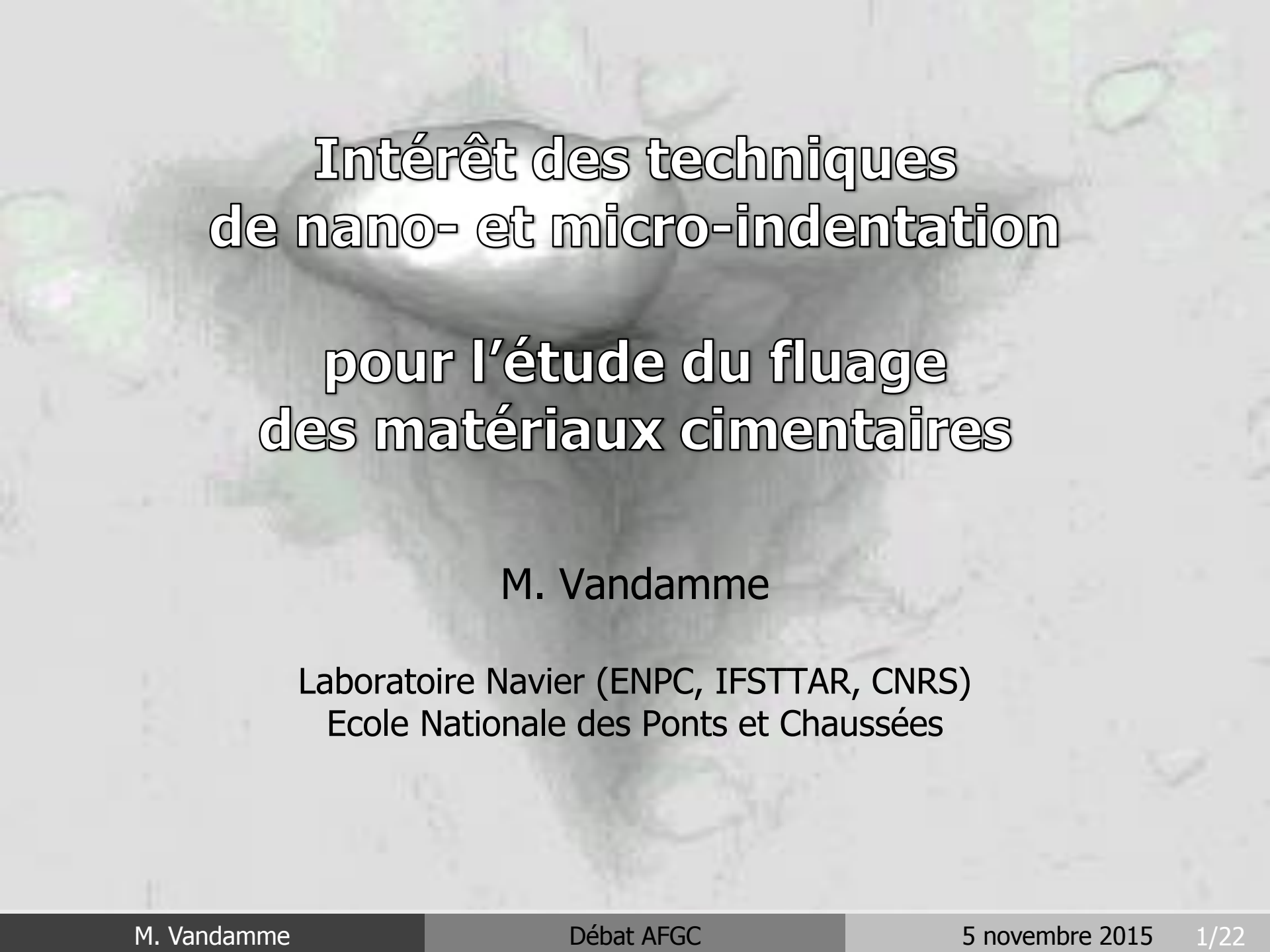




Intérêt des techniques de nano- et micro-indentation pour l'étude du fluage des matériaux cimentaires

M. Vandamme

**Laboratoire Navier (ENPC, IFSTTAR, CNRS)
Ecole Nationale des Ponts et Chaussées**

Plan

- Principe de l'indentation
- Intérêt 1: Fournir des données d'entrée pour les modèles multiéchelles

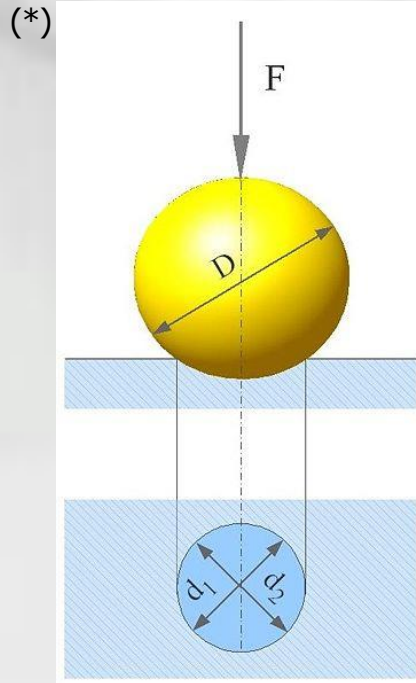
Utilisation de la nanoindentation pour des matériaux hétérogènes

- Intérêt 2: Caractériser rapidement la cinétique de fluage long-terme

Etude comparative de mesure du fluage par microindentation et par expériences macroscopiques classiques

Un vieux principe...

- Un test mécanique de surface inventé par Brinell en 1901



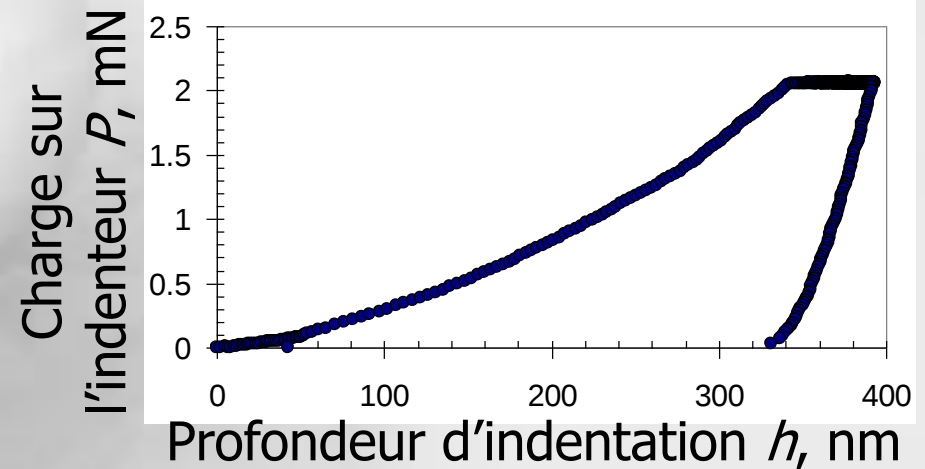
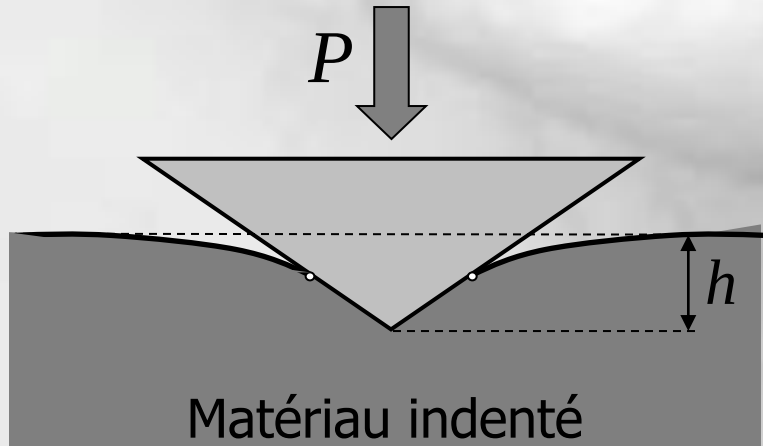
Dureté Brinell

$$BHN = \frac{\text{Charge}}{\text{Empreinte courbe}}$$

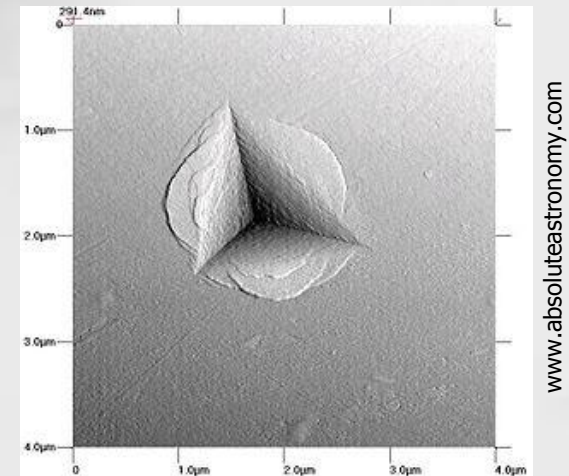
- Un paramètre expérimental pour comparer des matériaux

(*) Wikipedia

... mais grandement amélioré



Nanoindentation:
Profondeur typique ~ 100 nm
Charge typique ~ 1 mN

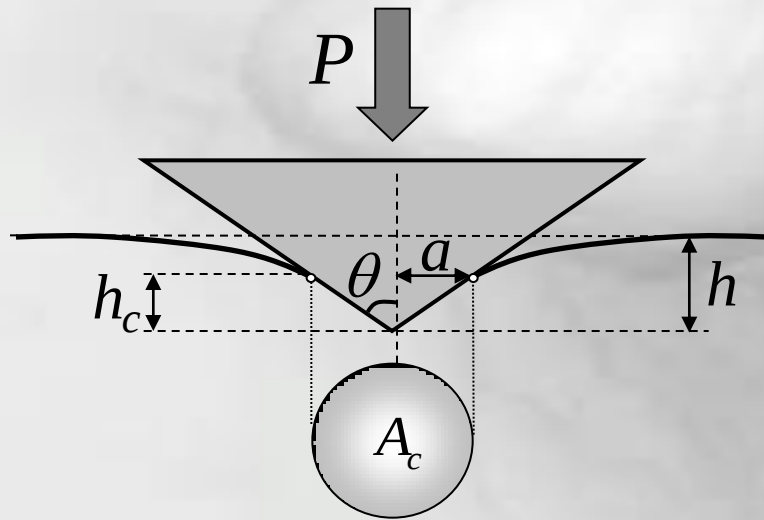


Macro: $P > 2\text{N}$

Micro: $P < 2\text{N}$ & $h > 200\text{nm}$

Nano: $h < 200\text{nm}$

Paramètres classiquement obtenus

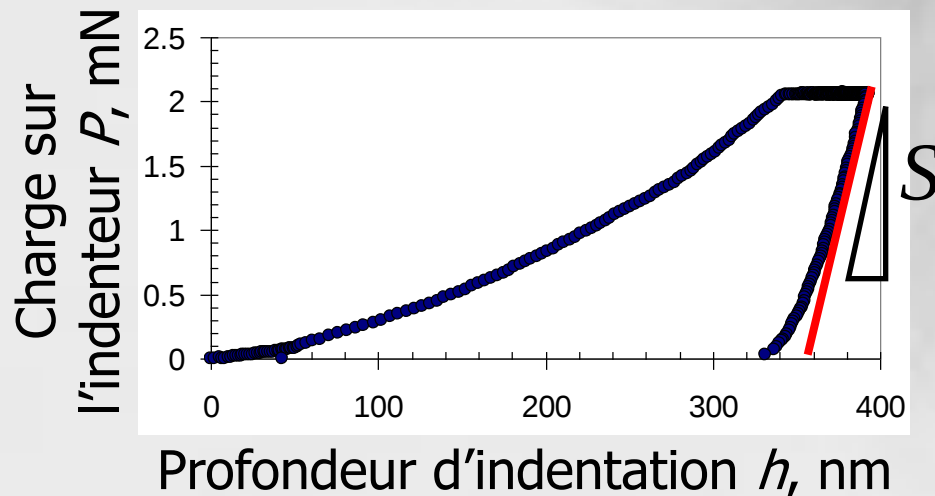


Module d'indentation
(propriété élastique)

$$M = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} = \frac{E}{1-\nu^2}$$

Dureté d'indentation
("cliché" des propriétés
de résistance)

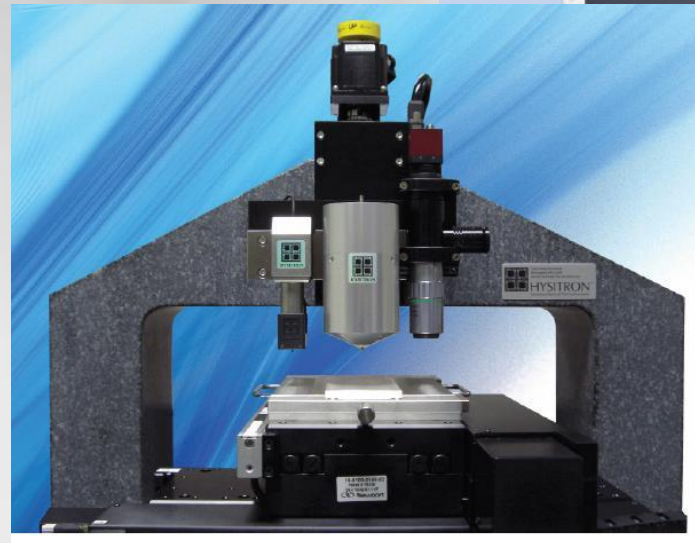
$$H = \frac{P}{A_c} = cf\left(\nu, \frac{c}{M}, \varphi, \theta\right)$$



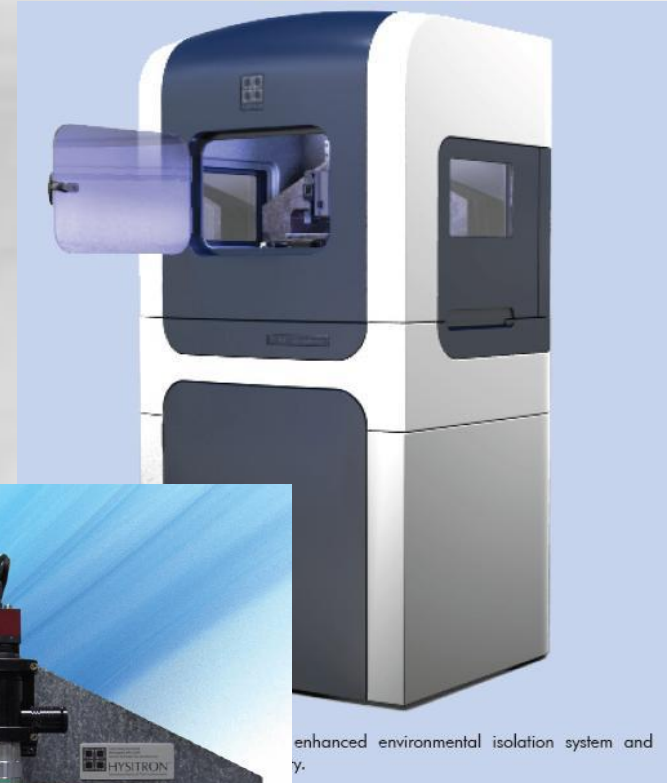
A quoi ressemble un indenteur



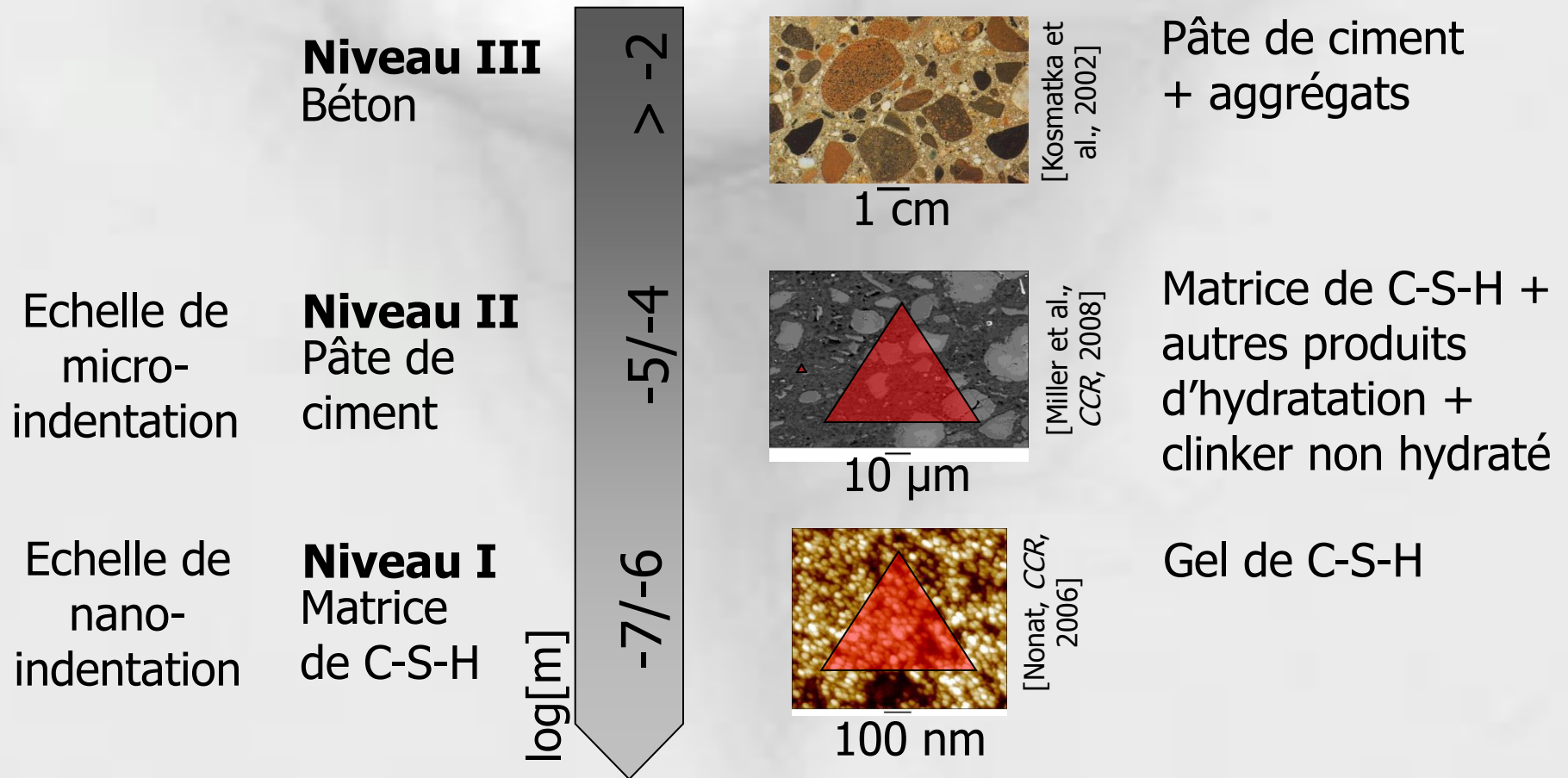
Anton-Paar



Hysitron



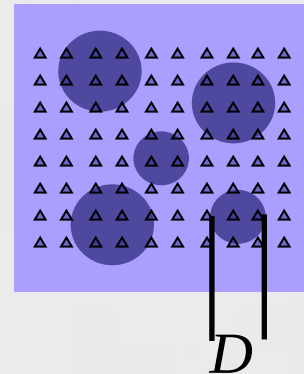
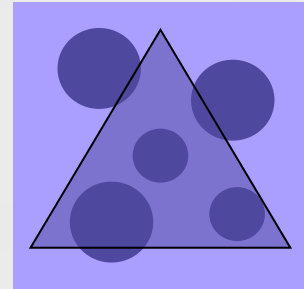
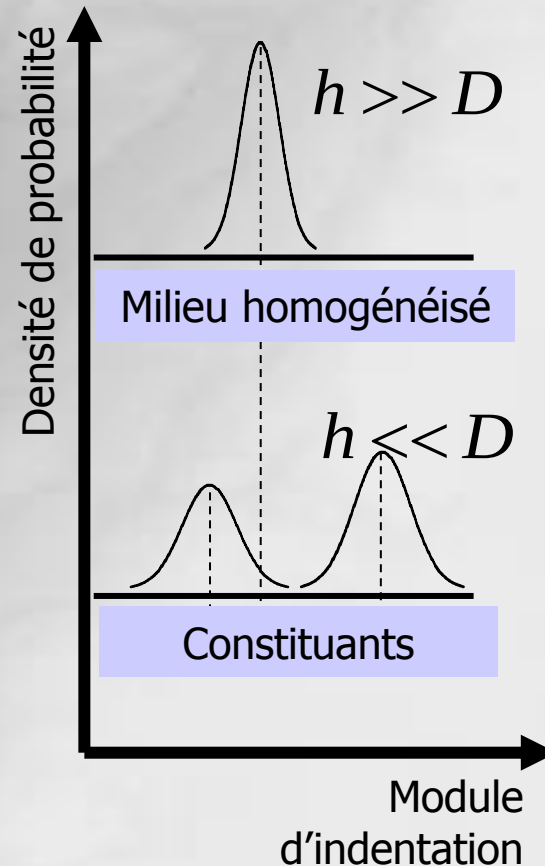
Structure multiéchelle du béton



Utilisation sur matériaux hétérogènes

- « Technique de grille d'indentation »^(*),^(**)

- Le processus de déconvolution donne:
 - Les propriétés mécaniques moyennes (M , H ,...) de chaque phase
 - La fraction volumique de chaque phase

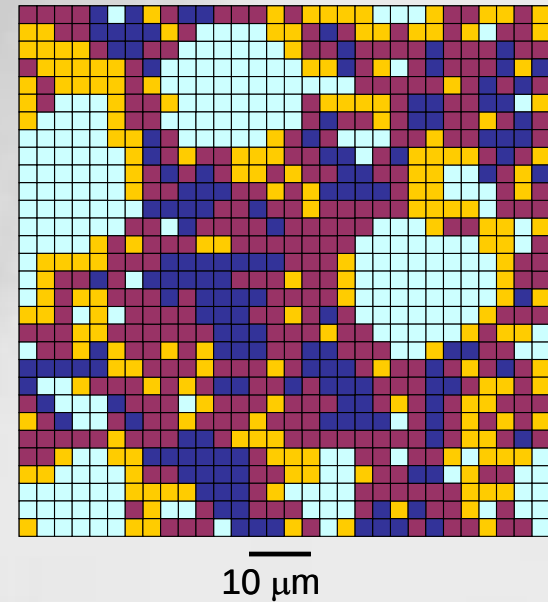
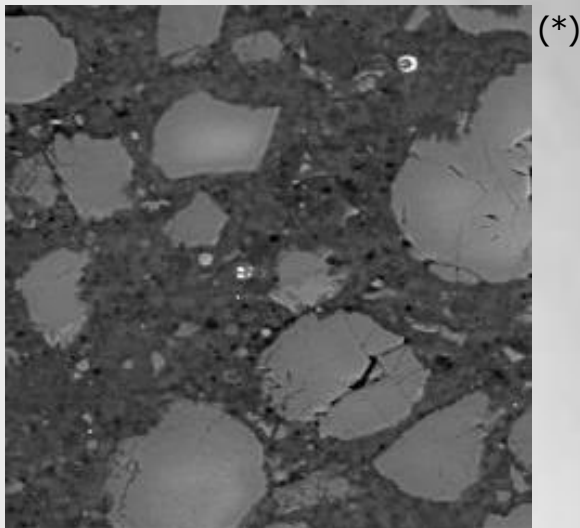


(*) Constantinides G. et al. (2006) *Mat. Sc. Eng. A* **430**: 189-202

(**) Randall N., Vandamme M. and Ulm F.-J. (2009) *J. Mat. Res.* **24**(3): 679-690

Cartographie de surface

- La technique de grille d'indentation peut fournir une carte des propriétés mécaniques d'une surface



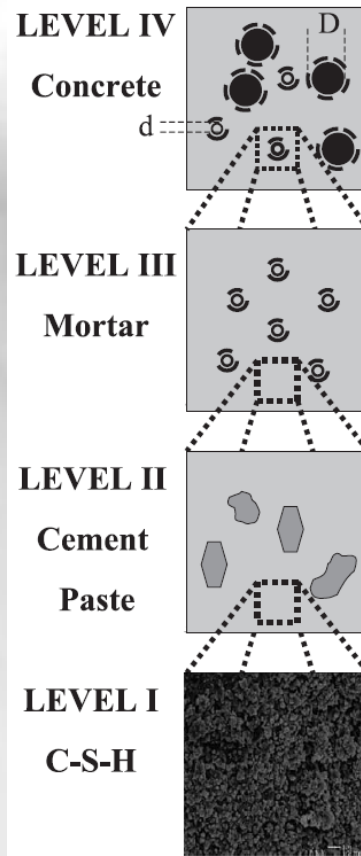
(*) Miller M., Bobko C., Vandamme M, Ulm F.-J. (2008)
Cem. Conc. Res. **38**: 467-476

Intérêt 1

Fournir des données d'entrée pour les modèles multiéchelles

- La nanoindentation permet de mesurer « in-vivo » les propriétés mécaniques des phases constituant les matériaux cimentaires

[Constantinides et al., *JMPS*, 2004]



Intrinsic elastic properties of cement paste constituents

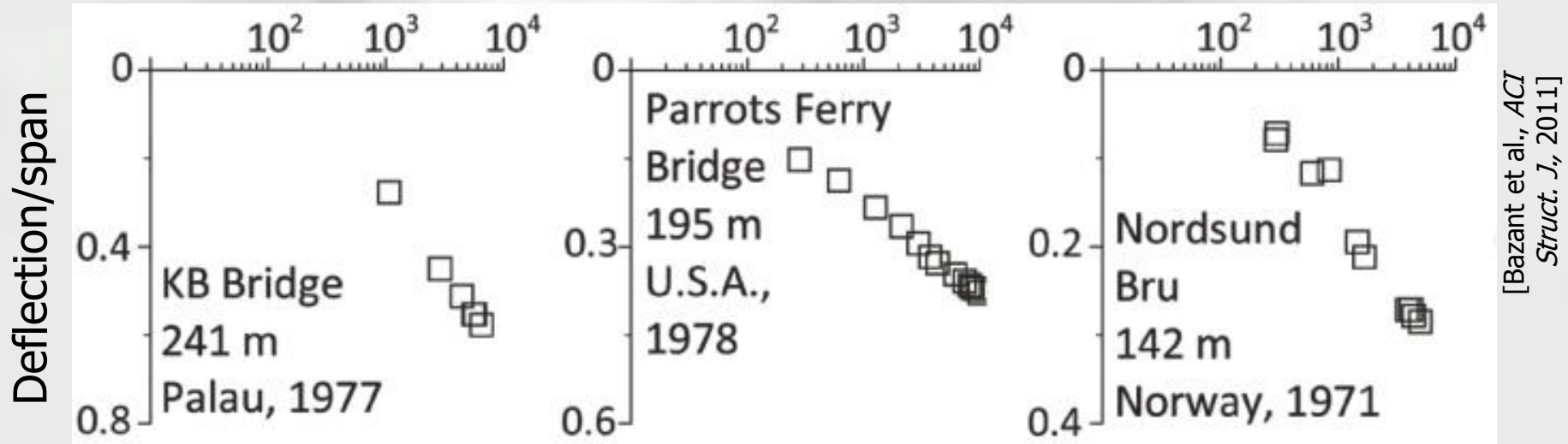
Constituent	E (GPa)	Poissons ratio ν	Method	Reference
CH	35.24		E	Beaudoin [54]
	48		E	Wittmann [55]
	$39.77 < E < 44.22$	$0.305 < \nu < 0.325$	B	Monteiro and Chang [56]
	36 ± 3		I	Acker [41]
	38 ± 5		I	**
Clinker				
C_3S	135 ± 7	0.3	I	Acker [41]
	147 ± 5	0.3	E	Velez et al. [57]
C_2S	140 ± 10	0.3	I	Acker [41]
	130 ± 20	0.3	E	Velez et al. [57]
C_3A	160 ± 10		I	Acker [41]
	145 ± 10		E	Velez et al. [57]
C_4AF	125 ± 25		E	Velez et al. [57]
Alite	125 ± 7		I	Velez et al. [57]
Belite	127 ± 10		I	Velez et al. [57]
C-S-H*	34 (includes both types)		E	Beaudoin and Feldman [42]
α	20 ± 2		I	Acker [41]
	21.7 ± 2.2		I	**
β	31 ± 4		I	Acker [41]
	29.4 ± 2.4		I	**
C-S-H (Leached)				
α	3.0 ± 0.8			**
β	12.0 ± 1.2	41		**

- Limitations:

- L'indentation ne donne qu'une partie de l'information mécanique nécessaire, pas toute la loi de comportement élastoplastique

Le fluage long-terme du béton

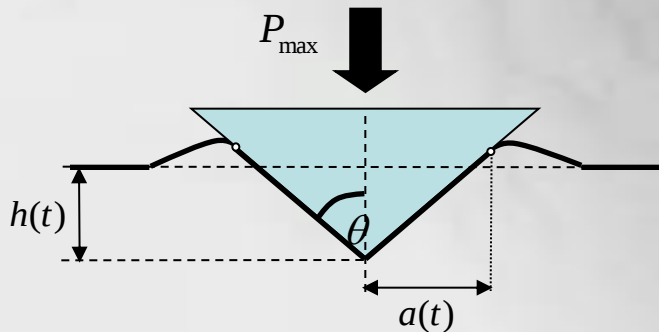
- Le béton flue, et ce fluage ne s'arrête jamais



- Aux temps longs, le fluage est linéaire par rapport au logarithme du temps

Propriétés dépendantes du temps

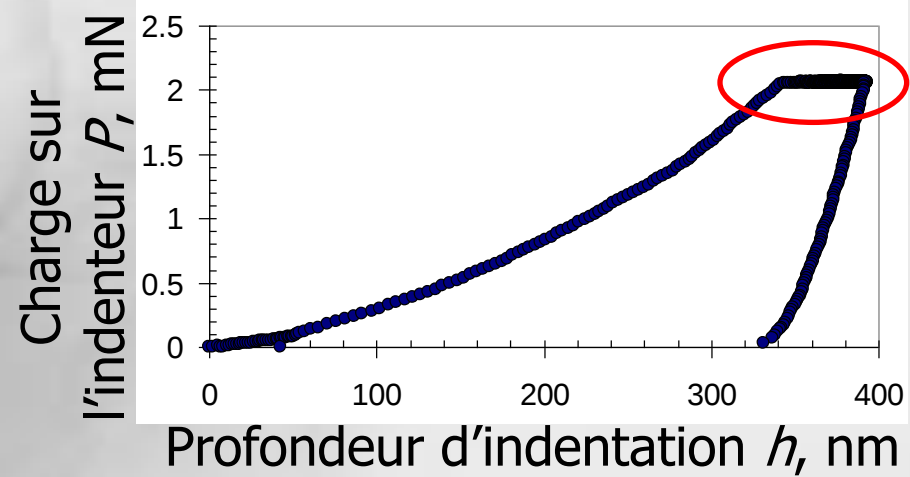
- Un test de fluage par indentation fournit une complaisance de fluage de contact $L(t)$



- Pour un matériau plastique linéaire viscoélastique:

Purely linear viscoelastic solution

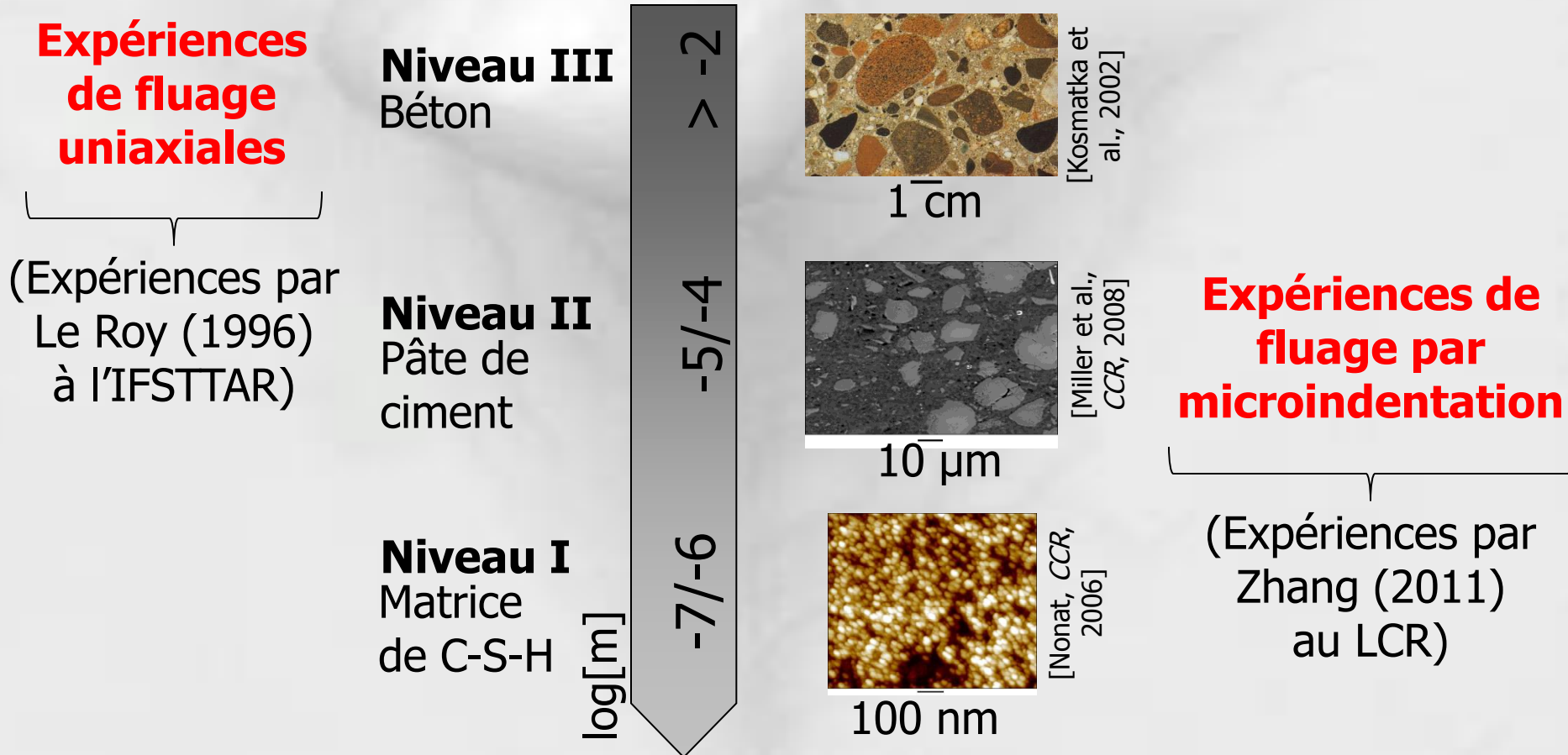
~~$$L(t) = \frac{2 \tan \theta}{\pi P_{\max}} h^2(t)$$~~



$$\frac{dL}{dt} = \frac{2a(t)\dot{h}(t)}{P_{\max}} \quad [\text{Vandamme et al., JMR, 2012}]$$

$$L(t) - \frac{1}{M_0} \approx \frac{2a_u \Delta h(t)}{P_{\max}}$$

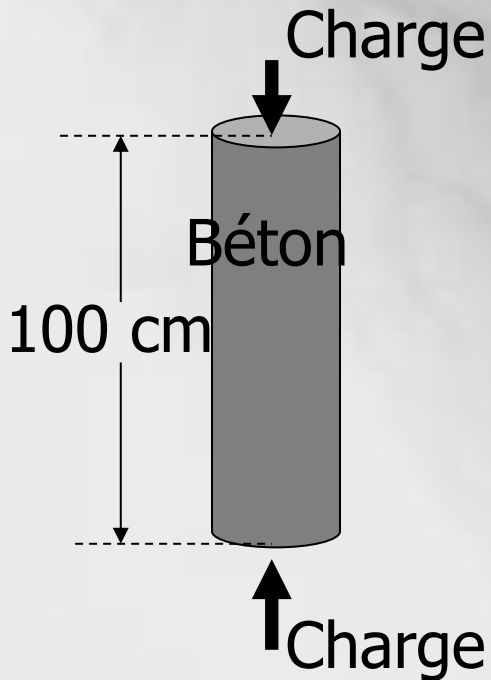
Etude comparative(*)



(*) [Zhang Q., Le Roy R., Vandamme M. and Zuber B. (2014).
Cem. Conc. Res. 58: 89-98.]

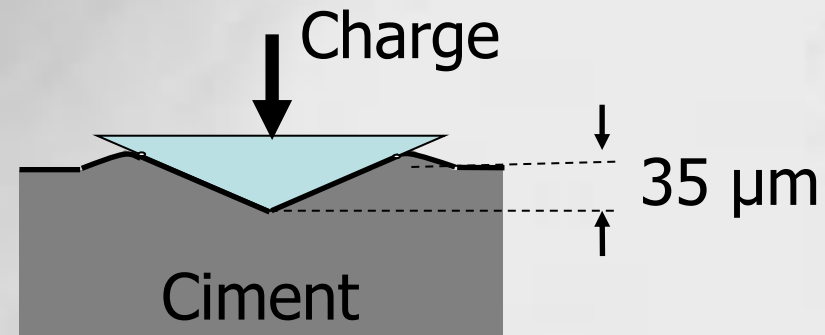
Etude comparative

Expériences de fluage uniaxiales



Plusieurs mois
voire années

Expériences de fluage par microindentation



5 minutes

Matériaux

- Echantillons de ciment et béton:
 - Manufacturés à 15 ans d'écart
 - Mêmes matériaux bruts (clinker, fumées de silice (et superplastifiant))
 - Même protocole
 - Mêmes conditions de cure (scellés, $20\pm 1^\circ\text{C}$)
 - Même âge quand testés: 28 jours

Pâtes de ciment	e/c	s/c
P38-0	0.38	0.0
P28-1	0.28	0.1
P38-1	0.38	0.1
P50-0	0.50	0.0
P33-1	0.33	0.1

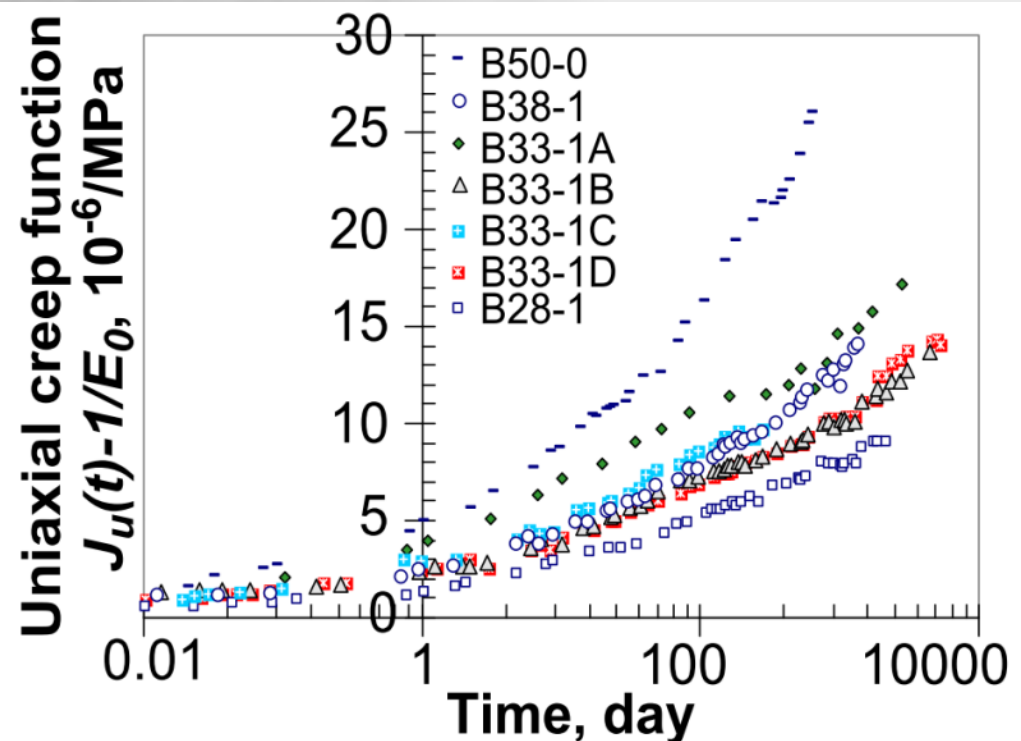
Bétons	Rapport eau sur ciment e/c	Rapport fumée de silice sur ciment s/c	Fraction volumique d'aggrégats $f_{agg}(\%)$
B28-1	0.28	0.1	71.0
B38-1	0.38	0.1	71.3
B50-0	0.50	0.0	70.5
B33-1A	0.33	0.1	67.3
B33-1B	0.33	0.1	69.5
B33-1C	0.33	0.1	71.5
B33-1D	0.33	0.1	73.1

Test uniaxial de fluage sur béton

- Dimensions des échantillons cylindriques de béton scellés: Ø 20cm x 100cm
- Chargés à 30% de leur résistance à 28 jours
- Fournit le fluage propre uniaxial (corrigé pour le retrait endogène mesuré en parallèle)

Résultats sur béton

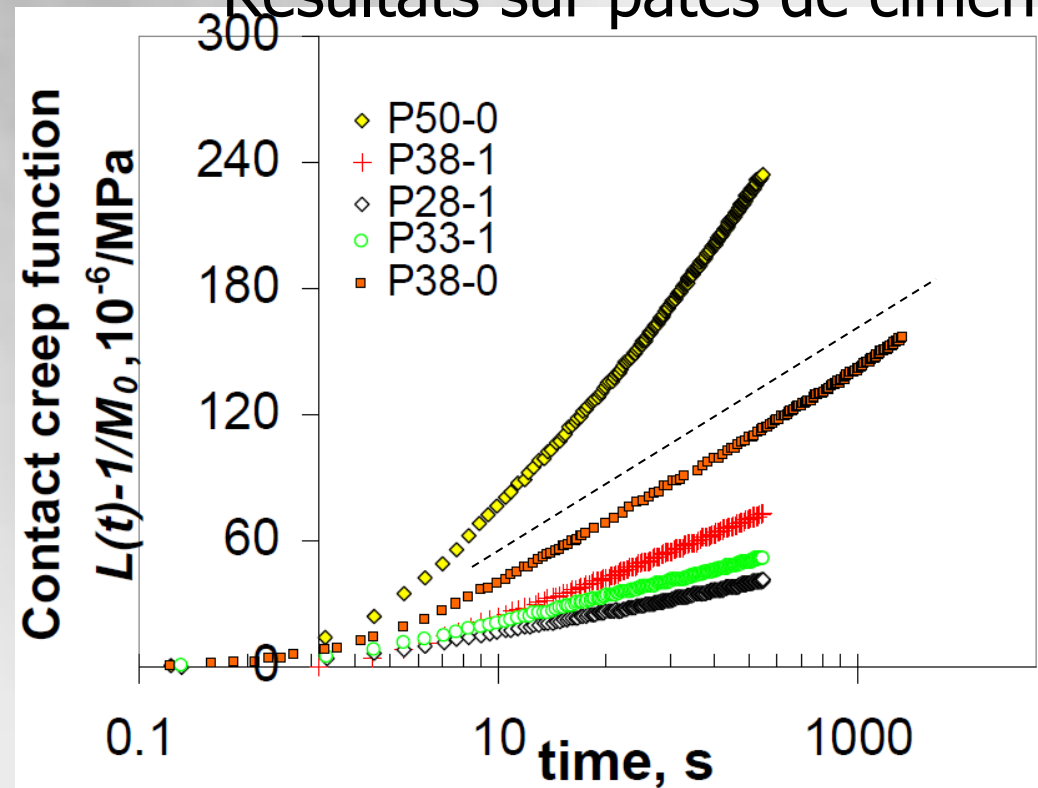
(expériences par Le Roy (1996) à l'IFSTTAR)



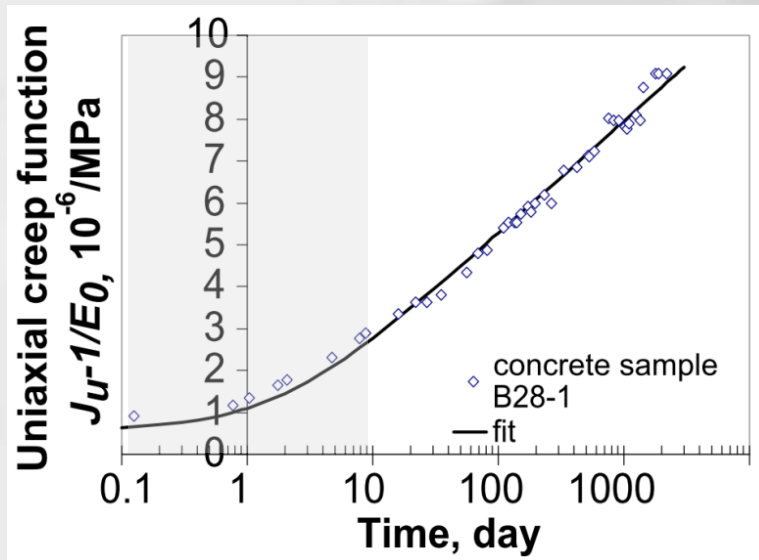
Tests de fluage sur pâtes par microind.

- Echantillons tronçonnés des cylindres de pâte de ciment
- Indentation Vickers à 20 N (profondeur d'indentation $\sim 35\mu\text{m}$) avec une phase de fluage de 5 minutes (sauf pour 1 échantillon)
- Contrôle de température ($23^\circ\text{C} \pm 0.2^\circ\text{C}$) et humidité ($91\% \pm 2\%$)
→ Echanges hydriques évités durant le test

Résultats sur pâtes de ciment

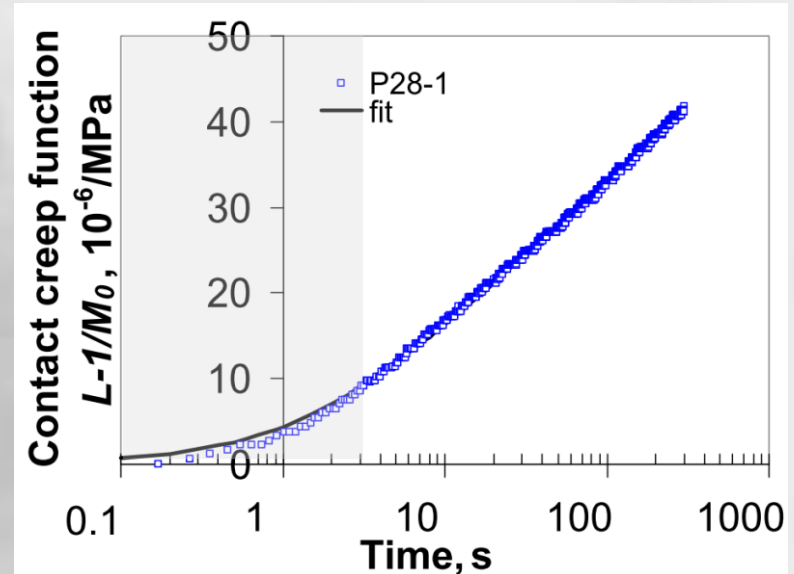


Caractérisation du comp. long-terme



- Fonction de fluage uniaxiale sur béton

$$J_u(t) - \frac{1}{E_0} = \frac{\ln(t / \tau_{u,con} + 1)}{C_{u,con}}$$



- Fonction de fluage de contact sur pâte de ciment:

$$L(t) - \frac{1}{M_0} = \frac{\ln(t / \tau_{i,ce} + 1)}{C_{i,ce}}$$

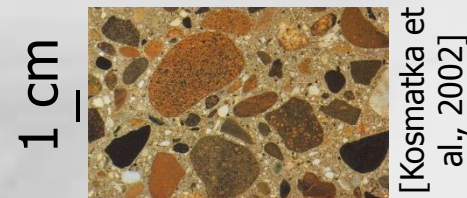
Module de fluage de contact C
Temps caractéristique τ

Taux de fluage $\approx \frac{1}{Ct}$
 $t \gg \tau$

Upscaling du module de fluage

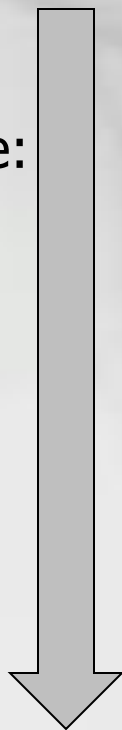
Module de fluage de contact
 $C_{i, \text{cem}}$ de pâte de ciment
 mesuré par indentation

$$L(t) - 1/M_0 \propto \ln(1 + t/\tau) / C$$

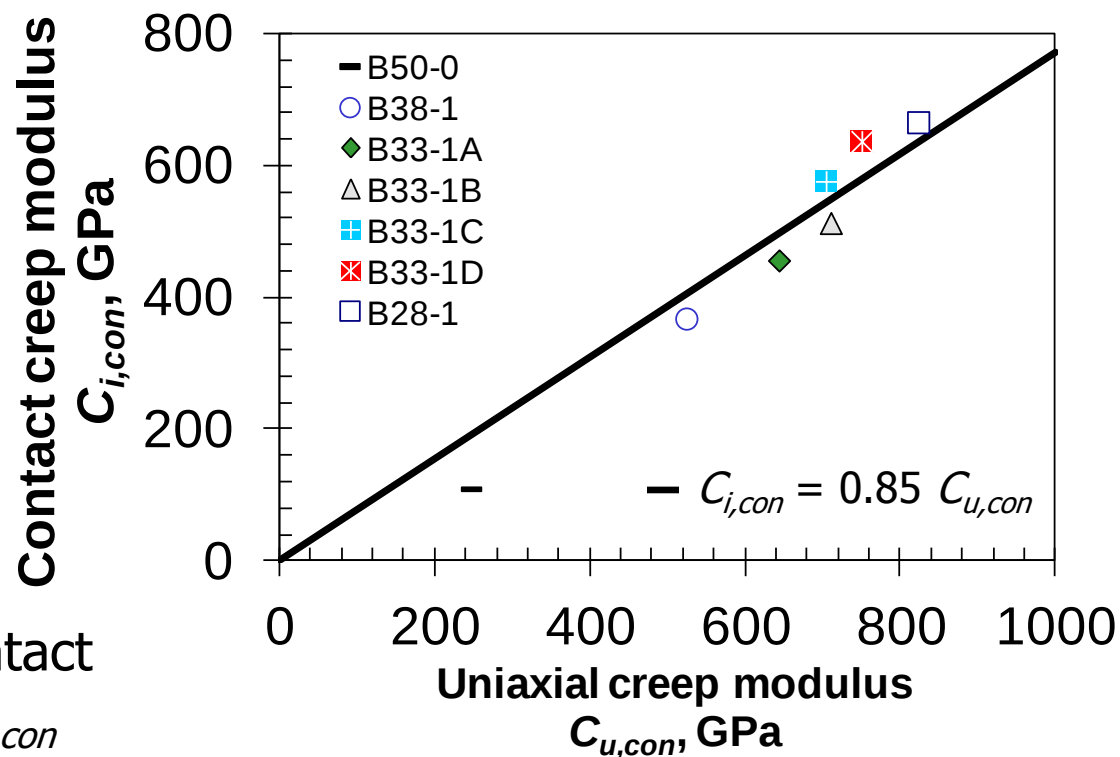


Upscaling analytique:

- Schéma de Mori-Tanaka
- $\nu = 0.18$ constant
- Aggrégats non fluants



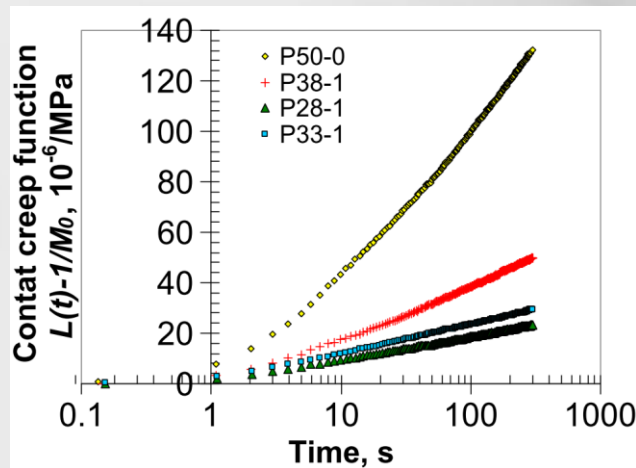
Module de fluage de contact
 prédit pour le béton $C_{i, \text{con}}$



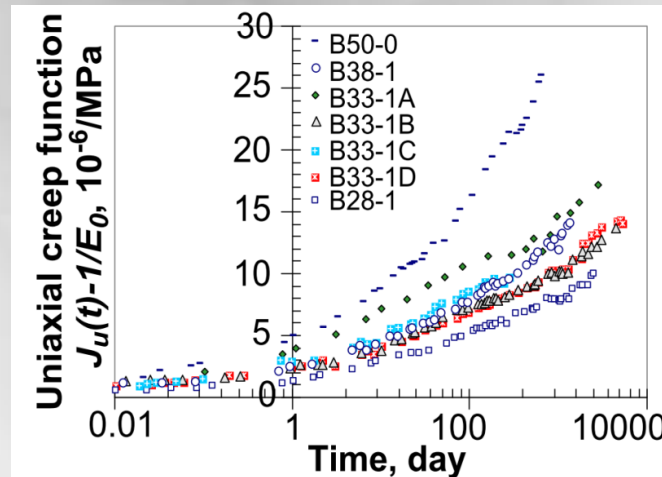
Upscaling du temps caractéristique?

- La durée caractéristique pour atteindre une cinétique de fluage logarithmique dépend du système considéré.

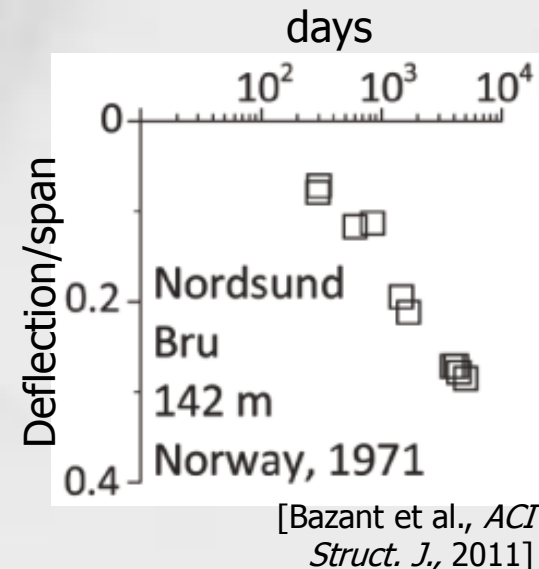
$$L(t) - 1/M_0 \propto \ln(1 + t/\tau) / C$$



Microindentation
 $\tau \sim 1s$



Compression d'un
échantillon de béton
 $\tau \sim 1\text{semaine}$



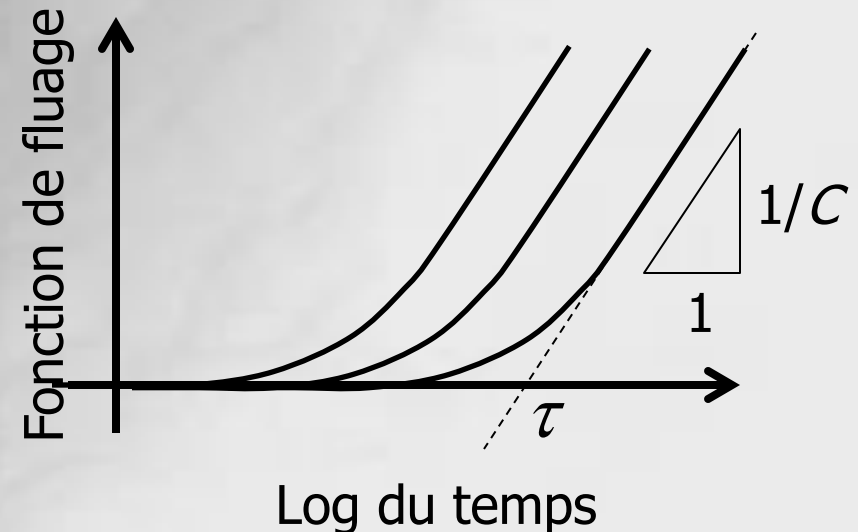
Déflexion de pont
 $\tau \sim 1\text{an}$

Intérêt 2

Caractériser rapidement la cinétique de fluage long-terme:

- Pour un screening rapide
- En parallèle de tests de fluage macroscopiques plus courts

- Des microindentations de quelques minutes sur pâte permettent d'estimer la cinétique long-terme de fluage logarithmique du béton



- Limitation:
 - Pas d'information directe sur la cinétique court-terme

Conclusions

- Intérêt 1: Fournir des données d'entrée pour les modèles multiéchelles

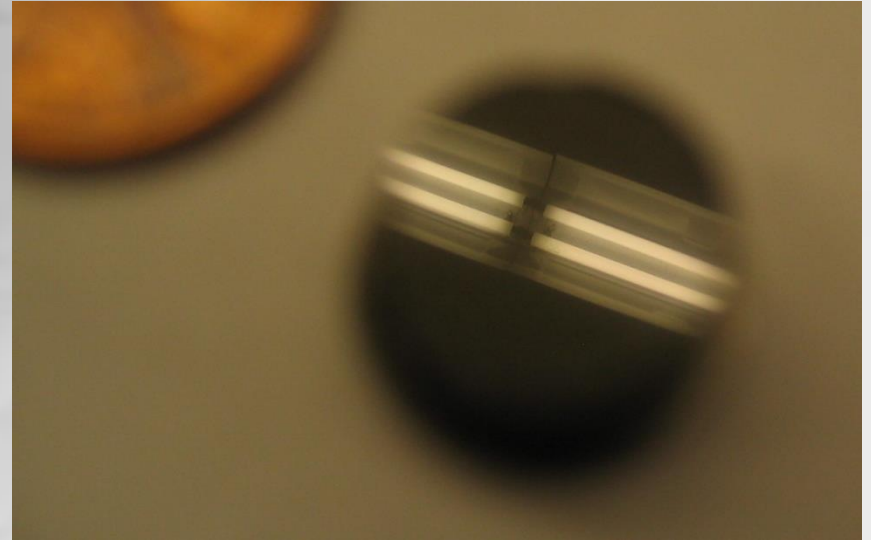
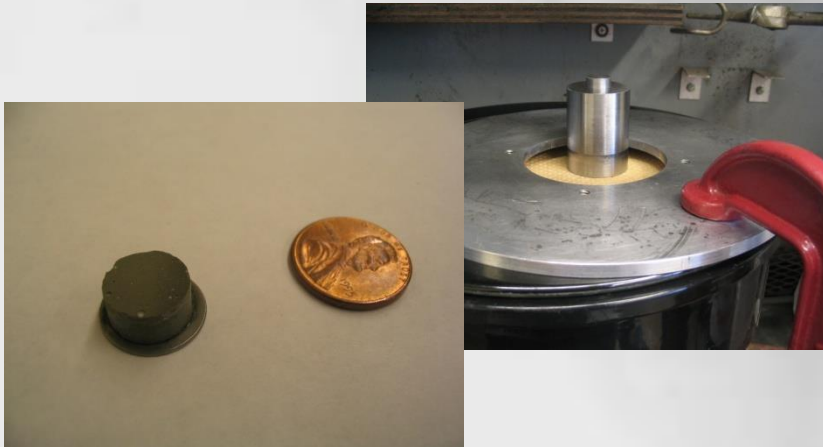
La nanoindentation permet de mesurer « in-vivo » les propriétés mécaniques des phases constituant les matériaux cimentaires

- Intérêt 2: Caractériser rapidement la cinétique de fluage long-terme

Des microindentations de quelques minutes sur pâte permettent d'estimer la cinétique long-terme de fluage logarithmique du béton

Préparation de la surface

- La nanoindentation est « pousse-bouton », mais la préparation de la surface (i.e., le polissage) peut être délicat.

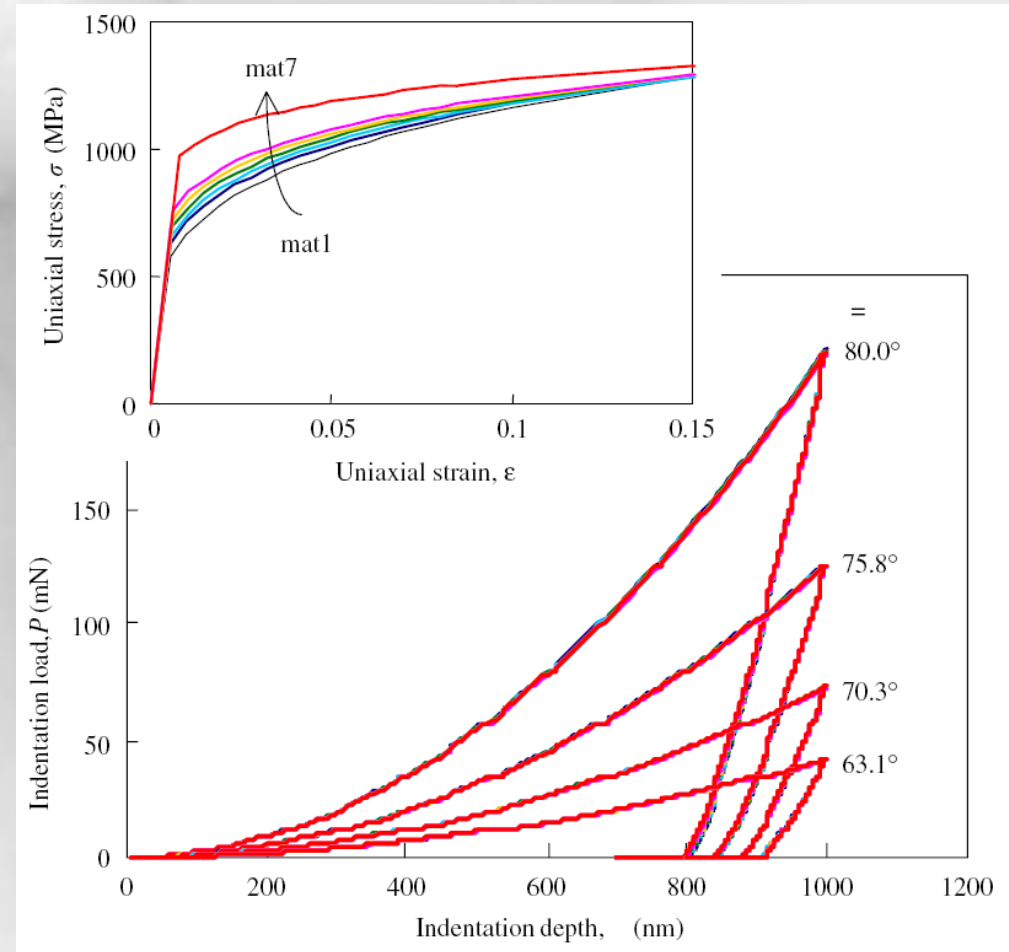


- Ce n'est pas un problème pour les tests de microindentation

Some difficulties: data interpretation

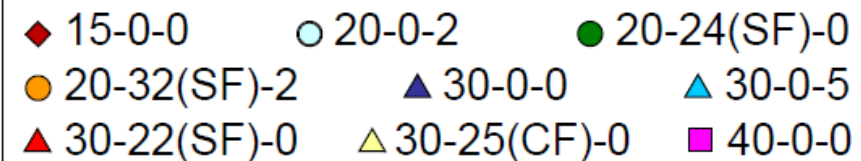
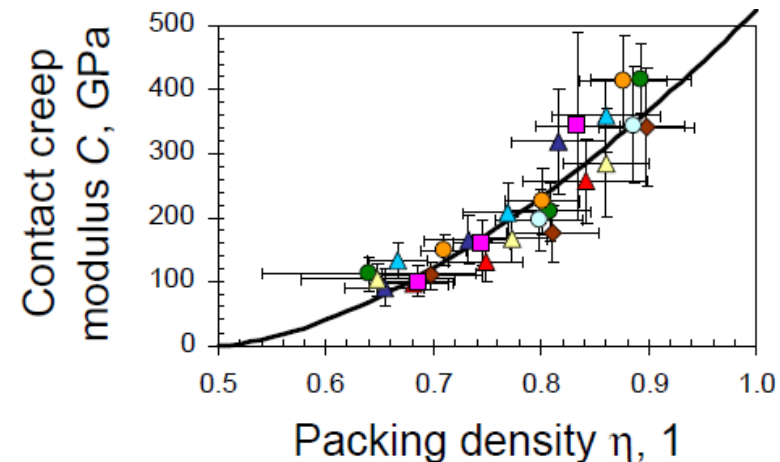
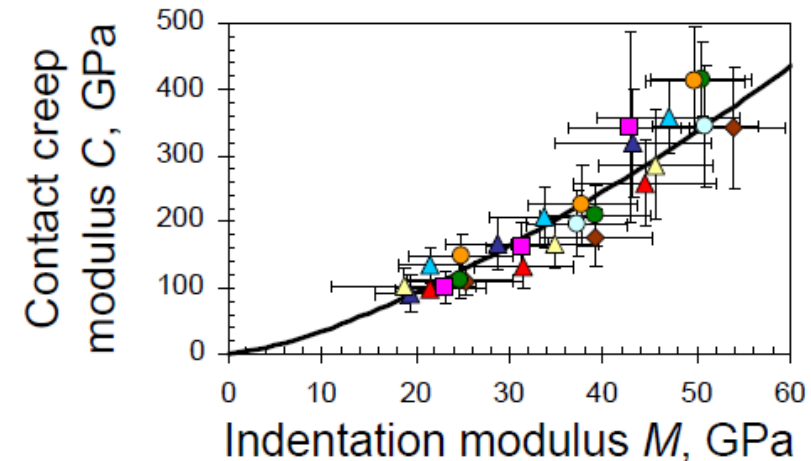
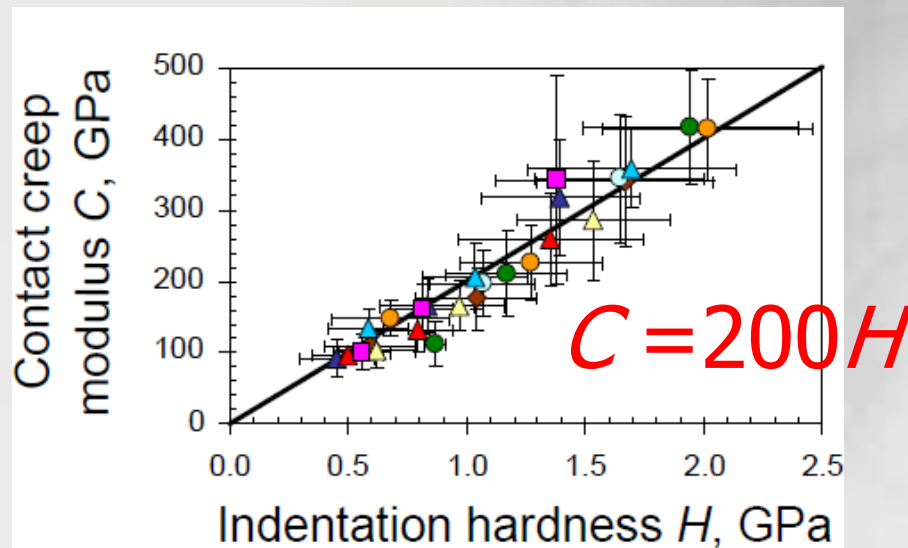
- Materials with distinct uniaxial stress-strain curves can yield the same indentation curves...
- ... even for conical probes with various half-angles!

[Chen et al., *JMPS*, 2006]

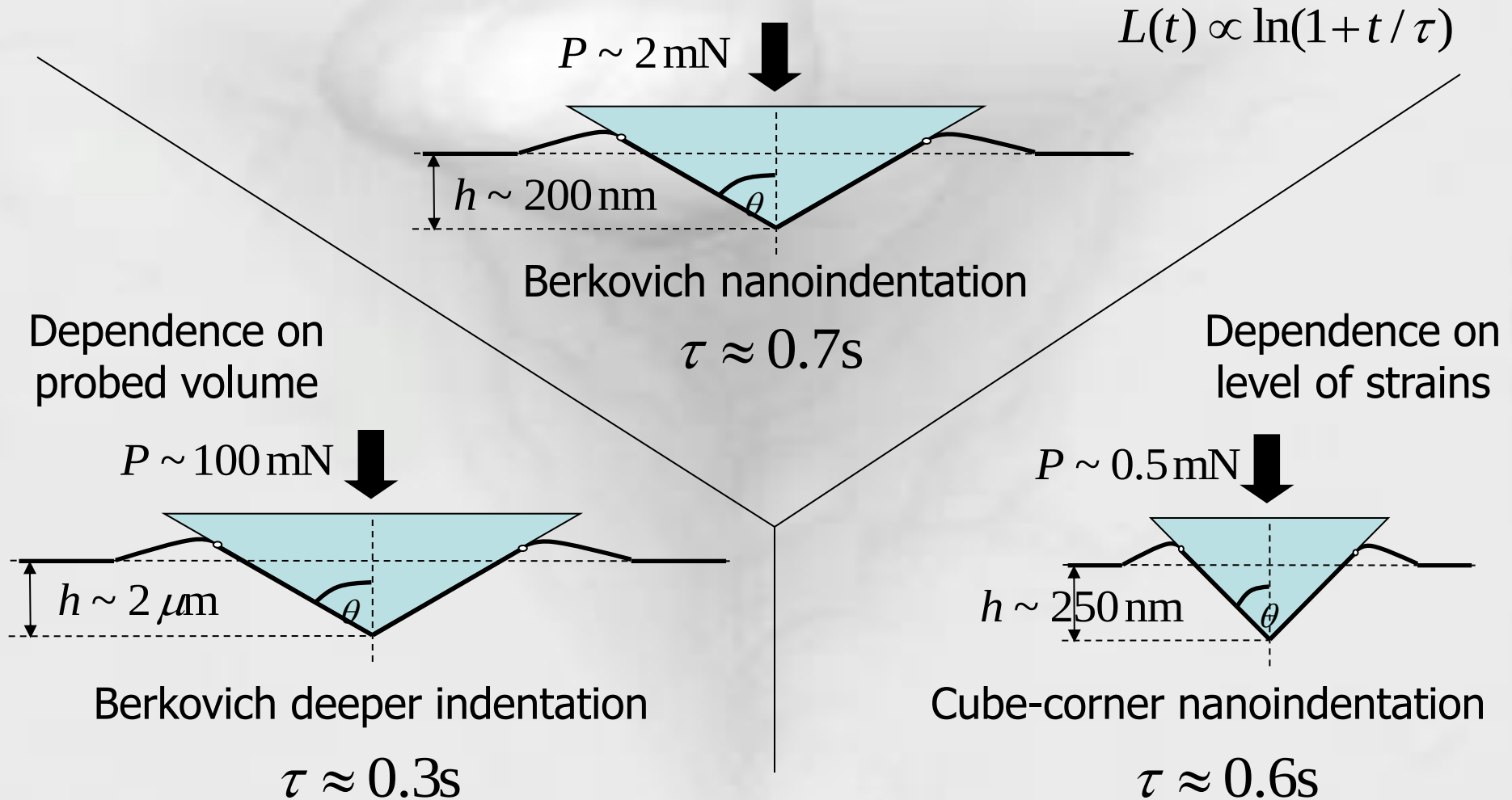


Scaling of contact creep modulus

- Scaling between creep modulus C and (M, H, η) is independent of:
 - Water-cement ratio
 - Admixtures (silica fumes SF, calcareous filler CF)
 - Heat treatment (HT)



Characteristic time scale



But the dependence on the level of stress was not probed