

Table des matières

Index des principaux symboles utilisés dans le manuscrit.....	VI
Introduction générale :.....	1
I Chapitre 01: généralités sur les matériaux bitumineux.....	4
I.1 Le bitume.....	4
I.1.a) L'origine	4
I.1.b) L'historique.....	5
I.1.c) Typologie	8
I.2 La fabrication des bitumes :.....	8
I.2.a) Le procédé de la distillation atmosphérique :.....	8
I.2.b) Le procédé de la distillation sous-vide :	8
I.2.c) Le procédé de semi-soufflage :.....	9
I.2.d) Le procédé d'extraction (le désasphaltage) :	9
I.3 Caractérisation des bitumes :.....	10
I.3.a) Principaux essais standards de caractérisation :	10
I.3.b) Essais rhéologiques :.....	10
I.4 Consommation(Utilisations).....	11
I.5 Le béton bitumineux	12
I.5.a) Les composants du béton bitumineux.....	12
I.5.b) La formulation du mélange bitumineux	14
I.5.c) Caractérisation mécanique du béton bitumineux	15
I.5.d) Les différents essais sur béton bitumineux	17
II Chapitre 02 La nano-indentation:	20
II.1 Introduction :.....	20
II.2 Historique :	20
II.3 Principe de la technique nano-indentation :.....	21
II.3.a) Dispositif expérimental :.....	22
II.3.b) L'Indenteur BERKOVICH :.....	25
II.4 Analyse des courbes chargements déchargement :.....	26
II.5 Le modèle d'Oliver et Pharr :.....	27
III Chapitre 03 : l'application du nanoindentation dans les matériaux bitumineux..	32
III.1 Introduction :.....	32
III.2 Les principales phases du béton bitumineux.....	32
III.3 Application de la technique nanoindentation sur le béton bitumineux :	33

III.4	Hétérogénéité du béton bitumineux :.....	34
III.4.a)	La première étape :.....	34
III.4.b)	La seconde étape :.....	35
III.4.c)	La troisième étape :.....	35
III.5	Echelle de séparation.....	35
III.6	Les valeurs expérimentales et numériques du module de Young du béton bitumineux :.....	37
IV	Chapitre 04 : Simulation Numérique.....	40
IV.1	Introduction :.....	40
IV.2	Choix du code de calcul :.....	41
IV.3	La préparation de l'échantillon en pratique :.....	42
IV.4	La simulation numérique :.....	43
IV.4.a)	Les propriétés mécaniques du matériau et de l'indenteur :.....	45
IV.4.b)	Le maillage :.....	46
IV.4.c)	Le contact entre l'échantillon et l'indenteur (contact pair) :.....	47
IV.4.d)	Les conditions aux limites.....	48
IV.4.e)	Le chargement :.....	49
V	Chapitre 05 : Résultats et discussions.....	52
V.1	Introduction :.....	52
V.2	Présentation des résultats expérimentaux :.....	52
V.3	Présentation des résultats de la simulation numérique :.....	54
V.4	Discussions des résultats :.....	59
	Références.....	61

Liste des figures :

Fig I-1: morceau de bitume provenant d'un gisement naturel en bordure de la mer morte	4
Fig I-2: les premières applications des enrobés bitumineux à paris début du 20iem siècle(3)	5
Fig I-3: Nicéphore NIEPCE 1765-1816.....	6
Fig I-4: image d'une autoroute l'heur d'une pluie (38).....	7
Fig I-5: récapitulatif des différents procédés de fabrication du bitume (1)	9
Fig I-6: formulation des betons bitumineux (39).....	15
Fig I-7: appareillage de l'essai Marshall.....	17
Fig I-8: L'appareillage de l'essai d'extraction à chaud.....	18
Fig I-9: appareillage de l'essai de KUMAGAWA.....	18
Fig II-1: corbe typique de chargement-déchargement (15).....	21
Fig II-2: Appareil d'indentation CSM (16).....	22
Fig II-3: Schéma descriptif du CSM (16).....	23
Fig II-4: Montage expérimental des essai effectués sur CSM	23
Fig II-5: l'image d'un échantillon indenté (17)	24
Fig II-6: schéma de différentes géométries d'indenteurs	25
Fig II-7: schemat détaillé sur l'indeteur de berkovich	25
Fig II-8: description de la geometrie du contact utilisée dans l'analyse Oliver et Pharr	27
Fig II-9: Scema recapitulatif de la d'Oliver et Pharr (18)	30
Fig III-1: béton bitumineux considéré comme un matériau multi-échelle (24).....	33
Fig III-2: les phases du béton bitumineux (33).....	33
Fig III-3:microscope électronique (ESEM) (40).....	35
Fig III-4: approche d'obtention des propriétés nanomecanique d'un matériau hétérogène (23)	37
Fig IV-1: principe de la simulation (25)	40
Fig IV-2 : <i>interface de logiciel abaqus</i>	42
Fig IV-3 :l'échantillon du béton bitumineux (26).....	43
Fig IV-4 : schéma descriptif de l'échantillon avec l'indeteur	44
Fig IV-5 : modélisation de l'échantillon en 2D par Abaqus	44
Fig IV-6 : identification des propriétés de l'échantillon	45
Fig IV-7 : modélisation de l'indeteur en 2D par Abaqus.....	45
Fig IV-8: identification des propriétés de l'indeteur en diamant	46

Fig IV-9 : maillage de l'échantillon avec l'indenteur	47
Fig IV-10 : définition du contacte pair indenteur-échantillon	48
Fig IV-11 : encastrement de l'échantillon.....	48
Fig IV-12 : la définition du double appui à l'axe de la symétrie	49
Fig IV-13 : les deux types de courbes charge-décharge (35)	49
Fig IV-14 : la relation entre le chargement et le déplacement (35)	50
Fig IV-15 : chargement n°01 pour l'agrégat (26).....	50
Fig IV-16 : chargement N° 02 pour la matrice (26)	50
Fig V-1 : courbe expérimentale de l'essai nanoindentation sur la phase des agrégats du béton SP-B (26).....	53
Fig V-2 : courbe expérimentale de l'essai nanoindentation sur la phase de la matrice du béton SP-B (26).....	53
Fig V-3 : distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (charge) de la phase agrégats du béton bitumineux.....	54
Fig V-4 distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (décharge) de la phase agrégats du béton bitumineux.....	55
Fig V-5 : déplacement pendant la simulation numérique (charge) de la phase des agrégats du béton bitumineux	55
Fig V-6 : déplacement pendant la simulation numérique (décharge) de la phase des agrégats du béton bitumineux	56
Fig V-7 :déplacement pendant la simulation numérique (charge) de la phase matrice du béton bitumineux	56
Fig V-8 :déplacement pendant la simulation numérique (décharge) de la phase matrice du béton bitumineux.....	57
Fig V-9 :distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (charge) de la phase matrice du béton bitumineux.....	57
Fig V-10 :distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (décharge) de la phase matrice du béton bitumineux.....	58

Liste des tableaux

Tab I-1: Classe granulaire des différents granulats et du filler.....	13
Tab II-1: la surface de contact pour différentes géométrie d'indenteurs	26
Tab III-1 : les valeurs du module de rigidité pour des bétons bitumineux calculés par les différentes méthodes et celle du laboratoire (41)	38
Tab V-1 : E et H des agrégats et la matrice du béton bitumineux SP-B (26).....	54

Index des principaux symboles utilisés dans le manuscrit

-symboles généraux

Symbole	Unité	Description
E	Pa	Le module de Young
Er	Pa	Le module de Young réduit
Ei	Pa	Le module de Young de l'indenteur
P	N	Force normale appliquée
a	m	rayon de contact indenteur-matière
A	m ²	aire de contact projetée
β	-	facteur de correction pour le calcul du module de Young (O&P)
C	-	facteur de forme
D	m	distance de la section depuis la pointe de l'indenteur
ϵ	-	constante géométrique pour le calcul de hc (O&P)
h	m	Profondeur de l'empreinte (d'indentation)
h _{max}	m	la hauteur maximale
hc	m	hauteur de contact sous charge
hr	m	profondeur de l'empreinte résiduelle
hs	m	déplacement vertical de la surface à la limite du contact
H	Pa	dureté du matériau
S	N.m ⁻¹	raideur de contact
ν	-	Le coefficient de poisson
ν_i	-	Le coefficient de poisson de l'indenteur
α	deg	L'angle effectif de cône
θ	deg	demi-angle au sommet
δ	m	l'enfoncement
D	-	une échelle de longueur
X	-	index d'indentation
L	-	une échelle de longueur
d	-	une échelle de longueur

-Index des abréviations

AFM	Atomique Force Microscope (microscope à force atomique)
MEB	Microscope à Balayage Électronique
FTIR	Fourier Transform Infrared spectroscopy (la spectroscopie à Infrarouge du Transformé de Fourier)
RMN	nuclear magnetic resonance(la Résonance Magnétique Nucléaire)
XRD	X-ray Diffraction (Diffraction des Rayons X)
DTA	differential thermal analysis (l'Analyse Thermique Différentielle)
MEF	Méthode des Éléments Finis
TBA	Température Bille-anneau
RTFOT	Rolling Thin Film Oven Test
SHRP	Strategic Highway Research Program
BTP	Batiments Travaux Publics
O&P	la méthode d'Oliver et Pharr
VER	les volumes élémentaires représentatifs

Introduction générale :

Les matériaux bitumineux sont des matériaux multiphasiques, leur hétérogénéité engendre une complexité de comprendre leur comportement structuro-mécanique. Ils sont présents dans de multiples domaines, ce qui a engendré une croissance extrême à sa fabrication industrielle au siècle précédent. Le béton bitumineux fait partie de ces matériaux. Sa production consomme la majorité du bitume commercialisé au monde. La matrice du béton bitumineux basé sur le bitume et les agrégats fins mérite une étude approfondie de ses caractéristiques, puisqu'elle influe justement sur celle du matériau globale. La détermination de ces caractéristiques qui apparaissent très difficile voire même impossible, est devenue atteinte grâce à la nanoindentation.

Nous nous sommes intéressés à l'indentation instrumentée comme essai non destructif déterminant les propriétés mécaniques d'une manière applicable à plusieurs échelles ; macro, micro et nanométrique.

Les chercheurs Oliver et Pharr ont développé au cours des années 90 une méthode très célèbre actuellement dans le domaine de la nanoindentation. Elle consiste à déterminer les propriétés mécaniques à partir d'une courbe charge-décharge.

Le présent travail présente une détermination de propriétés citées auparavant des matériaux bitumineux en utilisant une simulation numérique de la technique d'indentation nanométrique, pour les comparer à celles de l'expérimentale.

À cause de sa précision, la nanoindentation est aujourd'hui l'une des meilleures techniques d'étude paramétrique pour les matériaux composites tels que les bitumineux. C'est un essai non destructif qui fournit des informations caractérisant le matériau au comportement élastique, plastique, viscoélastique ou encore, visco-elasto-plastique à une échelle très réduite (nanométrique).

Le module de Young et la dureté peuvent être indirectement déduits à partir de la technique.

Nous présentons ce travail en cinq chapitres :

Le premier chapitre est une étude bibliographique pour la connaissance approfondie des actualités des matériaux bitumineux.

L'objectif du second est la présentation de la nanoindentation en dévoilant tout ce qui concerne l'instrument indenteur, et son mode d'emploi pour la déduction du module élastique et la dureté.

Dans le troisième chapitre nous avons parlé de l'utilisation de la nanoindentation sur les matériaux bitumineux en s'intéressant aux propriétés mécaniques.

Le quatrième chapitre présente une simulation numérique par éléments finis, d'un essai pratique d'une nanoindentation, déjà réalisé sur les matériaux cités.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Enfin, le dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux, l'interprétation, et la discussion de ceux de l'initiation à la simulation numérique.

Notre travail se conclure par une conclusion générale.



GENERALITES SUR LES MATERIAUX BITUMINEUX

I Chapitre 01: généralités sur les matériaux bitumineux

I.1 Le bitume

I.1.a) L'origine

L'utilisation du bitume remonte est très ancienne et les récits de l'Antiquité sont riches en références à ce matériau dont les anciens Egyptiens se servaient pour calfater les embarcations, construire les édifices et... préparer les momies. Les Grecs et les Romains, qui en connaissaient l'usage, l'avaient baptisé respectivement "asphaltos" et "bitumen". Les deux mots existent encore aujourd'hui sous des formes très proches (asphalte, bitume) dans les langues occidentales modernes. En français, le mot bitume désigne à l'origine un produit dérivé du pétrole, présent à l'état naturel sous forme suintante (Mexique, Venezuela, Trinidad...), dans des dépôts sous forme d'amas ou en imprégnation dans des roches poreuses (Madagascar, Pont-du-Château en France...). L'asphalte désigne, également à l'origine, des roches calcaires, où le bitume est présent, généralement dans la proportion de 8 à 10 %, quelquefois davantage (1).

Le bitume de nos jours est obtenu par raffinage des pétroles bruts, appelés "bruts à bitume". Sauf que la production du bitume ne provienne pas de tous les bruts, Sur les 1 300 environ référencés dans le monde, seuls 10 % sont choisis par les pétroliers pour la fabrication du bitume, Puisque les bruts légers peuvent avoir un rendement insuffisant (2).

Le bitume est obtenu en fractionnant le pétrole brut par distillation atmosphérique puis "sous-vide". Il contient en moyenne 80 à 85 % de carbone, 10 à 15 % d'hydrogène, 2 à 3 d'oxygène et, ainsi que divers métaux à l'état de traces, mais liés chimiquement aux molécules les plus lourdes (1).

A la température ambiante, il est très visqueux, presque solide, et présente deux caractéristiques importantes : c'est un agglomérant à fort pouvoir adhésif, en particulier sur les minéraux destinés aux ouvrages, et il est totalement imperméable à l'eau. Ces propriétés sont exploitées dans la construction routière, sa principale utilisation, où il fournit le liant pour les enrobés, et dans diverses applications pour les travaux publics et l'industrie qui mettent principalement à profit son étanchéité pour les toitures, les terrasses ou les bassins (1).



*Fig I-1: morceau de bitume
provenant d'un gisement naturel en
bordure de la mer morte*

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

I.1.b) L'histoire

I.1.b)-01 De l'Antiquité à la révolution industrielle

L'usage du bitume naturel est fort ancien, puisque les civilisations mésopotamiennes s'en servaient dès le 3^{ème} millénaire avant notre ère pour fabriquer des objets, comme en témoignent les vases sculptés originaires de la ville de Suse (actuellement en Iran) conservés au département des antiquités orientales du musée du Louvre à Paris en France. Les récits de l'Antiquité sont riches de références à ce matériau utilisé pour assurer l'étanchéité des citernes et des canaux d'irrigation, dont les Égyptiens se servaient pour calfeutrer les embarcations, construire des édifices et même préparer les momies. Les Grecs et les Romains, qui en connaissaient aussi l'usage, l'avaient baptisé respectivement "asphaltos" et "bitumen" (3).

Sa première utilisation connue en construction routière remonte au 7^{ème} siècle av. J.-C., à Babylone, sous le règne du roi Nabopolassar (626-605 avant J.-C.). Il faut ensuite faire un saut de 2 500 ans pour voir sa première application à l'époque moderne. En 1852 la première chaussée revêtue de bitume naturel a été réalisée, sur une section de route aux abords de Perpignan en France. Un peu plus tard, l'industrie du bitume, née en Europe, allait connaître un essor incomparable aux États-Unis. Développés à l'origine pour lutter contre la poussière engendrée par la circulation sur les routes empierrées, principalement sous la forme d'émulsion, les produits bitumineux sont peu à peu invités, avec l'avènement des enrobés, à participer à la résistance mécanique de la structure de la chaussée. (3)



Fig I-2: les premières applications des enrobés bitumineux à Paris début du 20^{ème} siècle (3)

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

Au XVII^{ème} siècle, les artistes graveurs l'utilisent pour reproduire leurs dessins à l'eau forte et les peintres pour lier leurs pigments. En France, dès la fin du XVIII^{ème} siècle, des gisements d'asphalte sont exploités en alsace et dans l'Ain, pour l'étanchéité des fortifications et le graissage des essieux de canon. Au début des années 1820, l'asphalte commence à servir de revêtement pour les trottoirs et les rues de Paris et de Londres.

En 1824, c'est avec du bitume de Judée que Niepce réalise la première photographie de l'histoire : il place des pierres lithographiques recouvertes de bitume au fond d'une chambre obscure et obtient l'image fixée d'un paysage. Inerte, imperméable et insoluble dans l'eau, le bitume constitue un excellent isolant thermique et électrique. il est utilisé pour réaliser des chapes d'étanchéité en couverture de bâtiments (toiture, cuvelages), imperméabiliser les parois de retenues d'eau (citerne, canalisation, barrage, digue à la mer...) ou fabriquer des peintures, vernis et émulsions pâteuses mises en œuvre pour hydrofuger les parois en béton. C'est du bitume qui protège de la corrosion et de l'abrasion les 450 000 km de câbles sous-marins par lesquels transitent une grande partie des communications mondiales.

Le bitume joue aussi le rôle d'isolant phonique et thermique dans les habitations. Coulé dans l'épaisseur des planchers, il réduit la propagation du bruit et les pertes thermiques, au bénéfice du confort de vie et des économies d'énergie. Dans l'industrie automobile, le bitume est utilisé pour amortir les vibrations. Dans certains modèles de voitures, on trouve jusqu'à 30 pièces différentes comportant des éléments amortisseurs bitumineux. On utilise aussi le bitume pour isoler les piles électriques, assurer l'étanchéité des ouvrages d'art, ou encore optimiser les encres de journaux. Matériau de base des routes et des voies de circulation urbaines comme les pistes cyclables ou les trottoirs, le bitume a permis une accélération et une amélioration constante de la mobilité et des échanges entre les hommes. (4)



Fig 1-3: Nicéphore NIEPCE 1765-1816

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

Aujourd'hui sur la route, les enrobés bitumineux jouent un rôle clé pour la sécurité et le confort. Les enrobés drainants, par exemple, absorbent l'eau de pluie, évitant qu'elle ne s'accumule sur la chaussée.

En contribuant à éliminer le brouillard d'eau sur les autoroutes à forts trafic de poids lourd, ils assurent aux automobilistes une meilleure visibilité. Les enrobés acoustiques réduisent significativement les nuisances sonores provoquées par la circulation routière (bruits de roulement) : ils sont entre deux et quatre fois plus silencieux qu'un enrobé classique. Les enrobés « anti-orniérants », fabriqués à base de bitume « dur » optimisent la conservation de la chaussée sur les axes qui supportent un trafic intense de poids lourds. Ils contribuent à la sécurité et au confort de conduite en minimisant les ornières qui perturbent le contrôle d'un véhicule, notamment lorsque se forment des flaques d'eau de pluie. Le plus souvent de couleur noire, le bitume offre désormais d'autres teintes comme le rouge ou le vert. Ces bitumes sont fabriqués en incorporant des pigments de couleur dans le liant ou en utilisant directement des granulats de couleur. Les enrobés colorés participent à la sécurisation de la route en démarquant les chaussées réservées aux différents usagers de la route (piste cyclable, zone piétonne, couloir de bus, etc.) et à la conception d'aménagements esthétiques, en harmonie avec leur environnement (site naturel, monument, édifice, etc.). Selon le processus industriel utilisé et les besoins, on peut fabriquer des bitumes plus ou moins durs, de pénétrabilité ou de température de ramollissement plus ou moins élevées. (4)



Fig I-4: image d'une autoroute l'heur d'une pluie (38)

I.1.c) Typologie

I.1.c)-01 Bitume naturel :

- ◆ - Bitume naturel d'extraction de carrière : Le bitume existe à l'état naturel sous forme de résidu d'anciens gisements de pétrole dont les éléments les plus légers ont été éliminés au cours du temps par une sorte de distillation naturelle, les éléments légers étant très volatils à température ambiante. Extrait à ciel ouvert, les gisements se présentent alors comme de véritables lacs, le bitume peut aussi se présenter sous forme de filons en sous-sol. Le plus connu de ces bitumes naturels est le bitume de Trinidad qui relève du premier type de gisement.

La production mondiale est très faible puisqu'elle ne dépasse pas 200 000 t.

Les bitumes naturels ne sont guère utilisés que comme ajouts pour certaines utilisations particulières, compte tenu de leurs caractéristiques spécifiques (aptitude à être colorés, effet stabilisateur pour les asphaltes coulés, etc.).

- ◆ - Bitume brut dérivé du pétrole : Les bruts à bitume sont des bruts lourds venant du Venezuela (Boscan, Bachaquero, Lagunillas et Tia Juana) ou du Moyen-Orient (Safaniya (ou Arabe lourd) et Kuwait). Ces bitumes comprennent les bitumes purs normalisés (norme NF EN 12591) et les bitumes spéciaux divisés en bitumes de grade « dur » (NF EN 13924) et en bitumes à susceptibilité améliorée
- ◆ Bitume fluidifié : Un bitume fluidifié, ou cut back, est un bitume dont on a réduit la viscosité en lui ajoutant un diluant assez volatil (du pétrole ou du kérosène par exemple).
- ◆ Bitume fluxé : Un bitume fluxé est un bitume dont la viscosité a été réduite par l'ajout d'une huile de fluxage.

I.2 La fabrication des bitumes :

Le bitume est fabriqué à partir d'un brut réduit qui est lui-même issu de la distillation des pétroles bruts. Selon les diverses origines de ces pétroles, il a été adopté des méthodes particulières de fabrication pour obtenir des produits bitumineux de qualité.

Au plan international, il existe quatre méthodes de fabrication :

I.2.a) Le procédé de la distillation atmosphérique :

Ce mode de raffinage consiste à chauffer en continu par passage dans un four, le brut préalablement décanté et dessalé. Ce brut, porté à une température voisine de 340 °C, est envoyé dans une colonne de fractionnement maintenue à la pression atmosphérique. Le produit récupéré en fond de tour est le brut réduit (1)**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

I.2.b) Le procédé de la distillation sous-vide :

Ce procédé qui s'effectue dans une tour sous-vide consiste à créer un vide de 4000 à 5300 Pascal obtenu à l'aide d'éjecteurs de vapeur. La pression réduite qui règne à l'intérieur de la tour est destinée à poursuivre la séparation physique des constituants sans les dégrader thermiquement. A cet effet la température de marche est de 340°C à 360°C

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

et ne doit jamais dépasser 400°C à la sortie du four (1) **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

I.2.c) Le procédé de semi-soufflage :

La fabrication du bitume commence en premier dans la tour sous-vide, le résidu dit “base molle” récupéré est traité dans la section de soufflage à l’air pour obtenir un bitume routier. Cette technique consiste à injecter de l’air dans la colonne de soufflage à des températures comprises entre 240-280°C et un débit de 1000 Nm³/h (1) **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

I.2.d) Le procédé d’extraction (le désasphaltage) :

Le désasphaltage au solvant est employé comme complément dans le raffinage des bruts à huile. Il est souvent effectué sur le fond de distillation sous-vide qui ne peut être employé comme bitume étant donné sa forte teneur en fractions lubrifiantes. Le brut à bitume ainsi que l’asphalte récupéré par désasphaltage au propane sont fractionnés en gazoles (Fuel oil et gasoil) et sont traités ensuite dans la section de soufflage à l’air pour obtenir un bitume routier 40/50 (1).

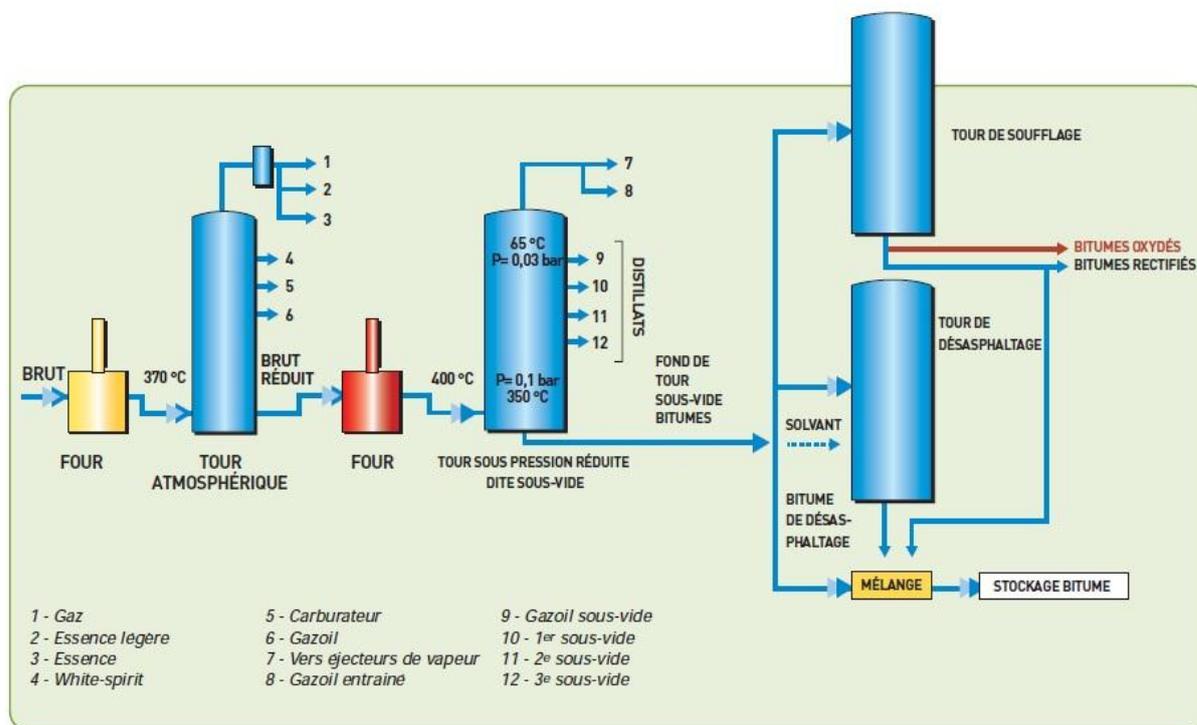


Fig I-5: récapitulatif des différents procédés de fabrication du bitume (1)

I.3 Caractérisation des bitumes :

Plusieurs types d'essais permettent de caractériser les liants bitumineux. Deux catégories principales se distinguent : les essais standards de caractérisation (mis au point dans les années 1920) et les essais rhéologiques (apparus dans les années 1940).

I.3.a) Principaux essais standards de caractérisation :

L'essai de pénétrabilité à l'aiguille (NF T66-804) qui consiste à mesurer en 10^{ème} de mm, l'enfoncement dans un échantillon de bitume à température donnée, d'une aiguille standard au bout d'un temps de 5 s. La valeur de pénétration est d'autant plus grande que le bitume est mou (5).

Le point de ramollissement bille-anneau (NF T66-804) qui consiste à déterminer la température, notée TBA, pour laquelle une bille d'acier normalisée traverse un échantillon de bitume maintenu dans un anneau métallique. Il caractérise la susceptibilité thermique du matériau : plus la température bille-anneau est faible, plus le bitume est susceptible (6).

L'essai RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) (NF T66-032) est employé pour caractériser le vieillissement des bitumes à l'enrobage. Pour cet essai, le bitume placé en film mince est régulièrement exposé à un flux d'air chaud dont le débit est contrôlé. Les propriétés habituelles du liant sont ensuite mesurées (pénétrabilité, température de ramollissement bille-anneau). Ces valeurs après RTFOT qui sont plus proches de celles du liant extrait de l'enrobé, sont comparées à celles obtenues auparavant (6).

Le point de fragilité de FRAAS (NF T66-026) qui correspond à la température à laquelle un film de bitume déposé sur une lamelle d'acier se fissure lorsque l'on plie cette lamelle à basse température. Il caractérise la fragilité du liant à basse température (6).

Les valeurs obtenues lors de ces différents essais sont à la base des spécifications sur les bitumes. Ceux-ci sont répartis en classes correspondant à une gamme donnée de valeurs de pénétrabilité à 25°C :

- ◆ 10/20 bitume dur (non normalisé).
- ◆ 20/30 bitume dur (normalisé).
- ◆ 35/50 et 50/70 bitumes semi durs.
- ◆ 70/100 et 180/220 bitumes mous.

I.3.b) Essais rhéologiques :

Ce type d'essai a pour but de déterminer les caractéristiques intrinsèques du liant. Il s'agit d'essais de rhéométrie permettant la mesure de caractéristiques mécaniques intrinsèques telles que la viscosité et des essais de module complexe. En effet les essais classiques se révèlent mal adaptés pour caractériser les liants particuliers, notamment ceux modifiés aux polymères [Hadrzynski, 1995]. Ainsi ce type d'essai a été choisi suite aux conclusions du programme SHRP (Strategic Highway Research Program) afin de

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

pouvoir relier les caractéristiques mesurées en laboratoire et les performances des liants dans l'enrobé sur chaussées [Anderson, 1993]. (7)

I.4 Consommation(Utilisations)

Environ 90 % du bitume produit dans le monde, essentiellement comme déchet de la production de carburant lors du raffinage du pétrole, est utilisé pour la construction routière et le BTP (trottoirs, parkings, terrasses, installations portuaires, aéroports, etc.). Les consommations par pays ou régions de bitume sont pour cette raison largement proportionnelles à l'importance des réseaux routiers (même si le béton est aussi utilisé dans certains pays), à leur développement et à la fréquence de leur entretien ou renouvellement. L'Amérique du Nord, avec son immense réseau, vient largement en tête, suivie de l'Europe, où la croissance des échanges commerciaux entraîne une forte demande de développement des infrastructures routières.

En Asie, le bond en avant de l'économie chinoise dope la demande depuis plusieurs années.

Des usages secondaires anciens tels que l'étanchéité et la protection de coques de bateaux, de bois exposés à l'eau ou la protection des bois de poteaux télégraphiques ont disparu ou sont devenus rares.

Quelques usages spéciaux sont apparus au XXe siècle, justifiés par la grande imperméabilité et la relative inertie physicochimique de ce matériau (qui résiste en revanche mal au feu)

Des enduits d'étanchéité ont été développés pour l'industrie du bâtiment, et des matériaux d'inertage ou de protection de matériaux toxiques ou radioactifs sont utilisés ou testés dans certaines filières de traitement des déchets.

Le bitume a été utilisé pour la stabilisation de colis de déchets nucléaires stockés en surface ou immergés en mer (pratique courante selon l'ANDRA dans plusieurs pays durant 40 ans environ, à partir de 1946² et en France de 1967 à 1969 au moins (avant l'ouverture du centre de stockage de la Manche à La Hague²) et hors immersions liées aux essais nucléaires faits en Polynésie au large de l'atoll de Mururoa et de l'atoll d'Hao². L'inventaire, l'état et la dangerosité des décharges sous-marines de déchets radioactifs devraient, suite au grenelle de la mer être en France précisés et mieux suivis². Selon l'ANDRA, la plupart de ces déchets ont été conditionnés dans une matrice de béton ou de bitume dans des fûts métalliques « conformément aux recommandations de l'AIEA³ » avant d'être jetés en mer.

Certaines qualités de bitume sont ainsi étudiées dans le cadre de la préparation d'un éventuel stockage géologique profond de certains déchets toxiques et/ou radioactifs⁴. Les réactions à long terme air-eau-bitume en conditions d'altération chimique et radiochimique ont été étudiées dans des conditions proches de celles de l'interface de

contact d'un « colis » bitumé radioactif potentiellement vieilli en phase préliminaire d'entreposage⁴. Le « couplage des facteurs oxygène atmosphérique et irradiation interne (radio-oxydation) » fait l'objet d'une attention particulière au regard des capacités de l'eau à solubiliser et transporter des espèces physiques et organiques (Les molécules organiques (selon la température et le pH du milieu et leur polarité) sont plus ou moins susceptibles d'être lessivées vers l'environnement proche et plus ou moins susceptibles de complexer des radionucléides et de les exporter avec elles dans le champ proche⁴. La lixiviation d'un bitume non-vieilli (ici par une eau dont la qualité chimique était comparable à celle d'une eau en équilibre avec les matériaux de la barrière du stockage géologique) a été comparée avec le vieillissement potentiel du bitume dans ces conditions. Les expérimentations ont montré que l'« altération chimique du bitume » a effectivement permis une lixiviation d'espèces organiques⁴. Les molécules et leur quantité exportées varient selon le pH, la force ionique et la taille de l'interface du matériau exposé à la lixiviation. Si le matériau est de type ciment, les molécules migrantes avec l'eau étaient des acides carboxyliques, des glycols et des composés aromatiques. En contexte aérobie de surface, ces molécules sont biodégradables, mais elles peuvent ne pas l'être en stockage profond⁴ (sauf si les micro-organismes bio-dégradeurs peuvent s'y reproduire, mais des conditions anoxiques (pour limiter la corrosion, le risque d'incendie) et un isolement maximal sont a priori préférées dans ces contextes).

Les expérimentateurs ont conclu que dans ces conditions, la matrice bitume exposée à une altération radio-oxydante est « très sensible au couplage des facteurs oxygène-irradiation qui se traduit par la formation d'espèces oxydées principalement des acides aromatiques. L'étude de matériaux irradiés à faible débit de dose montre que les transferts d'eau sont peu modifiés alors que la solubilisation de matière organique est accrue »

I.5 Le béton bitumineux

I.5.a) Les composants du béton bitumineux

I.5.a)-01 Le bitume

I.5.a)-02 Les granulats

Les granulats créent la rugosité du revêtement, et donc lui confèrent ses qualités drainantes en surface.

Pour réaliser cette fonction, les granulats doivent posséder des qualités d'adhésion vis-à-vis du liant, et de résistance vis-à-vis de l'agression de la circulation et des agents atmosphériques.

La qualité du granulat est liée soit à la nature de la roche d'origine (résistance aux chocs, à l'usure et au polissage) soit à la fabrication (granularité, propreté, forme et angularité).

L'intégration des granulats dans le mélange bitumineux nécessite de connaître différentes caractéristiques (8) :

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

- ◆ Celles qui tiennent à la nature de la roche d'origine (dureté, résistance au polissage, résistance aux chocs).
- ◆ Celles qui résultent de la fabrication des granulats (propreté, forme, granularité, angularité, homogénéité).

En outre les essais mécaniques permettent d'établir un classement selon :

- ◆ La résistance à la fragmentation par les essais Los Angeles (norme P18-573).
- ◆ La résistance à l'usure et à l'attrition par l'essai Micro-Deval humide (norme P18-572).
- ◆ La résistance au polissage (norme P18-575).

02-A Origine et nature :

Il s'agit de granulats provenant du concassage de roches massives ou du concassage de gravillons roulés d'origine sédimentaire, pourvu que le rapport entre la dimension minimale de ces derniers et la dimension maximale du granulats concassés soit au moins égale à 4. Pour les concassés, le traitement consiste à diviser le matériau en plusieurs fractions bien définies du point de vue granulométrique ou alors à réduire les gros blocs sans criblage pour avoir un tout venant de concassage.

02-B La granularité :

Les seuils choisis pour la confection des bétons bitumineux sont 0/12, 0/14 et 0/16.

Les classes granulaires généralement utilisées sont Tab I-1.

- ◆ Pour le sable : 0/2 ou 0/4.
- ◆ Pour les gravillons : 0/3 - 2/6.3 - 3/8 - 4/6.3 - 4/10 - 6.3/10 - 6.3/14 - 10/14 - 8/ 16 et 16/25.

Les spécifications relatives à l'étalement des granularités sont assez sévères, de façon à obtenir une mosaïque homogène.

<i>Désignation retenue</i>	<i>Désignation</i>	<i>Classes granulaires élaborées courantes en France pour les routes (en mm)</i>
Granulats	Pierres concassées, ballast	> 22
	Gravillons	2/4 ; 4/8 ; 6/8 ; 8/11 ; 11/16 ; 16/22
	Sables	0/2 ou 0/4
Filler	Filler, fines ou farine de pierre	≤ 0,063

Tab I-1: Classe granulaire des différents granulats et du filler

I.5.a)-03Le filler

Un filler proprement dit se caractérise par le degré de sa finesse de mouture avec une granulométrie variant de 1 à 80 microns Tab I-1. Il intervient dans le mélange par sa nature minéralogique, sa finesse de mouture et son dosage.

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

Le rôle du filler dans le mélange est de combler les vides, de contribuer à une répartition uniforme du liant dans le mélange, d'absorber une grande partie des huiles volatiles du liant ralentissant ainsi son vieillissement.

Compte tenu des spécifications précédentes, la teneur totale en filler des granulats doit être comprise entre 5 et 9%. Cela est nécessaire pour obtenir les pourcentages de vide prescrits. Par ailleurs, pour conférer au mélange la meilleure cohésion possible, il est essentiel que le rapport filler/bitume soit maintenu entre 1.1 et 1.4.

En effet, pour une teneur en filler constante, la compacité des mélanges augmentent lorsque le rapport filler/bitume diminue. En revanche, pour une teneur en bitume donnée et constante, la compacité des mélanges sera d'autant plus élevée que la proportion de filler est importante (8).

I.5.b) La formulation du mélange bitumineux

Nous nous intéressons ici aux matériaux traités aux liants hydrocarbonés à chaud, bétons et enrobés bitumineux, graves et sables bitume, qui résultent du mélange de granulats et de liant hydrocarboné avec éventuellement des additifs, dosés, chauffés et malaxés en centrale. La plupart de ces techniques font l'objet des normes de la série NF P98-130 à 150. Elles traitent de la définition, de la classification, des caractéristiques et des particularités de fabrication et de mise en œuvre de chaque produit. Elles concernent en outre les graves-bitume, les enrobés à module élevé, les divers bétons bitumineux, ainsi que les sables-bitume et les enrobés recyclés à chaud qui ne sont pas couverts par une norme de produit.

Le dimensionnement des couches de matériaux traités aux liants hydrocarbonés demande de connaître la dépendance du module de rigidité du matériau vis-à-vis de la température et de la vitesse de chargement, et de son comportement à la fatigue (8).

Cependant la recherche d'une formulation optimum reste complexe car elle doit tendre vers un compromis. Par exemple, l'utilisation des matériaux roulés facilite la maniabilité au détriment de la résistance. L'utilisation de matériaux concassés augmente la résistance mais demande beaucoup d'énergie pour le compactage (augmentation du coût). D'autres interactions sont rencontrées avec des paramètres externes comme la température.

Ainsi la formulation doit jouer sur différents paramètres tels que la courbe granulaire, la compacité, l'angularité des granulats, le type de bitume, la teneur en liant, le type et la teneur en fines. Et voici des exemples de formules d'enrobés utilisées couramment.

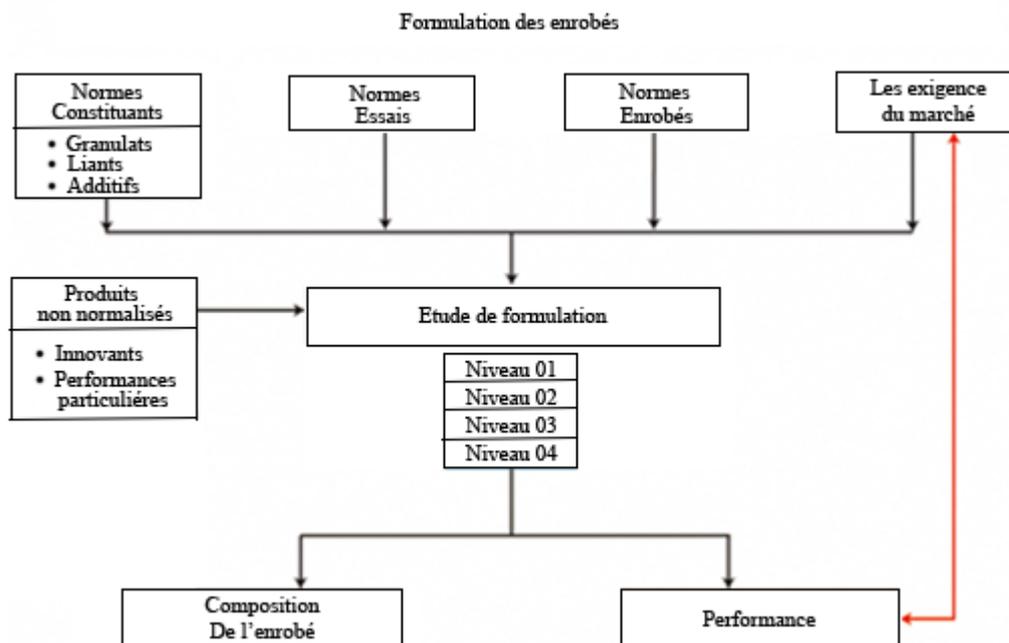


Fig 1-6: formulation des betons bitumineux

I.5.c) Caractérisation mécanique du béton bitumineux

Les moyens modernes d'investigation ont permis d'analyser l'influence de la composition sur les propriétés physiques et mécaniques et de s'orienter ainsi vers des qualités répondant mieux aux besoins des utilisateurs(9).

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont déterminées par un ensemble de grandeurs, telles que le module de Young ou la limite d'élasticité, qui caractérisent sa résistance à une déformation imposée. Elles permettent d'orienter le choix d'un matériau pour une application visée, au même titre que les propriétés physico-chimiques, optiques ou électriques.

Il n'existe pas de loi de comportement universelle pour les matériaux, et si des modèles existent, ils ne s'appliquent qu'à des matériaux parfaits ou à des cas particuliers. Les propriétés d'un corps solide dépendent, à la fois, de sa composition élémentaire (atomes, molécules) et de sa microstructure (organisation interne).

Le plus souvent, les grandeurs mesurées évoluent également en fonction de l'essai mécanique mis en œuvre et de l'échelle à laquelle s'applique cet essai.

Les propriétés mécaniques des matériaux bitumineux peuvent être déduites de l'analyse des résultats d'essais de laboratoire. Ces essais, normalisés lorsqu'ils servent au dimensionnement, sont effectués dans des conditions bien définies de température et sollicitation. Ils sont réalisés sur des éprouvettes confectionnées en laboratoire ou éventuellement prélevées sur place.

Les essais de caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux bitumineux sont nombreux et divers, il est néanmoins possible de les classer en différentes catégories. Une première classification en trois catégories qui est plus liée à l'interprétation de l'essai qu'à sa nature, est proposée par Bonnot en 1973 et en 1984. Une seconde classification proposée par Di Benedetto (1990), introduit deux catégories d'essai : les essais homogènes et les essais non homogènes(9).

I.5.c)-01 Classification selon le type d'interprétation considéré

La première catégorie est celle des “essais empiriques” dans lesquels le mode de sollicitation est très différent de celui existant dans la chaussée. Ces essais ne permettent pas de déterminer une propriété intrinsèque du matériau. La relation entre la propriété d'usage et le résultat de l'essai ne peut pas être déterminée de façon théorique. Seule l'expérience du praticien et des comparaisons pour de nombreux cas permettent de tirer des conclusions. La propriété d'usage est fonction de paramètres liés au matériau (sa composition) et de paramètres liés à l'usage (les charges, la température, la vitesse de circulation).

La deuxième catégorie correspond aux “essais de simulation”. Cette catégorie d'essai correspond à une première voie pouvant être suivie afin d'améliorer la représentativité des essais. Il s'agit d'utiliser des sollicitations les plus proches possibles, bien qu'à échelle réduite, de celles existant dans la chaussée.

La troisième catégorie d'essai est celle des “essais de détermination”. Elle correspond à une voie toute différente suivie pour assurer la représentativité des essais. Elle consiste à les choisir de telle sorte que l'on puisse passer, par une méthode théorique, de leurs résultats à la propriété d'usage désirée. Cela nécessite la connaissance des lois de comportement de l'enrobé ; cette modélisation et ces lois peuvent d'ailleurs être seulement approchées.

Ces essais utilisent des sollicitations simples, parfaitement définies, et permettent de déterminer les propriétés intrinsèques des matériaux, c'est-à-dire indépendantes des conditions d'essai (9).

I.5.c)-02 Classification selon l'état de contrainte et de déformation

Les différents essais existants sur les matériaux bitumineux, ou plus généralement sur les géomatériaux, peuvent être classés en deux grandes catégories : les “essais homogènes” et les “Essais non homogènes”.

Les essais homogènes permettent d'avoir accès directement aux contraintes et déformations, donc à la loi de comportement.

Pour les essais non homogènes il faut postuler une loi de comportement à priori (viscoélastique linéaire par exemple) et prendre en compte la structure de l'éprouvette (données géométriques) pour obtenir après des calculs qui sont souvent compliqués, les

GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX

paramètres de la loi de comportement (le module de Young par exemple). Les essais non homogènes peuvent être utilisés dans le cas où le comportement du matériau est simple (élasticité linéaire isotrope ou viscoélasticité linéaire isotrope). Quand on postule en avance le comportement du matériau, on peut avoir une grande erreur dans la loi de comportement obtenue (9).

I.5.d) Les différents essais sur béton bitumineux

I.5.d)-01 L'essai Marshall :

L'essai Marshall Fig I-7 est largement utilisé par les différents laboratoires, il permet d'avoir les caractéristiques suivantes :

- ◆ La stabilité qui est la résistance maximale à l'écrasement.
- ◆ Le fluage qui est le raccourcissement du diamètre de l'éprouvette au moment de sa rupture (10).



Fig I-7: appareillage de l'essai Marshall

I.5.d)-02 Essai d'extraction à chaud :

Cet essai permet de déterminer la teneur en liant d'un enrobé bitumineux (%) prélevé à la sortie du malaxeur et à la pelle dans un camion ou derrière un finisseur (10).

Son appareillage est comme indiqué sur la Fig I-8



Fig I-8: L'appareillage de l'essai d'extraction à chaud

I.5.d)-03 Essai d'extraction de Kumagawa

L'essai de KUMAGAWA Fig I-9 permet de déterminer la teneur en liant d'un enrobé par une méthode indirecte, c'est-à-dire par différence entre le poids du matériau avant dés enrobage et le poids des granulats après dés enrobage (10).



Fig I-9: appareillage de l'essai de KUMAGAWA



LA NANOINDENTATION

II Chapitre 02 La nano-indentation:

II.1 Introduction :

Les propriétés mécaniques des matériaux ont toujours été de grand intérêt, et la compréhension de ces propriétés tient compte non seulement du choix du matériau approprié mais pour la conception de nouveaux alliages avec les propriétés souhaitables. De nos jours, des investigations sont effectuées avec l'effort pour comprendre le comportement matériel de microstructure (sur le micro échelle) qui mène à l'optimisation des composants, du mélange et de l'analyse des propriétés composantes à ce niveau.

De ce fait, La nano-indentation est devenu une technique mécanique de plus en plus populaire de caractérisation pendant la dernière décennie. En plus elle peut mesurer la valeur de dureté et le module d'élasticité, elle est aussi employée pour extraire les comportements élastiques, viscoélastique, élasto-plastique...etc de l'échantillon, avec une géométrie de pénétrateur et des propriétés matérielles connues.

II.2 Historique :

Les premiers tests de dureté publiés ont été réalisés plus de 200 ans avant J-C (11). Ils étaient alors appliqués à des minéraux. Ce n'est qu'à partir du 18^{ème} siècle qu'on chercha à mesurer la dureté de métaux, la mesure étant effectuée par rayage avec différents matériaux répertoriés dans (11), et observation à l'œil de la taille de la rayure. Au 19^{ème} siècle, Mohs établit une classification des minéraux suivant leur dureté, celle-ci étant obtenue par rayage (12). Cette classification est encore utilisée aujourd'hui dans le domaine scientifique en raison de sa simplicité.

Concernant les métaux, le premier essai de dureté reconnu est celui inventé par Brinell au début du 20^{ème} siècle (13). L'essai consiste à appuyer une sphère de géométrie connue, appelée indenteur, sur un métal de surface plane avec une force contrôlée, et à mesurer de façon optique la surface hémisphérique de l'empreinte après essai. La dureté du matériau testé est ensuite calculée en faisant le rapport de la force appliquée sur la surface mesurée. Cette mesure est appelée dureté Brinell (ou dureté HB). En 1922, Rockwell établit aussi un test portant son nom en faisant varier la charge et le diamètre de l'empreinte. Un indenteur conique (dureté HRC) ou sphérique (dureté HRB) peuvent être utilisés. On peut noter aussi la dureté Knoop utilisant un indenteur de forme pyramidale avec pour base un losange, et l'essai Vickers qui utilise un indenteur pyramidal à base carrée nommé indenteur Vickers. Pour identifier les valeurs de dureté obtenues avec les différents essais, la norme ISO a introduit des unités spécifiques pour chaque essai (par exemple, Brinell : HB, Vickers : HV) (14)(11).

Actuellement, les différents essais présentés sont utilisables sur des machines expérimentales.

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

II.3 Principe de la technique nano-indentation :

L'essai de l'indentation instrumenté ou bien appelé la nano-indentation est basée sur les théories de mécanique de contact, cette technique qui est devenue aujourd'hui une technique capitale dans la caractérisation mécanique des matériaux, consiste à appliquer progressivement une charge sur la surface d'un matériau par le biais d'une pointe rigide (de type Vickers, Berkovich, Sphérique etc...). L'avantage de cette technique est de pouvoir mesurer simultanément la pénétration de cette pointe dans le matériau, en fonction de la charge appliquée, et de déterminer les propriétés mécaniques telles que le module de Young ou la dureté du matériau (15).

La nano-indentation a une installation et une préparation de l'échantillon relativement simple. En outre, cette technique laisse une petite empreinte et est généralement perçu comme relativement non destructif (15).

Les données de charge-déplacement nous mènent à la courbe (chargement et déchargement Fig II-1 qui détermine les propriétés mécaniques même lorsque les enfoncements sont trop petits.

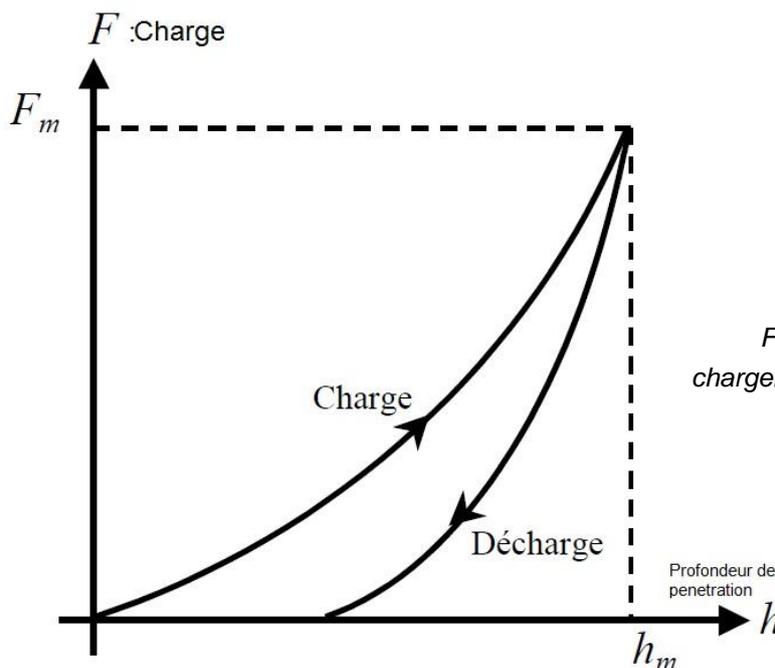


Fig II-1: corbe typique de chargement-déchargement (15)

LA NANOINDENTATION

La méthode la plus populaire pour la détermination du module élastique et de la dureté des matériaux à une échelle nanométrique est celle d'Oliver et Pharr en utilisant l'indenteur de Berkovich qui va être détaillée par la suite.

II.3.a) Dispositif expérimental :

Pour une étude détaillée, un type spécial de nano-indenteur de Hysitron, appelé Triboindenter est utilisé.

Un triboindenteur est un appareil de l'indentation instrumentée du type CSM. C'est un instrument très précis, utilisé pour la détermination des propriétés mécaniques (E, H) des matériaux cimentaires. Des propriétés comme la dureté (H) et le module élastique (E) peuvent être déterminées pour la plus part de ces matériaux. Les appareils de l'indentation CSM sont les seuls instruments commercialisés qui emploient une technique de mise en référence extérieure. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon (16).

Cet appareil de l'indentation permet d'effectuer des indentations à multi cycles progressifs et constants. Il est constitué essentiellement de trois parties Fig II-2 qui sont détaillées sur la Fig II-3(16).



Fig II-2: Appareil d'indentation CSM (16)

LA NANOINDENTATION

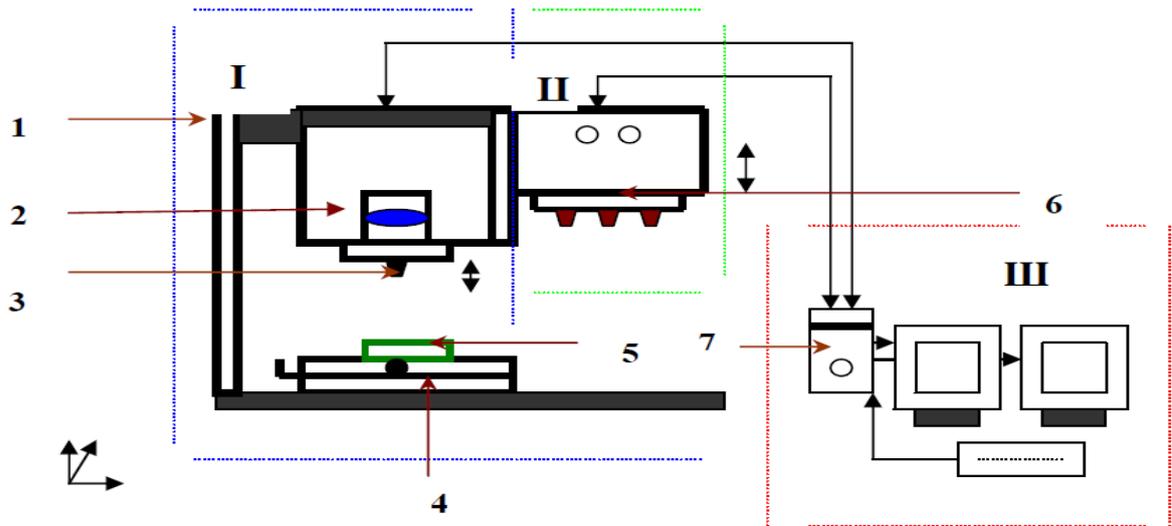


Fig II-3: Schéma descriptif du CSM (16)

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

La Fig II-4 représente un agrandissement de la partie Indenteur-Echantillon.

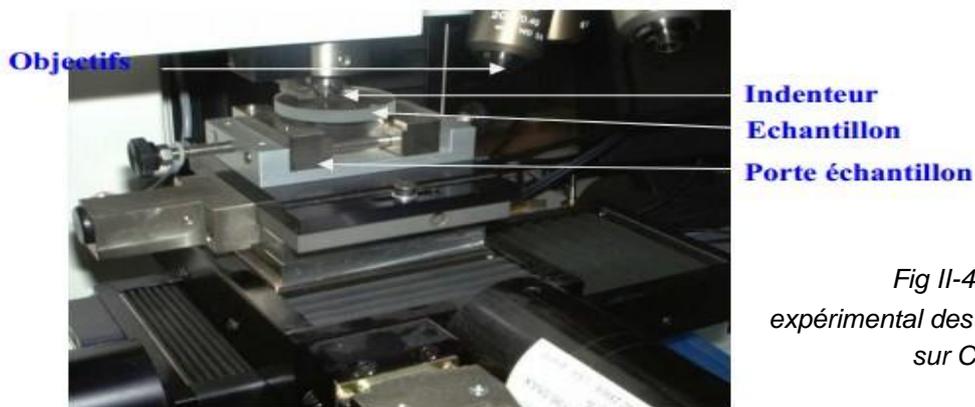


Fig II-4: Montage expérimental des essais effectués sur CSM

Partie II (partie optique) : Elle comprend le dispositif qui permet l'agrandissement et la visualisation de l'empreinte (6) grâce à plusieurs objectifs avec différents grossissements et un écran.

- ◆ **Partie III (partie informatique)** : Elle est constituée de deux écrans, d'un clavier, d'une souris ainsi que d'une unité centrale (7). L'ordinateur est muni de plusieurs logiciels permettant de programmer la matrice de mesures (paramètres d'entrée) et de traiter les résultats obtenus lors des essais d'indentation Fig II-3.

L'avantage d'utiliser un Triboindenteur est qu'il combine les principes de nano-indentation avec la microscopie à force atomique. Ainsi La fonction d'imagerie du Triboindenteur offre la possibilité d'identifier les différentes phases et de positionner la sonde de l'indenteur dans les dix nanomètres (en fonction de la spécification de l'appareil) de l'emplacement de test désiré. Le post-test d'imagerie permet également de vérifier que le test a été effectué à l'endroit désiré, ce qui maximise la fiabilité des données. Comme le montre la Fig II-5, l'image d'une zone représentative d'un échantillon a été prise d'abord avec un indenteur de type Berkovich. Ensuite, près de 36 sites ont été sélectionnés pour l'indentation, à la fois sur la particule vive et sur la zone qui l'entoure. En utilisant le même embout, une image a été capturée après indentation pour s'assurer que les tirets ont été faits à l'endroit voulu (17).

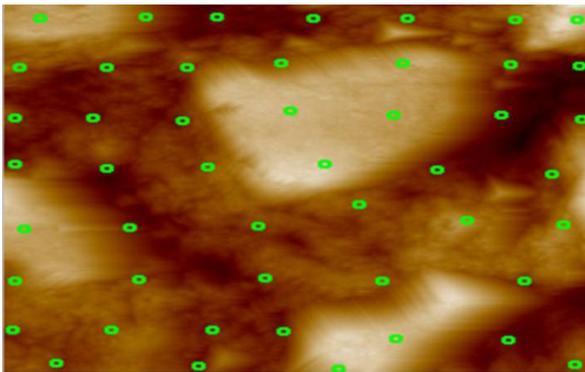


Fig II-5: l'image d'un échantillon indenté (17)

Les géométries des indenteurs dont nous disposons sont de natures différentes Fig II-6 :

LA NANOINDENTATION

- ◆ Les pointes de symétrie axiale : pointes coniques de révolution et sphériques
- ◆ les pointes de type « cône pyramidal » :
 - pyramides à trois faces : Berkovich et Coin-cube,
 - pyramides à quatre faces : Vickers et Knoop

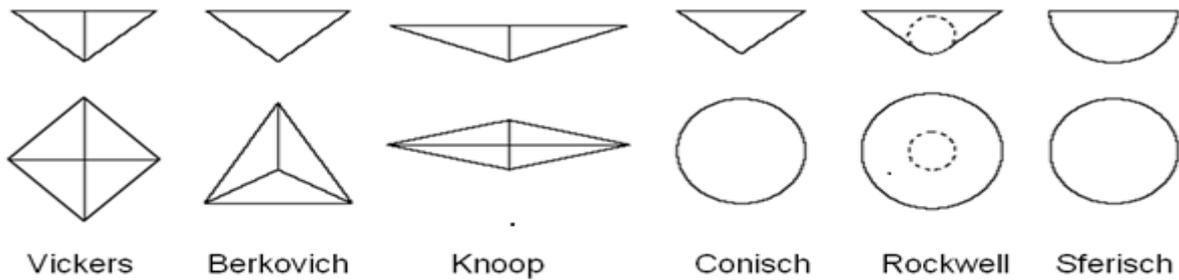


Fig II-6: schéma de différentes géométries d'indenteurs

II.3.b) L'Indenteur BERKOVICH :

L'indenteur le plus utilisé en nanoindentation est l'indenteur pyramidal à base triangulaire de type Berkovich Fig II-7. L'avantage de cet indenteur à trois faces est qu'il peut être taillé avec beaucoup plus de précision qu'un indenteur Vickers (18).

L'indenteur choisie est généralement en diamant, d'une part pour ses propriétés mécaniques exceptionnelles et d'autre part pour son caractère hydrophobe, limitant les effets potentiels d'un ménisque d'eau sur la mesure.

La fonction d'aire d'un indenteur Berkovich parfait, c'est-à-dire l'aire projetée de la section située à la distance d de la pointe, est donnée par la relation suivante :

$$A = 3\sqrt{3} h_c^2 \tan^2 \theta = 24.49 h_c^2$$

Eq II-1

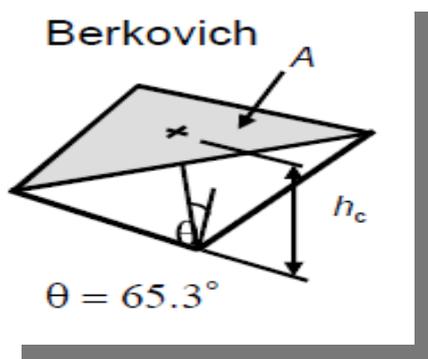


Fig II-7: schemat détaillé sur l'indeteur de berkovich

LA NANOINDENTATION

Des travaux expérimentaux de la dureté, réalisée par Tabor et N .A . Stillew, sur des métaux avec des indenteurs de formes sphérique et conique ont montré que les empreintes résiduelles conservent les formes géométriques d'indenteur .A partir de ces observations, ils ont montré que la courbe de déchargement et le retour de déplacement élastique peuvent être reliés de façon précise au module d'élasticité et à l'empreinte résiduelle pour les 2 types d'indenteurs sphérique et conique (19). Ces derniers ont montré également que le comportement de l'une des géométries déjà cité donne une meilleure description de déchargement d'une indentation élastique faite avec un indenteur pyramidal de type Berkovich et c'est le plus utilisé dans les essais de nano-indentation.

Les surfaces de contact pour différentes géométries d'indenteurs sont indiquées dans le Tab II-1

Indenter type	Projected area	Semi-angle θ (deg)	Effective cone angle α (deg)	Intercept factor ^a ε	Geometry correction factor β
Sphere	$A \approx \pi 2Rh_c$	N/A	N/A	0.75	1
Berkovich	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2\theta$	65.27°	70.3°	0.75	1.034
Vickers	$A = 4h_c^2 \tan^2\theta$	68°	70.3°	0.75	1.012
Knoop	$A = 2h_c^2 \tan \theta_1 \tan \theta_2$	$\theta_1 = 86.25^\circ$, $\theta_2 = 65^\circ$	77.64°	0.75	1.012
Cube corner	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2\theta$	35.26°	42.28°	0.75	1.034
Cone	$A = \pi h_c^2 \tan^2\alpha$	α	α	0.727	1

Tab II-1: la surface de contact pour différentes géométrie

II.4 Analyse des courbes chargements déchargement :

Parmi les différentes méthodes pour la détermination du module de Young et la dureté, on cite la méthode de Field et Swain (20), la méthode de Doerner et Nix (20)ect..., et nous présentons dans ce qui suit la méthode d'Oliver et Pharr.

A l'aide de la méthode d'Oliver et Pharr (O&P) on peut obtenir les propriétés mécaniques recherché, cette méthode est basée sur l'analyse des solutions. Actuellement elle est la plus utilisée pour analyser les résultats d'indentation. . Les travaux d'Oliver et Pharr proposent de découpler la contribution élastique et la contribution plastique, de façon à pouvoir se placer dans des conditions où l'approximation du comportement élastique est possible. Ils ont également mentionné que la mesure directe de la zone de contact n'est pas toujours précise et pratique, et ont proposé une procédure pour déterminer la surface de contact en fonction de la profondeur de pénétration et la fonction

de la forme du pénétrateur. Un tel procédé est parfois appelé « détection de profondeur d'un test de pénétration ».

II.5 Le modèle d'Oliver et Pharr :

L'interprétation de l'essai de nanoindentation tel que nous le connaissons actuellement repose sur le modèle mécanique développé par Oliver et Pharr (O&P) en 1992(21) puis revu en 2004 par les mêmes auteurs (22).

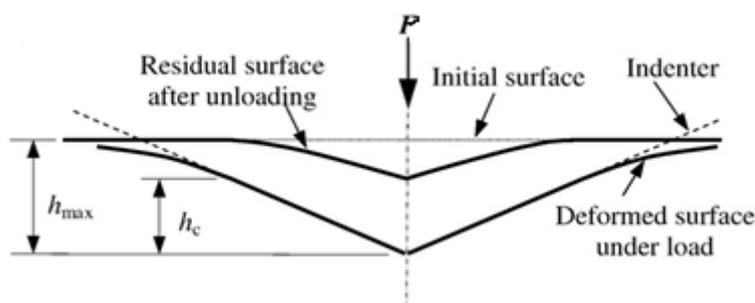


Fig II-8: description de la géométrie du contact utilisée dans l'analyse Oliver et Pharr

Ce dernier modèle reprend les travaux précédents sur la nano-indentation instrumentée et propose une analyse plus rigoureuse des courbes force-pénétration et une prise en compte précise des caractéristiques géométriques du contact entre l'indenteur et le matériau.

La Fig II-8 présente la géométrie du contact vue en coupe ainsi que les dimensions utilisées dans le modèle Oliver et Pharr. Les données brutes recueillies lors de l'essai sont le déplacement de l'indenteur h en fonction de la force appliquée P . La profondeur de l'empreinte résiduelle après décharge est notée h_r . Ces grandeurs se retrouvent sur la courbe force-pénétration présentée en Fig II-8. (Courbe de chargement déchargement)

Lors des premiers travaux sur la nanoindentation (Oliver et al. (1986) (18)), sur une charge maximale P_{max} , deux valeurs de pénétration pouvaient être choisies pour calculer l'aire de contact entre l'indenteur et la matière : le déplacement maximal de l'indenteur h_{max} ou la profondeur résiduelle h_r .

Cependant, ces deux grandeurs ne représentent pas en général la hauteur de contact réelle h_c . Pour un certain nombre de matériaux, la déformation élastique de l'échantillon sous l'indenteur est importante et fait que la hauteur de contact h_c est inférieure au déplacement vertical de l'indenteur h . A tout moment, h_c peut donc être définie comme (18) :

$$h_c = h - h_s$$

Eq II-2

h_s représentant le déplacement vertical de la surface à la limite du contact. Si h est mesuré expérimentalement, toute la difficulté de l'analyse repose sur la détermination du déplacement élastique de la surface h_s pendant l'indentation.

Une première solution fut proposée par Doerner et Nix (1986) : constatant que sur certains matériaux, la première partie de la courbe de décharge est linéaire, comme dans le cas d'un poinçon plat, les auteurs déterminent la hauteur de contact h_c en extrapolant la portion linéaire pour une force nulle. Cette hauteur de contact représente une meilleure approximation que h_r ou h_{max} , mais repose sur l'hypothèse d'une décharge initialement linéaire. Oliver et Pharr proposent une relation similaire, pour déterminer h_s à partir de la force maximale appliquée P et de la raideur de contact S , mais comportant un facteur correctif \mathcal{E} . En reprenant les travaux de Sneddon (1965) sur la déflexion élastique d'une surface sous un indenteur conique ou sphérique, ils aboutissent à la relation suivante :

$$h_s = \mathcal{E} \frac{P}{S}$$

Eq II-3

\mathcal{E} étant une constante géométrique dépendant de la géométrie de l'indenteur. Les résultats donnent pour un poinçon plat $\mathcal{E} = 1$ (approximation de Doerner (1986)) et pour un indenteur conique :

$$\mathcal{E} = \frac{2}{\pi}(\pi - 2) = 0.727$$

Eq II-4

La forme des courbes de décharge observées par Oliver et Pharr sur de nombreux matériaux leur suggère que la meilleure approximation est obtenue avec $\mathcal{E} = 0,75$, valeur relative à l'indenteur sphérique.

La seconde avancée notable apportée par les travaux d'Oliver et Pharr concerne la mesure de la raideur de contact S . Doerner et Nix en 1986 (20) et Loubet et al. En 1984(20) supposaient que l'aire de contact restait constante au début de la décharge, donnant une première partie de courbe linéaire comme dans le cas d'un poinçon plat.

Oliver et Pharr font cependant remarquer que dans le cas de l'indentation avec un cône ou une pyramide, et pour la plupart des matériaux, l'aire de contact change continûment pendant la phase de décharge et que par conséquent la courbe de décharge ne possède pas de partie linéaire. La mesure de la pente initiale de décharge ne peut donc pas se faire précisément par régression linéaire. Leurs observations montrent que le calcul de S par simple régression linéaire est source d'erreur, car les valeurs obtenues dépendent grandement du nombre de points utilisés pour la régression.

Oliver et Pharr démontrent que la courbe de décharge peut être plus avantageusement représentée par une loi de type puissance :

LA NANOINDENTATION

$$P = \alpha (h - h_r)^m \quad \text{Eq II-5}$$

Le calcul de la raideur de contact S se fait alors en dérivant l'équation II-5 à $h = h_{max}$:

$$S = \left\{ \frac{dP}{dh} \right\}_{h=h_{max}} = m\alpha (h_{max} - h_r)^{m-1} \quad \text{Eq II-6}$$

Des essais d'indentation sur divers matériaux montrent que l'exposant m , pour une force maximale de 120 mN, est compris entre 1,2 et 1,6 et a varié de 0,02 mN/nm^{-m} pour les matériaux très élastiques comme la silice, à 0,26 mN/nm^{-m} environ pour les métaux comme l'aluminium. Le calcul de S permet donc de déterminer la hauteur de contact h_c grâce aux équations 2.4 et 2.5 et l'aire de contact projetée connaissant la fonction d'aire de l'indenteur $A(h_c)$. La dureté est calculée selon la relation traditionnelle

$$H = \frac{P_{max}}{A(h_c)} \quad \text{Eq II-7}$$

Le calcul du module élastique doit tenir compte de la déformation, même minime, de la pointe en diamant durant l'indentation. Il est donc défini un module effectif, ou module apparent E_r , comme suit :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad \text{Eq II-8}$$

Cette expression prend en compte le module de Young E_i et le coefficient de Poisson ν_i de l'indenteur, E et ν étant les valeurs correspondant à l'échantillon. Le module E_r est obtenu à partir de la relation de Sneddon (1965) :

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A(h_c)}} \quad \text{Eq II-9}$$

β est un facteur de correction visant à tenir compte, entre autres choses, du caractère non axisymétrique du contact lors de l'indentation avec des indenteurs pyramidaux de type Berkovich ou Vickers. La valeur de β reste source de discussion, mais est généralement prise égale à 1,034 pour l'indenteur Berkovich (22).

La Fig II-9 retrace les principales étapes de la détermination du module de Young E et de la dureté H d'un matériau en utilisant le modèle d'interprétation développé par Oliver et Pharr.

LA NANOINDENTATION

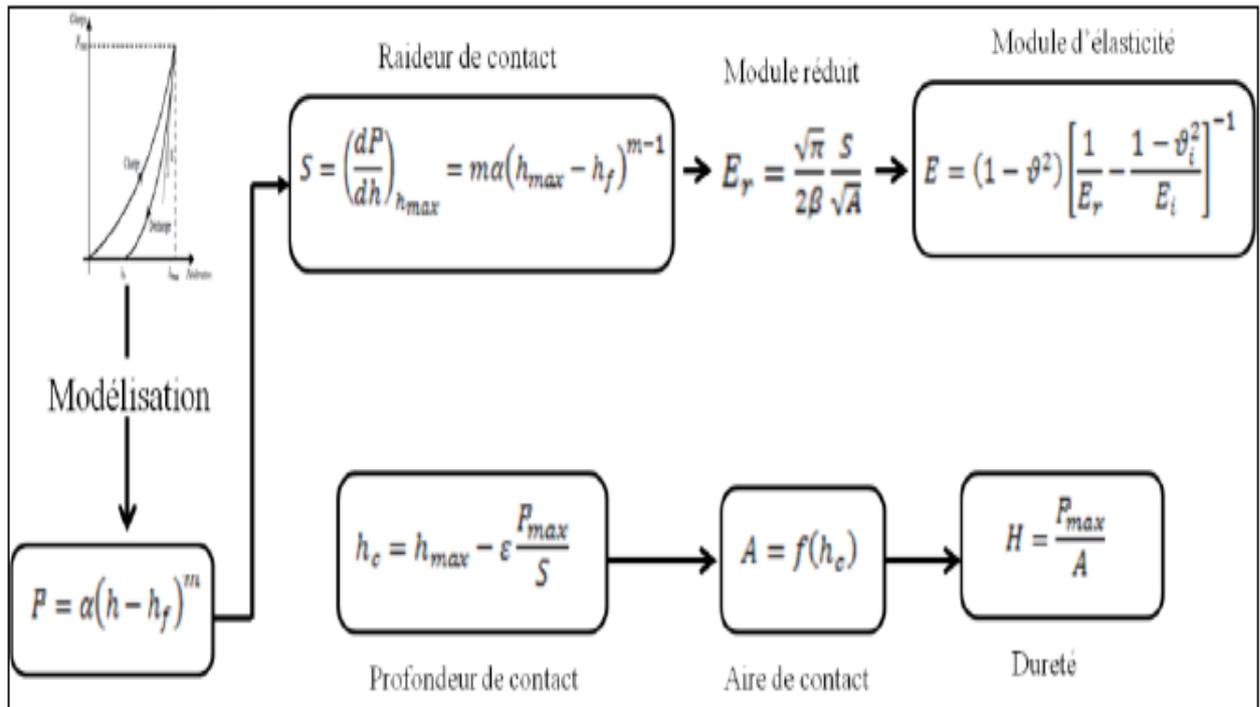


Fig II-9: Scema recapitatif de la d'Oliver et Pharr (18)



L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES
MATERIAUX BITUMINEUX

III Chapitre 03 : l'application du nanoindentation dans les matériaux bitumineux

III.1 Introduction :

Ce chapitre nous définit l'application de la nano-indentation sur le béton bitumineux. Ce matériau caractérisé par son hétérogénéité se compose de trois phases différentes on dit donc un matériau multi phasique.

On dévoilera l'origine de cette hétérogénéité, qui influe justement sur la détermination des propriétés nano-mécaniques de chaque phase.

III.2 Les principales phases du béton bitumineux

Dans l'enrobé, le bitume sert de colle à des granulats de forme, de nature et de taille différentes. En ce milieu très hétérogène, Le bitume est soumis à des sollicitations mécaniques, chimiques et physiques diverses et Combinées (9).

En simulation, les bétons bitumineux peuvent être considérés, mesurés et modélisés comme un matériau homogène. Sauf que cette homogénéité est considérée du point de vue d'une certaine échelle de longueur. Pour mieux expliquer, si l'on considère l'ensemble de la structure d'un bâtiment, le matériau comme l'acier ou le béton peut être considéré comme homogène, sans aucun problème. Mais si l'on réduit l'échelle de notre point de vue en un élément de structure, nous pouvons voir des articulations, des couches, du matériel de l'homogénéité, etc.

On peut appliquer la ressemblance pour l'analyse de n'importe quel matériau. Strictement parlant, chaque matériau est hétérogène à l'échelle de certaine longueur. Dans le cas de notre matériau ; le béton bitumineux est considéré comme matériau a multi-échelle (multi phasique), on peut donc remarquer plusieurs niveaux typiques d'échelle de longueur (les quatre figures [1, 2, 3, 4] Fig III-1). Au niveau de chaque phase du béton bitumineux le matériau est considéré comme homogène. Donc, nous nous sommes séparés du matériau hétérogène à des niveaux de matériaux homogènes (par exemple, Fig III-2) ou des propriétés homogènes du matériau globales sont calculées à partir des propriétés intrinsèques de chaque un de leurs composants. Pour cela il faut utilise une technique d'homogénéisation permettant l'obtention des propriétés effectives globales.

Nous constatons donc que le béton bitumineux est un matériau multiphasique, il se compose de trois 03 phases essentielles : les agrégats, le mastic (filler + bitume) et la matrice.

Notre initiation se base sur l'étude de deux phases. Nous avons choisi les agrégats, et la matrice.

L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES MATERIAUX BITUMINEUX

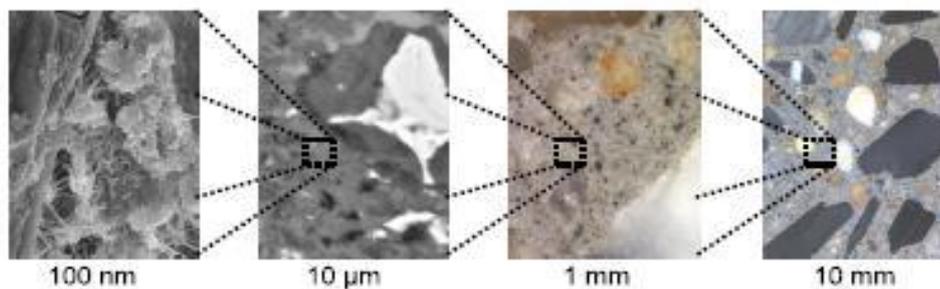


Fig III-1: béton bitumineux considéré comme un matériau multi-échelle (24)

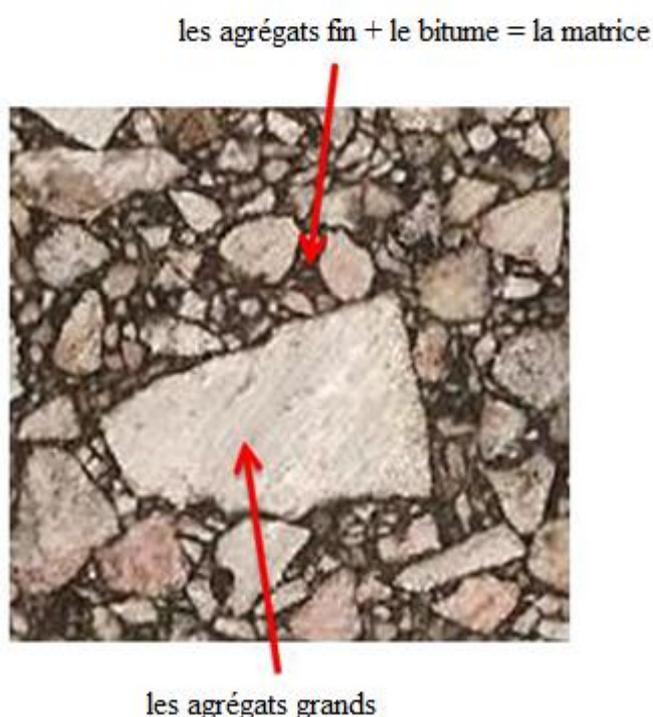


Fig III-2: les phases du béton bitumineux (33)

III.3 Application de la technique nanoindentation sur le béton bitumineux :

La nanoindentation est la seule technique expérimentale permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux à un grand niveau microéconomique. Elle est applicable aux matériaux massifs, aux revêtements, aux couches minces...ect.

La nanoindentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'une petite pointe, nommé aussi indenteur, qui est obligatoirement d'une géométrie connue dans un matériau dans le but d'obtenir la relation entre la charge et la pénétration.

Elle nous permet d'évaluer les propriétés élastiques et elastoplastique. Le module d'Young, la dureté et la viscosité des matériaux peuvent être connus à des échelles

L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES MATERIAUX BITUMINEUX

nanométriques. La nanoindentation peut offrir donc des résultats très proches de l'exactitude aux points estimés homogénéisés à une très petite échelle (nanomètre).

L'utilisation de la technique de nanoindentation pour des matériaux hétérogènes et poreux est rare. Les matériaux hétérogènes et poreux tel que les bétons, les bétons bitumineux, les roches peuvent divulguer des propriétés nanomécanique intrinsèques des composants individuels, des zones inter-faciales, granulats, etc...

Dans notre cas, les points à choisir pour l'essai d'indentation sont sélectionné selon la phase qu'on veut étudier que ce soit matrice, mastic ou agrégats. Après avoir les résultats de chaque phase du béton bitumineux on aura les différentes courbes d'indentations de ces dernières.

Les courbes nous sert par la suite à déduire les propriétés mécaniques, le module de Young et la dureté intrinsèques.

III.4 Hétérogénéité du béton bitumineux :

Les bétons bitumineux sont des matériaux hétérogènes aussi bien à l'échelle macroscopique qu'à l'échelle microscopique. Leur hétérogénéité est due aux composants de ces derniers qui ne réagissent pas chimiquement de la même façon comme les agrégats, le bitume et d'autres. Cette hétérogénéité est généralement connue à l'avance et est donné par les proportions de mélange. Mais il y a aussi un autre type d'hétérogénéité provenant des réactions chimiques qui évoluent après le mélange des composants. À la suite de ces réactions, de nouvelles phases sont produites et il est donc difficile de définir rigoureusement leurs volumes et leurs distributions.

Plusieurs étapes doivent être suivies pour analyser micro mécaniquement un matériau hétérogène

III.4.a) La première étape :

L'observation est la détermination des phases par l'observation micro-structurelles. Plusieurs techniques expérimentales peuvent être utilisées pour réaliser cette étape. Parmi eux, la microscopie électronique (ESEM) Fig III-3 et la microscopie à force atomique (AFM) sont les techniques les plus utilisés.

Ces techniques permettent aussi bien qualitativement que quantitativement l'enquête individuelle des phases de matériau à de petits volumes à proximité ou à la surface de l'échantillon. L'analyse d'image est comme une technique complémentaire de calcul, elle peut donner des résultats intéressants pour la distribution de phase basée sur la séparation des couleurs des pixels.

L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES MATERIAUX BITUMINEUX



Fig III-3: microscope électronique
(ESEM) (40)

III.4.b) La seconde étape :

La première étape est suivie par la mesure des propriétés individuelles de chaque phase d'un matériau. Ses propriétés ne peuvent être mesurées que par la nanoindentation qui est la seule technique qui peut accéder directement aux propriétés mécaniques intrinsèques à cause de l'exactitude et de la finesse de l'essai qui peut aller à des dimensions de quelques dizaines de nanomètres (en fonction de l'échantillon et la sonde).

III.4.c) La troisième étape :

On termine avec la mise à l'échelle des propriétés au niveau supérieur (niveau nano/macro). Pour cela, on utilise une des plusieurs techniques d'homogénéisation analytiques ou numériques. L'hétérogénéité des bétons bitumineux est aussi compliquée par leur dépendance du temps de chargement, le vieillissement et l'établissement des fluctuations dues à la température ou de l'humidité.

III.5 Echelle de séparation

L'analyse d'indentation des matériaux homogènes est indépendante sur des échelles de longueur et ainsi de la profondeur d'enfoncement h .

Afin de décrire des systèmes hétérogènes et de leurs propriétés dans un sens statistique, des volumes élémentaires représentatifs (VER) ont été mis en place (23).

La transition d'un matériau hétérogène à un niveau inférieur (matériau homogène) passe par l'inégalité suivante :

$$d \ll L \ll (h, D)$$

Eq III-1

Où d est la dimension caractéristique de la plus grande homogénéité micro-structurale, L est la taille de VER et D est une échelle de la longueur caractéristique micro-structurale. Si l'inégalité III.1 est satisfaite, une expérience d'empreinte qui est réalisée à une profondeur de pénétration h , permet d'accéder aux propriétés des matériaux

L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES MATERIAUX BITUMINEUX

qui sont les caractéristiques de la matière à une échelle de longueur L dont les inhomogénéités sous-jacente(24).

Dans le cas d'un matériau de structure, ces inhomogénéités peuvent être internes ou porosité des structures polymères, etc.

La nanoindentation standard de traitement de données (O&P) est basée sur l'homogénéité comme une solution sans limite d'échelle, où l'autosimilarité s'applique. Par conséquent, les propriétés extraites des données d'indentation d'un solide hétérogène sont en moyenne des quantités dépendantes de la profondeur h . Par conséquent, le choix d'une profondeur d'indentation détermine directement l'échelle de longueur du matériau VER.

Les bétons bitumineux sont des matériaux multiphasiques dans lesquels les phases distinctes sont mélangées spatialement et chimiquement. En prenant en compte l'hétérogénéité microstructurale. On a essentiellement trois technique pour obtenir les propriétés mécaniques d'un composite.

- ◆ Si la profondeur d'indentation est plus grande que la dimension caractéristique d'une phase ($h \gg D$), dans ce cas on peut obtenir les propriétés moyennes d'une phase composé. Mais cette stratégie ne donne pas accès ni aux propriétés des phases distinctes, ni à leur fractions volumiques(23).
- ◆ Une autre possibilité consiste à effectuer l'indentation pointu à une phase spécifique du matériau, d'où la dimension du tiret est plus petite que celle de la phase considéré ($h \ll D$). Dans ce cas on peut obtenir les propriétés intrinsèques d'une phase distincte (y compris la porosité intrinsèque de la phase). Cette stratégie peut être utilisée, à condition que la phase du matériau soit connue avant l'indentation par d'autres moyens (par exemple le microscope optique ESEM), ce qui n'est pas toujours le cas car des fois ce moyen nous permet d'accéder aux propriétés des phases distinctes mais pas à la fraction volumique de la phase par rapport aux autres phases(23).
- ◆ Une dernière stratégie peut être utilisé dans le cas des matériaux de construction, c'est la technique la plus puissante qui est basé sur la statistique (grille massive). L'indentation est réalisé sur une grande surface pour capter l'hétérogénéité des échantillons avec une dimension du tiret encore plus petite que la dimension caractéristique d'une phase individuelle ($h \ll D$)(23).

Toutes les approches sont représentées schématiquement sur la Fig III-4 pour un support à trois phases.

Ces grandes matrices d'indentations fournissent les résultats des propriétés mécaniques(E , H) qui sont déterminées par un grand nombre d'expériences d'indentation à une échelle spécifique ainsi que leur rapport de volume. Les propriétés peuvent être évaluées en termes d'histogrammes pour lesquels les techniques de dé-convolution ultérieures peuvent être utilisés et évalués les propriétés des phases individuels.

L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES MATERIAUX BITUMINEUX

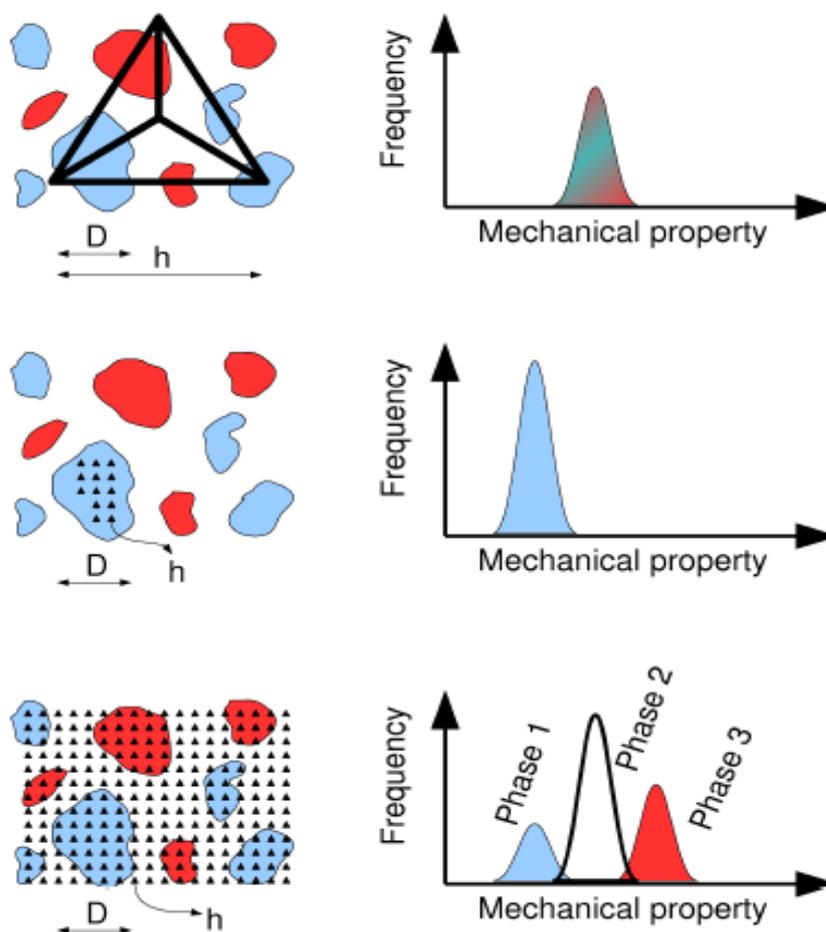


Fig III-4: approche d'obtention des propriétés nanomécaniques d'un matériau hétérogène

Toutefois, les méthodologies décrites précédemment peuvent fournir l'accès aux propriétés intrinsèques de chaque phase que dans le cas où la réponse d'empreinte d'une phase n'est pas influencée par une autre. Cela signifie que non seulement les facteurs géométriques et la profondeur de pénétration sont inclus dans la résolution du problème, mais également des propriétés mécaniques de la matière des phases distinctes.

En générale, la profondeur de pénétration est généralement choisie comme 1/10 de la dimension caractéristique D . La situation des phases avec des raideurs différentes a été étudiée pour les bétons bitumineux Fig III-4.

III.6 Les valeurs expérimentales et numériques du module de Young du béton bitumineux :

Dans la littérature les valeurs expérimentales et numériques du module de Young sont différentes, cette différence provient de plusieurs paramètres concernant l'expérimentale, on cite les conditions de travail (température, humidité, etc.), la composition et les proportions utilisées pour effectuer le mélange, etc.

L'APPLICATION DU NANOINDENTATION DANS LES MATERIAUX BITUMINEUX

Concernant la simulation numérique la multitude des modèles de calcul du module de Young et la différence des équations de l'un modèle à l'autre en choisissant différents paramètres fait que les valeurs sont différentes. Cela s'applique pour l'indentation instrumentée calculée pratiquement ou numériquement (24).

Le tableau suivant nous montre la différence entre les valeurs expérimentales (laboratoire) et numériques (la méthode de Heukelom, la méthode de Saunier et la méthode de Verstraeten) du module de Young pour les bétons bitumineux Tab III-1 :

T °C	Module de rigidité E (MPa)			
	Laboratoire	Heukelom	Saunier	Verstraeten
-10	33000	28740	22000	24750
0	20570,5	20990	18000	21450
10	14177	14820	13500	16500
30	2198	3010	3500	7420

Tab III-1 : les valeurs du module de rigidité pour des bétons bitumineux calculés par les différentes méthodes et celle du laboratoire (41)



SIMULATION NUMERIQUE

IV Chapitre 04 : Simulation Numérique

IV.1 Introduction :

Le développement croissant de la recherche scientifique à mener les chercheurs à l'obligation de déterminer le comportement mécanique d'un matériau donné à une très petite échelle. Il devient alors difficile de résoudre ce problème avec les méthodes classiques tel que les essais de traction ou compression. Cette problématique ne peut être soigneusement résolue qu'à travers une simulation d'un modèle numérique.

Pour déterminer les propriétés mécaniques telles que la dureté et le module d'élasticité d'un béton bitumineux des approches numériques ont été développées, en effectuant un calcul aux éléments finis Fig IV-1: principe de la simulation. La simulation numérique nous permet non seulement une bonne compréhension des phénomènes étudiés avec une grande précision mais aussi un gain de temps et du coût économique de l'essai. Les résultats de la modélisation sont étroitement liés à la qualité de la représentativité du matériau numérique lui-même et des phénomènes mis en jeu (25).

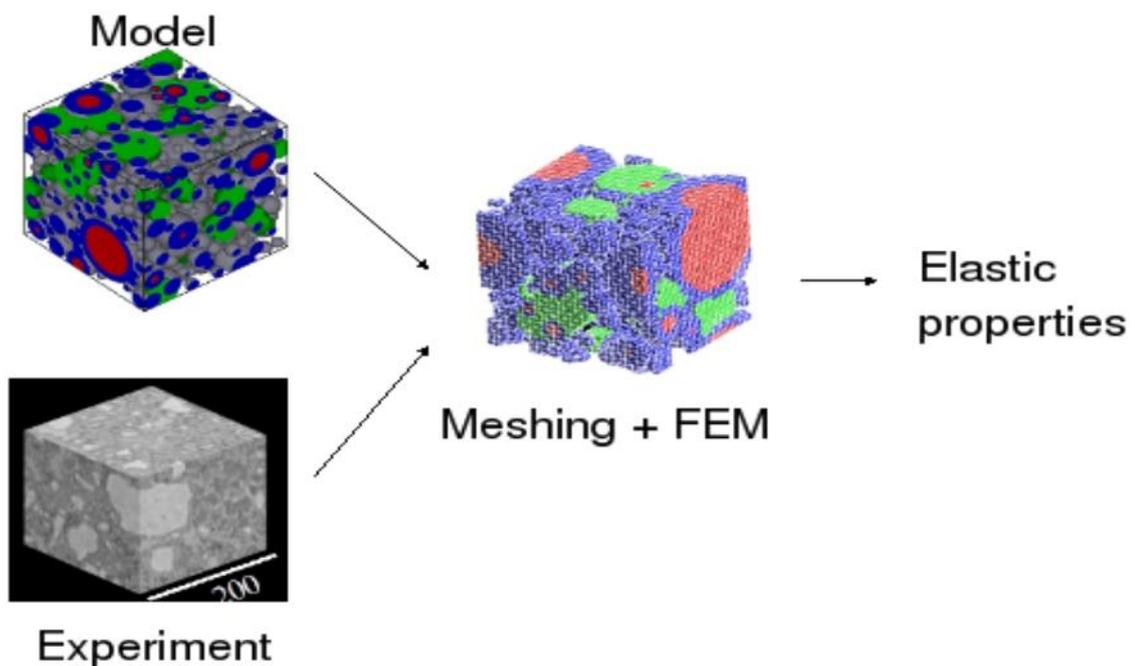


Fig IV-1: principe de la simulation (25)

La modélisation par la méthode d'éléments finis de la nano-indentation peut améliorer la technique en reliant plusieurs paramètres, tel que le fluage, la déformation plastique.....ect. D'une part, les résultats des simulations numériques peuvent fournir une base précieuse à des expériences en l'aidant à choisir des historiques de chargement appropriés et des profondeurs d'indentation (par exemple à l'égard de la topologie de la microstructure du matériau). D'autre part, en utilisant des modèles plus avancés de la

SIMULATION NUMERIQUE

réponse non linéaires des matériaux obtenue à partir d'un test de nano-indentation, il peut être possible de récupérer les caractéristiques décrivant le comportement plastique et visqueux des phases des matériaux (23).

A l'aide de la méthode d'Oliver et Pharr (O&P) on peut obtenir les propriétés mécaniques recherchées, cette méthode est basée sur l'analyse des solutions. Actuellement elle est la plus utilisée pour analyser les résultats d'indentation. Les travaux d'Oliver et Pharr proposent de découpler la contribution élastique et la contribution plastique, de façon à pouvoir se placer dans des conditions où l'approximation du comportement élastique est possible. Ils ont également mentionné que la mesure directe de la zone de contact n'est pas toujours précise et pratique, et ont proposé une procédure pour déterminer la surface de contact en fonction de la profondeur de pénétration et la fonction de la forme du pénétrateur. Un tel procédé est parfois appelé « détection de profondeur d'un test de pénétration ».

IV.2 Choix du code de calcul :

Les chercheurs ont commencé à développer la méthode des éléments finis depuis son apparition au début des années 60. Elle est aujourd'hui très utilisée pour résoudre des problèmes d'analyse numérique. Le développement croissant des outils de l'informatique a permis à la MEF de sauter un grand pas pour la recherche scientifique ce qu'il lui a permis l'apparition dans de nombreuses publications.

La méthode est si utilisée à la fois dans la recherche scientifique comme à l'industrie. On peut la trouver informatisée et commercialisée sous forme de quelques codes commerciaux comme Cast3M, ANSYS, COSMOS, COMSOL, ou encore ABAQUS.

Le principe fondamental à toute analyse par éléments finis est le remplacement d'un continuum, dans lequel des variables du problème peuvent être déterminées exactement, par un nombre d'ensemble de points qui sont les nœuds des éléments. Entre les nœuds, les valeurs des variables ou des quantités dérivées sont déterminées par interpolation.

Pour notre étude nous avons choisi le logiciel ABAQUS, afin de résoudre numériquement avec la méthode des éléments finis un problème pour lequel les matériaux sont représentés par un modèle multiphasique.

SIMULATION NUMERIQUE

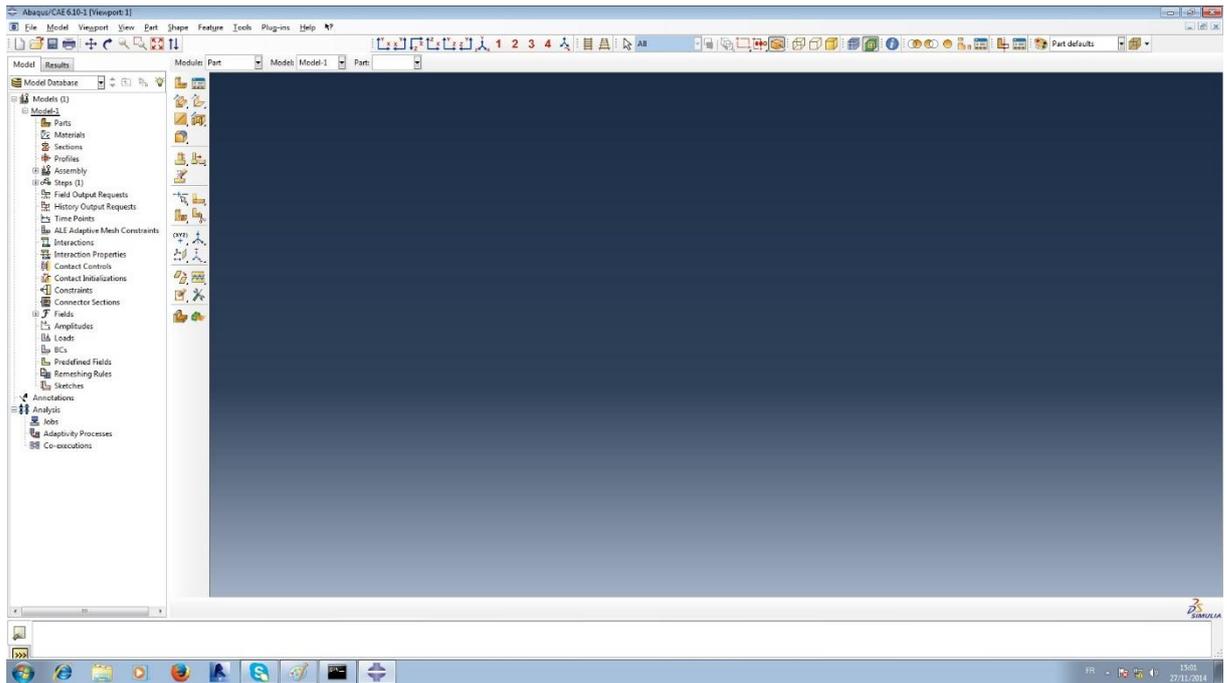


FIG IV-2 : INTERFACE DE LOGICIELABAQUS

IV.3 La préparation de l'échantillon en pratique :

Notre béton bitumineux est réalisé à base d'un liant bitumineux modifié par des polymères, provenant d'un fournisseur locale à new-mexico (lieu ou la recherche à déroulé), (26).

Le béton bitumineux a été ensuite compacté en utilisant un compacteur cylindrique de 15 cm, provoquant une pression de 600 Kpa verticale.

Des échantillons cylindriques sont découpés ensuite avec une scie de laboratoire refroidi à l'eau. (26)

Un micro-cube de 12mmX12mmX6mm est découpé par un disque de laboratoire de géologie Fig IV-3. La surface qui va être indenté sera polie par une machine de meulage tournant à 150 t/m sous refroidissement d'eau. Ce polissage et due au faite que la surface rugueuse érrone les résultats des propriétés calculé indirectement à partir de la surface de contact ; Johnson 1985. Ensuite, l'échantillon est lavé à eau pour éliminer toute poussière restante.

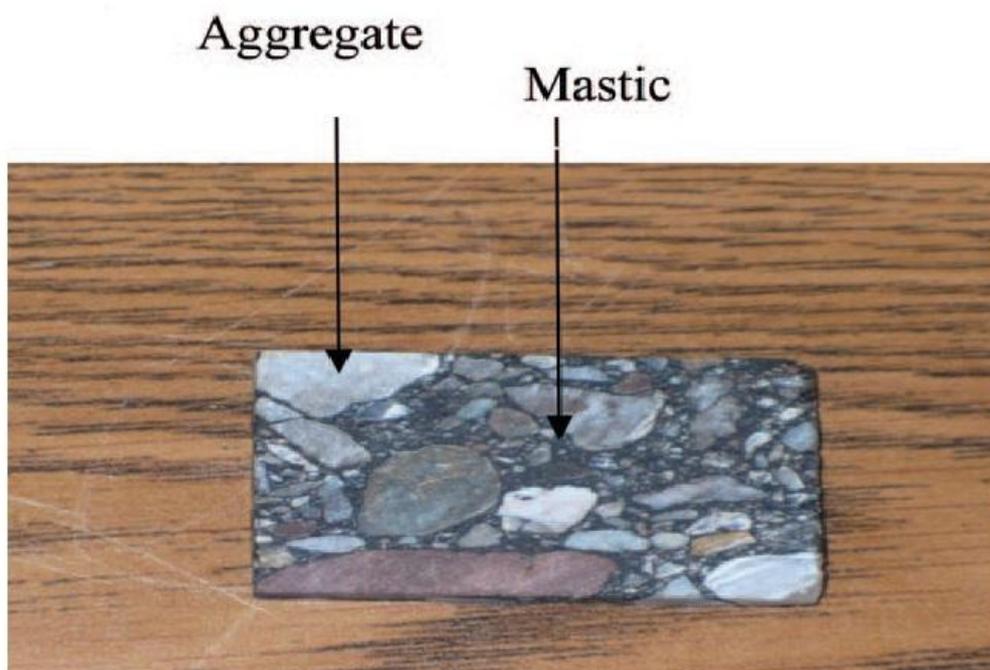


Fig IV-3 :l'échantillon du béton bitumineux (26)

Le nanoindentueur utilisé pour cet essai est un appareil fourni par « MicroMaterials Ltd. Wrexham, U.K. (MicroMaterials 2007) ». L'appareillage contient deux types d'indenteurs, le sphérique et le conique Berkovich, et l'indentation se fait horizontalement.

Nous motionnons que l'indenteur Berkovich est conseillé pour les essais sur les matériaux cassants (27).

Le maillage de la grille d'indentation se fait à partir de $40\mu\text{m}$, et cela pour éviter toute interaction entre les résultats d'indentation. Les emplacements des agrégats et le mastic bitumineux sont déterminés en utilisant le « nanopositionneur » attaché à notre équipement.

Les tests sont réalisés à $23,8^{\circ}\text{C}$, contrôlé à partir de la chambre à température attaché à l'indenteur aussi.

Il est noté que la phase du maintien de charge doit durer longtemps pour que le fluage n'intervienne pas à la courbe de décharge. Pichler et al 2005. Il est préférable entre 10 et 60s Chudoba et Richter 2001. Dans notre cas le maintien a duré 30s(26).

L'indentation peut être réalisée par charge contrôlée, par déplacement contrôlé ou par premières conditions aux limites (26).

IV.4 La simulation numérique :

Nous allons choisir l'option axisymétrique en abaqus. Pour cela les dimensions du cube précisé au paravent deviendront, 6mm, 6mm, comme indiqué la Fig IV-4.

SIMULATION NUMERIQUE

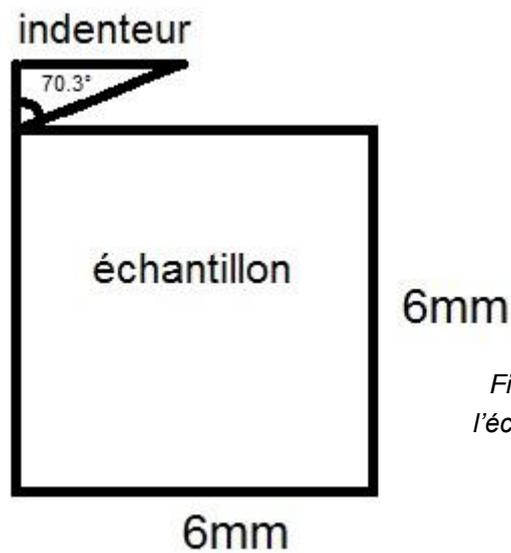


Fig IV-4 : schéma descriptif de l'échantillon avec l'indenteur

Les recherches menées dans ce sens ont montré que la modélisation peut se réaliser en 3D comme en 2D (28). Nous allons travailler en 2D pour le manque de temps.

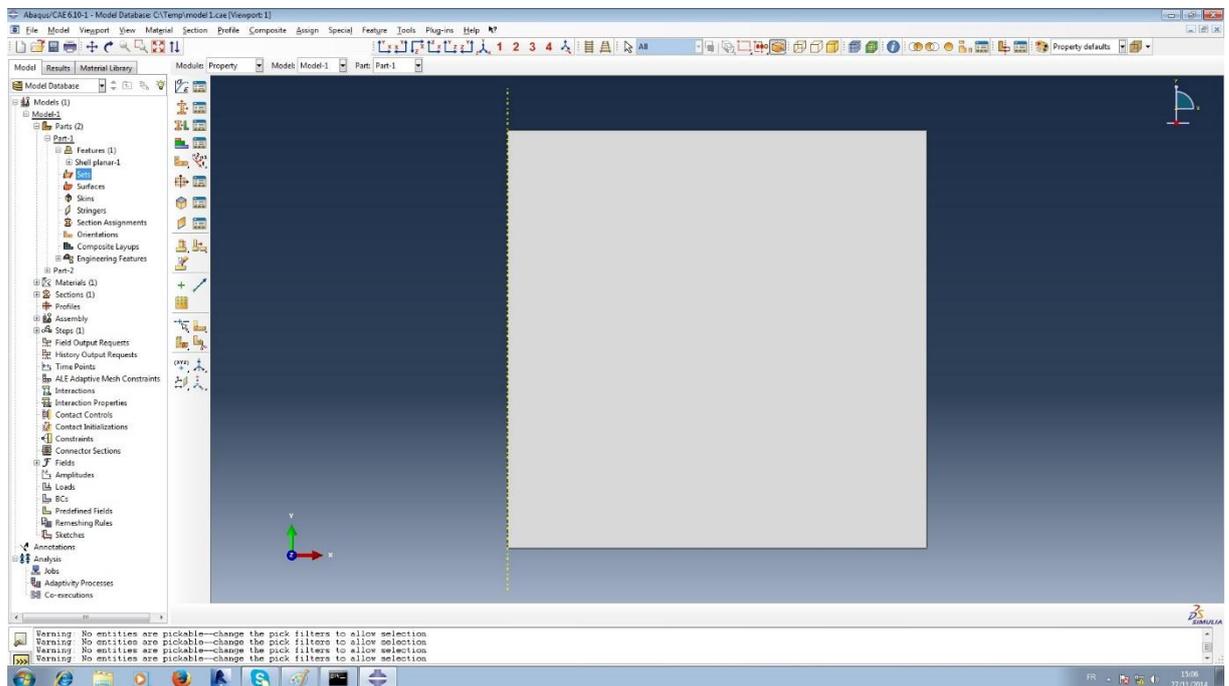


Fig IV-5 : modélisation de l'échantillon en 2D par Abaqus

SIMULATION NUMERIQUE

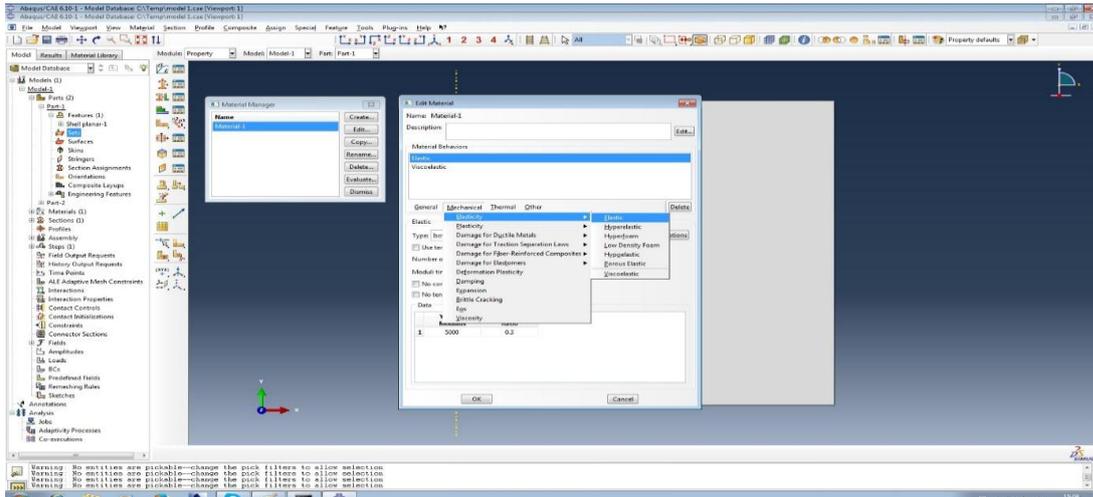


Fig IV-6 : identification des propriétés de l'échantillon

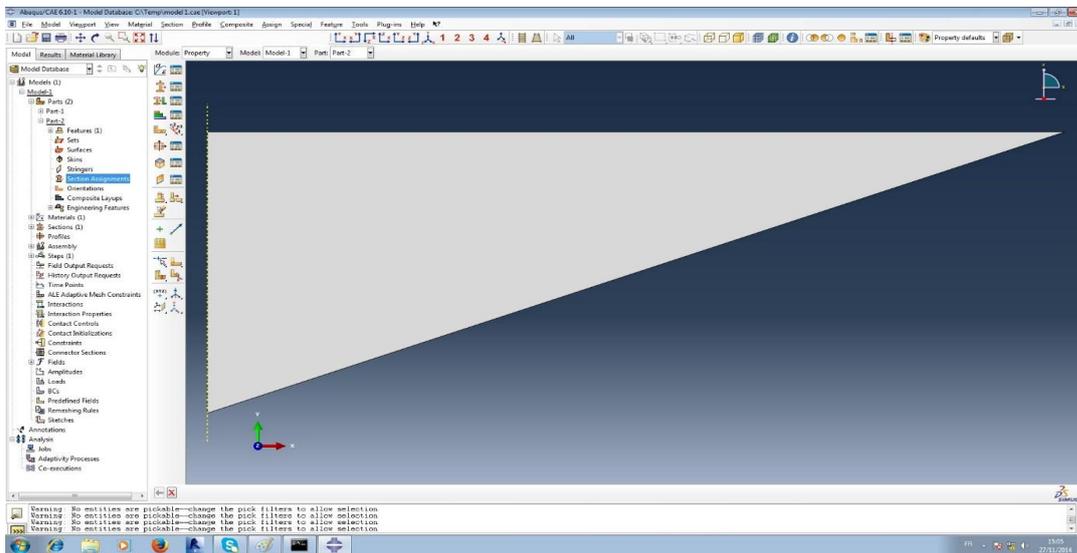


Fig IV-7 : modélisation de l'indenteur en 2D par Abaqus

IV.4.a) Les propriétés mécaniques du matériau et de l'indenteur :

Comme déjà mentionné précédemment, les valeurs des propriétés mécaniques (module de Young et le coefficient de poisson) sont tirées de l'essai de nanoindentation sur le béton bitumineux déjà effectué (26) et sont comme suit :

NB : on essaiera la simulation de la phase des agrégats du béton bitumineux SP-B à base de calcaire (26).

- ◆ Le béton bitumineux (phase des agrégats) :

$$E = 31.50 \text{ GPa}$$

$$\nu = 0.15$$

$$H = 1.70 \text{ GPa}$$

SIMULATION NUMERIQUE

- ◆ Le béton bitumineux (phase de matrice) :

$$E = 7.50 \text{ GPa}$$

$$\nu = 0.23$$

$$H=0.147 \text{ Gpa}$$

- ◆ L'indenteur de Berkovich en diamant :

$$E = 1141 \text{ GP (27)}$$

$$\nu = 0.07(27)$$

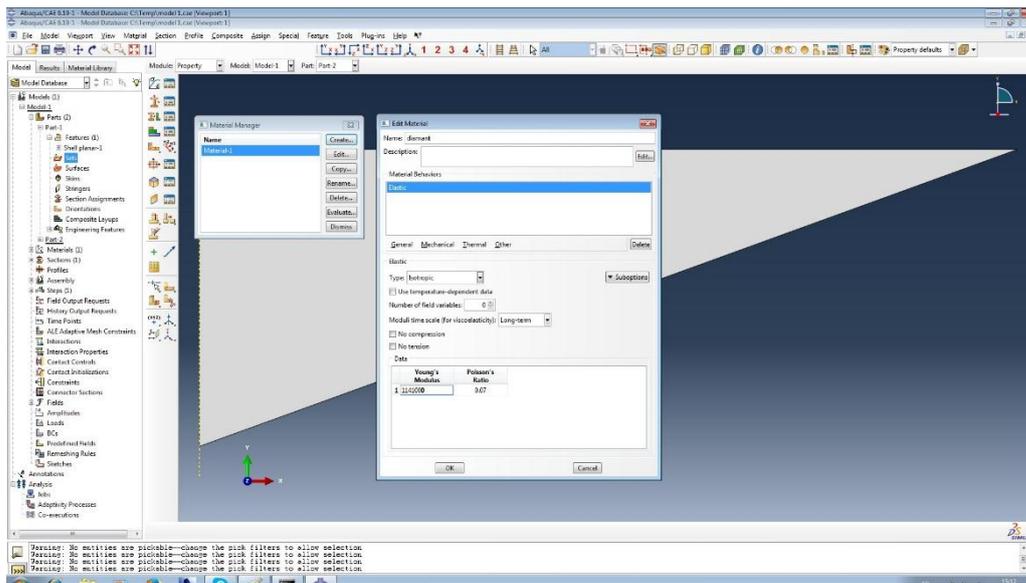


Fig IV-8: identification des propriétés de l'indenteur en diamant

IV.4.b) Le maillage :

Le maillage consiste à discrétiser notre échantillon en plusieurs éléments, cette discrétisation sera plus raffinée dans la partie de contact (indenteur/échantillon) pour donner des résultats proche de l'exactitude, et grossière quand on se dirige vers les extrémités de l'échantillon, la Fig IV-9 montre le maillage de notre échantillon :

SIMULATION NUMERIQUE

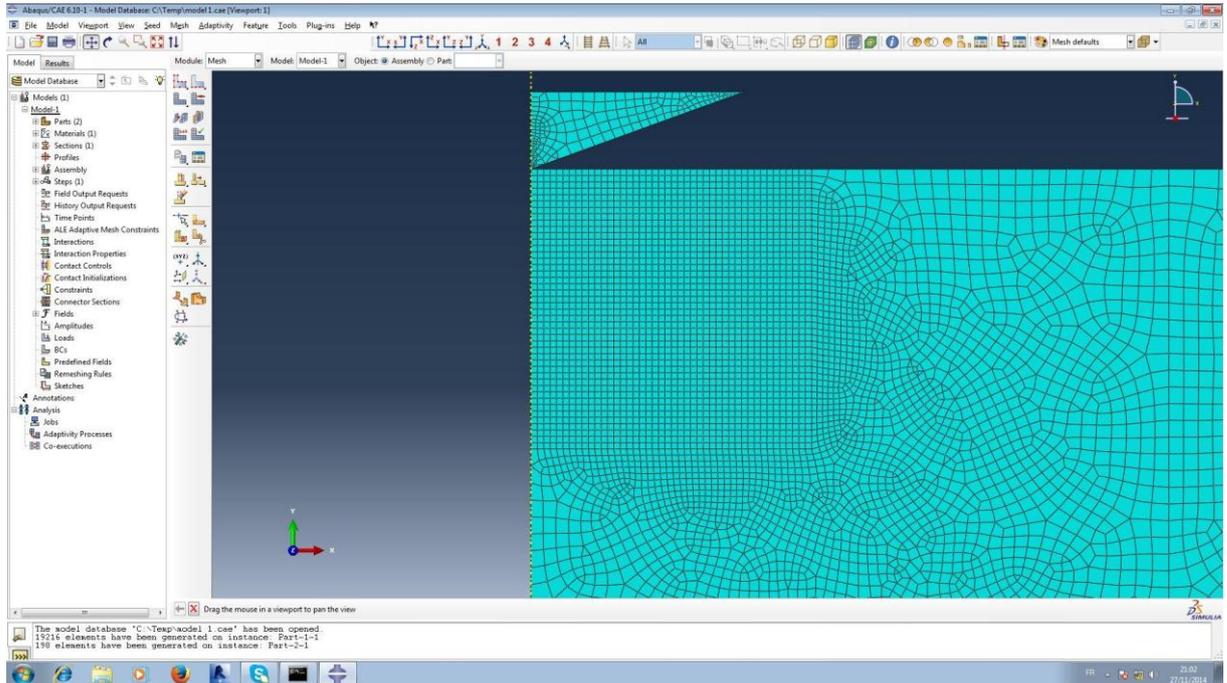


Fig IV-9 : maillage de l'échantillon avec l'indenteur

IV.4.c) Le contact entre l'échantillon et l'indenteur (contact pair) :

En général l'interaction entre les surfaces de contact se compose de deux composantes : une normale et l'autre est tangentielle sur la surface de l'échantillon.

La composante normale peut être référée à la compression tandis que la composante tangentielle produit du mouvement relatif (glissement) impliquant le frottement.

Dans notre travail on suppose que l'effet de frottement est négligeable.

La Fig IV-10 nous présente la définition de ce contacte.

SIMULATION NUMERIQUE

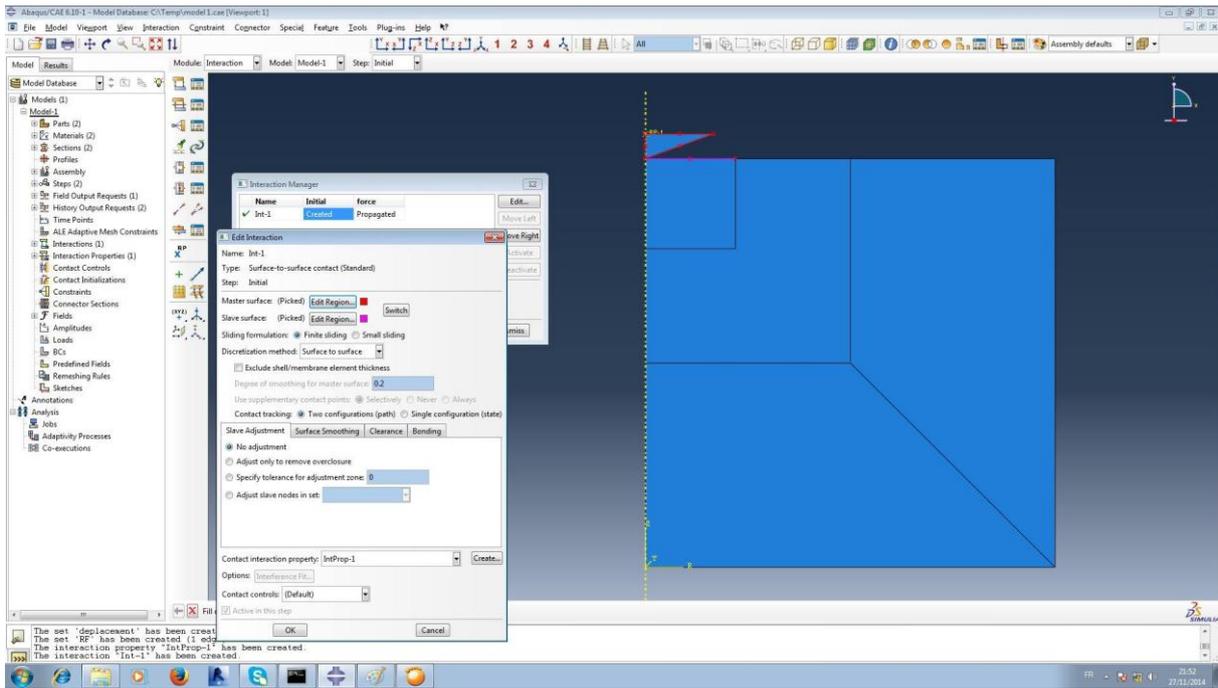


Fig IV-10 : définition du contacte pair indenteur-échantillon

IV.4.d) Les conditions aux limites

L'échantillon du béton bitumineux sera encasturé en bas pour ne permettre aucun déplacement ni rotation, et appuyer doublement du côté de l'axe de symétrie pour permettre le déplacement suivant Y seulement.

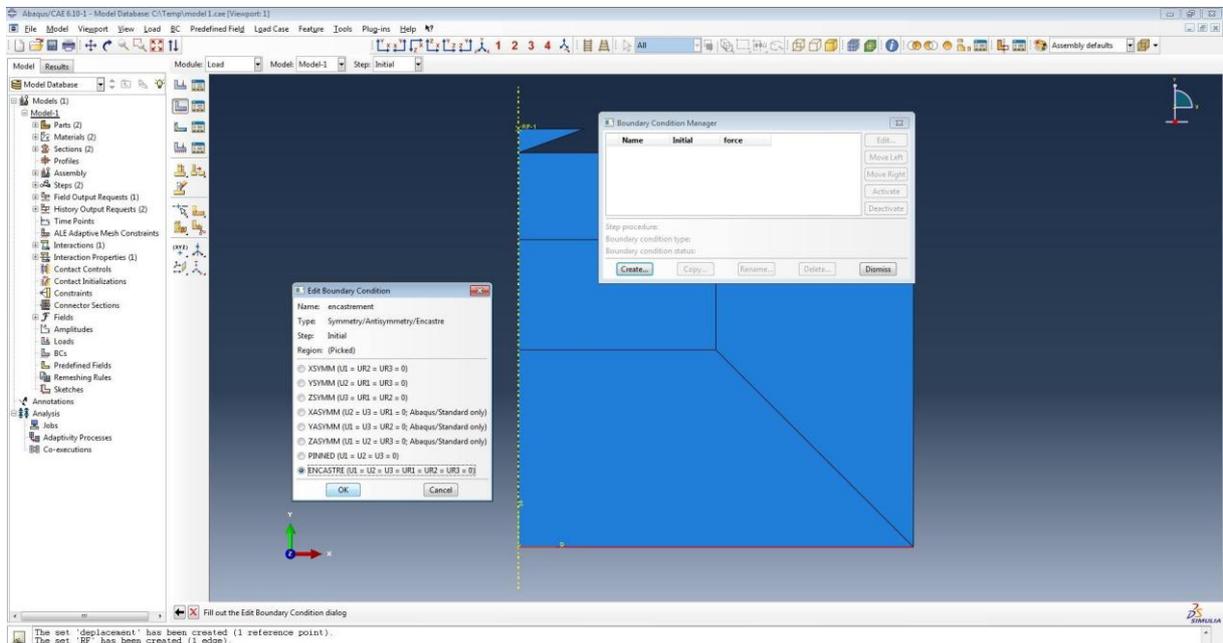


Fig IV-11 : encastrement de l'échantillon

SIMULATION NUMERIQUE

Les figures ; Fig IV-11 et Fig IV-12 nous montrent les conditions aux limites de notre échantillon

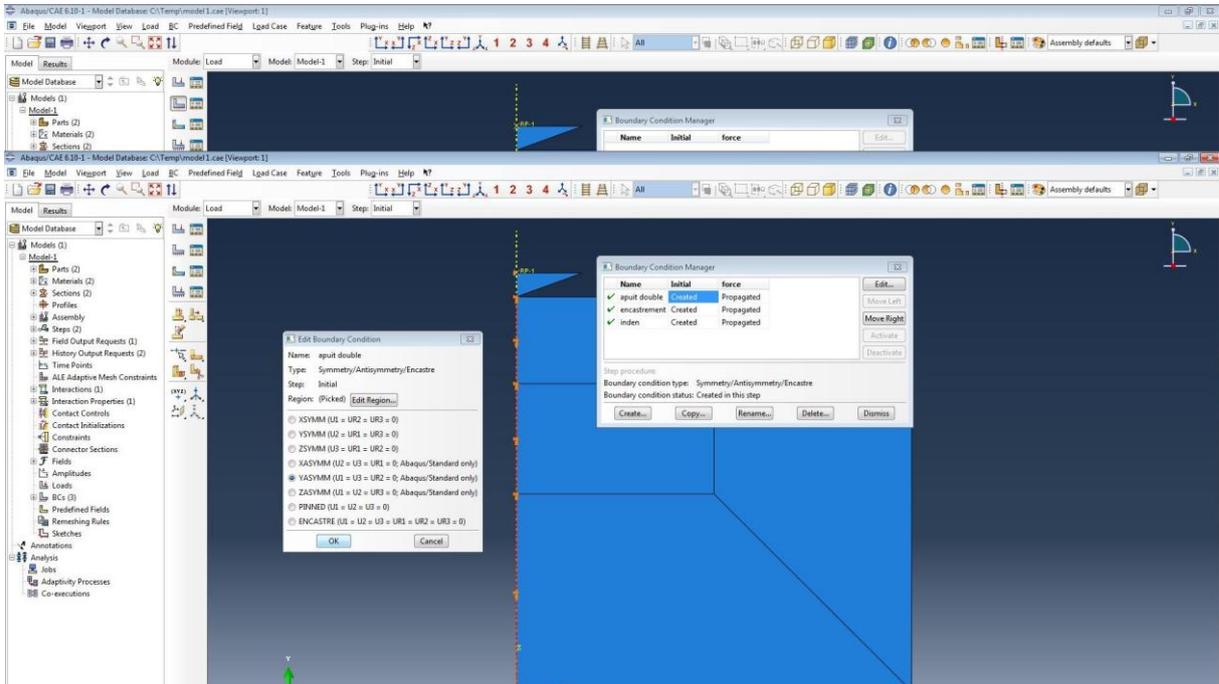


Fig IV-12 : la définition du double appui à l'axe de la symétrie

IV.4.e) Le chargement :

Le protocole de chargement est soit une courbe de contrainte en fonction du temps, soit une courbe de déplacement en fonction de temps. Ces courbes peuvent être triangulaire (charge décharge), comme elles peuvent être trapézoïdale (charge, maintien, décharge) Fig IV-13. Dans notre cas la courbe est trapézoïdale comportant un chargement, un maintien du chargement et un déchargement.

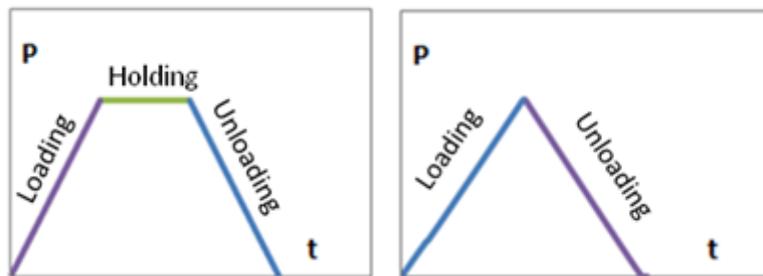


Fig IV-13 : les deux types de courbes charge-décharge (35)

A partir de la courbe charge-décharge, et en enregistrant le déplacement on peut obtenir la courbe charge-déplacement Fig IV-14.

SIMULATION NUMERIQUE

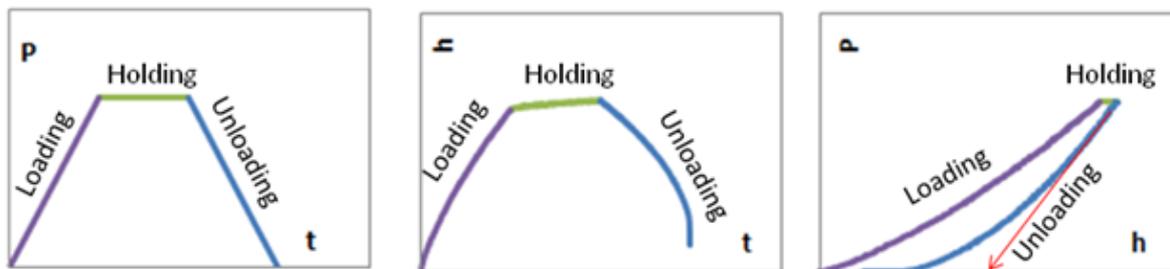


Fig IV-14 : la relation entre le chargement et le déplacement (35)

Pour notre initiation nous avons utilisé deux chargements différents (selon le chargement de la pratique) :

IV.4.e)-01 Le chargement pour l'agrégat s'effectue de la manière suivante :

- 30 sec pour le chargement
- 30 sec pour le maintien du chargement
- 30 sec pour le déchargement

Avec un chargement max de 30 mN. Fig IV-15

IV.4.e)-02 Le chargement pour la matrice s'effectue de la manière suivante :

- 08 sec pour le chargement
- 30 sec pour le maintien du chargement
- 08 sec pour le déchargement

Avec un chargement max de 08 mN Fig IV-16

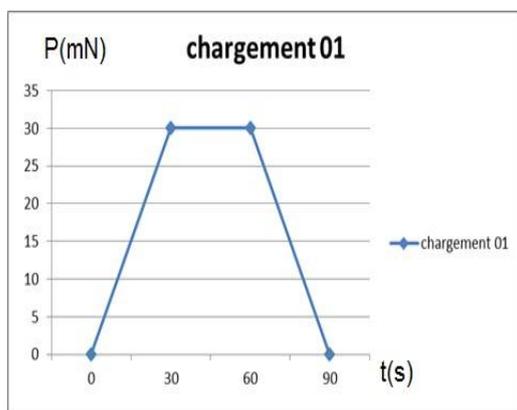


Fig IV-15 : chargement n°01 pour l'agrégat (26)

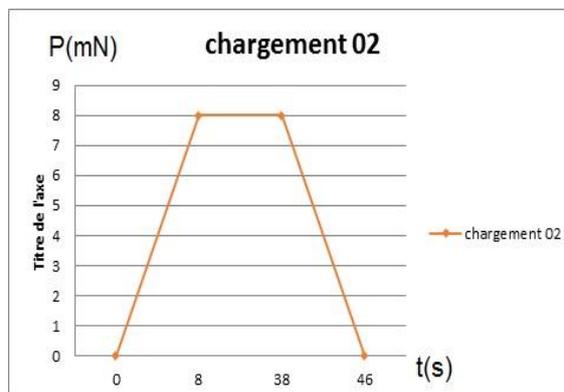


Fig IV-16 : chargement N° 02 pour la matrice (26)



RESULTATS ET DISCUSSIONS

V Chapitre05 :Résultats et discussions

V.1 Introduction :

La nanoindentation est une technique développée récemment pour mesurer les propriétés mécaniques à une échelle très réduite (nanomètre). Pour cette raison elle est très efficace pour la déduction des propriétés nanomecaniques des matériaux hétérogènes tel que les bétons bitumineux. Avec l'évolution de la recherche scientifique en allant vers la nanotechnologie, la nanoindentation est devenu indispensable dans tous les domaines. En génie civil particulièrement l'indentation instrumentée a été déterminante de plusieurs propriétés mécaniques, dans la dureté et le module de Young font partie.

Ce chapitre est consacré à la présentation d'une initiation de simulation numérique par la MEF, en utilisant le code de calcul ABAQUS version 6.10, de quelques essais de nanoindentation réalisés par un chercheur dans le but est l'obtention des module de Young E et la dureté H, dans un laboratoire de recherche universitaire a NEWMEXICO [Determining Hardness and Elastic Modulus of Asphalt by Nanoindentation] réalisé par Rafiqul A. Tarefder, arif M.Zaman and Waheed Uddin (26).

V.2 Présentation des résultats expérimentaux :

Les essais de nanoindentation réalisés par les chercheurs cités ci-dessus ont été menés sur les mortiers bitumineux ainsi que les trois phases du béton bitumineux. Ce dernier a été fabriqué au laboratoire de recherche universitaire à partir de deux liants bitumineux fournis par un fabricant locale a NEWMEXICO. La composition physico-chimique des liants bitumineux est l'origine de leurs différences. La déduction des propriétés nanomecaniques intrinsèques de chaque phase du béton SP-B comprenant le calcaire comme agrégat, a été réalisé par les chercheurs. Les figures Fig V-1 et Fig V-2 présentes les courbes charges déplacement de deux phases du béton bitumineux ; les agrégats et la matrice. Ces courbes obtenues pratiquement sont fournies par le nanoindenteur, et seront analysé par la méthode d'Oliver et Pharr détaillé dans le chapitre précédent afin de déduire le module de Yong et la dureté.

RESULTATS ET DISCUSSIONS

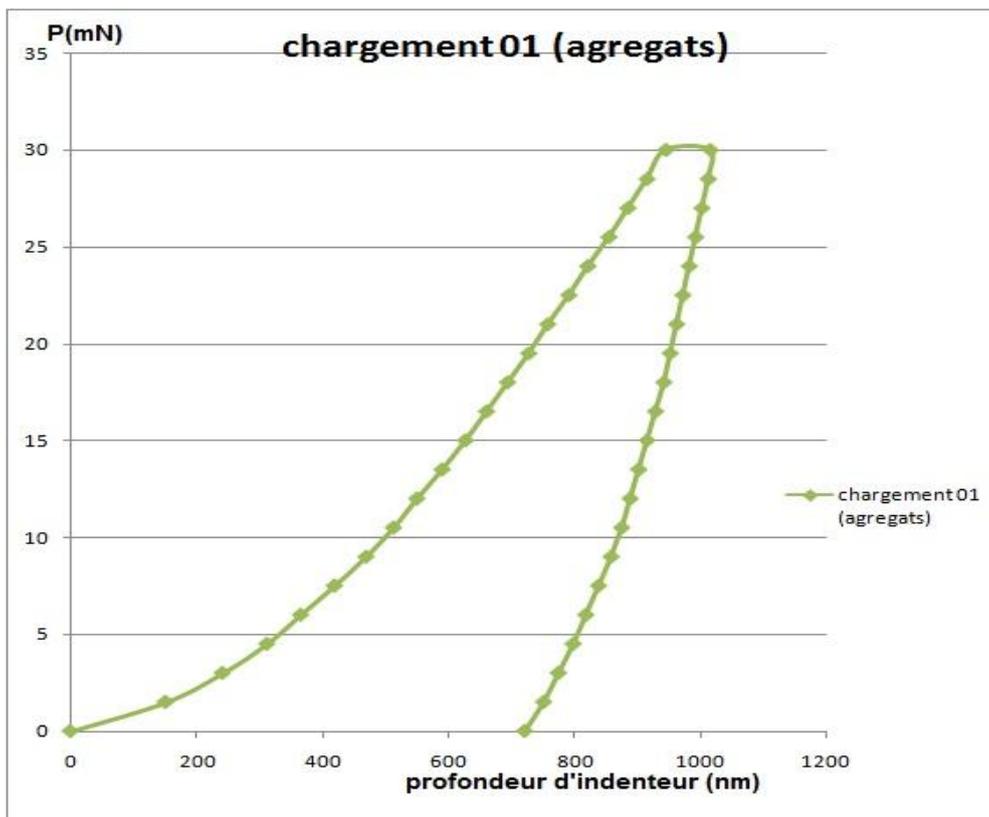


Fig V-1 : courbe expérimentale de l'essai nanoindentation sur la phase des agrégats du béton SP-B (26)

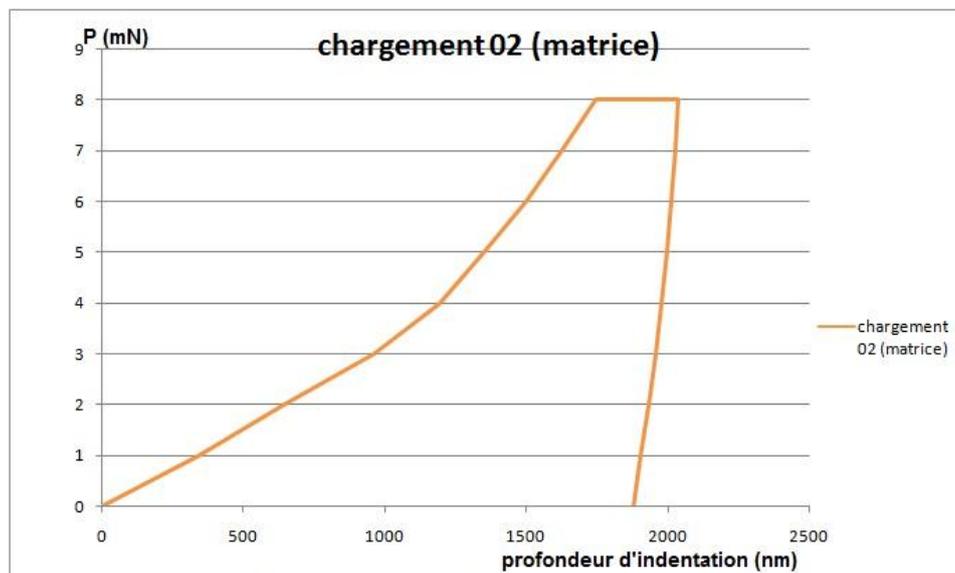


Fig V-2 : courbe expérimentale de l'essai nanoindentation sur la phase de la matrice du béton SP-B (26)

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les valeurs moyennes du module d'indentation (E) et la dureté (H) obtenues par la technique d'indentation des deux phases sont présentés dans le [tableau V.1](#). Il convient de noter que les propriétés mécaniques moyennes pour la phase des agrégats correspond à une charge d'indentation égale à 30 mN, et celle de la matrice 08 mN. Par contre la profondeur de pénétration max est égale aux environ de 2000 nm dans la matrice, tandis qu'elle ne dépasse pas les 1000 nm dans l'agrégat.

phase	Agrégats	Matrice
Module de Young	26,45	6,72
La dureté	1,239	0,153

Tab V-1 : E et H des agrégats et la matrice du béton bitumineux SP-B (26)

V.3 Présentation des résultats de la simulation numérique :

Après avoir parcouru les étapes de modélisation citée au précédemment, et procéder la simulation par logiciel ABAQUS, on a pu avoir la déformation et les contraintes Von-mises obtenues par la méthode des éléments finis pour les deux phases (agrégats et matrice) du béton bitumineux SP-B ; Fig V-3, Fig V-5, Fig V-9 et Fig V-7.

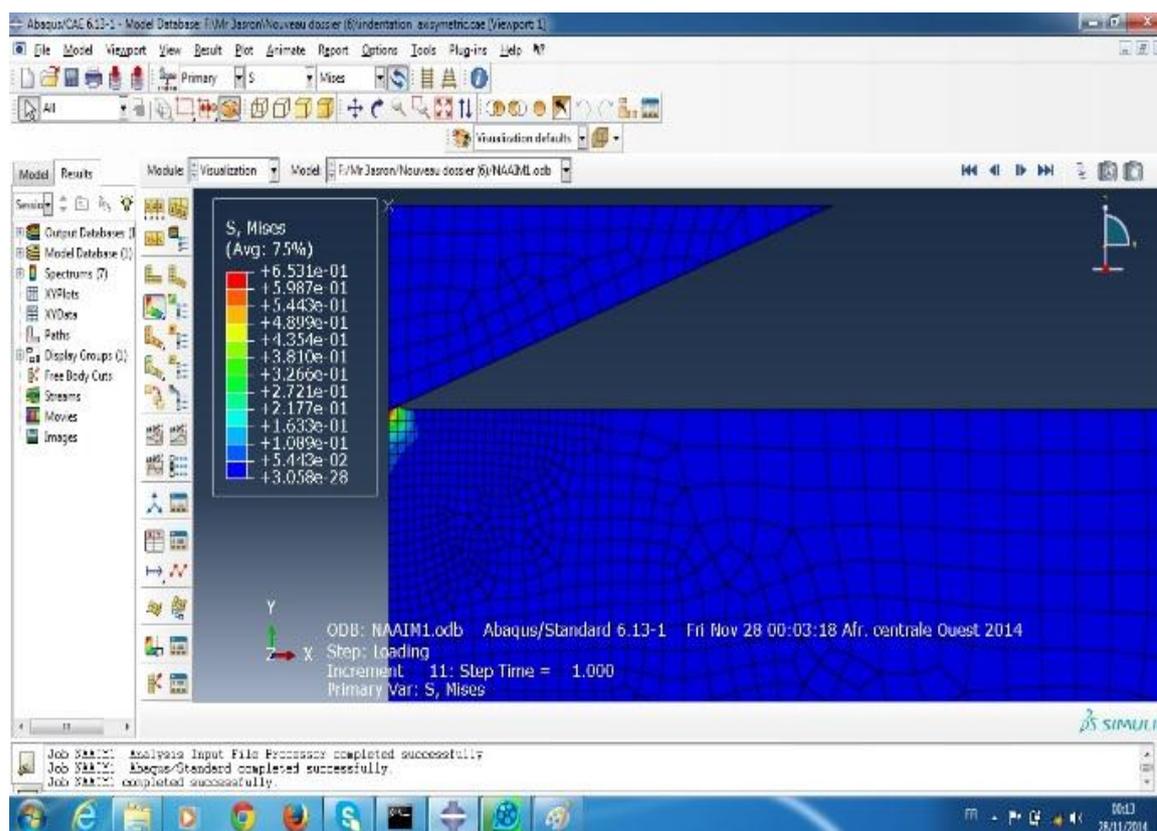


Fig V-3 : distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (charge) de la phase agrégats du béton bitumineux

RESULTATS ET DISCUSSIONS

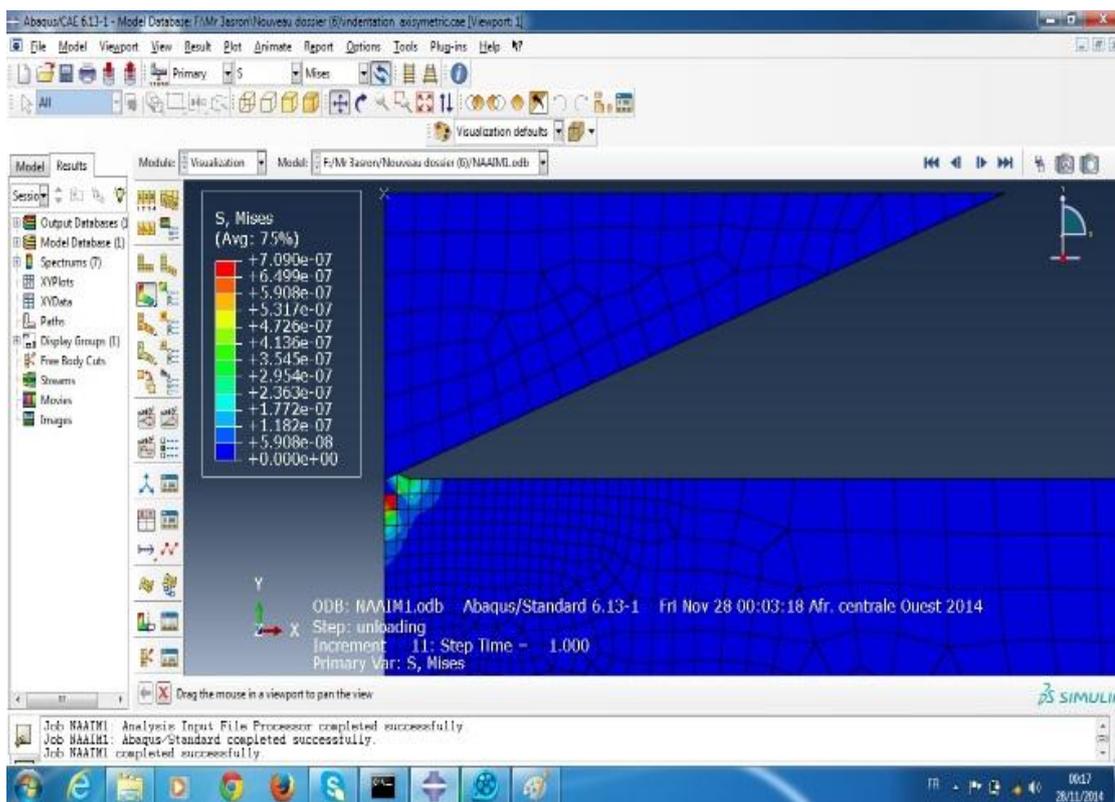


Fig V-4 distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (décharge) de la phase agrégats du béton bitumineux

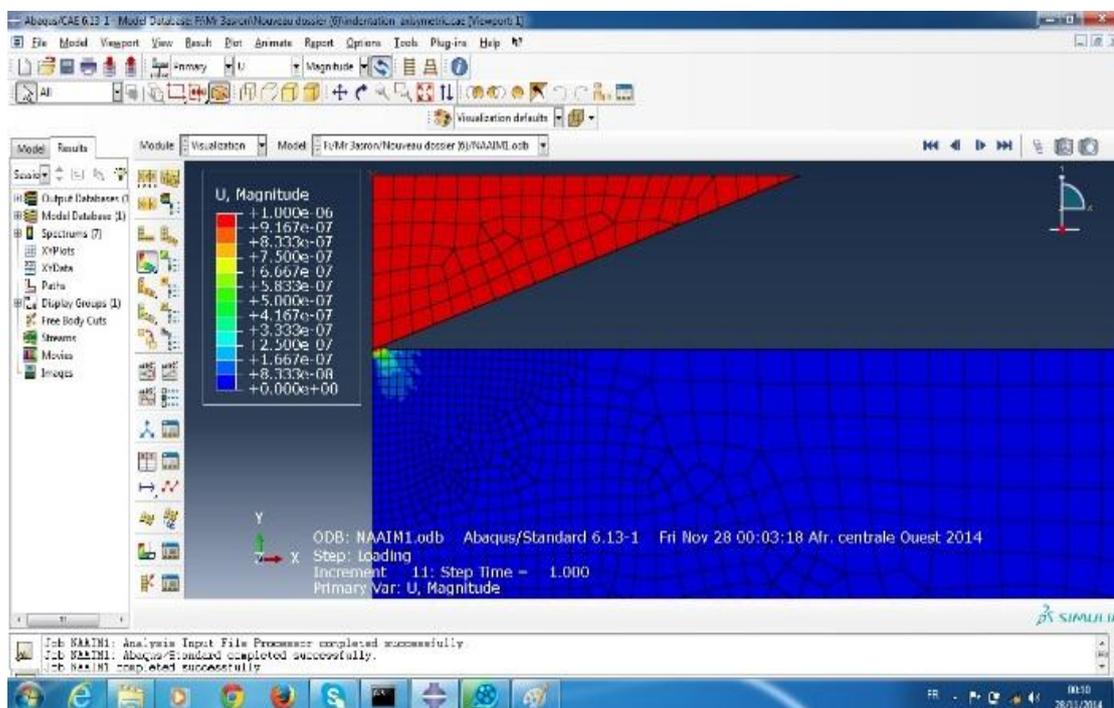


Fig V-5 : déplacement pendant la simulation numérique (charge) de la phase des agrégats du béton bitumineux

RESULTATS ET DISCUSSIONS

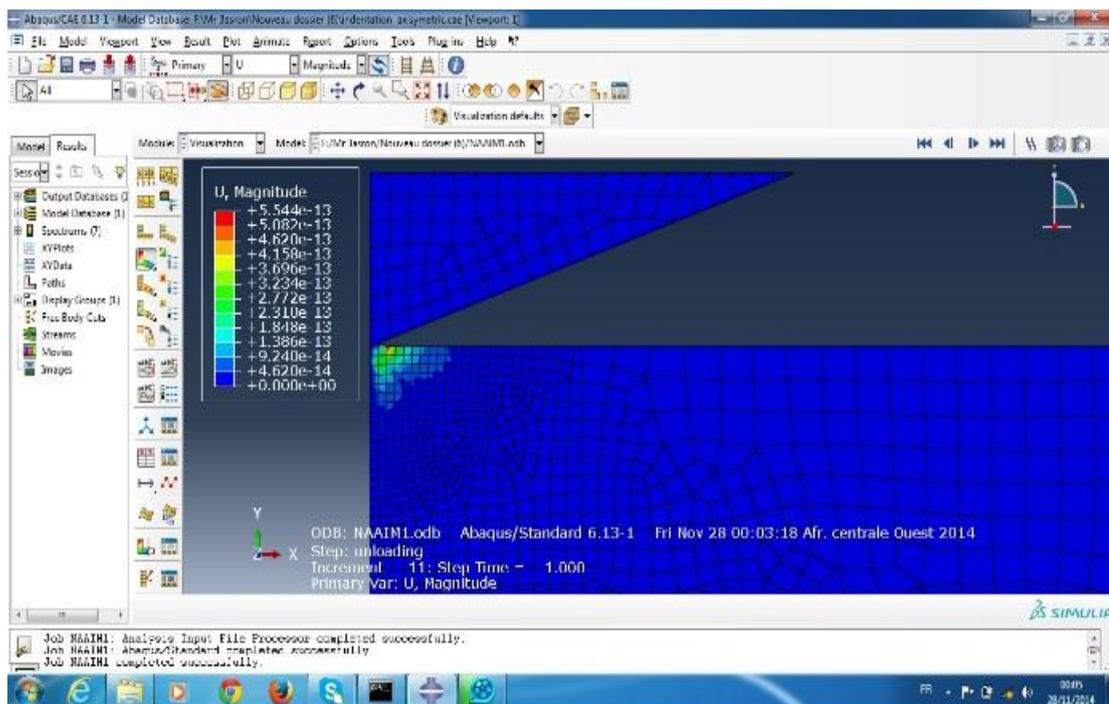


Fig V-6 : déplacement pendant la simulation numérique (décharge) de la phase des agrégats du béton bitumineux

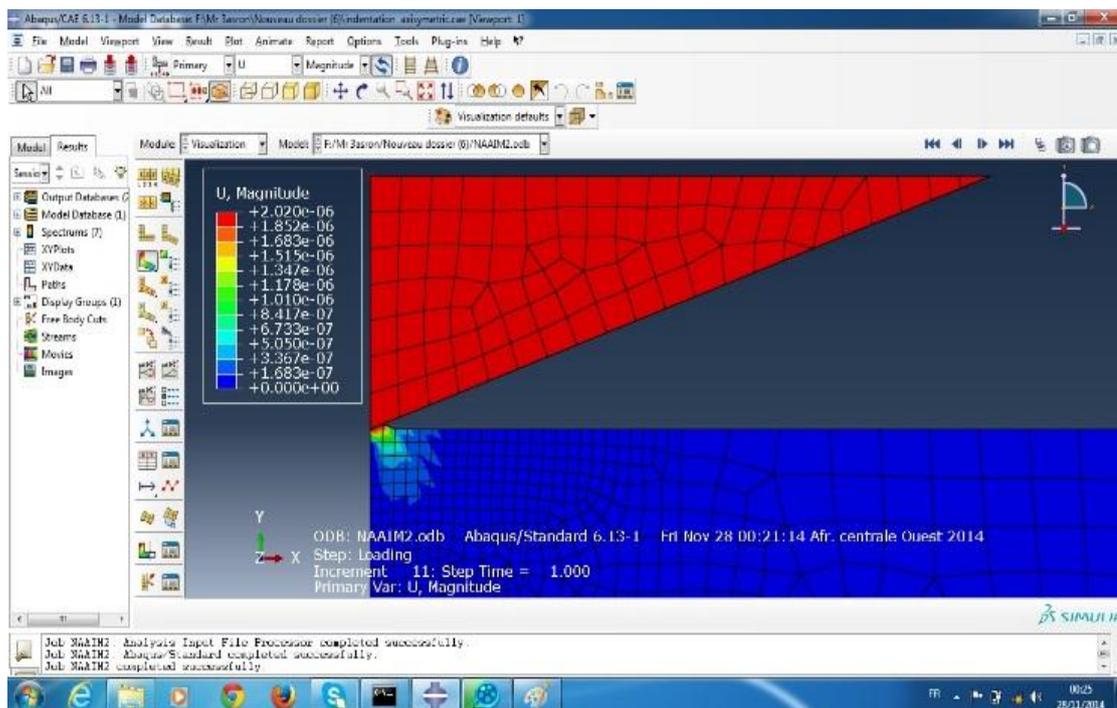


Fig V-7 : déplacement pendant la simulation numérique (charge) de la phase matrice du béton bitumineux

RESULTATS ET DISCUSSIONS

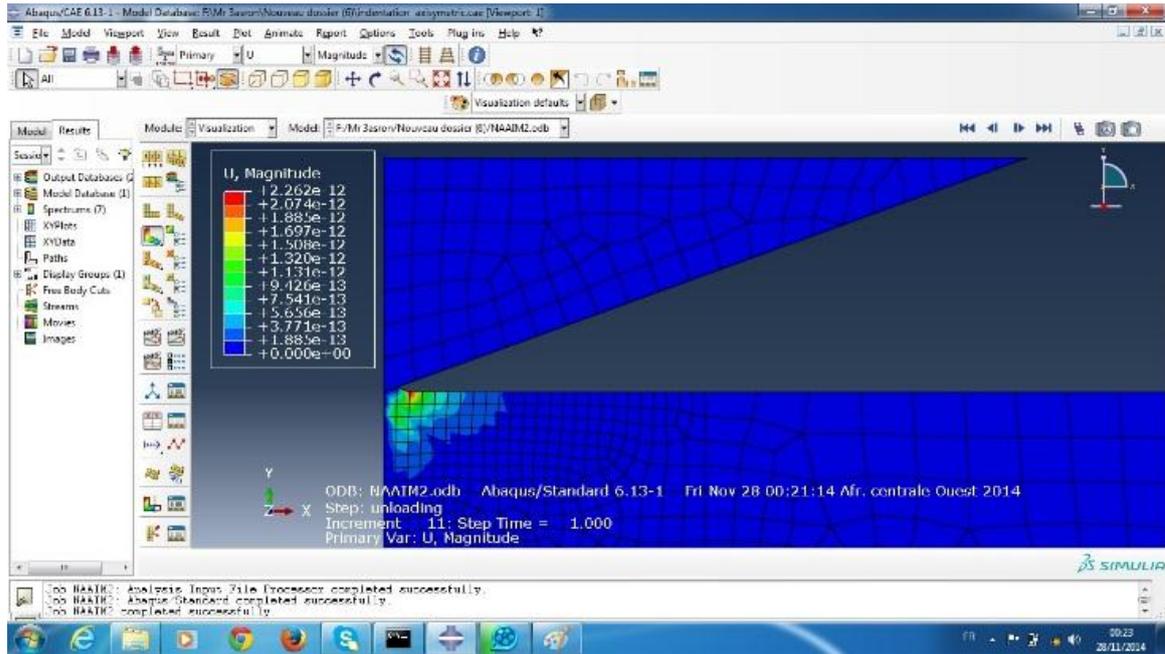


Fig V-8 :déplacement pendant la simulation numérique (décharge) de la phase matrice du béton bitumineux

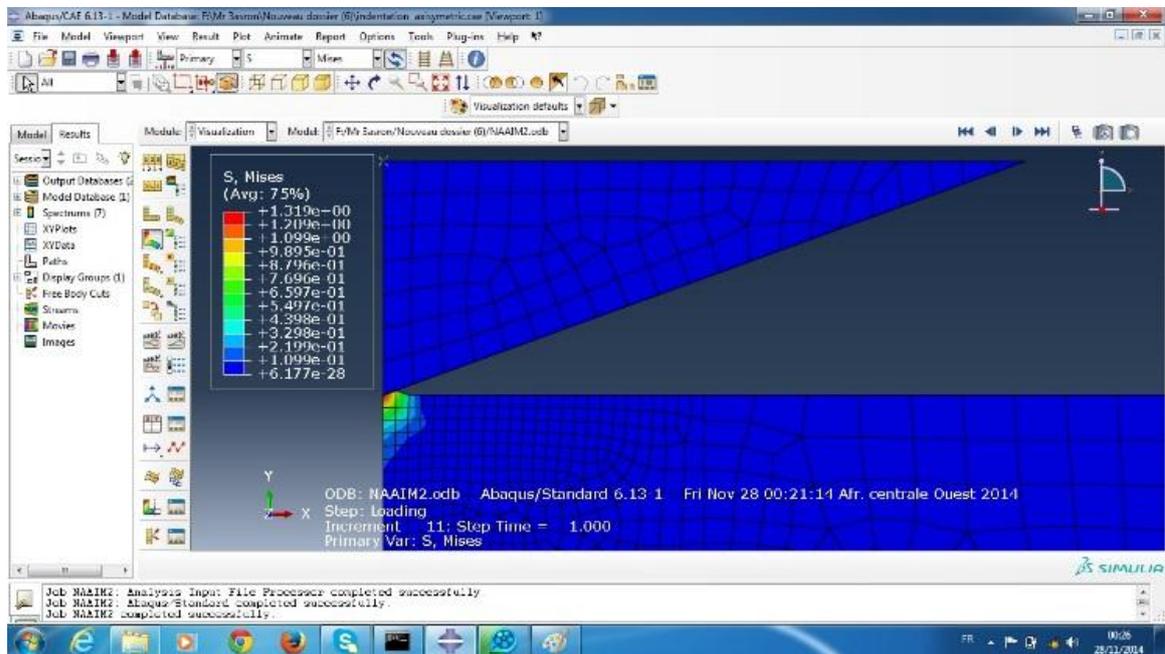


Fig V-9 :distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (charge) de la phase matrice du béton bitumineux

RESULTATS ET DISCUSSIONS

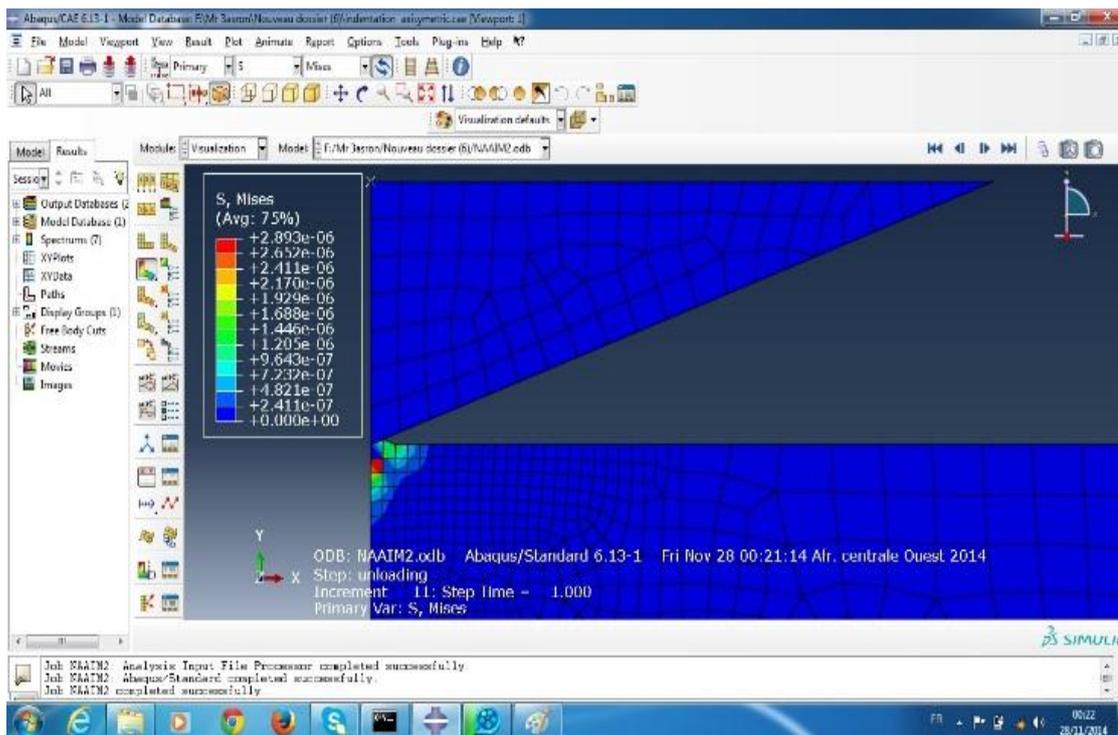


Fig V-10 :distribution des contraintes de Von-mises pendant la simulation numérique (décharge) de la phase matrice du béton bitumineux

V.4 Discussions des résultats :

Nous remarquons que la distribution des contraintes Von-mises est majorée dans la modélisation de la phase des agrégats 0.65mN Fig V-3 en comparant avec celle de la matrice 0.13mN Fig V-9. Tandis que la déformation maximum dans les agrégats n'est qu'à 1000 nm Fig V-5 et elle atteint les 2000 nm dans la matrice bien que les charges maximums de la matrice et agrégats sont de 08 et 30 mN respectivement.

Notre modèle numérique n'est pas encore apte à fournir les courbes charge-déplacement. Il nous reste beaucoup à faire pour y arriver.

Comme toutes les études scientifiques nous avons rencontré des difficultés pendant cette initiation, citons par exemple l'utilisation de l'outil informatique ordinaire, à cause de l'absence d'une station de calcul au laboratoire de recherche, et la difficulté d'utiliser celle du département à cause des formalités administratives.

Nous avons aussi perdu beaucoup de temps en choisissant un code de calcul, nous avons travaillé initialement avec ANSYS puis, COMSOL pour arriver finalement à ABAQUS. Le manque de formation en ces codes de calcul a été la parmi les causes.

CONCLUSION GENERALE

La croissance du développement de plusieurs industries, à mener un grand développement d'une recherche scientifique engendré par la demande d'amélioration des propriétés mécanique des matériaux qui intervienne a ces industries.

Les matériaux bitumineux et les bétons particulièrement évoluent rapidement vu leurs importance dans divers domaines. Le comportement de ces matériaux hétérogènes est influé par leurs compositions chimico-organiques, leurs morphologies du mélange, et leurs caractéristiques de surface.

Ce développement croissant génère des nouveaux matériaux bitumineux avec des propriétés mécaniques amélioré par rapport aux bitumes traditionnels. Ce ci na jamais été possible sans la détermination des propriété nanomecanique.

L'objective de notre initiation est la détermination du module d'élasticité et la dureté intrinsèques des phases constituants les matériaux bitumineux, particulièrement les bétons contenant le calcaire comme agrégats. Cette détermination en élaborant la nouvelle technique de nanoindentation qui mesure les propriétés intrinsèque de chaque phase en remarquant leurs influences sur les propriétés du matériau hétérogène. Les essais pratique de nanoindentation sont influé par plusieurs paramètres engendré par les conditions dans les tests ont été réalisés, sans oublier leurs cout économique non négligeable. Pour cela une méthode numérique a été développé en utilisant un code de calcule nommé ABAQUS, consiste à modéliser la technique pour obtenir ses résultats en utilisant l'outil informatique.

La technique citée si dessus permet la détermination de la propriété intrinsèque de chaque composant des matériaux bitumineux. Le mélange chimique et mécanique de ces derniers engendre la difficulté de cette détermination des propriétés dans le mélange.

D'où l'avantage de la nanoindentation qui fournit des informations précieuses, puisqu'elles n'étaient pas disponibles à l'échelle macroscopique.

Au final, nous voyons des perspectives très importantes en utilisant la technique de nanoindentation, pour étudier et mieux caractériser les matériaux bitumineux dans on ne dispose pas une grande quantité d'information a une échelle aussi petite.

Références

1. **ZEMMIRI, Anouar Abdelaziz.** *Comparaison des formulations d'enrobés à chaud pour couches de roulement des chaussées très circulées utilisées en France et en Algérie du point de vue sécurité (glissance) et orniérage.* s.l. : ENTPE, 2008.
2. **TOURE, Mariama CISSE et Aïcha Hafçatou.** *Contribution à la mise en oeuvre d'une [ormulation optimale de béton bitumineux : }lpp{ication aux; concassés de basalte de Diack.* Centre de TRIES : ECOLE SUPERIEURE POLY TECHNIQUE, 2003.
3. *Determining Hardness and Elastic Modulus of Asphalt by Nanoindentation.* **Tarefder, Rafiqul A., Zaman, Arif M. et Uddin, and Waheed.** 2010, INTERNATIONAL JOURNAL OF GEOMECHANICS, pp. 106-116.
4. **Sneddon, I. N.** *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary prole.* s.l. : International Journal of Engineering Science, vol. 3, 1965.
5. **Siham Kamali-Bernard, Fabrice Bernard, William Prince, Mohammed Hjjaj,.** *Modélisation Tridimensionnelle et Multi-échelles du Comportement des Matériaux Cimentaires - Application à la Lixiviation,.* s.l. : Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique - EA 3913INSA, , 2007.
6. **ROY, Sébastien.** *Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation. Application à la microélectronique et au biomédical.* paris : l'Ecole des Mines de Paris, 2008.
7. **Rafiqul A. Tarefder, Arif M. Zaman and Waheed Uddin.** *Determining Hardness and Elastic Modulus of Asphalt by Nanoindentation.* s.l. : INTERNATIONAL JOURNAL OF GEOMECHANICS, 2010.
8. **PROIX, jean Michel.** *Choix du comportement élasto-(visco)-plastique.* s.l. : Code Aster, 2013.
9. **OUMAROU, Noura.** *Caracterisation mecanique de système film-substract par indentation instrumentée (nanoindentation) en géométrie sphère-plan.* Nancy : INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, 2009.
10. **OLARD, François.** *COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE DES ENROBÉS BITUMINEUX À BASSES TEMPÉRATURES Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé.* LYON : INSA DE LYON, 30 octobre 2003.
11. **Nemecek, Ing. Jiri.** *Principals of Nanoindentation on Heterogeneous Systems.* s.l. : Czech Technical University in Prague, Faculty of Civil Engineering, 2009.
12. **Nair, Rahul.** *Measuring Hardness and More through Nanoindentation.*
13. **Mondal, Paramita.** *Nanomechanical Properties of Cementitious Materials.* s.l. : Northwestern university, 2008.
14. **Mohs, F.** *Treatise on mineralogy : or, The natural history of the mineral kingdom.* s.l. : A.Constable and co, 1825.

Références bibliographiques

15. **MERBOUH, M. M'hammed.** *CONTRIBUTION A LA MODELISATION DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES ENROBÉS BITUMINEUX Influence des conditions extrêmes de température et de trafic en fatigue.* BORDEAUX : L'UNIVERSITE BORDEAUX-I, 2010.
16. **Meille S, Garboczi.** *Linear elastic properties of 2D and 3D models of porous materials made from elongated objects. Modelling and Simulation.* s.l. : Materials Science and Engineering, 2001.
17. **Maeder, J. Barralis et G.** *Précis de métallurgie.* s.l. : Nathan, 2001.
18. **lib, tvsiojfdcô g.** *movib,jifjbgój.*
19. **LEFEUVRE, Yann.** *Contribution à l'étude du comportement en fatigue des enrobés bitumineux Etude de l'allongement des éprouvettes comme manifestation de l'endommagement diffus Expérimentation - Modélisation .* s.l. : L'ECOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES, 2011.
20. **Lachihab, Adel.** *Un modèle numérique pour les composites biphasés matrice-inclusions rigides: Application à la détermination des propriétés élastique et en fatigue des enrobés bitumineux.* s.l. : E'COLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES, 2004.
21. **Kazziha, Samir.** *bitume info numero speciale 01.* paris : Groupement Professionnel des Bitumes, 2005.
22. **Karki, Pravat.** *COMPUTATIONAL AND EXPERIMENTAL CHARACTERIZATION OF BITUMINOUS COMPOSITES BASED ON EXPERIMENTALLY DETERMINED PROPERTIES OF CONSTITUENTS.* s.l. : University of Nebraska - Lincoln, 2010.
23. **GUILLONNEAU, Gaylord.** *Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température.* lyon : L'ECOLE CENTRALE DE LYON, 2012.
24. **G.M.Pharr, W.C. Oliver.** *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinement to methodology.* s.l. : J. Mater. Res., vol. 19 No. 1, jan 2004.
25. **G.M.pharr, W.C.OLIVER and.** *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.* s.l. : J.Mater. Res., Vol. 7, No. 6, 1992.
26. **Fischer-Cripps.** *N anoindentation Second Edition.* s.l. : Springer, 2004.
27. **Fatiha, Doudou.** *Etude du renforcement du verre par le double échange ionique, thèse de magister.* Setif : Université Ferhat Abbas, 2010.
28. **FADILI, Mourad EL.** *DETERMINATION DU MODULE DE RIGIDITE AU LABORATOIRE SUR DES ENROBES A MODULE ELEVE (EME).*
29. **D, Tabor.** *The hardness of solids, Reviews of Physics in Technology, vol. 1, no. 3, p.145-179.* 1970.
30. **CONTROLS.** *Appareils et matériels d'essai pour le bâtiment et les travaux publics.* s.l. : CONTROLS, 2009.
31. **Ch., Bull. Liaison Labo. P. et.** *Propriétés des calcaires.* sao paulo : 2e Congrès international de géologie de l'Ingénieur, 1974.

Références bibliographiques

32. **bitumes, groupe qualité des.** *choix des bitumes pour travaux sur routes a fort trafic.* s.l. : Setra, 1990.
33. **behere, xabier errota.** *Caractérisation mécanique par nanoindentation.* s.l. : RESCOLL centre technologique.
34. **Béghin, Alain.** *Apport de mesures rhéologiques et de pelage à l'analyse de la rupture de liants bitumineux.* paris : laboratoire central des ponts et chaussées, 2003.
35. *Une substance naturelle travaillé par l'homme.* **Anselmi, Bernard.** numero speciale 02, 2009, Bitume info, p. 10.
36. **Anselmi, Bernard.** *bitume info numero special 02.* paris : groupement professionnel des bitumes, 2009.
37. **Abdellah, Chorfa.** *Etude de la fissuration du verre par l'indentation instrumentée, Thèse de Doctorat.* Setif : Université Ferhat Abbas, 2010.
38. *Nanoindentation simulation of concrete with various indenter forms and yield strengths.* **A.ASROUN, N.ASROUN and.** No 1, Sidi Bel ABBES : s.n., 2013, INTERNATIONAL JOURNAL OF CIVIL AND STRUCTURAL ENGINEERING, , Vol. Volume 4.
39. **planete-tp.com.** [En ligne] [Citation : 25/11 novembre 2014.] <http://www.planete-tp.com/formulation-des-enrobes-bitumineux-a800.html>.
40. **leuven.** [En ligne] [Citation : 25 novembre 2014.] <http://sirius.mtm.kuleuven.be/Research/Equipment/fiches/xl30-esem-feg.html>.
41. **le point.fr.** [En ligne] [Citation : 22 novembre 2014.] http://www.lepoint.fr/societe/pluie-dans-le-sud-est-la-l1-le-grand-journal-et-la-feria-de-nimes-perturbes-18-05-2013-1669671_23.php#.
42. *Le bitume hier, aujourd'hui et demain.* numero speciale 02, 2009, bitume info, p. 12.
43. *Le bitume : histoire d'un matériaux routier.* s.l. : USIRF, 2011.
44. **controlab.** [En ligne] [Citation : 25/11 novembre 2014.] <http://www.google.fr/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&cad=rja&uact=8&ved=0CCMQFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.controlab.fr%2Fcatalogue-pdf%2Ffinish%2F14%2F179&ei=wMFzVNHZF9SvaZjZgKgG&usg=AFQjCN Gzrq85v1He3i5m48nejJ3rWI84VA&bvm=bv.80185997,d.d2s>.