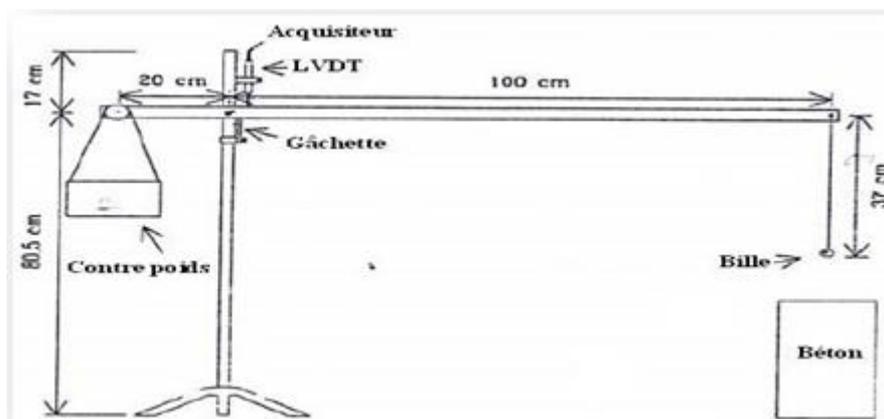


Figure 1.11 : Essai à la bille développé par Trude[26].

1.10 Caractérisation d'un BAP à l'état durci (destructif et non destructif)

Le béton doit être soumis à différents essais mécaniques de caractérisation :

a) Les essais destructifs :

- Les essais de compression ;
- Les essais de traction par flexion ;
- Module d'élasticité

b) Les essais non destructifs :

- Essai au scléromètre
- Essai d'auscultation dynamique

A) Les essais destructifs du béton :

1.10.1 Essais de compression

Les essais de mesure de la résistance à la compression sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques 16x32 cm conformément aux prescriptions de la norme ou bien des éprouvettes 10x10x10 cm. Ce test fournit la force de compression [N] qui génère la rupture de l'échantillon.

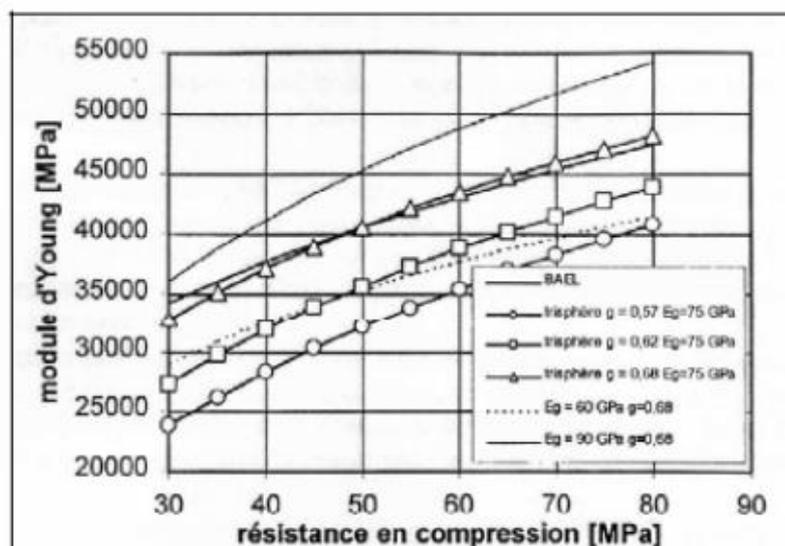


Figure 1.12 : Evaluation du module du béton en fonction de sa résistance, d'après le modèle réglementaire[29].



Figure 1.13 : Mesure de la résistance à la compression.

1.10.2 Essais de traction par flexion

Cet essai très utilisé permet de simuler le type de sollicitation le plus courant dans les éléments des ouvrages (fig 1.14). Les éprouvettes utilisées pour ce type d'essai sont propres uniquement aux mortiers, elles sont prismatiques de dimensions 7x7x28 cm. La résistance à la traction par flexion est obtenue par l'application de la formule de résistance des matériaux suivante : $\sigma = \frac{Mf}{2I}$ et la relation du moment de flexion s'écrit $Mf = F \cdot L/4$:

Où F : Charge de rupture, L : Portée, I : Inertie de flexion et a : Côté du prisme [7].



Figure 1.14 : Mesure de la résistance à la traction par flexion.

1.10.3 Module d'élasticité

Les différents matériaux de BAP peuvent montrer un différent comportement de relation contrainte-déformation si les BAP contiennent une basse quantité de gros granulats on se réfère à la formule réglementaire du module ($E_{ij} = 11000f_{cj}^{1/3}$), celui-ci ne dépend que de la résistance du béton, ainsi, à résistance égale, un béton autoplaçant aurait donc le même module qu'un béton vibré.

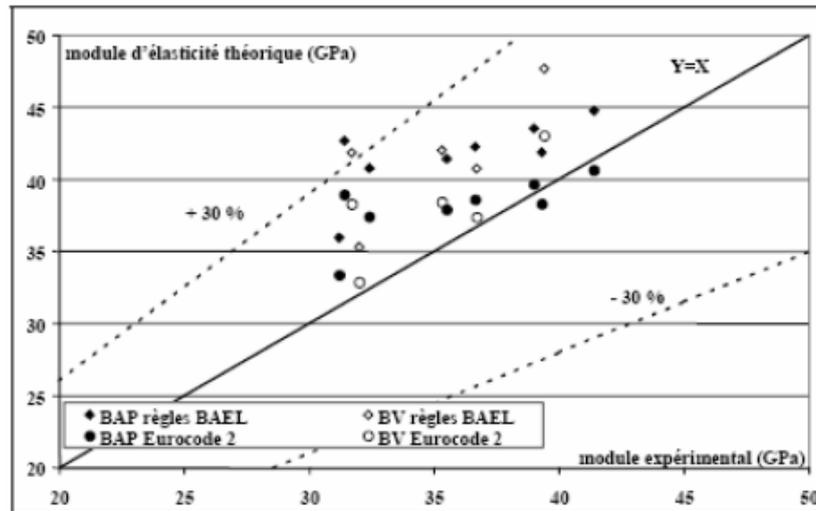


Figure 1.15 : Comparaison des modules élastiques théoriques et expérimentaux de BAP et de bétons vibrés[30].

Certains auteurs ont trouvé que le module élastique de BAP coïncide bien avec celui de BV avec des propriétés similaires quand la résistance est constante [Person 03], les mêmes résultats trouvés par [27].

Par contre, le module d'élasticité de BAP est inférieur à celui de BV ; donc le BAP est plus rigide [36]. On a trouvé qu'avec une résistance donnée le module élastique de BAP est inférieur à celui de BV, ce comportement est dû à la petite dimension de grains de BAP et la quantité élevée de pâte de ciment. En effet, dans un béton formulé avec des granulats classiques, le module de la matrice (6000-25000 MPa) est environ de 3 à 15 fois plus faible que celui des granulats E_g (60000 à 100000 MPa) [27].

A) Essais non destructifs du béton :

➤ Définition :

Les problèmes de qualité rencontrés dans les structures en béton apparaissent à différentes phases de la réalisation des ouvrages, c'est pour cette raison que depuis longtemps il y a une demande accrue pour des méthodes plus précises et, en même temps, plus souples d'évaluation de la qualité du béton.

Le contrôle par essais destructifs nécessite la confection d'éprouvettes prélevées représentant un échantillon. Ce contrôle ne peut être effectué à 100 % ou tout au moins sur un échantillonnage significatif. De plus, l'échantillon prélevé n'est pas toujours représentatif du béton de la structure réelle. Ainsi, pour répondre à ces problèmes, on a développé une gamme d'essais in situ appelés « Essais non destructifs » venant compléter les essais destructifs.

Les essais non destructifs consistent à prendre des mesures qui n'endommagent pas les constructions, Ils représentent des méthodes de reconnaissance couramment appliquées aux structures de bâtiments [7].

Les essais non destructifs peuvent jouer un rôle exceptionnel dans la garantie de la qualité du béton et dans le développement ultérieur de la technologie de construction. La signification de ces essais se développera considérablement à l'avenir, parce que sa technologie de mesure automatisée et la réduction de la taille de l'appareillage de mesure ouvriront des applications entièrement nouvelles.

➤ **But d'utilisation :**

Ces essais sont rapides et faciles à mettre en œuvre, et apportent de surcroît une réponse globale à l'échelle d'une structure ou d'un ouvrage, dans le cadre de contrôles d'ouvrages neufs ou en construction comme de diagnostics d'état d'ouvrages anciens.

➤ **Principaux domaines d'application :**

Les essais non destructifs permettent de contrôler la qualité de la construction et mesurer de façon indirecte les caractéristiques des matériaux à savoir :

- La résistance
- L'homogénéité
- La porosité
- La durabilité...

➤ **Avantages de ces méthodes réside dans :**

Les méthodes non destructives présentent les avantages suivants :

- La performance ou l'apparence de la structure n'est pas modifiée ;
- La possibilité de suivre le changement des propriétés du béton dans le temps ;
- Une plus grande sécurité, et une meilleure planification de la construction ;
- Une progression plus rapide et plus économique.

1.10.4 Essai d'auscultation dynamique

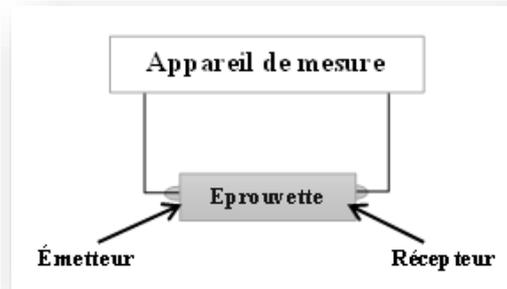


Figure 1.16. Appareil de mesure

➤ Mode Opératoire

- Poncer et égaliser la partie de la surface de l'élément à ausculter ou le transducteur sera Fixé,
- Employer un matériau intermédiaire entre les deux et en prenant soin de vérifier que l'appareil est bien appliqué contre la surface à tester à l'aide d'un matériau d'interposition comme la vaseline, un savon liquide ou une pâte constituée de Kaolin et de glycérol.

➤ Points de mesures :

Le nombre de points de mesures dépend des dimensions de l'ouvrage à tester. Pour un grand panneau (dalle, voile, radier, etc.) les points de mesures sont situés aux intersections d'un quadrillage d'une maille de 0.5m. Le cas des petits éléments (poteaux, poutres, etc.), les mesures se font en six points.

➤ Manières de mesure :

La détermination de la vitesse de propagation des ultrasons se fait de trois manières, suivant le type de l'élément à tester.

➤ Mesure en transparence (directe) :

Les mesures en transparence sont utilisées dans le cas des éprouvettes, des poteaux ou de certaines poutres. Les transducteurs sont appliqués sur les deux faces de l'élément à tester. (fig 1.17).

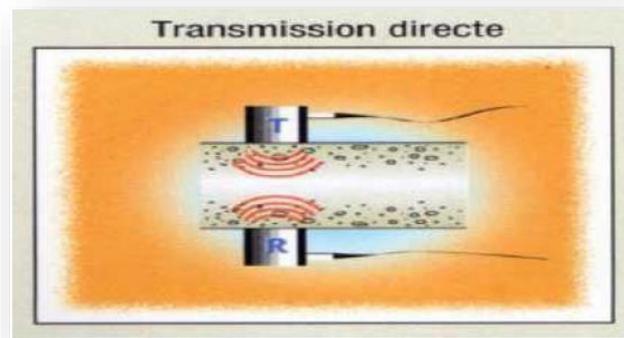


Figure 1.17 : Mesures en transparence.

➤ **Mesures en surface (indirecte) :**

Elles sont utilisées sur tous les éléments de structure et sur les éprouvettes, mais plus particulièrement sur les dalles et éléments en longueur figure 1.18.

L'émetteur est maintenu en un point fixe, le récepteur est déplacé successivement à des distances marquées à l'avance.

Après avoir relevé le temps correspondant à un point considéré, on passe au point suivant :



Figure 1.18. Mesures en surface

1.11 Formulation des BAP

La mise au point d'une formule de BAP est beaucoup plus complexe, parce que, d'abord, les constituants sont au nombre minimal de six, contre quatre dans le cas des BO. Ensuite, le cahier des charges d'un BAP comporte plus de clauses, en particulier à l'état frais ; il faut assurer, en plus de l'étalement, la capacité de remplissage et la stabilité. Enfin, et surtout, les

propriétés des BAP sont contradictoires ; un béton riche d'une pâte fluide est très sensible à la ségrégation [9] .

Depuis l'invention du BAP, aucune méthodologie pratique de formulation n'a été établie. Les différentes propriétés recherchées rendent la formulation du BAP relativement compliquée. De multiples approches se sont développées à travers le monde pour la formulation d'un BAP. Nous rapportons un exposé général sur les approches principales [8].

1.11.1 Méthode japonaise

La formulation des BAP par l'approche développée à l'Université de Kochi (1990), se fait de manière sécuritaire, en privilégiant le volume de pâte au détriment des granulats. Les bétons obtenus sont sous dosés en granulats et par conséquent loin d'un optimum économique. Les principes de formulation et leur application sont les suivants :

a). **Dosage des gravillons** : Les chercheurs japonais ont montré que le risque de blocage est minimisé lorsque le volume du gravillon pour 1 m³ de béton est limité à la moitié de sa compacité. Par définition, la compacité d'un mélange de grains est le rapport du volume de grains et du volume total du système grains + vides. Elle dépend bien sûr du mode de compactage.

b). **Dosage du sable** : Le volume du sable est posé forfaitairement à 40 % du volume de mortier du béton. La fluidité du béton est garantie par la réduction des frictions granulaires.

c). **Dosage du liant** : La méthode ne précise pas comment doser le liant. Néanmoins la quantité de ciment peut être fixée, par exemple, en respectant la donnée des normes (soit ici une masse minimale de ciment de 350 kg/m³). Les rapports massiques eau sur ciment (E/C) et filler sur ciment (F/C) peuvent également être choisis sur des critères de résistance.

d). **Dosage de l'eau et du super plastifiant** : Les dosages en eau et en super plastifiant sont déterminés au moyen d'essais sur mortiers, dont le volume de sable est fixé à 40 %. On réalise des mesures d'étalement avec un cône à mortier et des mesures d'écoulement à l'entonnoir. [8]

1.11.2 L'approche suédoise

Cette méthode est basée sur la méthode japonaise citée ci-dessus, le principe est d'intégrer l'approche de l'évaluation du risque de blocage dans le processus de formulation. Pour chaque rapport G/S on estime le volume de pâte critique pour le blocage, on retiendra ensuite le rapport G/S qui vérifie les propriétés rhéologiques recherchées. Les dosages des fines, de l'eau et du superplastifiant sont ajustés pour avoir une viscosité suffisante, un faible seuil de cisaillement, et une résistance souhaitée. Cette approche permet une meilleure optimisation du squelette

granulaire. Cependant, on ne peut pas appliquer le critère de blocage à n'importe quel type de granulats [8].

1.11.3 Formulation par volume de pâte minimal

Dans cette méthode le béton est considéré comme un matériau biphasique, une phase solide constitué par les granulats et une phase liquide qui est la pâte (eau, liant, adjuvants). Les chercheurs supposent que la pâte joue deux rôles principaux dans un BAP : D'une part, elle assure la fluidité du mélange, ce qui limite les frottements entre les granulats, d'autre part elle écarte les gravillons pour éviter le phénomène de blocage. Pour assurer ces deux rôles les chercheurs jugent qu'il doit exister un volume minimum de pâte [28].

1.11.4 Formulation par optimisation du squelette granulaire

Sachant que la résistance à la compression augmente avec la compacité de la pâte et que l'ouvrabilité est tributaire de l'arrangement du squelette granulaire. La formulation des bétons est basée sur l'optimisation de la porosité du système, en prenant en considération tous les grains solides, du ciment aux gravillons. Si la phase interstitielle est l'eau de gâchage, et non plus la pâte. Plus la quantité d'eau qui écarte les grains est importante, plus la suspension est fluide. A quantité d'eau constante, si on minimise la porosité de l'empilement de grains, on optimise en conséquence le volume d'eau disponible pour fluidifier le mélange. Cet exemple simple montre donc le lien entre compacité et rhéologie [28].

1.11.5 Méthode basée sur un plan d'expérience

Le principe de cette méthode est l'utilisation d'un plan d'expérience pour connaître l'effet des paramètres de composition du béton. Khayat et al ont réalisé une telle étude avec les facteurs suivants :

Le volume de gravillons, la masse de fines (C+A), le rapport massique eau sur fines $E/(C+A)$, la masse de super plastifiant et la masse d'agent de viscosité. Chaque facteur est varié sur une plage comportant cinq points, ce qui élève le nombre de compositions effectuées à 25. Au final, les modèles obtenus sont fournis avec les résultats des essais, notamment l'étalement et le taux de remplissage, en fonction des différents facteurs. Même si ces modèles ne sont exploitables que pour les constituants utilisés dans l'étude, cette approche fournit surtout un support pour corriger une formule ne répondant pas, par exemple, aux critères de l'AFGC.

1.11.6 Exemple d'application de la méthode

Les données de base :

On a choisi :

- $G/S=0,9$.
- On fixe le rapport $E/(C+F)=0,38$.
- Le dosage en super plastifiant est donné selon la fluidité (donné par l'essai d'étalement), on vise un étalement de 660 à 750mm.

a. Optimisation de la composition du BAP :

Le volume de la pâte pour 1m³ du BAP égale à 340l/m³.

- 430 kg/m³ du ciment.
- 43 kg/m³ du filler calcaire (10% du poids du ciment).
- $E/(C+F)=0,38$.
- $G/S=0,9$.

b. Détermination de la masse de chaque constituant :

On a :

- $C=430 \text{ kg/m}^3$.
 - $F=43 \text{ kg/m}^3$.
 - $E/(C+F)=0,38$ donc $E=0,38*(430+43)$ ➔ $E= 179,74 \text{ l/m}^3$.
 - Volume de la pâte égale 340 l/m³.
 - Volume de granulats égale 660 l/m³.
 - $G/S=0,9$
- $$G+S=660 \quad \Rightarrow \quad G=660-S$$
- $$S=660/1,9 \quad \Rightarrow \quad S= 347,37 \text{ l/m}^3$$
- $$G= 660-347,37 \quad \Rightarrow \quad G= 312,63 \text{ l/m}^3$$

- Le dosage en super plastifiant est 1,7% de la masse ciment et filler.
 $SP=0,017*(430+43)$.
- L'extrait sec du superplastifiant (polycarboxylate) est de 30%.
Donc la quantité d'eau provient de superplastifiant est de $0,7*8,041=5,628$
D'où la quantité d'eau utilisée pour 1m³ est de 174,12 l/m³.

c. Les masses des constituants pour 1m^3 du BAP comme un témoin (BAP) sont :

- Eau = 174,12 l.
- Ciment = 430 kg.
- Filler = 43kg.
- Sable : 1. Sable grossier = 595,98 kg. (Sable grossier représente 63.78%)
2. Sable fin = 335,939kg. (Sable fin représente 36.22%)
- Gravier : 1. classe 3/8 = 440,808 kg. (Gravier (3/8) représente 50%)
2. classe 8/15 = 415,798 kg. (Gravier (8/15) représente 50%)
- SP = 1,7% = 8,041 kg.

Remarque :

- La correction du sable se fait par la méthode d'Abrams suivante;

La correction du sable : le module de finesse désiré est $M_{fx}=2,50$. ($M_{f1} = 3.42$ et $M_{f2} = 0.88$)

$$S1 = \frac{M_{fx} - M_{f2}}{M_{f1} - M_{f2}} * 100\% \Rightarrow S1 = \frac{2.5 - 0.88}{3.42 - 0.88} = 63,78\% \text{ de sable grossier de module de finesse de } 3.42$$

$$S2 = \frac{M_{f1} - M_{fx}}{M_{f1} - M_{f2}} * 100\% \Rightarrow S2 = \frac{3.42 - 2.5}{3.42 - 0.88} = 36,22\% \text{ de sable fin de module de finesse de } 0.88$$

- On utilise les masses spécifiques des granulats pour déterminer leurs dosages en Kg.
 - Sable fin : 2.67 g/cm^3
 - Sable grossier : 2.69 g/cm^3
 - Gravier (3/8) : 2.82 g/cm^3
 - Gravier (8/15) : 2.66 g/cm^3

1.12 Conclusion

Cette synthèse bibliographique a été menée afin de se familiariser avec les bétons autoplaçants, et l'objectif étant de les définir, ainsi que citer leurs multiples propriétés, les caractériser, et résumer les principales méthodes de leur formulation.

Le béton autoplaçant est un béton qui se compacte de lui-même par effet gravitaire, sans aucun apport d'énergie de compactage (par ex. vibration, damage).

Les propriétés caractéristiques de ce béton à l'état frais sont :

- Fluidité et viscosité élevées, sans aucune tendance à la ségrégation,
- Capacité de passage dans les milieux confinés,
- Excellente aptitude au remplissage des moindres recoins du coffrage par un béton homogène, même en présence de ferrailage dense. Le fastidieux travail de vibration est ainsi supprimé.

Un béton est qualifié d'autoplaçant lorsque ces trois critères sont vérifiés. Ainsi, un grand nombre de tests empiriques standards sont développés pour caractériser le BAP vis-à-vis des propriétés d'ouvrabilité, et ses performances mécaniques.

Annexe A

Caractérisation des matériaux utilisés

1.13 Introduction

Par manque de mesures efficaces face au Covid 19, l'accès au laboratoire de génie civil à notre université a été impossible, les résultats suivants ont été pris des essais [31] de caractérisation effectués l'année passée.

1.13.1 Sable

Tableau 1.2 : Analyse granulométrique du sable (sable de Boussaâda)

Tamis (mm)	Refus Partiel (g)	Refus cumulés		Tamisât (%)
		(g)	(%)	
5	0	0	0	100
2,5	4	4	0,4	99,6
1,25	50	54	5,47	94 ,53
0,63	205,5	259,5	26,30	73,70
0,315	432,5	692	70,14	29,86
0,16	237,5	929,5	94,22	5,78
0,008	49	979	97,23	2,77
Fond	0,75	986,5	98,65	1 ,53

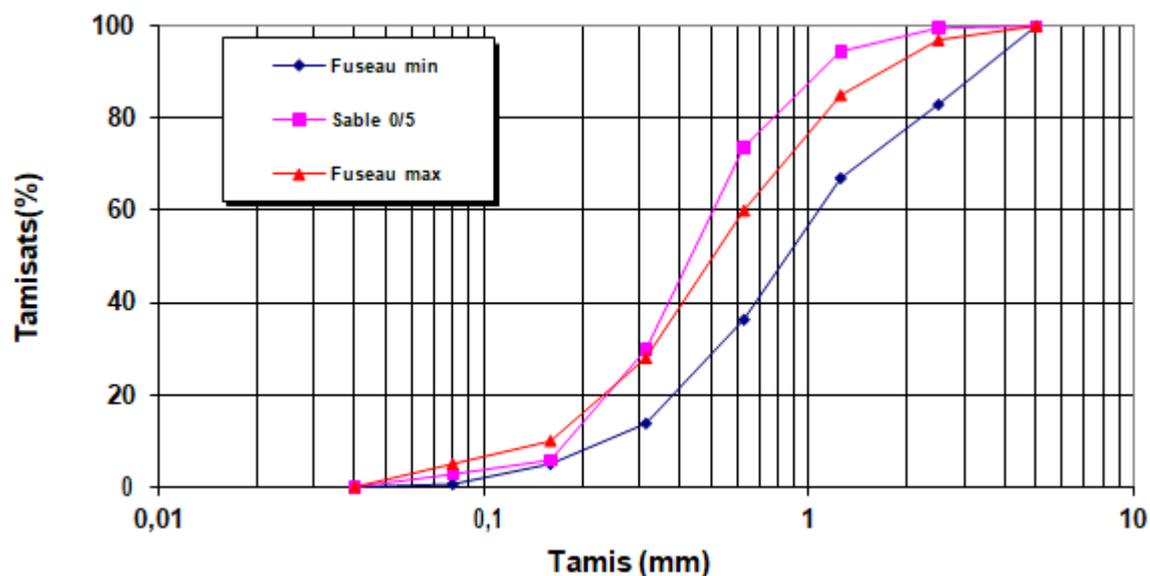


Figure 1.19 : Courbe d'analyse granulométrique de sable Bousaada.

Mf= 2.05

✓ sable utilisé est considéré comme un sable moyen.

Tableau 1.3 : Masse volumique absolue du sable.

Essais	Mg	V _{e(ml)}	V _(ml)	P (g/cm ³)
1	300	200	319	2,52
2	300	200	318,5	
3	300	200	319	

Tableau 1.4 : Masse volumique apparente du sable de Boussaâda à l'état lâche.

N° d'essai	M ₂ (g)	M ₁ (g)	V (ml)	ρ_{app} (kg/l)	$\rho_{app\ moy}$ (kg/l)
1	1562	144	900	1,57	1,586
2	1578			1,59	
3	1584			1,6	

1.13.2 Gravier

Tableau 1.5 : Analyse granulométrique du gravier (3/8)

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulés (g)		Tamisât (%)
		(g)	(%)	
10	0	0	0	100
8	7,5	7,5	0,46	99,54
6,3	351,5	359	22,43	77,57
5	450,5	809,5	50,56	49,44
4	505,5	1315	82,18	17,82
3,15	263,5	1578,5	98,65	1,35
2,5	8,5	1587	99,18	0,82
Fond	4	1591	99,43	0,57

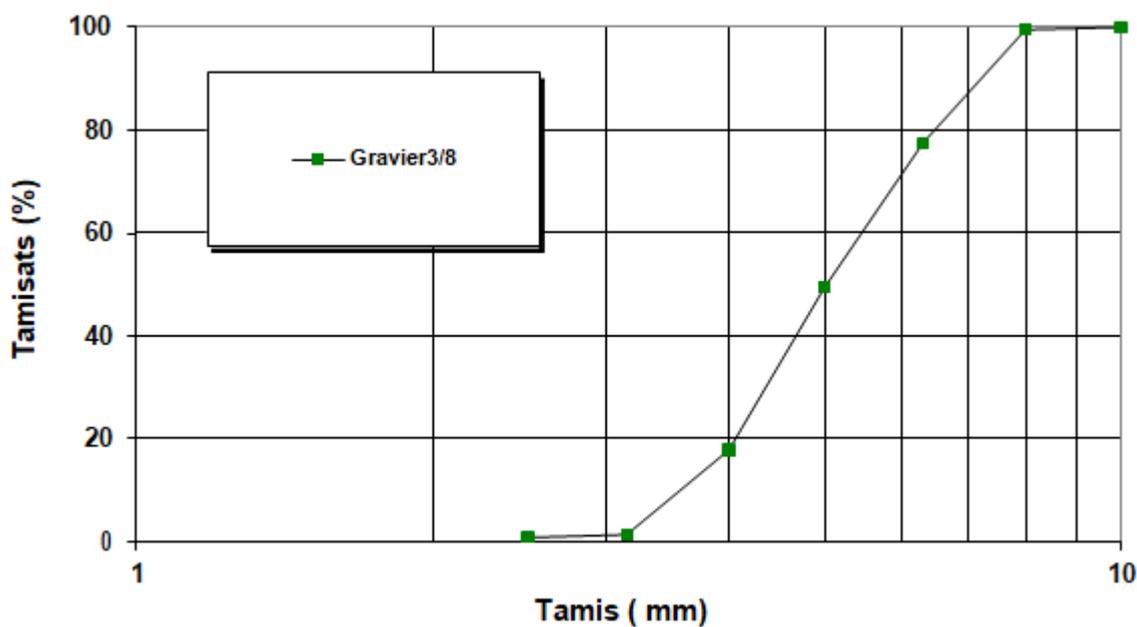


Figure 1.20 : Courbe Analyse granulométrique de gravier 3/8.

Tableau 1.6 : Analyse granulométrique du gravier (8/16).

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulés (g)		Tamisât (%)
		(g)	(%)	
16	0	0	0	100
12,5	696	696	21,75	78,25
10	1120	1816	56,75	43,25
8	818,5	2634,5	82,32	17,68
6,3	481,5	3120	97,5	2,5
5	61,5	3181,4	99,42	0,58
Fond	1	3182,5	99,45	0,54

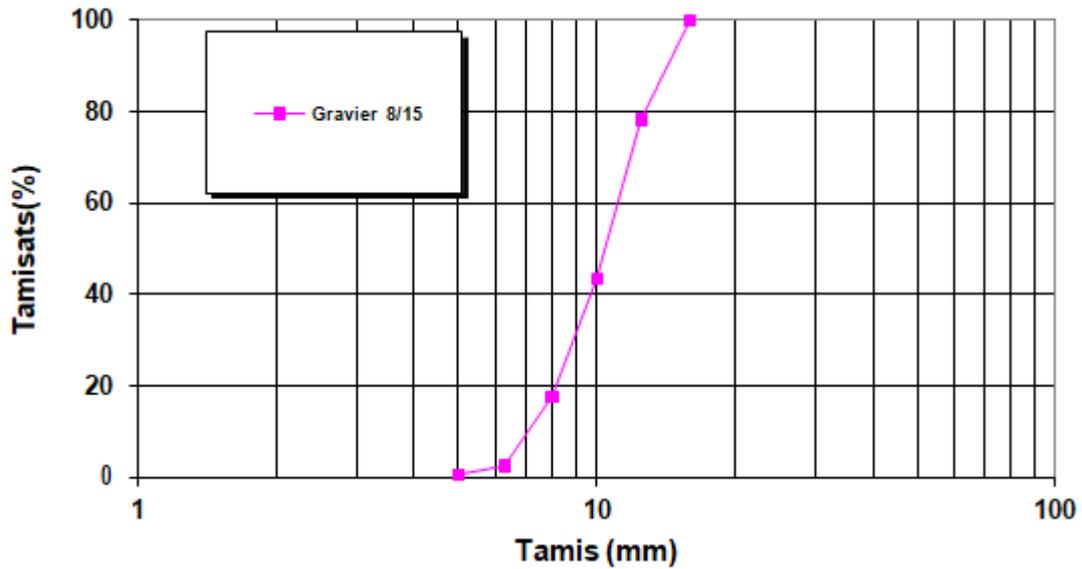


Figure 1.21 : Courbe Analyse granulométrique de gravier 8/16.

Tableau 1.7 : Masse volumique apparente du gravier.

Gravier	N° d'essais	M ₁ (kg)	M ₂ (kg)	ρ_{app} (kg/l)	ρ_{moy} (kg/l)
3/8 V=5l	1	3,833	10,942	1,421	1,442
	2	3,833	10,956	1,424	
	3	3,833	10,950	1,423	
8/16 V=10l	1	11,834	25,673	1,383	1,384
	2	11,834	25,697	1,386	
	3	11,834	25,683	1,384	

Tableau 1.8 : Masse volumique absolue du gravier.

Gravier	Essais	M(g)	Ve	V (cm)	P (cm)	ρ_{moy} (g/cm ³)
3/8	1	200	200	279	2,53	2,55
	2	200	200	278	2,56	
	3	200	200	278	2,56	
8/16	1	200	200	281	2,46	2,49
	2	200	200	279	2,53	
	3	200	200	280	2,50	

1.13.3 Ciment

Tableau 1.9 : Caractéristiques physiques du CEM II/B 42,5.

Les caractéristiques physiques		Unité	Valeur
Masse volumique absolue		g/cm ³	3,1
Consistance normale		%	26-28
La finesse (Blaine)		g/cm ³	4000-4200
Le Chatelier	A froid	mm	00
	A chaud		2
Temps de prise	Début	min	2 :30
	Fin		3.30
Résistance à la compression	2 jours	MPa	18
	7 jours		32
	28 jours		Plus de 42.5

1.13.4 Filler

Tableau 1.10 : La composition chimique et les propriétés physiques du filler calcaire

Analyse chimique		Analyse physique		
Oxydes	% Massique	Désignation	Valeurs	Unité
CaO	55,91	Densité absolue	2.45	g/cm ³
Al ₂ O ₃	0,11	Densité apparente	0.86	g/cm ³
Fe ₂ O ₃	0,06	S.S.B	7581	g/cm ²
SiO ₂	0,40	D ₁₀	1.1	µm
Mgo	0,18	D ₅₀	4.06	µm
Na ₂ O	0,05	D ₉₀	28.67	µm
K ₂ O	0	I ₂₈	0.74	/
CL ⁻	0,009	I ₉₀	0.76	/
SO ₃	0,04			
P-A-F (1000°C)	42,68			

1.13.5 Adjuvant

(MEDAFLOW) :

Tableau 1.11 : Caractéristique de l'adjuvant « MEDAFLOW 30 ».

Aspect	Couleur	PH à 20°C	Densité	Chlorure	Extrait sec
Liquide	Brun clair	6 – 6.5	1.07 ±0.01	< 0.1 g/l	30%

Tableau 1.12 : Propriétés de « MEDAFLOW 30 » à l'état frais et durci.

« MEDAFLOW 30 » à l'état frais	« MEDAFLOW 30 » à l'état durci
Obtention un rapport E/C très faible	Augmenter la résistance mécanique à jeune âge et à long terme.
Amélioré la fluidité et la maniabilité	diminuer la porosité
Eviter la ségrégation et facilité la mise en Ouvre	Diminuer le retrait et le risque de fissuration

1.13 Références Bibliographiques

- [1] OKAMURA H.ET AL, "Self-compacting high performance concrete, Proceeding of the fifth sec", **Vol.3**, pp.2381-2388, 1995.
- [2] J.DESNYTER, J-C.BRAQUENIER, "Le béton autoplaçant ou autocompactant, un béton en pelin essor", Bruxelles, CSTC-Magazine, automne 2000.
- [3] Carlo DE PAUW , "CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE DE LA CONSTRUCTION recherche, CSTC", Rapport d'activités, Centre de Béton et ouvrages en béton, rapport d'activités. P.10, 2004.
- [4] T.SEDRAN, "Les bétons autonivelants (BAN) synthè bibliographique", Bulletin de liaison LCPC. N°196, mars 1995.
- [5] Khayat K., "Les bétons auto nivelants, Les bétons, bases et données pour leur formulation", p 479-483, Eyrolles, 1997.
- [6] Ben Akili Sarah, "caractérisation expérimental des bétons autoplaçant obtenus par ajout des déchets de construction", thèse de Magister université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2009.
- [7] NASRLS, "Caractérisation aux moyens des essais non destructifs (NDT) et Essai direct d'un béton autoplaçant(BAP) à base de matériaux locaux (effet de la nature du sable)", Mémoire de Magister. Université de Mohamed Boudiaf-M'sila , 2016.
- [8] Benaddad .S, Benatsou. N, "Etude à la compression d'un Béton autoplaçant avec additions minérales (Argile cuite et broyée et Fillers calcaires)", Mémoire de Master. Université d'Abderrahmane Mira-Bejaia, 2012.
- [9] BRAHIM.N, "Etude des propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons autoplaçants", Mémoire de magister. Université de Mohamed Khider –Biskra, 2006.
- [10] TAGNIT-HAMOU.A, "Microstructure et physico-chimie des ciments et des bétons". Notes de cours. Université de Sherbrooke. GCI-712. 1995.
- [11] Holcim, "Le béton autocompactant", Recommandation étudiée par la société Holcim.Suisse. 26 Novembre 2004.
- [12] ADAM.M, Neville, " Propriétés des bétons", Livre Version française traduit par CRIB. Edition Eyrolles, page 824, 2000.
- [13] Abderrahmane. S, "Etude de la durabilité des systèmes béton armé mortiers de réparation en milieu marin", Thèse de Doctorat. Université de l'Université de La Rochelle, 2013.
- [14] DREUX .G, FESTA. J , "Nouveau guide du béton et de ses constituants", 8^{ème} Édition.Eyrolles. Mai 1998.
- [15] TURCRY.P, "Retrait et fissuration des bétons autoplaçants : Influence de la formulation", Thèse de Doctorat. Ecole Centrale de Nantes et Université de Nantes, Février 2004.
- [16] VENUAT. M, "Adjuvants et traitements des mortiers et bétons", 1^{ère} Édition. Publiée par l'auteur, p 429. Paris (France), 1971.

- [17] BAALBAKIM, "Influence des interactions du couple ciment/adjuvant dispersant sur les propriétés des bétons : Importance du mode d'interaction des adjuvants", Thèse de Doctorat. Université de Sherbrooke, Québec. Septembre 1998.
- [18] SAMOUH. H, ROZIERE.E, LOUKILI.A, "Interprétation des mesures du retrait de dessiccation des bétons autoplaçants (BAP)", Conférence XXXe Rencontres AUGC-IBPSA Chambéry, Savoie, 6 au 8 juin 2012.
- [19] LEGRAND.C, "La structure des suspensions de ciment». Le Béton Hydraulique", Presses de l'ENPC, 1982.
- [20] KASMI .Z, "Propriétés mécaniques et rhéologiques des bétons autoplaçant fibrés exposés à haute température", Mémoire de Master. Université de Mohamed boudiaf-M'sila.2015.
- [21] Association Française de Génie Civil «AFGC», Bétons autoplaçants –Recommandations provisoires, p 63, Juillet 2002.
- [22] NF EN 12350–9, "Essai pour béton frais - Partie 9 : béton auto-plaçant - Essai d'écoulement à l'entonnoir en V", 2010.
- [23] Chahine BELGHIT, "CONTRIBUTION A LA FORMULATION D'UN BETON AUTOPLAÇANT A BASE DE MATERIAUX LOCAUX Effet du laitier granulé micronisé sur l'ouvrabilité", Mémoire de Magister. Université BADJI-MOKHTAR-ANNABA, 2009.
- [24] BETHMONT.S, "Mécaniques de ségrégation dans les bétons autoplaçants (BAP)", Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Décembre 2005.
- [25] RILEM, "Workability and Rheology of Fresh Concrete : Compendium of Tests, Report of Technical Committee TC145 WSM", pp.84-92, 2002.
- [26] SEDRAN.T, "Rhéologie et Rhéométrie des bétons : application aux bétons auto-nivelant", Thèse de Doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, p 220,1999.
- [27] HADDAD.O, "Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants", 1^{er} Congrès International sur la Technologie et la Durabilité du Béton à Alger, 24- 26 Mai 2004.
- [28] TURCRY .PH, LOUKILI. A, "Différentes approches pour la formulation des BAP", Revue Française de Génie Civil, Vol 7, N°4, 2003.
- [29] DE LARRAR F. BELLOG A. "L'influence du granulats sur la résistance à la compression des bétons", Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées , N°219, jan-Fév1999, pp 41-52.
- [30] PONS G. PROUST E. ASSIE S. "Creep and shrinkage of self-compacting concrete: a different behaviour compared with vibrated concrete", Proceedings of 3 International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 33), Reykjavik, Iceland, pp. 645-645, 17-20 août 2003.
- [31] HADJERSI Fouad et BENZEOUAD Oualid, "Caractérisation rhéologique d'un béton auto plaçant (BAP) à base de fumée de silice", Mémoire de Master en Génie civil, université de Msila, année 2018.

Chapitre II

INDENTATION

2.1 Introduction

L'indentation est un outil ancien, qui est mentionné par Huygens dans son Traité de la lumière. L'intérêt pour cette propriété est allé grandissant que ce soit pour protéger les objets des rayures ou au contraire pour les polir.

A partir des années 80, l'indentation instrumentée apparaît et conduit à l'essor de ces techniques de caractérisation mécanique des surfaces. De nombreux conférences et numéros spéciaux de revue sont consacrés à ce sujet [1]. L'indentation instrumentée est utilisée pour caractériser et d'analyser les propriétés mécaniques des surfaces de divers matériaux telles que : la dureté H, le module d'Young E et/ou encore la résistance à la fissuration.

Généralement, cette technique permet d'estimer la ténacité, K_{Ic} , de matériaux fragiles. Chaque méthode utilise des formules résultant d'une corrélation empirique entre la force à rupture, ou la dimension des fissures produites par l'indentation, et des essais effectués en mécanique de la rupture classique. Il s'en suit une dispersion importante des incertitudes de mesure, celles-ci pouvant aller jusqu'à 50 % [2].

En plus, Elle peut être appliquée à l'étude du comportement et des systèmes de fissurations sur les matériaux fragiles et métalliques durant l'indentation cyclique [3,4]. Palmqvist [5] a, dans son étude sur le carbure de tungstène, tenté une corrélation empirique entre l'énergie nécessaire à créer les fissures et la ténacité. Lawn *et al.* [6,7] mettent en évidence une corrélation entre la taille des fissures formées par indentation et la ténacité mesurée par les techniques classiques de la mécanique. Evans *et al.* [8] montrent l'influence des contraintes résiduelles qui peuvent être estimées par l'essai d'indentation [9,10].

Les essais d'indentations instrumentés mettent en évidence des instabilités, appelés pop-in sur les courbes de chargement, instabilités qui correspondent à la formation des fissures et qui peuvent être reliés à la ténacité du matériau [11-19].

2.2 Essai d'indentation

2.2.1 Principe

Le principe de l'essai d'indentation consiste à appliquer une charge sur un indenteur de forme connue (bille. Cône ou pyramide) à la surface du matériau à tester (figure 2.1) .sous l'action de la charge d'indentation .l'indenteur s'enfonce dans le matériau en produisant des déformations élastique et plastique dans la zone de contact. A la suppression du chargement, une empreinte résiduelle persiste.

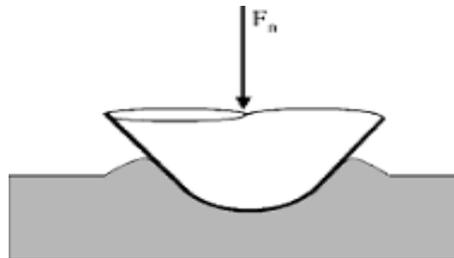


Figure 2.1: Schéma de l'essai d'indentation.

La dureté est définie par la relation suivante :

$$H = P/A \quad (2.1)$$

Où

H : La dureté exprimée en MPa

P : La charge exprimée en Newton (N)

A : L'aire de l'empreinte exprimée en mm²

Il existe deux méthodes pour mesurer la dureté d'un matériau quelconque, qui se distinguent par la manière dont est déterminée l'aire de l'empreinte, soit par l'indentation conventionnelle (analyse de l'empreinte après le retrait de l'indenteur), soit par l'indentation instrumentée (à partir de l'analyse de la courbe charge-pénétration après le test d'indentation).

2.2.2 Indentation conventionnelle

La surface de l'empreinte est mesurée quand l'indenteur (poinçon) est éloigné du matériau. A partir de la connaissance géométrique de l'indenteur, la mesure d'une dimension dans le plan de la surface du matériau (diagonale ou diamètre selon la forme de l'indenteur) est généralement suffisante pour accéder à la surface, qu'elle soit de contact ou projetée

Nous allons donner le principe de dureté conventionnelle les plus reconnus, où la plupart du temps sont utilisées dans les laboratoires industriels.

2.2.2.1 Dureté Brinell

L'essai de Brinell a été découvert en 1901[20], cette échelle permet de mesurer la dureté des matériaux, par la compression d'une bille en acier sur le matériau que l'on désire tester.

L'essai Brinell est rapide et facile à mettre en œuvre, Le principe consiste à appliquer sur la surface du matériau une bille en matériau dur d'un certain diamètre avec une charge donnée. Après le retrait de l'indenteur, on mesure la taille de l'empreinte qui est équivalente à une calotte sphérique.

La dureté Brinell est notée par les deux lettres HB ou BH, le sigle complet est BHN pour Brinell Hardness Number [21,22].

L'expression simplifiée de la dureté Brinell est définie par :

$$HB = \frac{2F}{g \cdot \pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.2)$$

Avec :

F : Charge appliquée exprimée en N

D : Diamètre de la bille en mm

d : Diamètre de l'empreinte résiduelle exprimée également en mm

g : Accélération terrestre exprimée en $m \cdot s^{-2}$, elle est de l'ordre de 9,80665

La figure 2.2 présente le principe de la dureté Brinell.

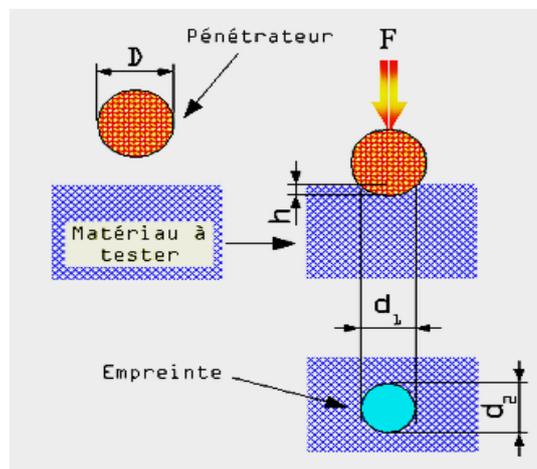


Figure 2.2 : Schéma du principe de la dureté Brinell

2.2.2.2 Dureté Vickers

La figure 2.3 présente le principe de l'essai de dureté Vickers. Il est identique à celui de l'essai Brinell. Seulement l'essai Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a la forme d'un carré. Après l'indentation, on mesure la moyenne des diagonales d_1 et d_2 de l'empreinte en microscopie optique [23].

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal réside durant la variation de la charge par l'obtention des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté. Comme inconvénient, l'essai est long à mettre en œuvre : polissage miroir d'une face (les rayures résiduelles ne doivent pas gêner la mesure des dimensions), temps de lecture (mesure des dimensions à la loupe graduée et vis micrométrique).

L'expression de la dureté VICKERS H_V est définie par [24]:

$$H_V = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \tag{2.3}$$

Par simplification, la relation (2.3) devient alors :

$$H_V = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2} \tag{2.4}$$

Où :

HV : Dureté Vickers

F : Force appliquée exprimée en N

d : La moyenne des diagonales de l'empreinte exprimée en mm

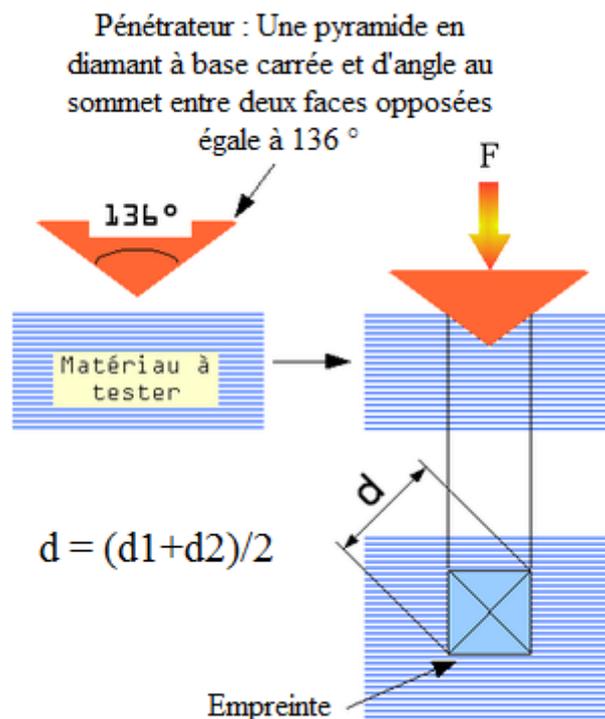


Figure 2.3 : Schéma du principe de la dureté Vickers [24]

2.2.2.3 Dureté Rockwell

L'essai de dureté Rockwell consiste à imprimer en deux temps dans la couche superficielle de la pièce à essayer, un pénétrateur qui peut être un cône ou une bille et mesurer l'accroissement rémanent de la profondeur de pénétration. Cet essai permet une lecture directe mais ne convient pas aux pièces moulées ou à gros grains.

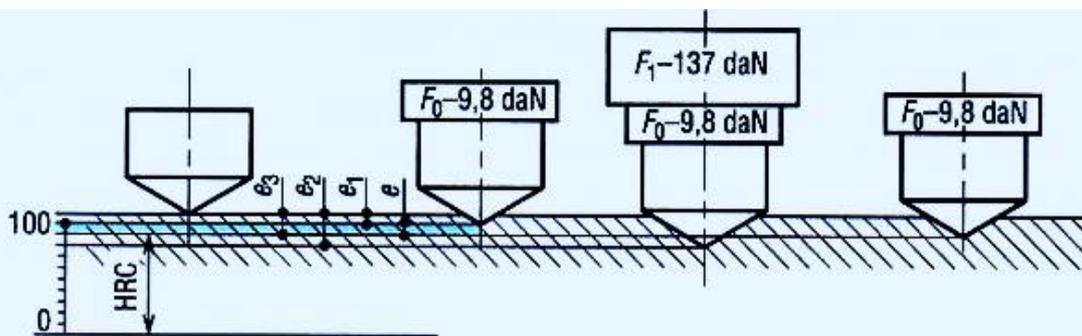
Il existe plusieurs essais de dureté Rockwell, les principaux étant les essais Rockwell HRC et les essais Rockwell HRB.

a) Dureté Rockwell HRC

La figure 2.4 montre le principe de dureté Rockwell. Il consiste à mesurer la profondeur de pénétration. Le pénétrateur a une forme conique diamanté de 120° et arrondi de 0,2 mm, La charge appliquée est de 1370N [25].

Plus précisément l'essai de dureté Rockwell HRC se réalise comme suit :

- On effectue un pré-chargement avec une force F_0 ;
- On applique une force supplémentaire F_1 puis on la relâche ;
- On regarde la profondeur que l'on a gagnée.



$$e = e_3 - e_1$$

$$1 \text{ division} = \frac{0,2}{100} = 0,002$$

$$HRC = (100 - e) = 100 - \frac{e_3 - e_1}{0,002} \text{ (mm)}$$

- F_0 = charge initiale (référence de la mesure)
- F_1 = surcharge
- F = charge totale
- e = accroissement rémanent de la profondeur de pénétration

Figure 2.4 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRC [25].

b) Dureté Rockwell HRB

La figure 2.5 montre le principe d'un essai de dureté Rockwell HRB. Il consiste à mesurer une profondeur de pénétration, le pénétrateur étant une bille en acier trempé de 1,5875 mm de diamètre. La charge appliquée est de 883 N. Seulement cette dureté HRB est égale à : $(130 - e)$ mm.

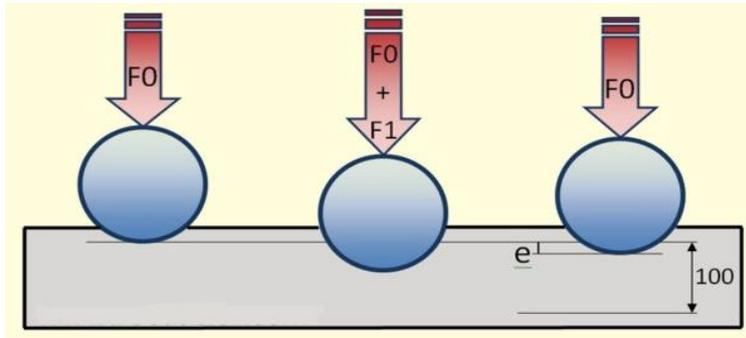


Figure 2.5 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRB [25]

2.2.2.4 Dureté Knoop

La figure 2.6 montre le principe de dureté Knoop. Le pénétrateur est en diamant de forme géométrique pyramidal à base losange. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de $172^{\circ}.30'$ et l'angle transversal est de 130° .

L'avantage du pénétrateur Knoop permet de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière [26]. La dureté Knoop HK s'exprime par le rapport de la charge appliquée F à la surface projetée A de l'empreinte :

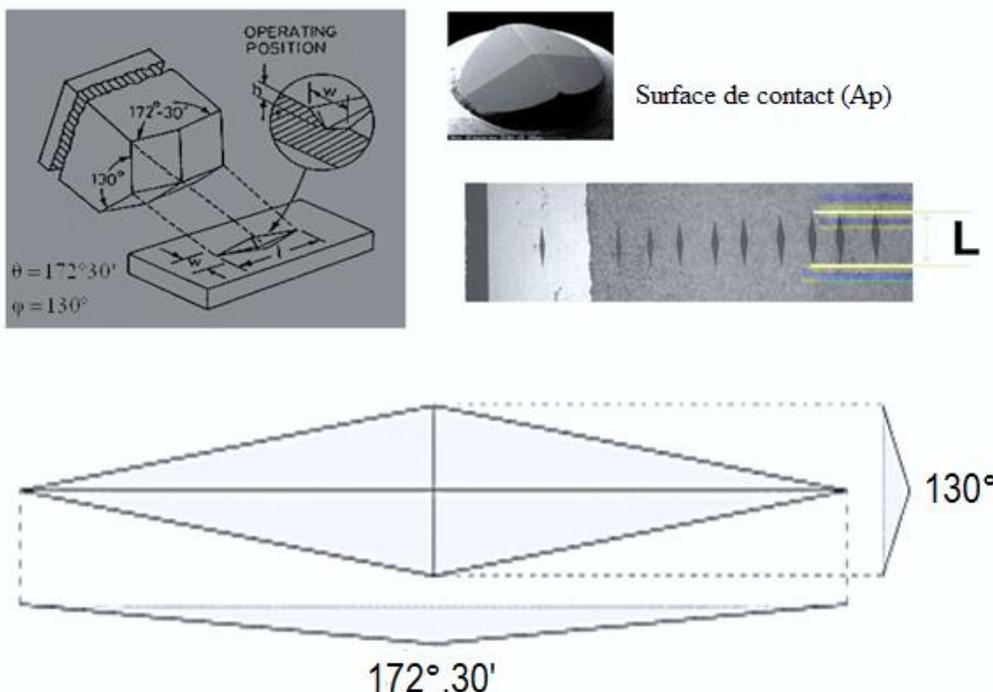


Figure 2.6 : Schéma du principe de la dureté Knoop HK [26].

Si on mesure la longueur et la largeur de l'empreinte à l'aide d'un microscope, la dureté Knoop HK est donnée par la formule suivante :

$$HK = \frac{F}{Ap} \tag{2.5}$$

$$HK = \frac{F}{L^2 \cdot \text{tg}\left(\frac{\phi}{2}\right) / 2 \cdot \text{tg}\left(\frac{\theta}{2}\right)} \tag{2.6}$$

La relation (2.6) devient donc :

$$HK = \frac{14,229 F}{L^2} \tag{2.7}$$

Avec :

F : la charge exprimée en kgf

L² : l'aire de l'empreinte exprimée en mm².

2.2.2.5 Dureté Berkovich

La dureté Berkovich est utilisée couramment dans les essais de nano-indentation, où la profondeur de l'empreinte peut se limiter à quelques dizaines de nanomètres. Le principe consiste à pénétrer dans le matériau à tester un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base triangulaire.

Les angles qui caractérisent la géométrie de l'indenteur Berkovich sont :

- Angle entre la hauteur de la pyramide et une de ses faces, cet angle est égal à 65.27°, soit environ 65.3°.
- Angle entre la hauteur et une arête de la pyramide, cet angle est égal à 76.9°.

La figure 2.7 montre la dureté Berkovich avec ses angles caractéristiques et les différentes empreintes obtenues après l'essai de nano-indentation.

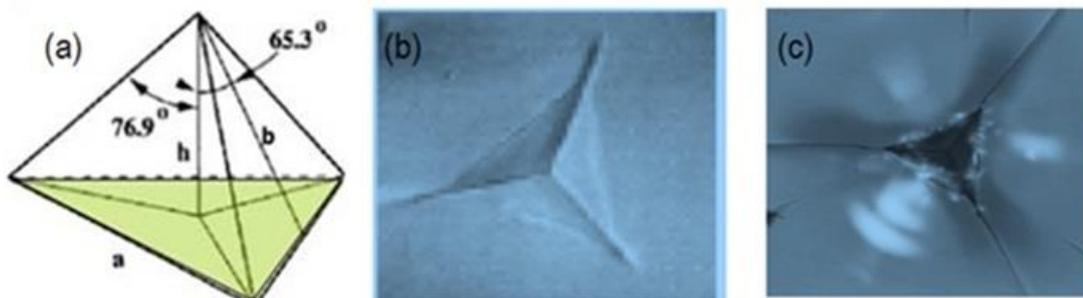


Figure 2.7 : Schéma représentatif la géométrie de l'indenteur Berkovich avec ses angles caractéristiques et des empreintes pyramidales à base triangulaire [27].

Le nombre de dureté Berkovitch HBch s’obtient par le rapport de la charge à la profondeur d’empreinte par la relation [25] :

$$HBch = \frac{P}{(4,95 d)^2} \tag{2.8}$$

2.2.2.6 Synthèse

Le tableau ci-dessous regroupe les définitions et le nombre de dureté des principaux essais de dureté par pénétration.

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 65,3°	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cône lors de l'indentation
Nombre de dureté	$HV = \frac{1854,5 \cdot P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$HK = \frac{14,228 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm HV en Kgf/mm²	P en Kgf, d et D en mm, HB en Kgf/mm²	L en mm, P en Kgf, HK en Kgf/mm²	P en mN, d en mm, H en GPa.	e = 0,002mm
Echelle de charge	Microdureté macrodureté	Macro dureté	Microdureté macrodureté	Nanodureté	Macro dureté

Tableau 2.1 : Principe et nombres de dureté des principaux essais

de dureté par pénétration [28].

2.3 Indentation instrumentée

2.3.1 Définition

L’indentation instrumentée est une technique utilisée pour déterminer la dureté et le module d’élasticité des matériaux en fonction de certains paramètres comme la charge, la température et le temps. Elle est employée pour étudier le comportement mécanique de différents matériaux tels que : le béton (BO, BAP, BAHP), les verres, (céramiques ou métalliques) et les composés intermétalliques [29]. ont été publiés sur l’étude du comportement de rupture dans la céramique [30,31], du comportement mécanique des couches minces [32-34] , des os [35], les efforts résiduels [36] et le comportement dans les polymères [37-40].

2.3.2 Technique et analyse

La technique d’indentation instrumentée permet de construire la courbe charge-pénétration de l’essai d’indentation. La phase de charge correspond la pénétration de l’indenteur et la phase de

décharge correspond au retrait de l'indenteur (fig.2.8). D'après cette figure, la courbe d'indentation permet d'obtenir des informations sur les propriétés élastiques et plastiques de matériaux [41]. Lors de la décharge, deux phénomènes peuvent être observés. Au début, tout le solide subit un retour élastique. En fonction des propriétés élasto-plastiques des matériaux, il est possible qu'une partie du solide indenté plastifie une nouvelle fois en décharge. Toutefois, la courbe de décharge donne surtout des informations sur l'élasticité du matériau [42].

2.3.3 Phases durant l'essai d'indentation

La figure 2.8 illustre un essai d'indentation Vickers qui, se décompose en trois phases :

- **Première phase (Chargement) :**
Une fois le contact établi, la charge augment progressivement, l'indenteur s'enfonce jusqu'à atteindre un seuil correspondant à un effort maximum ou un déplacement maximum.
- **Deuxième phase (Maintien) :**
La charge maximale est maintenue pendant la durée voulue.
- **Troisième phase (Déchargement) :**
La charge est progressivement diminuée jusqu'à l'annulation de celle-ci, c'est-à-dire la fin du contact entre l'indenteur et l'échantillon. Suivant le type d'essai, le chargement et le déchargement peuvent être contrôlés en effort ou en déplacement, de même que le seuil imposé en fin de chargement et lors du maintien peut être un effort ou un déplacement [43].

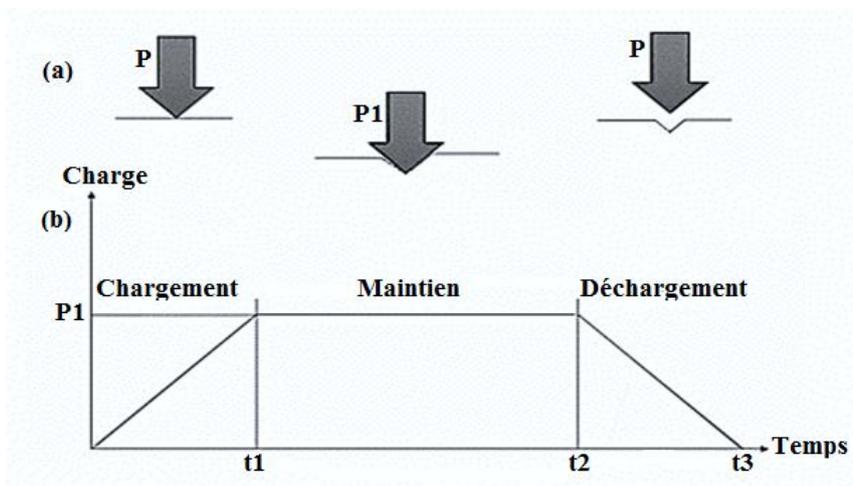


Figure 2.8 : Description d'un essai d'indentation à une vitesse de chargement et déchargement constante.

(a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière

(b) Charge en fonction du temps [43]

2.3.4 Séquences de l'indentation Vickers

La figure 2.9 présente les tests effectués sur un verre, les cycles de chargement et de déchargement d'un indenteur pointu peuvent être décrits comme suit:

(a) Début de chargement : L'indenteur pointu induit une zone de plasticité irréversible.

(b) Chargement critique : Pour une certaine charge critique, un ou plusieurs défauts à l'intérieur de la zone de déformation plastique deviennent instables initiant les fissures médianes. Celles-ci de forme circulaire évoluent sous l'indenteur suivant les plans contenant les diagonales de l'empreinte et l'axe de chargement.

(c) Croissance stable : Les fissures médianes se propagent de façon stable en fonction de la charge.

(d) Début de déchargement : les fissures médianes se ferment avec la diminution du champ élastique. Cependant, elles s'ouvrent simultanément, au niveau de la surface, sous l'effet des contraintes résiduelles.

(e) Effet des contraintes résiduelles : Les contraintes résiduelles devenant prédominants pendant le déchargement continuent à propager les fissures radiales et avant le déchargement complet elles initient des fissures latérales à la base de la zone de déformation. Celles-ci évoluent de façon circulaire parallèlement à la surface.

(f) Déchargement complet : Les deux systèmes continuent à se propager jusqu'à la fin du déchargement tendant vers une forme semi-circulaire [44,45].

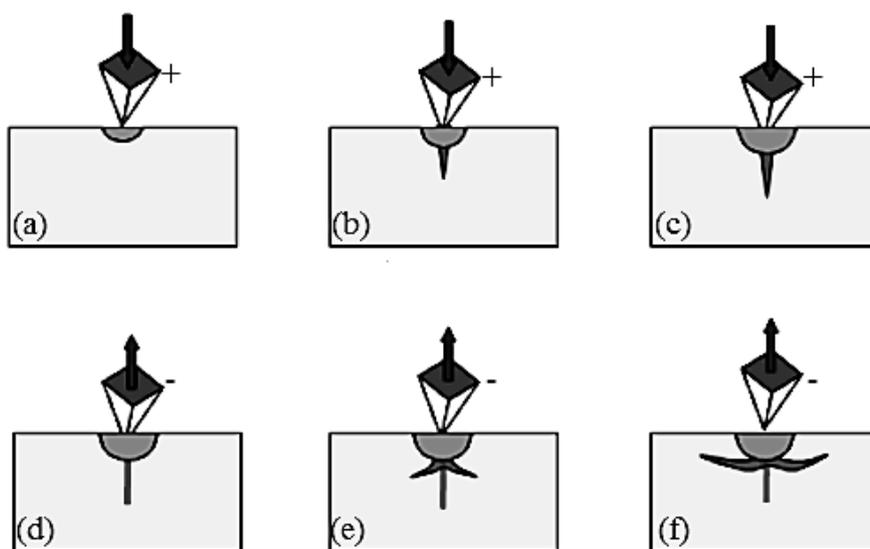


Figure 2.9: Représentation schématique des séquences et des systèmes de fissures d'un verre induits par indentation Vickers [44,45].

2.4 Caractérisation par indentation

2.4.1 Introduction

La caractérisation des propriétés mécaniques par indentation fait l'objet d'un intérêt scientifique important pour les matériaux fragiles tels que les céramiques et les verres.

La technique d'indentation est souvent un instrument de base largement répandu dans les laboratoires industriels et de recherches. Les différentes méthodes utilisées pour estimer la ténacité par indentation ont fait l'objet de nombreux travaux publiés. Les équations pour les matériaux fragiles utilisent la mesure des fissures formées par l'indenteur ou les décrochements, pop-in, observés sur la courbe charge-déplacement quand l'essai est instrumenté. Les différentes équations sont établies en comparant ces résultats à la ténacité obtenue par les essais d'indentation classique. Les méthodes utilisées en indentation permettent généralement de déterminer la ténacité K_{Ic} par indentation avec une incertitude pouvant aller jusqu'à $\pm 50\%$ [46]. La caractérisation des matériaux dépend de l'état de surface donc de la méthode de préparation (rodage et polissage) et des défauts produits par cette dernière.

La détermination de la ténacité par indentation nécessite un matériau avec une surface plane, polie et un équipement expérimental adéquat pour mesurer la taille des fissures formées.

De nombreuses relations ont été développées pour exprimer la ténacité en fonction du type de fissure. Ponton *et al.* [47-48] ont recensé les différents modèles existant à l'époque en fonction du type de fissures: Palmqvist (P), half-penny ou Médiane (M) (fig.2.10).

Souvent les fissures sont de type P pour les faibles charges appliquées (charges relatives en fonction de la ténacité du matériau) et deviennent du type M quand les charges augmentent.

La limite entre les deux types de fissure correspond à une valeur critique du rapport c/a . En règle générale, si $c/a \geq 2$, le modèle de fissuration est considéré être de type Médian (half-penny), et si $c/a < 2$, le modèle de fissuration est considéré comme étant de Palmqvist. Cependant pour d'autres auteurs la limite est $c/a = 2,5$ ou 3 [49-50].

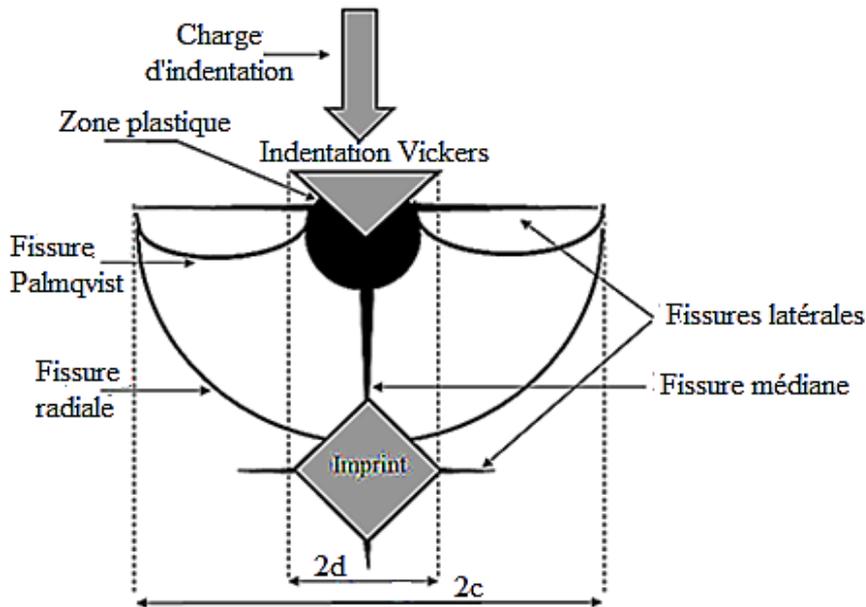


Figure 2.10 : Représentation schématique des systèmes de fissures induits par indentation Vickers

2.4.2 Nano-indentation

La technique nanoindentation a connu une grande évolution technologique depuis plus d'un siècle, depuis les premiers essais réalisés par Brinell permettant de définir la notion de dureté jusqu'à aujourd'hui. Cette technique d'indentation instrumentée, permet de déterminer des propriétés mécaniques locales des matériaux à l'échelle nanométrique.

Elle peut appliquer une force normale comprise entre 0,3mN et 500mN aux matériaux massifs, aux revêtements et aux couches minces.

En effet, le principe de nano-indentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie pyramidale à base triangulaire dans le but d'obtenir ses propriétés élasto-plastiques d'un matériau (fig.2.11).

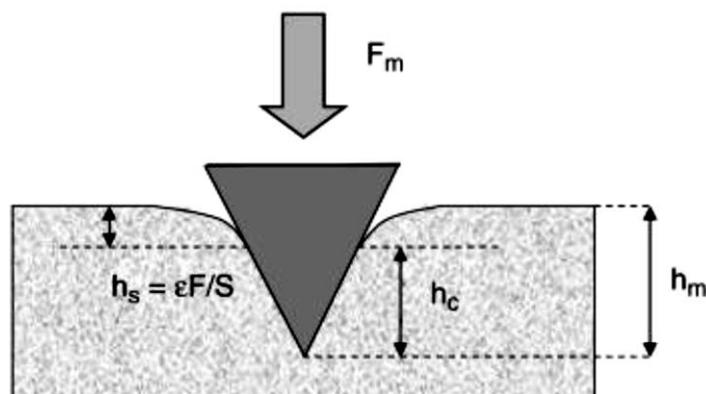


Figure 2.11 : Schéma représentatif le contact entre un indenteur et un échantillon [1].

2.4.3 Méthodes d'estimation de la ténacité K_{IC}

2.4.3.1 Introduction

L'allégement des dispositifs optiques ainsi que la synthèse et mise en forme de nouveaux matériaux nécessitent des techniques de caractérisation performantes, capables d'estimer les propriétés mécaniques telles que la ténacité. La ténacité d'un matériau, K_{IC} est définie par sa résistance à la propagation brutale de fissures [61]. Les premières études portant sur l'effet des imperfections de la structure sur la réponse mécanique des matériaux datent du XIX^{ème} siècle. En 1892, Larmor [61] évalue l'influence des défauts et de la porosité sur la résistance mécanique des matériaux. Plus tard, Griffith [62] tient compte de l'existence des défauts et de leur géométrie sur la résistance à rupture des matériaux fragiles et développe la théorie de la mécanique de la rupture, théorie adaptée ensuite par Irwin pour les matériaux ductiles [63]. A partir de ce moment la connaissance de la ténacité des matériaux, exprimée par le facteur d'intensité de contraintes critiques K_{IC} , est considéré comme un paramètre clé permettant de prévoir la rupture des matériaux.

La ténacité est souvent obtenue au travers d'essais de traction ou de flexion normalisés en utilisant des éprouvettes standards [64]. Quand les contraintes dues à la géométrie des échantillons ou des pièces sont sévères, l'essai d'indentation représente une des seules alternatives capable d'obtenir la ténacité, K_{IC} .

2.4.3.2 Méthodes nécessitant la mesure de la longueur des fissures

Palmqvist fut le premier à utiliser l'essai d'indentation (Vickers) pour déterminer un paramètre de ténacité des matériaux. Il établit un rapport entre la ténacité K_{Ic} , d'un matériau et le travail nécessaire pour produire sa fissuration. A partir d'une charge critique, la longueur des fissures (c) est directement reliée à la charge appliquée (F) [5]. La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** 2.a) représente une indentation de demi-diagonale a et demi-longueur des fissures c .

La morphologie des fissures varie en fonction de la géométrie de l'indenteur et de la nature du matériau, elles peuvent être de type cône, Palmqvist, Médian, Latéral, ou Half Penny (5.b).

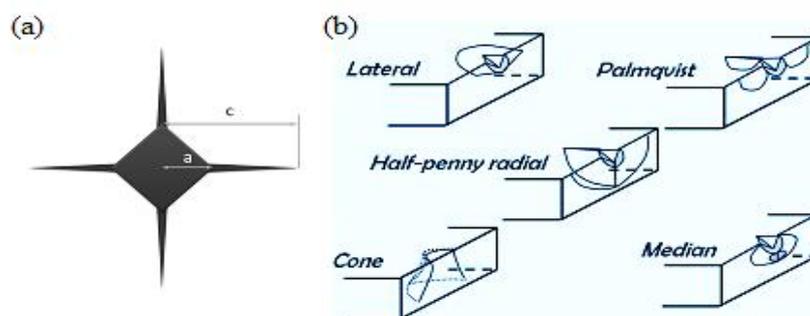


Figure 2.12 : Représentation d'une indentation sur un matériau fragile (a) avec une demi-diagonale d'empreinte a et une demi-longueur des fissures (b) différents types de fissures d'après [68]

a) Méthode classique

Actuellement, l'équation la plus utilisée pour le calcul de K_C est celle proposée par Anstis *et al.* [69,70]. Cette formule a été établie par comparaison entre les résultats de l'indentation et des méthodes classiques de mécanique de la rupture. Anstis *et al.* ont établis cette équation pour 16 matériaux différents avec des valeurs de ténacité comprises entre 0,74 et 12 MPa.m^{1/2}.

$$K_c = \chi \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.21)$$

Où,

χ : une constante adimensionnelle qui dépend de la géométrie de la fissure et de la forme de l'indenteur [71,72],

HV la dureté Vickers et E le module d'élasticité exprimés en MPa .

Pour un indenteur Vickers et une fissure de type Half Penny, la constante χ est égale à 0,016±0,004, ce qui suppose une incertitude de ± 25% dans le calcul de la ténacité par indentation.

Pour que la méthode soit correctement utilisée les fissures doivent être suffisamment développées, ($c \geq 2a$) [73].

Gong [74], attribue en partie cette incertitude au fait que la dureté varie avec charge appliquée.

Il montre au contraire que le rapport $a^2/c^{-3/2}$ ne dépend pas de la charge, et il substitue la force (P) par la demi-diagonale de l'empreinte et l'équation **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** devient :

$$K_c = 0,016 \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{a^2}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.22)$$

b) Méthode utilisant le rapport W_t/W_e

De nombreuses études montrent l'existence d'un rapport entre les énergies de déformation totales (W_t) et élastiques (W_e), le module d'élasticité réduit

(($E_r = E/(1-\nu^2)$)) et la dureté du matériau (H) [75,76]. Pour cette méthode, la relation équivalente est donnée par :

$$\frac{W_e}{W_t} = k^{-1} \frac{H}{E_r} \quad (2.23)$$

Avec, W_t : l'aire totale sous la courbe force-déplacement d'un essai d'indentation instrumenté
 W_e : l'aire sous la courbe de décharge qui correspond à l'énergie de déformation élastique.
 L'aire W_t est la somme de l'énergie de déformation élastique (W_e) et de l'énergie de déformation plastique (W_p) (fig.2.13).

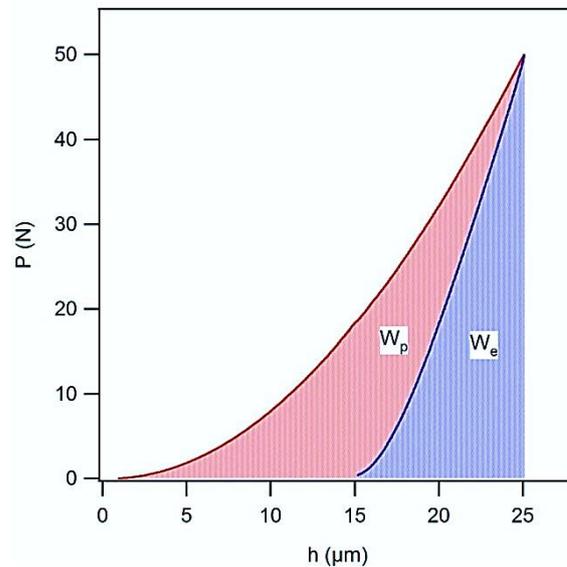


Figure 2.13 : Définition des énergies de déformation élastique (W_e) et plastique (W_p) en indentation instrumentée pour un matériau [75,76].

Cette méthode représente l'avantage de ne pas utiliser la dureté qui dépend de la charge comme l'a fait remarquer Gong, mais aussi d'utiliser des paramètres expérimentaux plus robustes et faciles à mesurer si l'expérimentateur possède une machine d'indentation instrumentée.

Ainsi, en utilisant ces énergies, la formule d'Antis *et al.* devient alors :

$$K_c = \lambda \left(\frac{W_t}{W_e} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.24)$$

Avec

λ : une constante égale à $(1-\nu^2) \cdot \chi \cdot k^{-1/2}$ et voisine de 0,0690 pour une pointe coin de cube [77] et de 0,0498 pour une pointe Vickers [78].

2.5 Indentation pour déterminer la ténacité interfaciale

2.5.1 Introduction

L'essai d'indentation inter-faciale a montré avec succès son utilité pour la caractérisation de l'adhérence d'un couple substrat/revêtement. Cet essai, simple de mise en œuvre, ne nécessite

que l'utilisation d'un appareil de chargement en indentation. Lesage et al. [79] au laboratoire ont étudié l'adhérence de revêtements de carbure de chrome à liant nickel-chrome déposés par projection thermique sur divers substrats métalliques. Pour caractériser l'adhérence, ils ont proposé la définition d'une charge critique d'indentation nécessaire à l'amorçage d'une fissure à l'interface. Cette charge est définie à partir des graphes de fissuration, longueur de fissure en fonction de la charge appliquée en représentation bi- logarithmique, comme étant l'intersection des droites de fissuration avec la droite de dureté apparente (demi-diagonale d'empreinte en fonction de la charge).

2.5.2 Principe de l'essai d'indentation interfaciale

Le but de l'essai d'indentation interfaciale est de provoquer la décohésion du revêtement de son substrat par la création d'une fissure, que l'on peut mesurer, à l'interface. Pour cela, l'indentation peut être réalisée soit sur le revêtement à la surface de l'échantillon [80], soit dans le substrat au voisinage de l'interface sur une section droite de l'échantillon [81], soit encore directement à l'interface substrat / revêtement sur une section droite de l'éprouvette [82, 83]. La figure 2.14 représente schématiquement cette dernière méthode en montrant la position de l'empreinte réalisée à l'aide d'un pénétrateur Déformations différées, ténacité et adhérence des bétons autoplaçants à hautes performances 65 pyramidal Vickers. La fissure générée dans le plan de l'interface est de forme semi-circulaire comme l'ont montré les travaux d'Ostojic [84] confirmés par Choulier [83] et Démarécaux [85]. Du point de vue expérimental, pour chaque charge d'indentation et pour chaque épaisseur du revêtement, on effectue une série d'indentations pour conduire à une valeur moyenne des paramètres géométriques où d est la diagonale d'empreinte pour laquelle les indices représentent soit le substrat (S), soit le revêtement (R) ou encore l'interface (i), « l » est la longueur de la fissure mesurée dans le plan de l'interface à partir de l'extrémité de l'empreinte et a , celle mesurée à partir du centre.

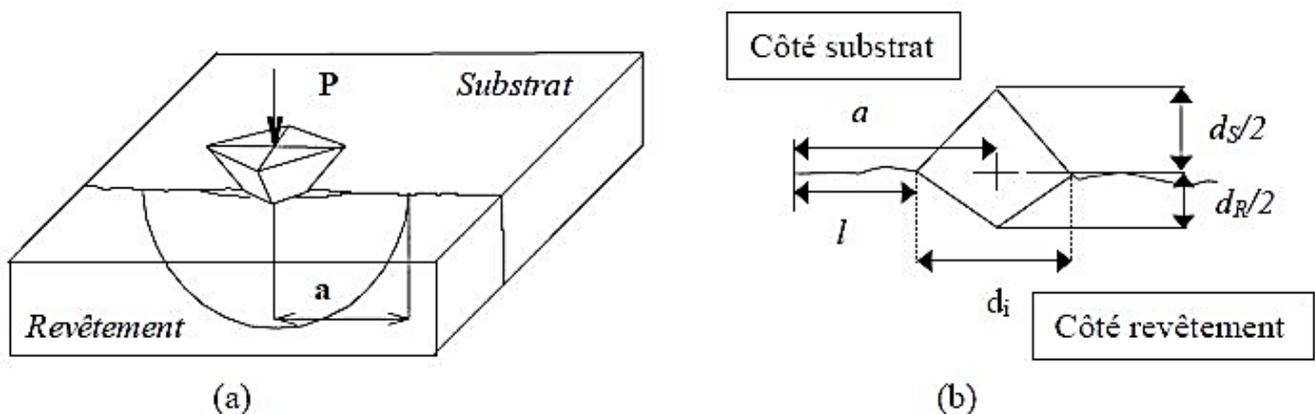


Figure 2.14: (a) Principe de l'essai d'indentation inter-faciale et (b) caractéristiques géométriques déduites de l'essai.

De manière générale, les fissures sont toujours localisées à l'interface pour les faibles charges d'indentation (figure 2.15.a). Pour des charges plus élevées, on peut observer des bifurcations de la fissure dans le revêtement (figure 2.15.b) ou l'apparition d'une fissure secondaire à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement et dirigée vers l'extrême surface (figure 2.15.c). Ces changements du régime de fissuration sont en relation avec l'épaisseur du revêtement et l'état de contraintes résiduelles mais aussi avec les propriétés élasto- plastiques du substrat et du revêtement.

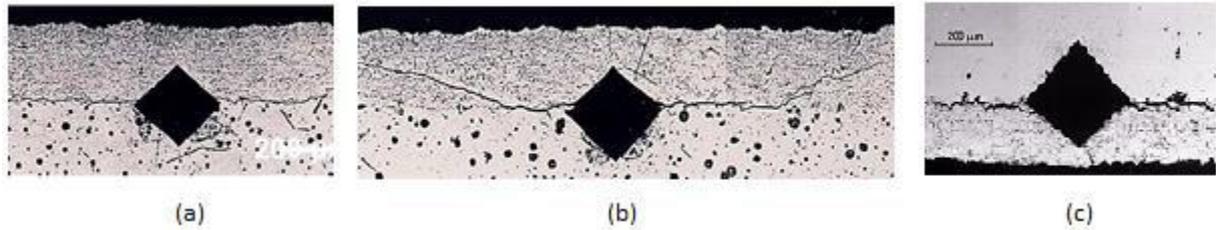


Figure 2.15 : Exemple de fissures générées par l'essai d'indentation interfaciale : (a) fissure localisée à l'interface, (b) bifurcation de la fissure dans le revêtement et (c) apparition d'une fissure secondaire à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement [89].

Déformations différées, ténacité et adhérence des bétons autoplaçants à hautes performances 66
 D'un simple point de vue expérimental, lorsqu'on examine la relation entre la longueur de fissure (a) et la charge d'indentation appliquée (P) on observe une loi de type exponentielle qui ne permet pas directement d'être exploitée. Par contre, en coordonnées bi-logarithmiques, les résultats s'alignent (fig 2.16) sur une droite qui change de pente lorsque le régime de fissuration change.

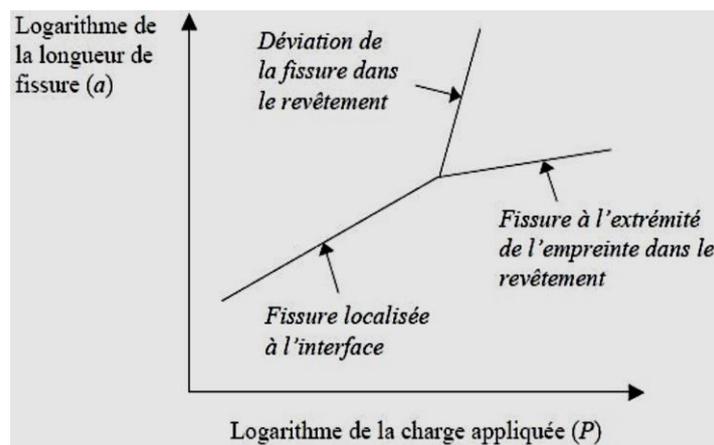


Figure 2.16 : Représentation schématique $\ln a - \ln P$ en fonction du régime de fissuration.

On observera que la pente augmente lorsque la fissure dévie dans le revêtement. Ce phénomène est expliqué par les contraintes développées par l'indentation et par la rupture cohésive de la

couche et finalement par une propagation de la fissure accélérée. Lorsque la fissure apparaît à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement, la pente diminue. Une partie de l'énergie d'indentation est utilisée pour la fissuration secondaire et par conséquent n'est plus disponible pour la fissuration à l'interface. La longueur de fissure (a), mesurée à partir du centre de l'empreinte, est égale à la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte (l) à laquelle on ajoute la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte mesurée à l'interface ($d_i/2$). Dans ces conditions, la charge critique d'amorçage est celle pour laquelle la longueur de fissure se réduit à la demi-diagonale de l'empreinte au point d'intersection des droites. Il est donc judicieux de représenter sur le même graphe de fissuration, cette demi-diagonale en fonction de la charge appliquée. Cette relation est linéaire en coordonnées bi-logarithmiques. Elle est appelée «Droite de dureté apparente» car elle correspond à la relation entre P et a comme le prévoit la relation de dureté de Meyer [87]. La figure 2.17 montre schématiquement une droite de fissuration à laquelle est associée sa droite de dureté apparente.

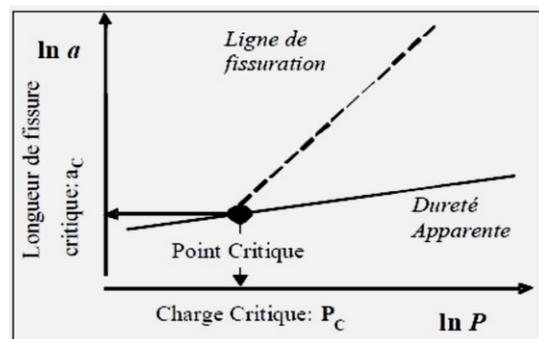


Figure 2.17: Représentation schématique d'une droite de fissuration et de la droite de dureté apparente associée

L'intérêt d'une telle représentation est de mettre en évidence un point de concours de telle sorte que pour des charges plus faibles on ne mesure que la demi-diagonale d'empreinte, c'est à dire qu'aucune fissure n'est observée à l'interface. Par contre, au-delà de cette charge, on observe une fissure puisque à la demi-diagonale s'ajoute la longueur de fissure mesurée à l'extrémité de l'empreinte. Ce point de concours

peut donc être défini comme un point critique correspondant à l'amorçage de la fissure. La charge critique, ainsi définie, rend compte de la possibilité de rompre les liaisons entre le revêtement et le substrat et peut ainsi être considérée comme représentative de l'adhérence. Comme les essais d'indentation sont utilisés pour déterminer la ténacité sur matériaux fragiles, Araujo [45] propose de relier cette charge critique (PC) à une ténacité apparente d'interface

(K_{ca}) nommée ainsi puisqu'il s'agit d'un couple de matériaux et non d'un matériau massif. C'est cette ténacité d'interface qui est considérée comme un critère caractéristique de l'adhérence du couple substrat/revêtement.

2.5.3 Définition de la ténacité apparente d'interface

Sur la base des travaux originaux de Palmqvist [89], plusieurs auteurs ont tenté de définir aussi bien une énergie de fissuration G_c [82] qu'une ténacité d'interface K_c [81] à partir des résultats de l'essai d'indentation interfaciale. Déduits de considérations empiriques ou théoriques basées sur les concepts de la mécanique linéaire à la rupture, les modèles proposés impliquent un rapport ($P/c^{3/2}$) qui doit être constant quel que soit le couple substrat/ revêtement. Les relations sont suffisamment proches pour que les auteurs puissent adopter la relation moyenne suivante :

obtenue en considérant la forme la plus simple du rapport module d'Young / dureté ($(E/H)^{1/2}$) et en retenant le coefficient moyen 0,015. On peut noter que la relation (2.22) est, dans ces conditions, très proche des relations proposées par Lawn [90] et Anstis [69]. Ce modèle peut s'appliquer directement. Cependant, l'utilisation de la charge critique d'indentation apporte un intérêt supplémentaire puisque le point critique est situé sur la droite de dureté apparente :

$$H_i = 1,8544.P_c/(2a_c)^2 \quad \Rightarrow \quad P_c = (2ac)^2.H_i / (1,8544) \quad (2.25)$$

En remplaçant P_C par sa valeur dans la relation (2.22), on obtient :

$$K_{ca} = 0,0183. (E. H)^{0,5} . \sqrt{\pi a_c} \quad (2.26)$$

qui présente la forme bien connue : $Kca = a\sigma\sqrt{\pi a}$ (2.27)

Dans le but d'établir un modèle, Lesage et Chicot [91] considère que l'interface se comporte localement comme un matériau homogène dont les propriétés élastique et plastique résulteraient des contributions respectives du revêtement et du substrat. Ceci peut être obtenu en considérant une largeur fictive de l'empreinte et un rayon fictif de la zone plastique développée autour de l'empreinte calculée à partir de ceux du substrat et du revêtement. La figure 2.18 présente schématiquement les caractéristiques géométriques retenues pour l'établissement du modèle.

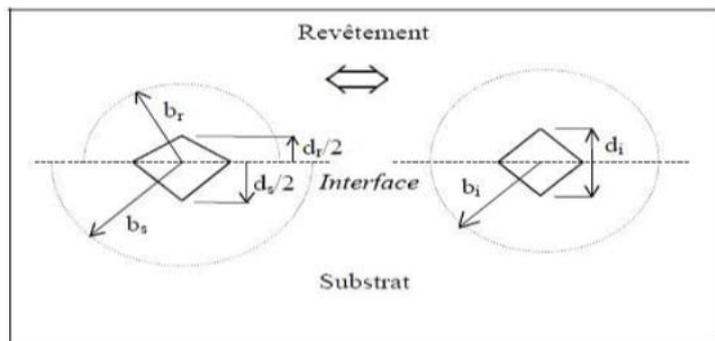


Figure 2.18: Schématisation géométrique d'une empreinte d'indentation à l'interface.

2.6 Conclusion

L'indentation est devenue un outil attractif pour la caractérisation et analyse des propriétés mécaniques des différents matériaux, où la ténacité K_{IC} , la dureté et le module d'Young sont obtenus aux moyens d'essais instrumentés en nano et macro indentation en utilisant des indenteurs Vickers, Berkovich ou coin de cube.

Généralement, la technique d'indentation est utilisée pour estimer la ténacité, par différentes méthodes basées sur la mesure de la longueur des fissures en fonction des contraintes appliquées sur le matériau. Cette dernière peut être modifiée en remplaçant le rapport du module d'Young sur la dureté par celui de l'énergie de déformation élastique sur l'énergie totale.

2.7 Références bibliographiques

- [1] E. Barthel, D. Chicot, J.P. Guin, E. Le Bourhis, G. Mauvoisin, "L'indentation : un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux," Commission thématique Indentation France, SF2M, 2014.
- [2] A.Iost, "Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation," *Revue. Métal*, Vol.110, pp.215-233, 2013.
- [3] GD. Quinn, RC. Bradt, "On the Vickers indentation fracture toughness test," *J. A. Cer.Soc*, Vol. 90, pp.673-680, 2007.
- [4] R.Morrell, "Fracture toughness testing for advanced technical ceramics: internationally agreed good practice," *A. Ap. Cer*, Vol.105, pp.88-89, 2006.
- [5] S.Palmqvist, "A method to determine the toughness of brittle materials, especially hard materials," *Jernkontorets. Ann*. Vol.141, p.303, 1957.
- [6] B.R.Lawn, M.V. Swain, "Micro fracture beneath point indentations in brittle solids," *J. Mat.Sci*, Vol.10: pp.113, 1975.
- [7] BR.Lawn, DB.Marshall, "Hardness, toughness and brittleness indentation analysis," *J. A .Cer .Soc*, Vol.62, pp.347-50, 1979.
- [8] A.G. Evans, T.R. Wilshaw, "Quasi-static solid particle damage in brittle solids," *Acta Metall*, Vol.24, pp.939, 1976.
- [9] M. V. Swain, J.T.Hagan, J.E.Field, "Determination of the surface residual stresses in tempered glasses by indentation fracture mechanics indentation," *J. Mater. Sci*, Vol. 12, pp. 1914-1917, 1977.
- [10] F. Petit, A. C.Sartieaux, M. Gonon, F. Cambier, "Fracture toughness and residual stress measurements in tempered glass by indentation," *Acta. Materialia*, Vol.55, pp.2765-2774, 2007.
- [11] M.J.Reece, F. Guiu, "Repeated indentation method for studying cyclic fatigue in ceramics," *J. A .Cer .Soc*, Vol 73, N°4, pp.1004-1013, 1990.
- [12] S.R.Vaughan, F.Guiu, "Indentation fatigue of alumina," *J.Mater.Sci.Let*, Vol .6, pp.689-691, 1987.
- [13] S. R. Choi, J. A. Salem, "Cyclic fatigue of brittle materials with an indentation-induced flaw system," *Materials.Science and Engineering.Letters*, Vol. 208, Issue 1, pp.126-130, 1996.
- [14] A.Duszová, P. Hvizdoš, F. Lofaj, L. Major, J.Dusza, J. Morgiel. "Indentation fatigue of WC-Co cemented carbides," *Inter. Journal of refractory metals and hard. Materials*, Vol. 41, pp.229-235, 2013.
- [15] T. A. Michalske, J. E. Houston, "Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contacts," *Acta Materialia*, Vol. 46, N°. 2, p. 391, 1998.

- [16] C.Tomas, J. C. Girard, V. Audurier, J. Woirgard, "Study of the low stress plasticity in single-crystal MgO by nanoindentation and atomic force microscopy," *Journal of Materials Science*, Vol. 34, N°. 21, p. 5337, 1999.
- [17] D. F. Bahr, D. E. Kramer, W. W. Gerberich, "Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation," *Acta Materialia*, Vol. 46, N°. 10, p. 3605, 1998.
- [18] Y. L. Chiu , A. H. W. Ngan, "Time-dependent characteristics of incipient plasticity in nanoindentation of a Ni₃Al single crystal," *Acta Materialia*, vol.50, N°.6, p.1599, 2002.
- [19] W. W. Gerberich, S. Venkataraman, H. Huang, S. E. Harvey, D. L. Kohlstedt, "The injection of plasticity by millinewton contacts," *Acta Metallurgica Et Materialia*, Vol. 43, N°. 4, p. 1569, 1995.
- [20] J. Brinell, "Mémoire sur les épreuves à bille en acier," Presented at the Congrès International des Méthodes d'Essai des Matériaux de Construction, Paris, p. 83-94, 1901.
- [21] D. Tabor, "The Hardness of Metals," Clarendon Press Oxford, 1951.
- [22] D. François, "Essais mécaniques des métaux : Essais de dureté," *Technique de l'ingénieur*.
- [23] P. Kempe, "Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé Colloque, SF2M Section-Ouest," *Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion*, Angers, 16 et 17 mars 2005.
- [24] Y. T. Cheng, C.M. Cheng, "Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation," *Ap.phy. Let*, Vol.73, N°.5, p.614, 1998.
- [25] P.L.Larsson, A.E.Giannakopoulos, E.Söderlund, D.J.Rowcliffe., R. Vestergaard, "Analysis of Berkovich Indentation," *Int. Jour. Solids Structures*, Vol. 33, N°.2, pp. 221- 248, 1996.
- [26] JR. Tuck, AM. Korsunsky, SJ. Bull, R. Davidson, "On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation," *Surface and coatings technology*, Vol.137, N°.2, pp.217-224, 2001.
- [27] D. Chicot, A. Pertuz, "Indentation Vickers et Knoop, conversion des duretés," B.P. 179-59653 France-Nice, pp. 1-5, 2003.
- [28] A.Pertuz, "Indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : dureté ; ténacités et adhérence," Thèse de Doctorat, Université de Lille 1 (France), 2003.
- [29] M.R. Vankandingham, "Review of instrumented indentation," *Jour .Res . Nat.Ins.Stand.Tech.*, Vol.108, N°.4, pp.249-265, 2003.
- [30] D.R. Clarke, R. Tandon, "Factors affecting the fracture resistance of silicon nitride ceramics," *Mater. Sci. Eng., A* 195, p.207, 1995.
- [31] G.M. Pharr, "Measurement of mechanical properties by ultra-load indentation," *Mater. Sci. Eng., A* 253 (1-2), p.151, 1998.
- [32] T.Y. Tsui, G.M. Pharr, "Substrate effects on nano-indentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates," *J. Mater. Res*, Vol.14, N°.1, p.292, 1999.

- [33] N.Huber,W.D.Nix and H.Gao,“Identification of elastic-plastic material parameters from pyramidal indentation of thin films,”*Proc. Roy. Soc. London.*, Vol.458, Issue.2023, p.1593, 2002.
- [34] R. Saha , W. D. Nix, “Effects of the substrate o the determination of thin film mechanical properties by nano-indentation,” *Acta Mater*, Vol.50, N°.1, p.23, 2002.
- [35] Z. Fan, J. G. Swadener, J. Y. Rho, M. E. Roy, and G. M. Pharr., “Anisotropic properties of humaintibial cortical bone as measured by nano-indentation,” *J. Orthopaed. Res.*, Vol.20, N°.4, p.806, 2002.
- [36] J.G. Swadener, B. Taljat, G.M. Pharr., “Measurement of residuel stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters,” *J. Mater. Res.*, Vol.16, N°.7, p.2091, 2001.
- [37] S.A.S Asif , J.B. Pethica, “Nano-scale indentation creep testing at no ambient temperature,” *J. Adhesion.*, Vol.67, N°.4, p.153, 1998.
- [38] S.A.S Asif , J.B. Pethica, “Nano-indentation creep of single crystal tungsten and gallium arsenide,” *Phil. Mag, A* 76, N°6, p.1105, 1997.
- [39] B.N. Lucas, W.C. Oliver, “Indentation power-Law creep of high-purity indium,” *Metall. Mater. Trans.*, A 30, N°.3, p.601, 1999.
- [40] B. J. Briscoe, L. Fiori, and E. Pelillo., “Nano-indentation of polymeric surfaces,”*J.Appl. Phys.*, Vol.31, N°.19, p.2395, 1998.
- [41] J.L. Loubet, J.M. Georges, G. Meille., “Vickers indentation curves of elastoplastic materials. ‘Microindentation techniques in Material Science and Engineering,’ ASTM STP889, P.J. Blan and B.R. Lawn, Eds, Amer.Soc, Test and Mater, Philadelphia, p.72, 1986.
- [42] K.L. Johnson., “Contact Mechanics,” Cambridge University Press., p.452, 1987.
- [43] B.Cédric, “Indentation et rhéologie de verres inorganique de 20 à 700°C,” Thèse de Doctorat, Université de Rennes I, 2006.
- [44] V.LE Houerou, “Rayabilité des verres silico-sodo-calciques,” Thèse de doctorat, Université de Rennes1, 2005.
- [45] K.Vincent, “Contribution à l’étude des mécanismes de déformation et de fissuration des verres,” Mémoire pour l’obtention de l’Habilitation à diriger des recherches, Volume1 : Présentation de l’activité scientifique, Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l’Université de Rennes I, 2008.
- [46] G.A.Gogotsi, “Criteria of fracture (edge chipping and fracture toughness tests),” *Ceram. Int.*, Vol.39, pp.3293-3300, 2012.
- [47] C.B.Ponton, R.D.Rawlings, “Vickers indentation fracture toughness test Part 1: Review of literature and formulation of standardized indentation toughness equations,” *Mater. Sci. Tech.*, 5: pp.865–872, 1989.

- [48] C.B.Ponton, R.D.Rawlings, "Vickers indentation fracture toughness test Part 2: Application and critical evaluation of standardized indentation toughness equations," *Mater. Sci. Tech.*, Vol.5, pp.961–976, 1989.
- [49] K.K.Banzai, P.N.Kotru, "Fracture mechanics, cracks propagation and micro hardness studies on flux grown ErAlO_3 , single crystals," *Mater. Sci. Tech.*, Vol.16, pp.405–410, 2000.
- [50] D.G. Bhat, "Comment on elastic/plastic indentation damage in ceramics: The median/radial crack system," *J. A, Cer, Soc*, Vol.64, C165-C-166, 1981.
- [60] J. Larmor, "The influence of flaws and air-cavities on the strength of materials," *Philos. Mag. Ser. 5*, Vol. 33, N°. 200, pp. 70–78, 1892.
- [61] M. Buijs and K. K. Houten, "A model for lapping of glass," *J. Mater. Sci.*, Vol. 28, N°.11, pp. 3014–3020, 1993.
- [62] A. A. Griffith, "The Phenomena of Rupture and Flow in Solids," *Philos. Trans. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, Vol.221, N°.582–593, pp. 163–198, 1921.
- [63] G. R. Irwin, "Plastic zone near a crack and fracture toughness," Presented at the Seventh Sagamore conference, Syracuse University Research Institute, Vol. 4, pp. 63–76, 1960.
- [64] J. E. Srawley, "Wide range stress intensity factor expressions for ASTM E 399 standard fracture toughness specimens," *Int. J. Fract.*, Vol. 12, N°.3, pp. 475–476, 1976.
- [65] S. Palmqvist, "The work for the formation of a crack during Vickers indentation as a measure of the toughness of hard metals," *Arch Eisenhuettenwes*, Vol. 33, pp. 629–663, 1962.
- [68] J. Chen, "Energy based models to determine fracture toughness of thin coated systems by nano-indentation," PHD thesis, Newcastle University, Newcastle, 2006.
- [69] G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn, and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements," *J. A. Cer. Soc.*, Vol. 64, N°.9, pp. 533–538, 1981.
- [70] P. Chantikul, G. R. Anstis, B. R. Lawn, and D. B. Marshall, "A Critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, Strength Method," *J.A. Cer. Soc.*, Vol. 64, N°.9, pp. 539–543, 1981.
- [71] N. Cuadrado, D. Casellas, M. Anglada, and E. Jiménez-Piqué, "Evaluation of fracture toughness of small volumes by means of cube-corner nanoindentation," *Scr. Mater.*, vol. 66, N°.9, pp. 670–673, 2012.
- [72] D. S. Harding, W. C. Oliver, and G. M. Pharr, "Cracking During Nano-indentation and its Use in the Measurement of Fracture Toughness," in *Symposium B2 – Thin Films: Stresses and Mechanical Properties*, Vol. 356, pp. 663–683, 1994.
- [73] M. T. Laugier, "New formula for indentation toughness in ceramics," *J. Mater. Sci. Lett.*, Vol. 6, N°.3, pp. 355–356, 1987.

- [74] J. Gong, "Determining indentation toughness by incorporating true hardness into fracture mechanics equations," *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol. 19, N° 8, pp. 1585–1592, 1999.
- [75] J. Malzbender, "Comment on the determination of mechanical properties from the energy dissipated during indentation," *J. Mater. Res.*, Vol. 20, N° 5, pp. 1090–1092, 2005.
- [76] J. Chen, S. J. Bull, "Relation between the ratio of elastic work to the total work of indentation and the ratio of hardness to Young's modulus for a perfect conical tip," *J. Mater. Res.*, Vol. 24, N° 3, pp. 590–598, 2009.
- [77] T. Zhang, Y. Feng, R. Yang, P. Jiang, "A method to determine fracture toughness using cube-corner indentation," *Sc. Mater.*, Vol. 62, N° 4, pp. 199–201, 2010.
- [78] Y. Feng, T. Zhang, R. Yang, "A Work Approach to Determine Vickers Indentation Fracture Toughness," *J. A. Cer. Soc.*, Vol. 94, N° 2, pp. 332–335, 2011.
- [79] J. Lesage, P. Démarécaux, O. Bartier, G. Mesmacque, "Détermination de l'adhérence de revêtements par le test d'indentation interfaciale". *La Revue de Métallurgie, CIT / Science et Génie des Matériaux*, Déc., 1993, pp 1655-1663.
- [80] J.B. Davis, H.C. Cao, G. Bao, A.G. Evans, "The fracture energy of interfaces : an elastic indentation technique". *Acta Metallurgica Materiala* 39, n° 5 (1991) 1019.
- [81] J. Colombon, B. Capelle, "Optimisation des procédés de dépôt plasma vis-à-vis de l'adhérence". *Contraintes résiduelles et Nouvelles technologies, Recueil de conférences, Edition du CETIM* (1990) 99.
- [82] C. Richard, J. Lu, J.F. Flavenot, G. Béranger, "Revêtements NiCrAlY projetés par plasma. Effet des contraintes résiduelles sur la ténacité à l'interface". *CETIM Informations*, N120 (1991) 67.
- [83] D. Choulier, "Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface". Thèse de doctorat, Université de Compiègne (décembre 1989).
- [84] P. Ostojic, R. Mc Pherson, "Indentation toughness testing of plasma sprayed coatings". *Mat. Forum*, 10, n° 4 (1987) 247.
- [85] P. Démarécaux, "Adhérence et propriétés tribologiques de revêtement obtenus par projection thermique hypersonique". Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Janvier 1995.
- [86] D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, "Mesure de la ténacité apparente d'interface par l'essai d'indentation interfaciale", *La revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux*, Février, 1996, 245.
- [87] E. Meyer, *Phys.*, 2.9 (1908) 66.

[88] P. Araujo, “Etude par indentation interfaciale de l’adhérence du revêtement Ni-Cr projeté thermiquement : Influence de l’hydrogène et effets thermiques ”, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Septembre 2000.

[89] S. Palmqvist, Jernkontorets Annaler, British Iron and Steel Industry Translation n° BISI 1865 (janvier.1961), 141, 5 (1957) 300.

[90] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, “Elastic/plastic indentation damage in ceramic: the median/redial crack system”. Journal of American Ceramic Society 64, 9- 10 (1980) 574.

[91] J. Lesage, D. Chicot, “Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coating”. Thin Solid Films 415 (2002) 143

Chapitre III

Partie expérimentale

3.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties, la première partie consiste à préparer les échantillons et procéder expérimentalement la fabrication de ces matériaux utilisés (BAP25, BAP30).

Les deux échantillons utilisés sont passés au principe de fabrication : Découpage, rodage et polissage par les papiers abrasifs au moyen d'une machine de polissage appelée polisseuse.

Vue le COVID19 et vue les circonstances de contaminations, nous sommes limités d'étudier un seul échantillon BAP25. Cet échantillon a été choisi et sélectionné au niveau de notre laboratoire de Génie Civil (**Matériau déjà pré-formulé BAP**).

Dans la deuxième partie, et en utilisant la technique d'indentation classique par un indenteur Vickers, nous estimons la ténacité K_{Ic} à partir de la longueur de fissures formées par différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures. Les résultats obtenus sur ce matériau (Béton Auto Plaçant), ainsi que les dispersions de calcul, sont comparés.

3.2 Matériaux et méthodes

3.2.1 Matériaux utilisés

Le matériau utilisé est un béton auto plaçant (BAP25). Ce matériau est particulièrement différent au béton ordinaire par rapport à ses performances aux états frais et durcis. Il offre une excellente capacité de remplissage et une capacité de passage et présente une bonne résistance à la ségrégation et résiste ainsi aux essais mécaniques. En outre, les proportions de matériaux composant le béton autoplaçant (BAP25) sont également significatives et différents de celles du béton ordinaire.

3.2.2 Composition d'un béton (Béton autoplaçant)

Le béton (BAP) est un matériau qui se trouve est au centre d'un enjeu important pour limiter la pénibilité de travail des ouvriers. En effet, cette forme de béton est très fluide et, comme son nom l'indique, se place tout seul dans un coffrage grâce au seul effet de son propre poids. Il contient deux constituants de plus qu'un béton « ordinaire » ce qui complique les dosages d'une formule.

Ces 6 ou 7 composants sont le ciment, l'eau, le sable, les gravillons, un additif (filler calcaire ou sable correcteur), un superplastifiant et/ou un agent de viscosité.



Echantillon d'un BAP.

La dimension maximale du gravier ne doit pas dépasser 20 mm pour pouvoir pénétrer entre les mailles de ferrailage sans difficulté.

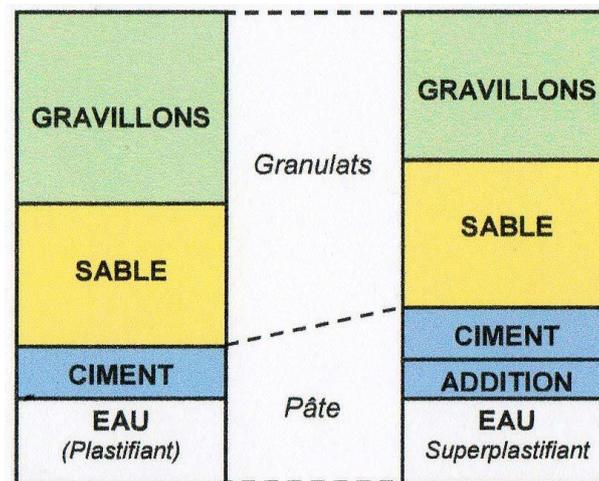


Figure 3.1 : Représentation de la composition d'un béton ordinaire et un BAP

3.2.3 Rodage et polissage

Le rodage et le polissage de cet échantillon utilisé est effectué sur la même machine classique polisseuse de type Struers Labo Pol.1 au niveau de l'unité de recherche des matériaux émergents de l'université FARHAT Abbes de SETIF. Cette dernière est constituée d'un disque tournant, joue le rôle d'un porte outil à papier abrasif, et qui tourne à une vitesse de rotation moyenne de 100 à 300 tr/min. Le principe de rodage et polissage est réalisé par les différentes tailles abrasives soit : grossières, moyennes (semi finition) puis fines (finition). Les papiers abrasifs sont collés sur le disque de polissoir qui tourne en sens inverse de l'échantillon mobile (Béton Auto Plaçant) et porté à la main par un manipulateur (fig.3.2). Le temps de rodage et polissage semi fini du béton BAP est difficile à rodé où le temps de rodage est important qui varie de 45 à 90 min, par contre la finition (polissage fini) des échantillons nécessite un temps de polissage court pouvant aller jusqu'à 20 minutes. Durant l'opération l'eau alimente la zone de travail.

Le tableau ci-dessous présente les différentes étapes de rodage et polissage.

Type de papier	Temps de polissage	Lubrifiant	Vitesse de rotation
200/500/800	≈ 45 à 90 min for each	Water	150tr/min
1000/2000/2400/4000	≈ 20 min for each	Water	150-200tr/min

Tableau 3.1 : Etapes de polissage du Béton BAP



Figure 3.2 : Principe de rodage et polissage du matériau béton autoplaçant BAP par une polisseuse Struers

La figure 3.3 montre 03 types de béton (béton auto plaçant BAP) qui, est rodé et poli sur une machine de polisseuse à l'aide des papiers abrasifs à différentes tailles de grains.



Figure 3.3 : Polissage du béton auto plaçant par des papiers abrasifs :

3.2.4 Observation d'une surface par le Microscope à force atomique

Pour évaluer la surface après les essais de grande durée, un dispositif à l'échelle atomique a été réalisé [1]. Ce type d'expérience peut être effectuée avec différents matériaux et diverses rugosités : métalliques, composites, béton, plastiques, verres, etc... [2].

Le Microscope à force atomique MFA est une machine utilisée pour visualiser les critères de rugosité. Il est associé d'un logiciel Visual 4.0. C'est un système optique de non-contact permettant de mesurer des surfaces rugueuses à un échelle de quelques nanométriques.. La dénivellation maximale de mesure est de 0.2 mm et la résolution est de 3 nm.

Observations :

- 01)** Il est à notée qu'au moment d'aller caractériser et visualiser la surface polie de cet échantillon (BAP), pour prendre éventuellement les valeurs de critères de rugosités y compris les profils ainsi les images de rugosité ; la machine MFA était en ce jour-là en panne, plus le COV19. Malheureusement, on a remarqué que l'échantillon a été optimalement poli.
- 02)** Il est à notée que la machine utilisée, les charges sont disponibles maximalelement jusqu'à 20 N (problème de calibrage et l'indenteur).

3.3 Technique d'indentation

3.3.1 Moyens utilisés

A/ Machine macro indentation

* L'indentation utilisée durant nos expériences au bloc de recherche d'un laboratoire de recherche Université Farhat Abbes de Sétif est une machine d'indentation type Zwick Roell ZHU 2,5 (fig. 3.4).

* Le test d'indentation est guidé par la norme ISO [3,5].

* L'étalonnage de la machine a été effectué avec la norme ISO 1477-3 [4,6].

*Les caractéristiques techniques de la machine sont les suivantes:

01/ Force (2 à 2500N): plage de résolution du capteur comprise entre 0,25% et 1%.

02/ Déplacement (5µm-1000µm): résolution du capteur de 0,05µm

03/ Dureté (1N / mm²-2.10⁴N / mm²):

a - dureté Martens: résolution du capteur de 2%

b- dureté d'indentation: résolution du capteur de 2%.

* Module (10N / mm² 5.10⁵N / mm²): incertitude de 2%

La machine d'indentation est pilotée par un logiciel test Xpert® qui permet d'obtenir des valeurs, des graphiques, des analyses numériques et des images de l'impression grâce à un microscope reposant sur le logiciel.



Figure 3.4: Machine d'indentation Zwick ZHU 2.5

B/ Composition et principe de l'indenteur

La tête (poinçon) de la machine d'indentation est composée d'une coquille, de plusieurs capteurs pour mesurer la force et la profondeur, et un pénétrateur comme le montre la figure 3.5 :

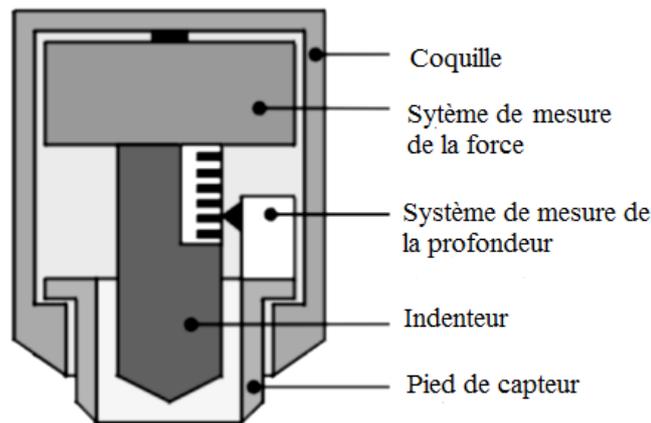


Figure 3.5 : Les éléments constructifs de la tête (poinçon) mesurant la dureté Zwick ZHU 2,5KN

La figure 3.6 montre des séquences d'indentation durant un test de dureté de Martens sur une surface d'un échantillon, le principe se fait comme suit :

- Au début le pied du capteur descend jusqu'à la surface à tester (étapes 1 à 2) ;
- La tête (poinçon) est abaissée jusqu'au pied du capteur et plus tard, le pénétrateur entre en contact avec la surface de l'échantillon (étape 3) ;
- Puis le chargement (étape 4) ;
- Et le déchargement (étape 5) est effectué et la tête est décalée vers la position de départ (étape 6).

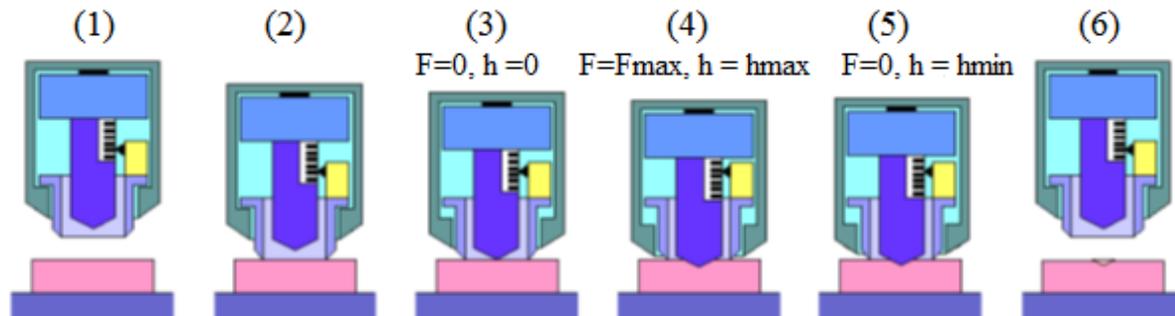


Figure 3.6: Illustration de la séquence d'indentation pour le test de dureté Martens

Après le test d'indentation, les résultats ont été analysés par test Xpert®. Il a été possible de sélectionner différents résultats utiles pour l'étude: HV, Eit, hmax, F, et c.

Un microscope optique avec un grossissement global de x50 est utilisé pour observer l'empreinte sur l'échantillon.

3.3.2 Essai d'indentation

Les essais d'indentation sont effectués à l'aide du macroduromètre instrumenté Zwick ZHU 2.5. Les charges appliquées permettant de mesurer la ténacité du béton autoplaçant sont de 5 à 20 N. (On a effectué et appliqué que des charges moyennes, puisque la machine à ce jour là était en difficulté !!).



Figure 3.7: Plusieurs essais effectués sur le béton BAP au moyen d'indentation Zwick ZHU 2.5

Le tableau ci-dessous présente les grandeurs moyennes de module d'élasticité E , et les valeurs moyennes de la dureté Vickers HV obtenus par la relation reconnue et équivalente de la dureté Vickers (Tableau 3.2), par contre le curseur permet de mesurer la taille de l'empreinte ($a=d$).

Par contre la longueur de fissure (C) est environ 2,5 de la taille de l'empreinte [7-8]; ($C/a = C/d = 2,5$ ou 3) après chaque charge d'indentation sélectionnée.

Matériaux utilisés					
Charges	Béton BAP25				
P(N)	C (μm)	E(GPa)	Hv(GPa)	a = d (μm)	L (μm)
5	118 ± 7	40 ± 4	4,3 ± 0,5	47,4 ± 2,6	71 ± 4
10	141,5 ± 1	56,2 ± 4,2	5,8 ± 0,1	56,6 ± 0,5	85 ± 0,8
15	179 ± 12	31,4 ± 2	5,7 ± 0,6	71,6 ± 4,6	107,4 ± 7
20	273 ± 7	37 ± 0,9	3,2 ± 0,2	109,2 ± 2,8	163,8 ± 4

Tableau 3.2 : Les grandeurs de E , HV , a , L et C obtenus durant chaque essai d'indentation

La ténacité K_{Ic} est calculée en utilisant les deux relations du tableau 3.3 : une pour les fissures de type M et l'autre pour les fissures de type P.

N°	Equations	Références
1	$K_{Ic}=0,016. (E/HV)^{1/2}. P. C^{-3/2}$	Anstis [11]
2	$K_{Ic}=0,089. (E/H)^{2/5}. (P/a). L^{-1/2}. C^{-3/2}$	Laugier [12,14]
3	$Hv = 0,891. (P / a^2) \text{ (GPa)}$	Dureté Vickers
4	et $L = C - a \text{ (}\mu\text{m)}$	Taille de l'empreinte

Tableau 3.3 : Equations utilisées pour le calcul de la ténacité K_{Ic} pour différents hypothèses de géométrie de fissure

3.4 Résultats et discussions

Les valeurs moyennes obtenues de K_{Ic} , E et HV sont regroupés dans le tableau 3.4 :

Matériau	Module d'Young	Dureté Vickers	Ténacité K_{Ic} (MPa.m ^{1/2})	
	E(GPa)	H(GPa)	Anstis (K_{Ic1})	Laugier (K_{Ic2})
BAP 25	40,2 ± 3	4,8 ± 0,4	0,3 ± 0,04	1.02 ± 0,03

Tableau 3.4: Valeurs moyennes de la ténacité, du Module d' Young et de la dureté Vickers des deux échantillons utilisés

La figure 3.8 présente la courbe d'indentation pour le béton autoplaçant obtenue avec des charges progressives de 5, 10, 15 et 20 N. Les essais montrent une assez bonne reproductibilité, bien que les zones indentées soient différentes. En augmentant la charge de 5 à 20 N le comportement devient plus homogène. On constate que la déformation est plus réversible dans ce béton BAP, c'est à-dire que l'effet d'hystérésis est moins important. La forme et la taille de l'hystérésis montrent que la dissipation d'énergie est plus importante pour ce type de matériau.

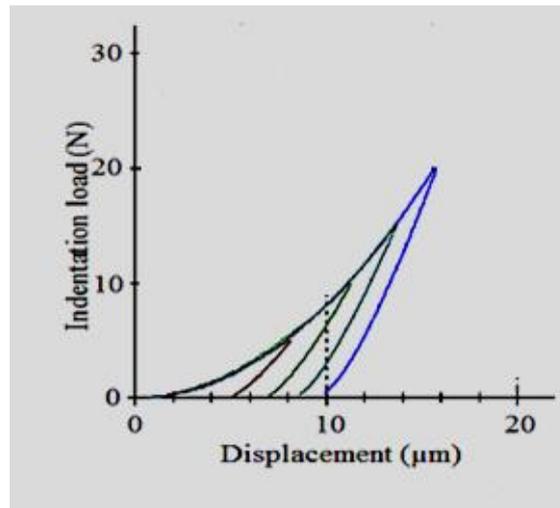


Figure 3.8 : Courbes charge - déplacement d'indentation
pour l'échantillon utilisé de 5 à 20 N

L'énergie dissipée due aux effets non élastiques durant le processus d'hystérésis peut être mesurée à partir de la surface de la boucle d'hystérésis. On remarque que l'importance d'énergie du béton BAP diminue à mesure que la charge augmente. La pénétration permanente trouvée après la quatrième charge d'indentation sélectionnée est de l'ordre de 10 μm pour ce type de matériau; qui conduit probablement à un rétablissement élastique moins important pour les bétons.

En plus, nous remarquons que durant l'application de ces charges de 5 à 20 N, la nature des fissures, l'empreinte d'indentation et le comportement sont différents (Fig.3.9).

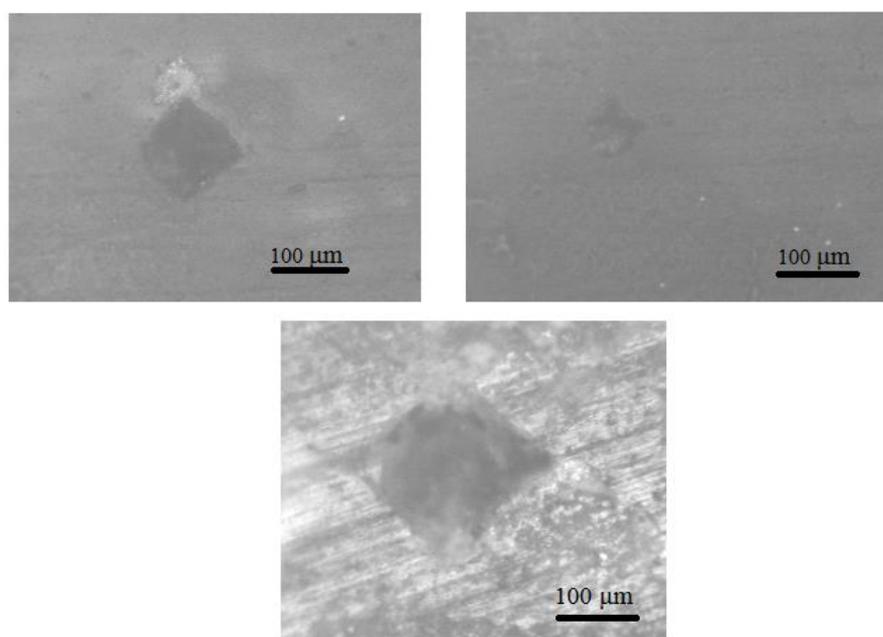


Figure 3.9: Empreintes d'indentations sur le béton BAP étudié

La figure 3.10 représente la variation de la ténacité K_{IC} en fonction de la charge P respectivement pour le béton autoplaçant BAP25. On remarque qu'au début des essais, la ténacité est grande, puis elle commence à diminuer au fur et à mesure que la charge d'indentation augmente pour ce type de béton. La valeur de la ténacité K_{IC} du béton autoplaçant calculée par la relation Laugier est supérieure comparée à celle calculée par la relation d'Anstis. La valeur de la ténacité est égale à (1,02 MPam^{1/2}) et (0,3MPam^{1/2}) par la relation de Laugier et Anstis respectivement.

Globalement, pour l'échantillon utilisé BAP25, et à travers l'écart type σ , nous remarquons que le taux de dispersion des résultats calculée par la première relation d'Anstis est de 13 %, par contre la deuxième relation de Laugier, elle ne dépasse guère 3%.

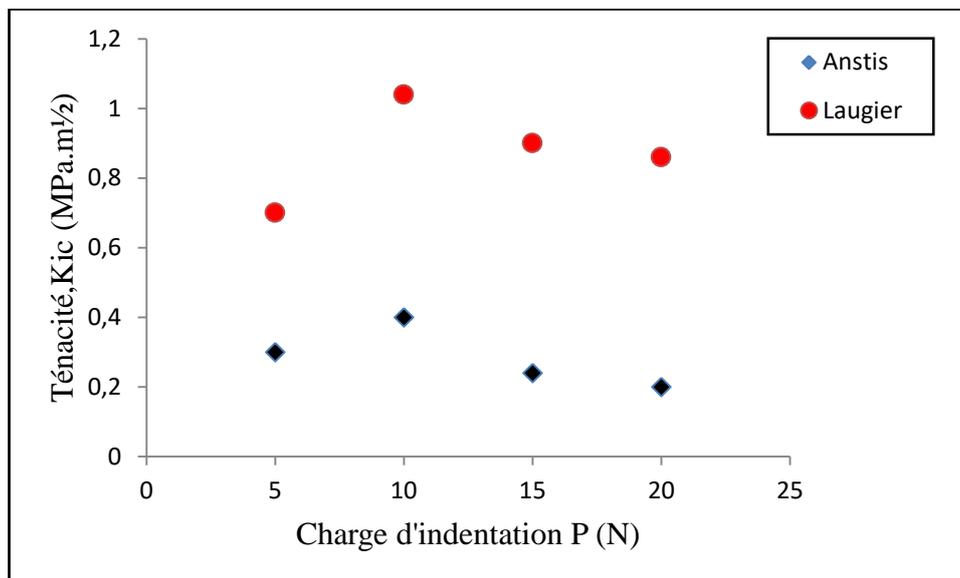


Figure 3.10 : Variation de la ténacité K_{IC} du béton autoplaçant BAP25 en fonction de la charge appliquée P

La variation de la dureté d'indentation Vickers en fonction de charge a été étudiée (fig. 3.11). Nous observons clairement qu'au début de la charge, la dureté marque une valeur plus grande pour le béton BAP25, on remarque que la dureté moyenne du BAP est de l'ordre de $4,8 \pm 0,4$ (GPa). Puis, la dureté décroît régressivement en fonction de la charge et cela à partir de 15 N.

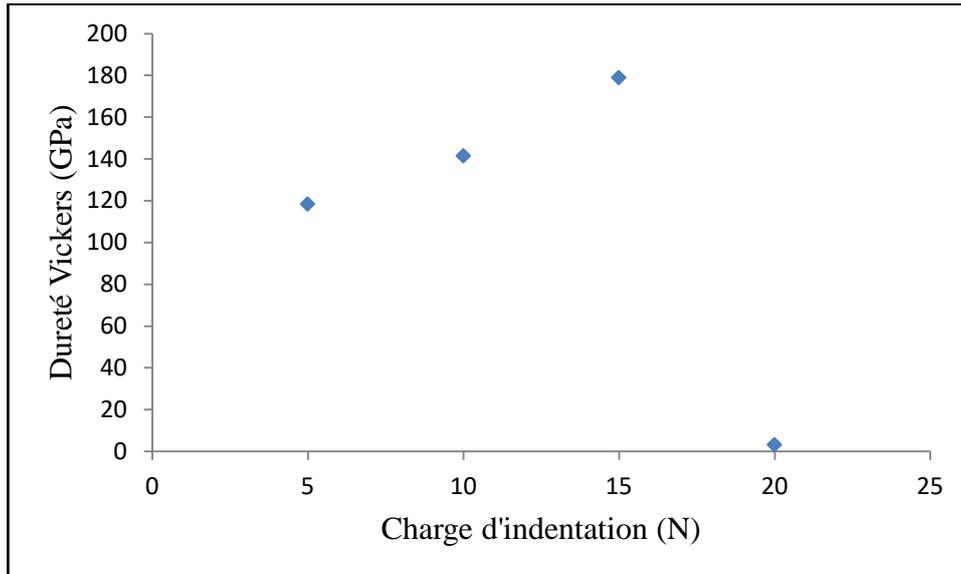


Figure 3.11 : Variation de la dureté en fonction de la charge P sur le béton utilisé

La figure 3.12 montre la variation de la longueur de fissure C en fonction de la charge P pour le béton auto plaçant BAP25. On constate que la longueur de fissure est proportionnelle à la charge appliquée, seulement les valeurs de la longueur de fissure de ce matériau sont légèrement grandes.

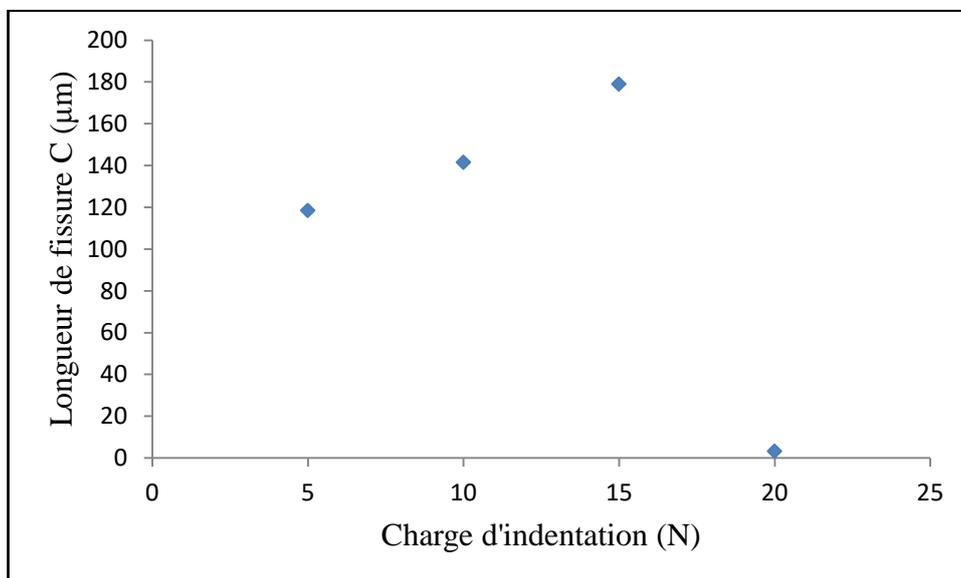


Figure 3.12 : Variation de la longueur de fissuration C en fonction de charge P sur le béton utilisé

La figure 3.13 montre la variation de la longueur de la taille de l’empreinte ($a = d$) en fonction de la charge P pour le béton auto plaçant BAP25. On constate que la longueur de l’empreinte est proportionnelle à la charge appliquée, seulement les valeurs de la longueur de la taille de l’empreinte de béton auto plaçant sont légèrement grandes.

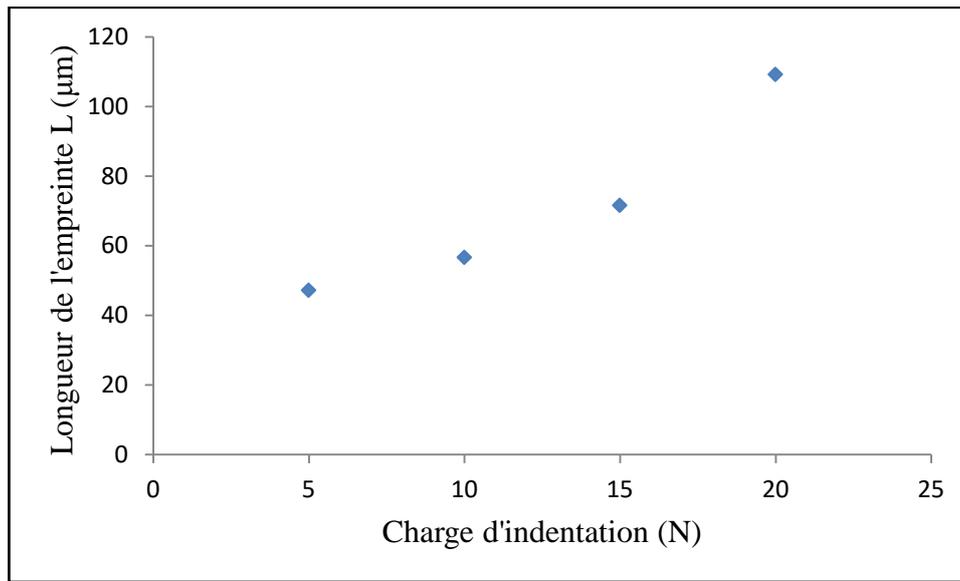


Figure 3.13 : Variation de la longueur de l’empreinte L en fonction de charge P sur le béton utilisé

3.5 Conclusion

Une étude comparative de deux équations a été faite pour le calcul de la ténacité et leurs dispersions de béton BAP25 utilisé. La ténacité K_{Ic} du béton indenté a été comparée par rapport à la valeur des incertitudes. D'après la courbe charge-déplacement, nous remarquons que la pénétration résiduelle après déchargement dans le cas du béton BAP25, elle correspond à 5 μm et 10 μm

En plus, les tailles des empreintes et fissures radiales augmentent avec la charge. En appliquant des charges allant de 5 à 20 N, on remarque une bonne reproductibilité sur la courbe charge-déplacement.

La ténacité K_{Ic} a été calculée par les deux relations. La relation d'Anstis présente des intervalles supérieurs à celle de la relation de Laugier. Les valeurs moyennes de la ténacité trouvés par la relation de Laugier du béton BAP25 est grande comparée à celle calculée par Anstis ; elle correspond respectivement 1,02 et 0,3 $\text{MPam}^{1/2}$.

Conclusion générale

Une étude comparative de différentes équations a été faite pour le calcul d'une propriété mécanique importante du béton auto plaçant à savoir le facteur d'intensité de contrainte (la ténacité), K_{IC} , et les dispersions des résultats de cet échantillon BAP sont comparées.

En effet, d'après la courbe charge-déplacement, nous remarquons que la pénétration résiduelle après déchargement dans le cas du béton BAP25 est supérieure, elle correspond à 5 μm et 10 μm respectivement pour les charges sélectionnées 5 N et 20 N.

En plus, les tailles des empreintes et fissures radiales augmentent avec la charge. En appliquant des charges allant de 5 à 20 N, on remarque une bonne reproductibilité sur les courbe charge-déplacement, donc la courbe correspondante au matériau utilisé montre un comportement homogène.

La ténacité K_{IC} a été calculée par la relation de Laugier et d'Anstis, la relation d'Anstis présente des intervalles supérieurs à celle de la relation de Laugier. Les valeurs moyennes de la ténacité trouvée par la relation d'Anstis du béton BAP25 sont moins importantes comparées à celles trouvées par la relation de Laugier. Elle correspond respectivement 1,02 MPa.m^{1/2} et 0,3MPa.m^{1/2}.

On constate que la ténacité, K_{IC} , estimée pour le béton BAP25 utilisé, et selon les écarts types, le taux de dispersion de calcul par la relation de Laugier, ne dépasse guère à 3 %. Seulement, l'incertitude de la ténacité calculée par la relation d'Anstis, elle ne dépasse pas 13 %.

En conséquence, la relation de Laugier peut être choisie pour le calcul de la ténacité K_{IC} de ce type des bétons BAP, puisque cette dernière présente moins de dispersion par rapport à l'autre relation et est celle qui est la plus souvent utilisée dans la littérature, ce qui permet de comparer la ténacité de différents matériaux de béton (béton ordinaire, béton autoplaçant, etc...) entre eux.

Et enfin, à la lumière des résultats dégagés par la présente étude, nous pouvons proposer des études complémentaires pour des travaux futurs, dans le même axe de recherche :

- Application du principe de caractérisation mécanique par essais d'indentation sur plusieurs classes de bétons autoplacants (BAP25, BAP30, BAP35, BAPHP...).
- Comparaison des essais mécaniques standards avec les essais d'indentation.
- Proposition des modèles numériques basés sur les résultats expérimentaux, pour la prédiction des paramètres d'indentation.

3.6 Références bibliographiques

- [1] K.R. Gilmour, S.J. Paul, M.R. Boyd, M.T.J. Ashbridge, A.G. Leacock, “Modified 2D stylus profilometry and its application to frictional analyses in sheet metal forming operations, ” *Tribology International*, (32), 553–558, 1999.
- [2] J. K. Knapp, T. A. Taylor. Waterjet roughened surface analysis and bond strength. *Surface and Coatings Technology*, Vol. (86-87), pp. 22-27, 1996.
- [3] NF ISO 14577-1 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 1, Test method, pdf, 2003.
- [4] NF ISO 14577-2 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 2, Verification and calibration of testing machine, pdf, 2003.
- [5] NF ISO 14577-4 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 1, Test method for metallic and non metallic coating, pdf, 2003.
- [6] NF ISO 14577-3 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 3, Calibration of reference test pieces, pdf, 2003.
- [7] K.K.Bamzai, P.N.Kotru, “Fracture mechanics, cracks propagation and micro hardness studies on flux grown ErAlO_3 , single crystals,” *Mater. Sci. Tech.*, Vol.16, pp.405-410, 2000.
- [8] D.G. Bhat, “Comment on elastic/plastic indentation damage in ceramics: The median/radial crack system,” *J. A,Cer, Soc*, Vol.64, C165-C-166, 1981.
- [9] GR. Anstis, P. Chantikul, BR. Lawn, “A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements”. *J. Am. Ceram. Soc*, Vol.64, pp.533–538, 1981.
- [10] K.Tanaka, “Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model”, *J. Mater. Sci. Letts.*, Vol.22, Issue 4, pp.1501-1508, 1987.
- [11] M.T.Laugier, “New formula for indentation in ceramics”, *J. Mater. Sci. Letts.*, 6, p.355, 1987.