



Comportement thermomécanique des enrobés tièdes et de l'interface bitume-granulat

Sâannibè Ciryle Somé

► To cite this version:

Sâannibè Ciryle Somé. Comportement thermomécanique des enrobés tièdes et de l'interface bitume-granulat. Thermique [physics.class-ph]. Université de Nantes, 2012. Français. NNT : . tel-00855431

HAL Id: tel-00855431

<https://theses.hal.science/tel-00855431>

Submitted on 30 Aug 2013

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

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

UNIVERSITÉ DE NANTES

École Polytechnique de l'Université de Nantes

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGÉNIEUR GÉOSCIENCES ET
ARCHITECTURE

Année 2012

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Comportement thermomécanique des enrobés tièdes et de l'interface bitume-granulat

THÈSE DE DOCTORAT

Discipline: Physique

Spécialité: Thermique

Présentée

et soutenue publiquement par

Sâannibè Ciryle SOMÉ

Le 15 Octobre 2012, devant le jury ci-dessous

Président:	M. Brahim BOUROUGA	Professeur, École Polytechnique de Nantes
Rapporteurs:	M. Éric ARQUIS	Professeur, Université de Bordeaux
	M. Hervé DI BENEDETTO	Professeur, École Nationale des Travaux Publics de l'État
Examineurs:	M. François CHEVOIR	HDR Ingénieur des Ponts, des Eaux et Forêts, IFSTTAR
	M. Didier DELAUNAY	Directeur de Recherche, CNRS Polytech' Nantes
	M. Vincent GAUDEFROY	Chargé de Recherche, IFSTTAR
Invité	M. François OLARD	Docteur, Chef de projet R.D., Eiffage Travaux Publics

Directeur de thèse: Didier Delaunay

Co-encadrant de thèse: Vincent Gaudetroy

ED

In light of knowledge attained, the happy achievement seems almost a matter of course, and any intelligent student can grasp it without too much trouble. But the years of anxious searching in the dark, with their intense longing, their alterations of confidence and exhaustion and the final emergence into the light—only those who have experienced it can understand it.

Albert Einstein

Remerciements

Je voudrais remercier tout d'abord Chantal de la Roche, Directrice du l'unité Structure et Matériaux pour Infrastructure de Transport (SMIT) d'alors, de m'avoir accueilli au sein du laboratoire et fourni un cadre propice à la réalisation de cette thèse.

Je remercie l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail, et l'honneur qu'ils me font participant à ce jury de thèse.

J'aimerais remercier vivement mon directeur de thèse, Monsieur Didier Delaunay, du soutien sans faille qu'il a su m'apporter tout au long de cette thèse et pour m'avoir donné les outils nécessaires et transmis ces connaissances scientifiques pour mener ce travail. Merci de m'avoir également permis de mener une partie de ce travail au sein du laboratoire de Thermocinétique de Polytech' Nantes.

Je suis très reconnaissant à Vincent Gaudefroy de m'avoir fait confiance et pour tout le soutien précieux qu'il m'a apporté tout au long de ces trois années de travail tant sur l'organisation du travail que sur la rédaction de ce manuscrit.

Je voudrais remercier tout particulièrement le Professeur Brahim Bourouga, pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

Je souhaite remercier Messieurs Éric Arquis et Hervé Di Benedetto qui ont accepté d'être rapporteurs de cette thèse et qui ont consacré une partie de leur temps précieux à analyser et à rendre compte de ce travail.

Je tiens à remercier Messieurs François Chevoir, Éric Arquis et Jean Michel Piau qui ont accepté de suivre ce travail à travers les comités de suivi thèse. Merci pour le regard et les solides contributions apportées qui ont permis d'orienter ce travail.

Je remercie François Olard pour le regard d'industriel qu'il a accepté d'apporter à ce travail en participant au jury.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à Thomas Gabet pour avoir consacré une partie de son précieux temps à la relecture de ce manuscrit et qui a contribué à le rendre plus compréhensible pour les non thermiciens.

Je remercie Emmanuel Chailleux qui, à travers des discussions m'a permis de cerner quelques

notions sur la rhéologie des matériaux bitumineux.

Ma reconnaissance va également à Nicolas Lefèvre du Laboratoire de Thermocinétique de Polytech' Nantes un véritable magicien dans le bricolage des appareils qui apporté son précieux appuis pour la mise en place des dispositifs expérimentaux et pour m'avoir initié aux techniques des caractérisations des propriétés thermophysiques des matériaux.

Je voudrais aussi exprimer toute ma sympathie à chacun des membres de l'ancienne division SMIT de l'IFSTTAR et tout particulièrement à Sébastien pour les essais de module complexe et autres appuis techniques, à Nadège et à Gilles pour leurs contribution complémentaires sur la caractérisation des liants bitumineux, à Jean-Philippe pour les fastidieux essais de fatigue, à Olivier, à Cédric et à Jean-Luc pour leurs appuis et leurs disponibilités. Un merci spécial également à Patrick Maisonneuve pour les essais de caractérisation de texture.

J'associe à cette liste de remerciement mes prédécesseurs, amis et successeurs Juliette, Valérie, Tung, Manitou, Éric, Manuela, Breno, Mariane, Layella, Antoine, Andrea, Christelle et l'ensemble des stagiaires que j'ai vu passer pendant ces trois années de thèse.

Je remercie et encourage mes deux grands amis Gaston Kane et Zacharie Kam que j'ai connus sur le campus de l'Université de Ouagadougou.

Enfin, mon parcours d'étudiant désormais achevé, je tiens à remercier du fond du cœur ma famille, qui par ses encouragements, a pleinement contribué à la poursuite et à la réussite de mes études.

Table des matières

Introduction générale	3
1 Étude bibliographique sur les enrobés bitumineux	7
1.1 Composition des enrobés bitumineux	7
1.1.1 Les granulats	7
1.1.2 Le bitume	8
1.2 Différents types d'enrobés bitumineux	11
1.3 Formulation des enrobés bitumineux	14
1.4 Caractérisation du comportement viscoélastique des enrobés bitumineux . . .	15
1.4.1 Caractérisation dans le domaine fréquentiel	16
1.4.2 Essais de caractérisation	17
1.4.3 Représentations des résultats de module complexe	20
1.4.4 Modèles de caractérisation du comportement viscoélastique des enrobés bitumineux	24
1.5 Comportement à la fatigue des matériaux bitumineux	30
1.5.1 Principe de l'essai de fatigue en flexion deux points sur éprouvette trapézoïdale	32
1.5.2 Analyse des résultats d'un essai de fatigue	33
1.6 Caractérisation de l'interface bitume-granat	35
1.6.1 Mécanismes de dégradation dû au désenrobage	35
1.6.2 Essai d'évaluation du désenrobage et de l'affinité bitume granulat . . .	38
2 Étude bibliographique sur les résistances thermiques de contact	43
2.1 Définition de la résistance de contact	44
2.1.1 Résistance de constriction	46
2.1.2 Résistance interstitielle	50
2.2 Approche théorique de la résistance de contact	54

TABLE DES MATIÈRES

2.2.1	Modélisation de la résistance dans un contact solide-solide	54
2.2.2	Modélisation de la résistance dans un contact solide-liquide	56
2.3	Méthodes d'estimation des résistances thermiques de contact par résolution de problèmes inverses de conduction thermique	65
2.3.1	Définition d'un problème inverse en transfert thermique	65
2.3.2	Formulation du problème direct	66
2.3.3	Formulation du problème inverse de calcul du flux dans le substrat . .	68
2.3.4	Méthode de Beck	69
2.3.5	Méthode de Raynaud et Bransier	71
2.4	Choix des méthodes	75
3	Résolution de problème inverse de transfert thermique à l'interface bitume-granulat	77
3.1	Position du problème de contact bitume-granulat	77
3.2	Solution dans le cas linéaire	78
3.2.1	Cas de deux milieux en contact parfait	78
3.2.2	Cas de deux milieux en contact imparfait	79
3.3	Méthode de Raynaud et Bransier	80
3.3.1	Résolution du problème dans la zone directe du granulat	81
3.3.2	Résolution du problème dans la zone inverse du granulat	82
3.3.3	Température de surface du bitume et résistance thermique de contact	84
3.3.4	Validation de la méthode de Raynaud et Bransier (RB)	84
3.4	Méthode de Beck	88
3.4.1	Méthode d'identification de la résistance à partir du flux surfacique .	90
3.4.2	Méthode d'identification directe de la résistance	98
3.5	Comparaison des méthodes	103
4	Protocole expérimental de détermination de la résistance thermique de contact	109
4.1	Préparation des échantillons	109
4.1.1	Préparation et caractérisation de l'état de surface du substrat	110
4.1.2	Paramètres de l'état de surface du granulat	111
4.1.3	Critères de positionnement des capteurs	111
4.1.4	Positions réelles des thermocouples dans le granulat	113
4.1.5	Préparation de l'échantillon de bitume	113
4.2	Description du montage expérimental	114

TABLE DES MATIÈRES

4.2.1	Montage expérimental initial	115
4.2.2	Description du montage expérimental modifié	116
4.3	Déroulement d'une expérience type	117
5	Étude des propriétés des matériaux	121
5.1	Matériaux utilisés et tests réalisés	121
5.2	Mesure de la conductivité thermique	122
5.3	Mesure de la chaleur spécifique	124
5.4	Mesure du volume spécifique	126
5.5	Mesure de la viscosité du bitume	128
5.6	Mesure de la tension superficielle du bitume et du granulat	129
5.6.1	Mesure de la tension superficielle du bitume par la technique de la goutte pendante	130
5.6.2	Mesure de la tension superficielle du bitume par la technique de la goutte posée	133
6	Résultats des résistances thermiques de contact	143
6.1	Analyse des profils de températures, du flux et de la résistance	143
6.1.1	Analyse des profils de températures	143
6.1.2	Analyse du profil du flux de chaleur à l'interface	144
6.1.3	Analyse du profil de la RTC	145
6.2	Répétabilité des mesures	146
6.3	Comparaison des méthodes	147
6.4	Étude des incertitudes de mesures	150
6.5	Effet de la température des constituants sur la qualité du collage	151
6.6	Influence des additifs sur la qualité du collage	153
6.7	Estimation des épaisseurs de lames d'air piégées dans les rugosités	157
6.7.1	Effet de la température des constituants sur l'épaisseur de la lame d'air	158
6.7.2	Effet des additifs sur l'épaisseur de la lame d'air	159
7	Performances thermomécaniques de matériaux bitumineux tièdes	161
7.1	Caractéristiques des matériaux et choix des formules d'enrobés à étudier . . .	162
7.1.1	Caractéristiques des matériaux	162
7.1.2	Choix des formules d'enrobés à étudier	162
7.2	Protocoles de fabrication	164

TABLE DES MATIÈRES

7.3	Étude de la sensibilité à l'eau	166
7.3.1	Effet de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau	167
7.3.2	Effet de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau à iso- compacité : lien avec la résistance thermique de contact	168
7.3.3	Effet des additifs et de leurs dosages sur la sensibilité à l'eau	170
7.4	Analyse des résultats de module complexe	173
7.4.1	Effet de la température de fabrication sur le module complexe	173
7.4.2	Effet des additifs sur le module complexe	174
7.4.3	Effet de l'additif AG2 sur le module complexe	176
7.4.4	Synthèse des résultats de module complexe	177
7.5	Analyse des résultats de la résistance à la fatigue	179
7.5.1	Effet de la température de fabrication sur résistance à la fatigue	180
7.5.2	Effet des additifs sur résistance à la fatigue	181
7.5.3	Effet de l'additif AG2 sur résistance à la fatigue	181
7.5.4	Synthèse des résultats de la résistance à la fatigue	182
8	Étude de la rhéologie des liants bitumineux extraits	185
8.1	Procédure d'extraction des bitumes	185
8.2	Propriétés conventionnelles des bitumes	186
8.2.1	Essai de consistance et de ramollissement	186
8.2.2	Analyse des résultats de pénétrabilité et température de ramollissement	188
8.3	Propriétés rhéologiques des bitumes extraits	190
8.3.1	Module complexe des bitumes extraits	191
8.3.2	Viscosité des bitumes extraits	195
	Conclusion générale et perspectives	199
	Bibliographie	211
	Annexe A : Composantes de l'énergie de surface d'un matériau	225
	Annexe B : Généralités sur les modèles rhéologiques	229
	Annexe C : Correction de la compacité sur le module et sur la fatigue	235
	Annexe D : Modules complexes et angles de phase des bitumes extraits	237

TABLE DES MATIÈRES

Annexe E : Récapitulatif des procédés	239
Annexe F : Spectres infrarouges du bitume et des additifs	241
Annexe G : Plan du dispositif de mesure de la RTC	243

Notations

Notations	Unités	Signification
φ	$W.m^{-2}$	densité de flux
γ		tension superficielle
α	K^{-1}	coefficient de dilatation
λ	$W.m^{-1}.K^{-1}$	conductivité thermique
a	$m^2.s^{-1}$	diffusivité thermique
T	$^{\circ}C$	température
T_c	$^{\circ}C$	température du contact parfait
J	$^{\circ}C$	fonctionnelle
J_i		fonction de Bessel
S		sensibilité
Δx	m	pas de discrétisation
h	$W.m^2.^{\circ}C$	coefficient d'échange convectif
C_p	$J.kg^{-1}.K^{-1}$	chaleur spécifique
ρ	$kg.m^{-3}$	masse volumique
v	$m^3.kg^{-1}$	volume spécifique
RTC	$K.m^2.W^{-1}$	résistance thermique de contact
R_s	$K.m^2.W^{-1}$	résistance de constriction et dilatation
R_f	$K.m^2.W^{-1}$	résistance interstitielle
t	s	temps
α_T		coefficient de translation
C_1, C_2		Facteurs de la loi WLF
ΔH	$J.^{-1}$	variation d'enthalpie
R	$J.mol^{-1}.K^{-1}$	constante des gaz parfaits ou RTC
Y_i	$^{\circ}C$	températures mesurées par le thermocouple i
E_i	$Ws^{s-\frac{1}{2}}.K^{-1}.m^{-2}$	effusivité thermique du matériau i
P	MPa	pression
k	$J.K^{-1}$	constante de Boltzmann

Notations

Notations	Unités	Signification
ϕ	dégré	angle de phase
E^*	MPa	Module complexe
E_1	MPa	Partie réelle ou module élastique
E_2	MPa	Partie imaginaire ou module de pertie
G^*	MPa	module de cisaillement
γ		facteur de forme des éprouvettes
μ		facteur de masse des éprouvettes
R_r	MPa	résistance à la compression
ω	rads^{-1}	la pulsation
σ		tenseur de contrainte
ϵ		tenseur de déformation
ν		coefficient de Poisson
k_r		module de richesse
TL	%	teneur en liant de l'enrobé
g_i	m	distance d'accommodation à la surface i
η	Pa.s	viscosité dynamique
χ		facteur dépendant du type de granulat
TL	%	teneur en liant
ξ	%	taux surfacique de contact
R_a	μm	Rugosité arithmétique
R_q	μm	Rugosité quadratique
R_t	μm	Amplitude totale de rugosité

Introduction générale

Depuis l'après guerre, les exigences sur la qualité des chaussées ne cessent de s'accroître répondant à des charges et à des vitesses de roulement de plus en plus importantes (charge-ment et trafic sur autoroute et piste d'envol,..). Il a fallu donc se pencher de façon sérieuse sur l'étude des structures de chaussées aussi bien au niveau de la formulation des matériaux qu'au niveau du dimensionnement. Plusieurs auteurs ont initié la recherche en développant des méthodes rationnelles de calculs de structures de chaussée avec des approximations mathématiques de plus en plus rigoureuses fortement inspirées par les travaux menés sur la rhéologie des polymères (Westergaard, 1926), (Hogg, 1938), (Burmister, 1943), (Fox, 1951), (Jeuffroy and Bachelez, 1957) (Pister and Monosmith, 1960), (Papazian, 1961), (Huet, 1963), (Sayegh, 1965). Ces quinze dernières années ont été marquées par la prise en compte des aspects environnementaux dans les procédés d'élaboration des enrobés jusqu'alors divisés en deux groupes : les enrobés à chaud, dans lesquels les constituants (bitume, granulats) sont chauffés à plus de 150°C et les enrobés à froid dans lesquels les températures n'excèdent guère les 50°C. C'est précisément la signature du protocole de Kyoto en Décembre 1997 qui a marqué le début d'une nouvelle ère dans la fabrication des enrobés à haute température. En effet, les objectifs de réduction des émissions des fumées et des odeurs ainsi que la volonté de réduction de la consommation énergétique, ont entraîné l'innovation de procédés regroupés sous le vocable "*enrobé tiède*" et "*semi tiède*" selon que leurs températures de fabrication sont supérieures ou inférieures à 100°C. Dans ces nouveaux types d'enrobés, les températures de fabrication sont significativement réduites de 30°C à 50°C par rapport aux enrobés bitumineux à chaud, permettant une réduction de la consommation énergétique et des rejets de gaz à effet de serre dans l'atmosphère. Ces enrobés tièdes doivent cependant répondre, à ce jour, aux mêmes spécifications performantielles que les enrobés à chaud.

Plusieurs études ont ainsi montré que pour compenser une partie des effets de la réduction des températures de fabrication (maniabilité, adhésion bitume-granat) permettant le gain énergétique dans les procédés tièdes, le dopage du bitume, par l'incorporation d'additifs tensio-actifs est nécessaire pour permettre une bonne adhésion bitume-granat aussi bien

pendant la phase de fabrication qu'en conditions de service.

Toutefois, même s'il a été montré que l'ajout de ces additifs permet d'obtenir des performances mécaniques satisfaisantes, leurs contributions à la mouillabilité pendant la fabrication de l'enrobé restent encore mal connues. De même, des études montrent que la réduction de la température de fabrication augmente la sensibilité à l'eau de l'enrobé obtenu. En plus des essais normalisés, plusieurs auteurs ont développé de nouveaux types d'essais visant à mieux étudier les phénomènes s'opérant à l'interface entre le bitume et le granulat (Bhasin et al., 2007), (Moraes et al., 2011), (Canestrari et al., 2010), (Vasconcelos et al., 2010).

Ce travail s'inscrit dans un cadre général d'étude des performances mécaniques des enrobés tièdes visant à répondre à la question suivante : *Les enrobés tièdes sont-ils aussi performants que les enrobés à chaud ?*

Afin de répondre à cette question, nous avons adopté une démarche qui porte d'une part sur l'évaluation des performances mécaniques en laboratoire des enrobés (approche globale) et d'autre part sur l'estimation de la Résistance Thermique de Contact (TCR) (approche locale) qui traduit la qualité du collage entre le bitume et le granulat au moment de la fabrication des enrobés et qui pourrait justifier les performances obtenues sur les matériaux compactés (figure 1).

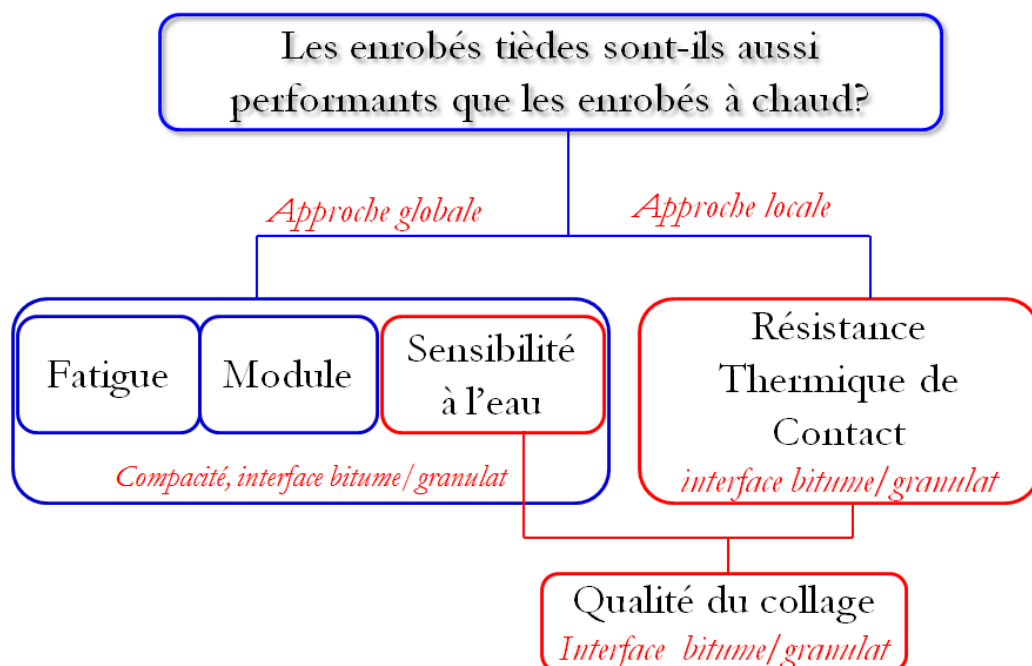


Figure 1 – Démarche adoptée

Dans l'approche locale, l'objectif est d'estimer la qualité du collage d'un bitume sur un granulat tous deux chauffés à des températures correspondant à celles de la fabrication des enrobés tièdes. Sur la base des travaux de Le Bot (1998), le développement d'un nouvel essai de caractérisation a été proposé.

Dans l'approche globale, les essais de module complexe, de résistance à la fatigue et de sensibilité à l'eau, qui dépendent de la compacité des matériaux et probablement de la qualité du collage ont été choisis pour tenter de répondre à cette question.

La thèse est composée de huit chapitres qui décrivent les outils et les matériaux utilisés et les principaux résultats obtenus :

Le chapitre 1 présente, en plus d'éléments généraux sur les enrobés bitumineux, différentes techniques de caractérisation mécanique des performances d'enrobés bitumineux et de l'interface bitume-granulat ainsi que ceux traitant de la résistance de cette interface à l'action de l'eau.

Le chapitre 2 fournit à la fois une description des phénomènes thermiques et des mécanismes de transferts thermiques qui s'opèrent lors de la mise contact de deux milieux de températures différentes. Les bases théoriques permettant l'estimation des résistances thermiques de contact (RTC) y sont présentées en s'appuyant sur des approches analytiques et numériques.

Au cours de la fabrication des enrobés bitumineux tièdes, le bitume chaud est mis en contact avec des granulats ayant des températures plus basses, ce qui provoque des transferts thermiques entre le bitume et le granulat. Du fait de l'imperfection du contact bitume-granulat due à l'air piégé dans les rugosités du granulat et aux *constrictions thermiques*, il s'établit une résistance thermique de contact entre le bitume et le granulat. La RTC est interprétée comme un indicateur de la qualité du collage du bitume sur le granulat dans notre étude.

Le chapitre 3 est essentiellement dédié à la formulation et à la résolution du problème de conduction résultant de la mise en contact d'un bitume et d'un granulat de températures différentes en vue d'estimer cette résistance thermique de contact. Plusieurs techniques de résolution de problèmes inverses de conduction thermique ont été testées et comparées.

La description du protocole expérimental d'estimation de la résistance thermique de contact ainsi que la préparation des échantillons font l'objet du chapitre 4.

L'étude de l'évolution des propriétés des matériaux en fonction de la température ainsi la description des matériels utilisés à cet effet, est réalisée dans le chapitre 5. Les paramètres de mouillabilité des granulats et des bitumes sont décrits et quelques résultats d'estimation

Introduction générale

d'énergies d'adhésion sont présentés.

Le chapitre 6 présente les résultats de mesures de RTC et leurs interprétations. L'effet de la variation de la température du bitume ou celle du granulat sur la RTC a été étudié.

Le chapitre 7 présente les résultats d'essais mécaniques des différents enrobés étudiés. Ces essais portent essentiellement sur la tenue à l'eau, pour caractériser les dégradations de l'interface bitume-granulat, les essais de module complexe et de résistance à la fatigue. Dans ce chapitre, le lien entre la RTC dans les conditions de fabrication d'enrobés tièdes et la sensibilité à l'eau mesurée en condition de service est mise en évidence.

Pour terminer, les bitumes ont été extraits des enrobés précédents et les propriétés de module complexe, de viscosité, de température de ramolissement et de pénétration ont été étudiées et présentées dans le chapitre 8.

Une conclusion générale reprend les aspects importants des différents chapitres en rappelant à nouveau le lien entre les résultats de la qualité du collage pendant la phase de fabrication obtenus par la démarche thermique et les propriétés des enrobés (sensibilité à l'eau) et quelques pistes de recherche sont présentées en perspective de ce travail.

Chapitre 1

Étude bibliographique sur les enrobés bitumineux

Les matériaux bitumineux sont des matériaux viscoélastiques thermo-susceptibles ayant des propriétés adhésives et cohésives, très utilisés dans la construction et l'entretien des structures de chaussées, de trottoirs et pour l'étanchéité des toitures. La construction routière représente environ 90 % de la consommation mondiale du bitume. Pour les matériaux de chaussées traités au liant bitumineux, le bitume représente en moyenne 5 % de sa composition massique, alors que le squelette granulaire représente environ 95 %. Grâce à ses propriétés viscoélastiques, de cohésion et d'adhésion, le bitume permet de lier durablement les granulats entre eux et de conférer ainsi à la chaussée une rigidité et une portance suffisante pour supporter les charges liées au trafic et aux contraintes liées au climat.

Dans ce chapitre introductif, nous allons rappeler dans un premier temps la composition des enrobés bitumeux et leur formulation. Ensuite nous présenterons quelques tests qui permettent d'évaluer la qualité du collage du bitume sur les granulats en présence ou en absence d'eau, ce qui est un aspect important de la durabilité des chaussées bitumineuses.

1.1 Composition des enrobés bitumineux

1.1.1 Les granulats

Les granulats utilisés dans le domaine de la construction routière, sont constitués de sables, de gravillons et/ou de pierres concassées. Leurs diamètres varient en moyenne entre 63 μm

et 20 mm. À cela, s'ajoutent les fillers qui sont des composants minéraux très fins dont le diamètre supérieur conventionnellement admis est inférieur à 63 μm . Les granulats des enrobés bitumineux sont d'origine magmatique (granite, basalte, diorite,...) ou métamorphique (gneiss, zéolite, ...) ou encore issus de roches sédimentaires (calcaire,...), généralement neufs ou issus du recyclage d'anciennes chaussées bitumineuses. Selon leurs provenances, les granulats peuvent avoir des aspects roulés ou concassés. Ces derniers, possédant une angularité plus élevée, sont d'ailleurs préférés pour rendre plus frottant le squelette granulaire et aussi améliorer l'adhérence avec les pneumatiques des véhicules. Quelles que soient leurs provenances, les granulats destinés aux mélanges bitumineux, subissent différentes transformations (criblage, concassage, tamisage, dépoussiérage et lavage), afin de constituer une classe granulométrique donnée. On caractérise une classe granulaire par le diamètre (en mm) du plus petit grain, d , et du plus gros, D , qui la constitue, comme présenté dans le tableau. 1.1. Représentant près de 95 % de la masse totale de l'enrobé bitumineux, le squelette granulaire est le constituant majoritaire de l'enrobé.

Désignation	Type de composants minéraux	Exemples de classes granulaires utilisées dans le domaine routier (en mm) d/D
Granulat	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 issus de roches	≤ 0.063 ; ≤ 0.080 ou ≤ 0.090

Tableau 1.1 – Types de composants minéraux selon leur classe granulaire

L'association de différentes classes granulaires permet d'obtenir un squelette granulaire qui est caractérisé par une courbe granulométrique. Il s'agit d'une courbe où sont représentés les pourcentages de *passants* ou de *refus* (à travers des mailles de tamis) en fonction de la taille des tamis utilisés. Un exemple de courbe granulométrique du squelette granulaire d'un enrobé est représenté par la figure 1.1. Selon leur nature minéralogique et leur propreté, les granulats présentent plus ou moins d'affinité avec les bitumes (Shell, 2003).

1.1.2 Le bitume

Les bitumes routiers sont essentiellement obtenus par distillation sous vide du pétrole. Ce sont des mélanges complexes d'hydrocarbures différant par leurs masses, leurs degrés d'aromaticité, le nombre et la nature de leurs groupements polaires. L'analyse élémentaire d'un bitume indique qu'il est constitué d'atomes de carbone (80 à 87 % massique) et d'hydrogène (8-12 %). En outre, des hétéroatomes tels que le soufre (1-9 %), l'azote (0-1.5 %)

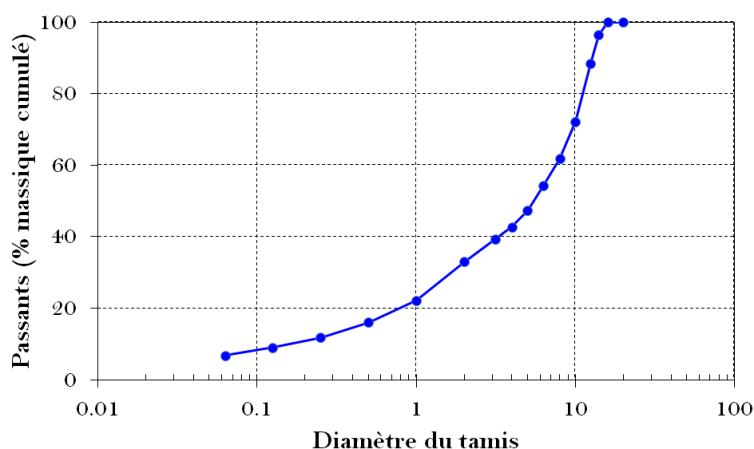


Figure 1.1 – Courbe granulométrique d'un enrobé bitumineux

et l'oxygène (0.5-1.5 %) et des traces de métaux tels que le vanadium (10-2000 ppm) ou le nickel (20-200 ppm) ont été identifiés. La composition élémentaire d'un bitume dépend essentiellement de l'origine de son brut et dans une moindre mesure, des techniques de raffinage. À cause de la complexité de sa chimie, il est tout à fait illusoire de donner une formule chimique d'un bitume, même si des structures moléculaires moyennes sont proposées. Cependant, il est courant de séparer les molécules en différentes familles chimiques par des techniques chromatographiques, selon leur solubilité dans des solvants polaires, aromatiques ou non polaires, comme dans la méthode des fractions de SARA (pour Saturés, Aromatiques, Résines et Asphaltènes) (figure 1.2).

- Les *Saturés* sont constituées essentiellement d'hydrocarbures **aliphatiques**¹ à chaînes droites ou ramifiées, de **naphéniques**² et quelques **aromatiques** porteurs de groupements alkyles. Elle contient aussi 10 à 15 % de fraction cristallisables. Essentiellement constitués de carbone et d'hydrogène, les saturés sont des huiles visqueuses non polaires de couleur jaune et leur masse moléculaire est d'environ 1000 g/mol ($H/C \approx 1.9$ à 2). Ils représentent entre 5 à 20 % du bitume (Mouillet, 1998).

- Les *Aromatiques* contiennent une quantité importante de carbone et d'hydrogène sous forme de noyaux aromatiques condensés associés à des cycles naphéniques et à des chaînes aliphatiques. Ce sont les composés aromatiques de plus faible poids moléculaire dans le bitume (entre 700 et 1500 g/mol, $H/C \approx 1.5$). Ce sont des liquides visqueux de couleur marron qui

1. CH_4 , C_3H_8 , C_2H_6 ou plus généralement CH_3 -aryl ou CH_3 -X

2. Le bitume naphénique par opposition au bitume paraffinique, contient une grande quantité de liquide transparent issu de la distillation du pétrole appelé naphtha. Le naphtha contient une grande quantité d'hydrocarbure cyclique saturés dont le plus simple de ceux-ci est le cyclohexane

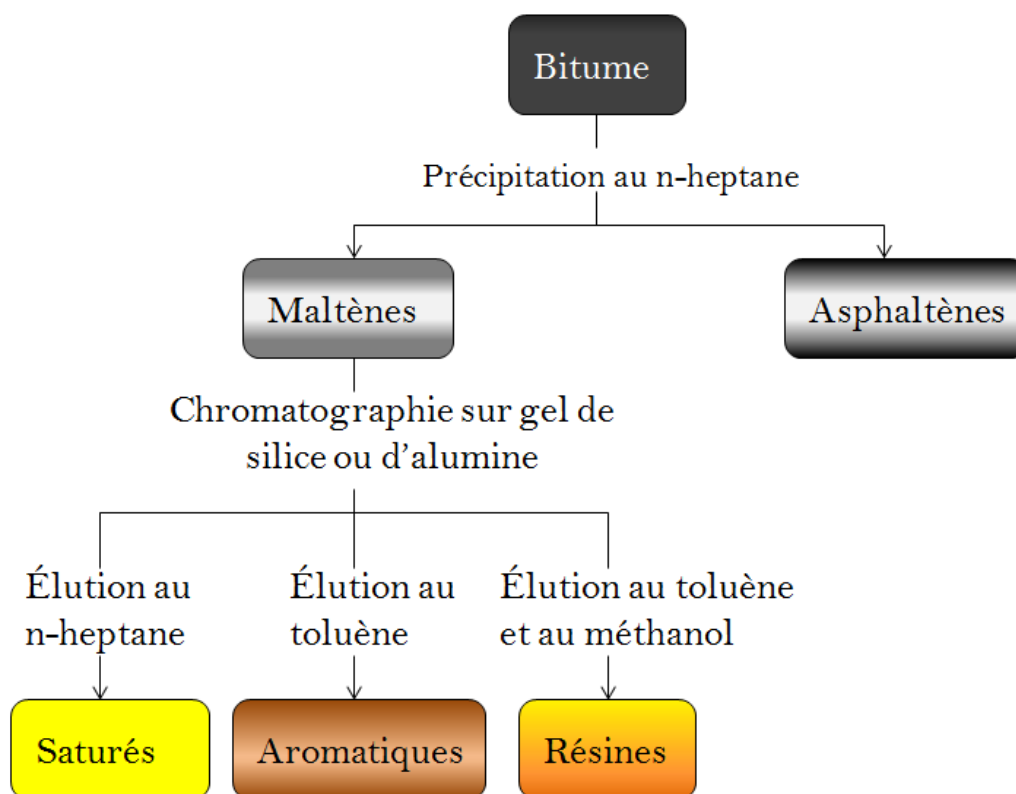


Figure 1.2 – Représentation schématisée de la séparation chimique du bitume

constituent 40 à 65 % du bitume total.

- Les *Résines* sont solubles dans le n-heptane. Ce sont des composés très polaires cette particularité étant liée à la présence de groupements fonctionnels tels que $-\text{OH}$, NH , $-\text{C}=\text{O}$, $-\text{COOH}$. Leur structure moléculaire est plus complexe que les saturés et les aromatiques. Ils sont instables à la lumière et à l'air. Sous ces conditions, ils évoluent vers les asphaltènes. Les résines possèdent un poids moléculaire se situant entre 3400 et 4000 g/mol ($\text{H/C} \approx 1.3$ à 1.4). Elles constituent entre 13 et 25 % du bitume total.

- Les *Asphaltènes*, insoluble dans le n-heptane, sont des matériaux complexes très polaires et aromatiques et qui possèdent un poids moléculaire élevé (entre 4600 et 6200 g/mol). Ces matériaux contiennent du carbone, de l'hydrogène mais aussi de l'azote, du soufre et de l'oxygène. Les asphaltènes contribuent largement aux propriétés rhéologiques du bitume : leur augmentation conduit à un bitume plus dur et plus visqueux. Elles représentent environ 5 à 25 % de la masse du bitume.

Saturés, Aromatiques et Résines forment le groupe des maltènes. Il s'avère qu'il n'existe pas de discontinuité entre ces 3 familles et les asphaltènes : leur composition évolue des saturés aux asphaltènes, créant ainsi de plus en plus de composés aromatiques et polaires.

Les bitumes sont communément présentés comme des systèmes colloïdaux dans lequel les maltènes représenteraient la phase continue et les asphaltènes, la phase dispersée (Lesueur, 2009). La figure 1.3 schématise les deux grands types de structures colloïdales observées dans les bitumes. Dans le cas où les résines et les aromatiques sont en quantité suffisante et les asphaltènes totalement dispersés : on parle de système Sol. À l'inverse, si la teneur en résine aromatique est faible, les asphaltènes flocculent aboutissant alors à un système qualifié de Gel.

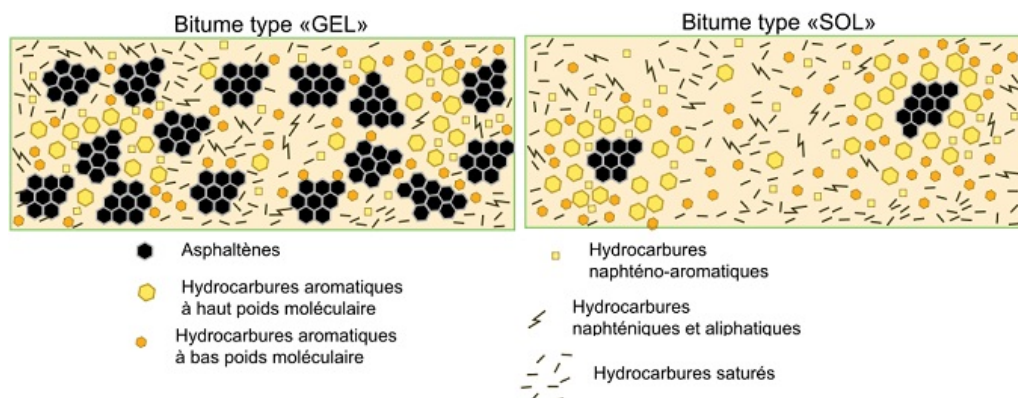


Figure 1.3 – Représentation schématique de la structure des bitumes (Shell, 1995)

1.2 Différents types d'enrobés bitumineux

On distingue plusieurs types d'enrobés bitumineux que l'on peut classer en fonction de leur température de fabrication : les enrobés à chaud, les enrobés tièdes ou semi-tièdes et les enrobés à froid (figure 1.4). Les enrobés tièdes et semi-tièdes, sont élaborés à des températures 30 °C à 50 °C de moins que les enrobés à chaud. Ces nouveaux procédés sont nés de la volonté de réduire la consommation d'énergie et de limiter les rejets de gaz à effet de serre lors de l'élaboration des enrobés bitumineux.

Pour la fabrication des enrobés bitumineux, la nature du bitume (mou ou dur) impose la température à laquelle il doit être chauffé. Plus il est dur (bitume type Gel), plus sa température de chauffage doit être élevée afin d'abaisser sa viscosité. Une viscosité inférieure à 0.2 Pa.s est communément admise afin d'assurer un bon enrobage des granulats. Un exemple de courbe traduisant l'évolution de la viscosité en fonction de la température est représenté sur la figure 1.5.

La maîtrise de cette viscosité d'enrobage, lors de la fabrication des enrobés, est nécessaire pour assurer le bon enrobage des granulats, en particulier dans le cas des enrobés tièdes

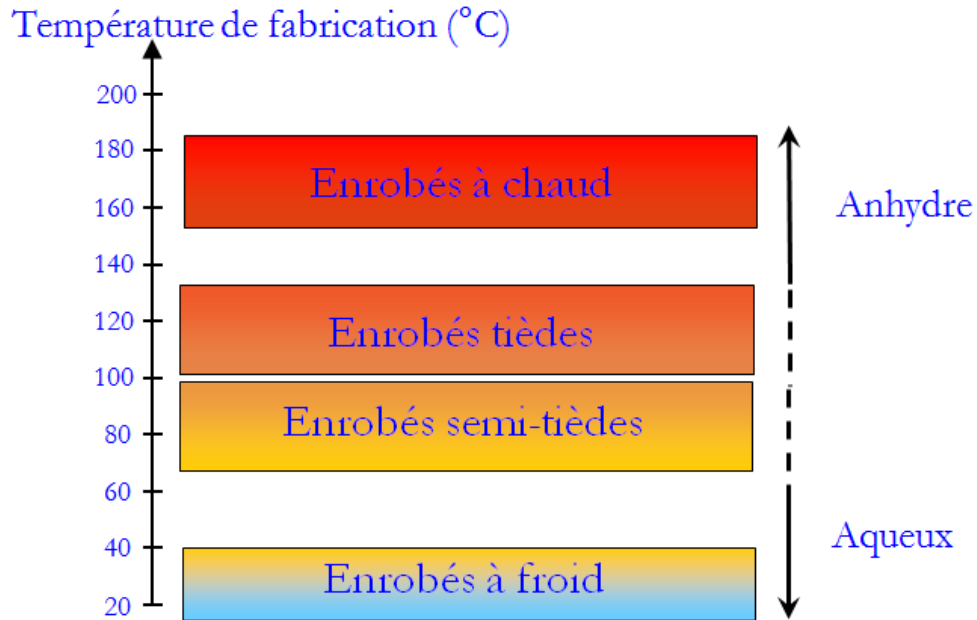


Figure 1.4 – Procédés d'enrobage en fonction de la température de fabrication

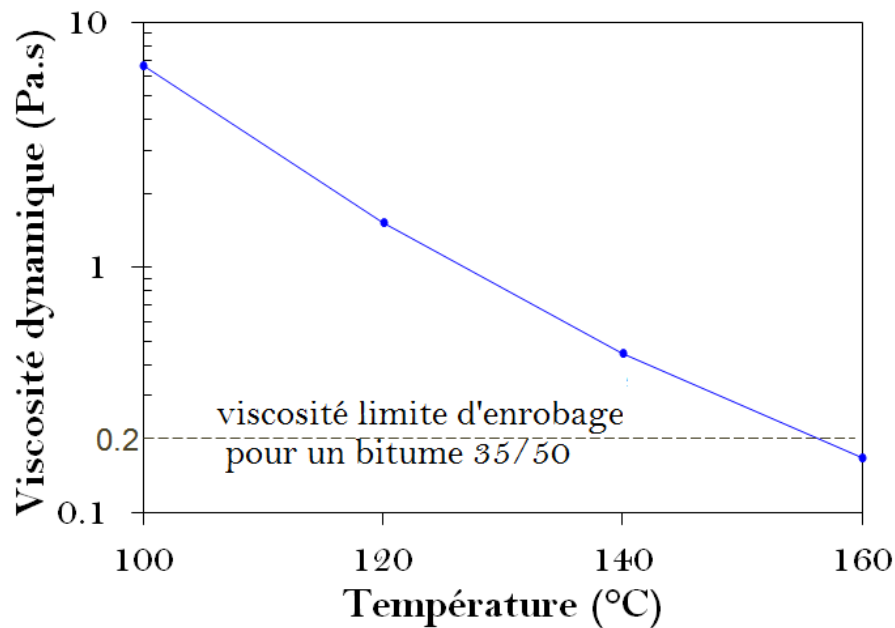


Figure 1.5 – Exemple de viscosité d'un bitume 35/50 en fonction de la température

dans lesquels la fraction granulaire est moins chauffée. Des études menées par Massé et al. (2004), Le Bot (1998), Loulou (1995), Cavalcanti (2006), Massé (2000) ont montré que la mise en contact d'un liquide chaud (polymère ou indium fondus) avec un substrat froid entraîne une chute de la température de surface du polymère et un piégeage d'air dans les

rugosités du substrat. C'est ce type de phénomène qui peut se produire lors de la fabrication d'enrobé bitumineux lorsque le bitume chaud est mis en contact avec des granulats tièdes. Le refroidissement du bitume entraîne une augmentation de sa viscosité (cf. figure 1.5). Ce qui peut limiter sa pénétration dans les microcavités de la surface du granulat comme représenté sur la figure 1.6.

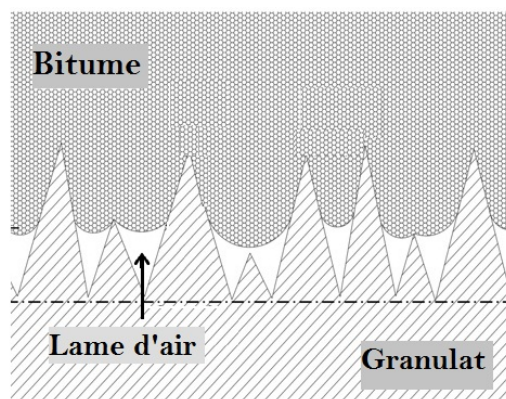


Figure 1.6 – Pénétration du bitume dans les rugosités du granulat

On a alors parfois recours à des additifs chimiques dont la quantité (≈ 0.5 % par rapport à la masse du bitume) est prise en compte dans la formulation de l'enrobé. Les additifs (fluxant ou fluidifiant) incorporés dans les bitumes permettent soit d'abaisser sa viscosité soit de modifier les propriétés tensio-actives du bitume pour avoir une bonne adhésion aux granulats.

Un bitume fluxé est un bitume dur dont la viscosité a été réduite par l'ajout d'huiles non volatiles. Ainsi ce bitume devient moins dur avec une plus faible viscosité. Ce bitume ne retrouve plus sa viscosité initiale contrairement à un bitume fluidifié.

Un bitume fluidifié, est un bitume dont la viscosité a été réduite par ajout d'un diluant volatil (pétrole, kérosène ou autres), ainsi lorsque les composés volatils s'évaporent, avec le temps, le bitume retrouve éventuellement sa viscosité initiale.

Les additifs utilisés dans la fabrication d'enrobés tièdes et décrits dans la littérature sont de façon non exhaustive : Le Cecabase étudié par Banerjee and Prozzi (2012), Grampe et al. (2008), Gonzalez-Leon et al. (2009), le Sasobit étudié par Banerjee and Prozzi (2012), Hurley and Prowell (2005a), Silva et al. (2009), (Lu and Redelius, 2007), l'Evotherm étudié par Mazé et al. (2009), Banerjee and Prozzi (2012), Hurley and Prowell (2006), le Rediset étudié par Banerjee and Prozzi (2012), l'Aspha-Min étudié par Visscher et al. (2010), Hurley and Prowell (2005b), l'Oleoflux étudié par Durand et al. (2010), (Beduneau et al., 2009), (Romier. et al.,

2006), l'isosorbide diméthyle ester (DMI) et ses dérivées étudiés par Durand et al. (2010), le Siviaflux étudié par Durand et al. (2010), le Leadcap étudié par (Yang et al., 2011) et le Green-seal...

Trois additifs ont été utilisés dans cette étude :

1. L'additif EM est un fluxant d'origine végétale (huile de colza, tournesol, betterave, ...) utilisé dans les liants bitumineux. Il est produit à partir d'esters méthyliques d'huile végétale (EMHV) pour remplacer les fluxants d'origine pétrolière ou carbochimique. Il permet de réduire la viscosité des bitumes (Durand et al., 2010). Le dosage habituel ne dépasse pas 0.5 %.
2. L'additif AG1 est composé de résine d'origine végétale fluidifiée aux esters monoalkyliques provenant d'huiles et graisses végétales et animales résiduelles. D'après la fiche de renseignement fournie par le distributeur, les composants de l'additif sont biodégradables. Il est indiqué qu'il posséderait des propriétés tensio-actives mais cela n'a pas été mise en évidence. Par contre, il a été prouvé que cet additif dosé à 1 % à 1.5 % par masse de bitume, permet d'améliorer la compactabilité des enrobés tièdes.
3. L'additif AG2 est conçu à base de dérivées d'amines grasses. Il est difficilement biodégradable et très toxique. L'additif AG2 est une formulation à base de tension actifs liquides qui permettent de modifier la structure de l'interface entre le bitume et le granulat (dope d'adhésivité). Selon Silva et al. (2009) et Grampe et al. (2008), il ne modifie pas la viscosité du bitume. Il est utilisé à hauteur de 0.2 % à 0.6 % par masse de bitume. Il réduirait la sensibilité à l'humidité en limitant la vitesse de désenrobage des granulat par l'eau. De plus, il permettrait d'améliorer la maniabilité et la compactabilité (à 120 °C) de l'enrobé à la mise en oeuvre (Gonzalez-Leon et al., 2009).

1.3 Formulation des enrobés bitumineux

La formulation des enrobés bitumineux consiste en un ajustement de la composition, ajustements qualitatifs et quantitatifs des granulats et du bitume, qui permet d'optimiser les performances. L'ajustement de la composition de l'enrobé pour en définir une formule est résumée dans le langage courant par le terme de *formulation* d'enrobé bitumineux. Le but de cette formulation est de définir une teneur en liant optimale afin d'assurer la cohésion du mélange et le bon enrobage de tous les grains du mélange par un film mince de bitume, et ce, tout en minimisant des problèmes de fluage et d'orniérage trop prononcés à haute

température. Pour déterminer cette teneur en liant optimale, on introduit la notion de surface spécifique des granulats, notée $\sum$ et exprimée en m^2/kg , c'est-à-dire la surface développée qu'auraient les granulats assimilés à des sphères. Pour un mélange granulométrique donné, la formule suivante permet d'avoir une approximation de la surface spécifique $\sum$:

$$100 \sum = 0.17G + 0.33g + 2.3S + 12s + 135f \quad (1.1)$$

Avec :

G : pourcentage de gros gravillons ($\phi > 11$) S : pourcentage de gros sable ($\phi \in]0.3; 6]$)
 g : pourcentage de petits gravillons ($\phi \in]6; 11]$) s : pourcentage de sable fin ($\phi \in]0.08; 0.3]$)
 f : pourcentage de filler ($\phi < 0.08$)

Cette relation montre que le pourcentage de filler est prépondérant en ce qui concerne la surface spécifique et donc la teneur en liant. D'autres relations analogues sont présentées dans la littérature en fonction du découpage des différentes fractions granulaires (Delorme et al., 2007). La teneur en liant optimale, fonction de la surface spécifique des granulats, est donnée par la formule expérimentale suivante :

$$TL = \chi k_r \sqrt[5]{\sum} \quad (1.2)$$

Avec TL la teneur en liant (%)
 χ un facteur dépendant du type de granulats (2.65/ masse volumique des granulats)
 $\sum$ la surface spécifique des granulats (m^2/kg)
 k_r module de richesse (k_r variant de 2.75 pour les enrobés donnant le maximum de résistance à la déformation, à 3.5 pour les enrobés les plus souples).

Plus globalement, la teneur en liant optimale à retenir peut être définie à partir d'une étude en laboratoire tenant compte du trafic, de l'épaisseur de la couche d'enrobé, des compacités *in situ* exigées et de l'usage envisagé de la chaussée.

1.4 Caractérisation du comportement viscoélastique des enrobés bitumineux

L'enrobé bitumineux est un matériau viscoélastique c'est à dire que son comportement mécanique varie avec les conditions de sollicitations : vitesse, temps de chargement, température.

Afin de caractériser l'évolution du comportement des enrobés bitumineux depuis l'état "li-

quide" jusqu'à celui d'un solide viscoélastique, l'essai de mesure de leurs modules complexes a été développé (Huet, 1963). Il permet de déterminer les caractéristiques intrinsèques des matériaux (module et angle de phase) pour un grand nombre des couples température/fréquence.

Après avoir décrit cet essai et à partir de résultats types, nous verrons que les enrobés bitumineux vérifient le principe d'équivalence temps/température et qu'il est alors possible de connaître les propriétés des enrobés pour n'importe quelle température par construction de sa courbe maîtresse.

1.4.1 Caractérisation dans le domaine fréquentiel

La caractérisation du comportement du bitume dans le domaine fréquentiel se fait grâce à l'essai dit de *module complexe*.

Il s'agit d'appliquer à une éprouvette de bitume, pour une température θ donnée, une sollicitation sinusoïdale de fréquence $f = \frac{\omega}{2\pi}$ dans le domaine des petites déformations. Dans le cas d'un comportement viscoélastique linéaire, Mandel (1955) a montré que la réponse à une telle sollicitation est également une sinusoïde mais déphasée d'un angle δ .

En pratique, une déformation $\varepsilon^*(t, \omega, \theta) = \varepsilon_0 \sin(\omega t)$ est appliquée à une éprouvette de bitume et la réponse en contrainte $\sigma^*(t, \omega, \theta) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta)$ est enregistrée, cf. figure 1.7.

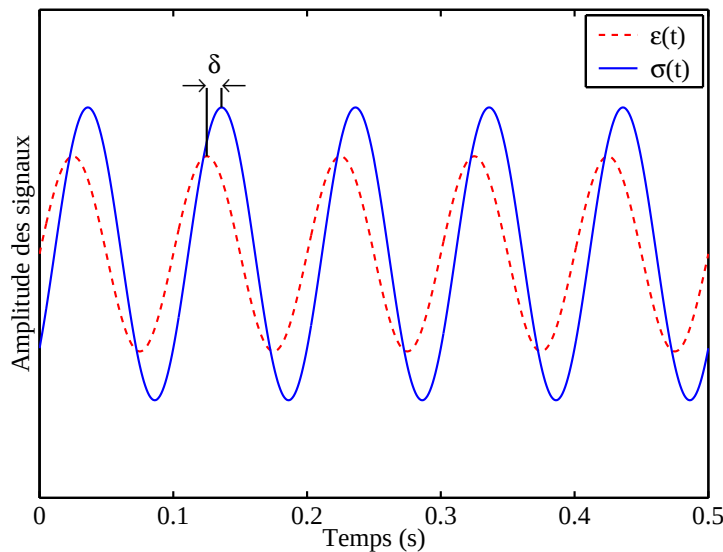


Figure 1.7 – Principe d'évaluation du comportement fréquentiel des matériaux viscoélastiques

Le module complexe $E^*(\omega, \theta)$ est défini par le rapport entre la contrainte $\sigma^*(t, \omega, \theta)$ et la

déformation $\varepsilon^*(t, \omega, \theta)$ (éq. 1.3).

$$E^*(\omega, \theta) = \frac{\sigma^*(t, \omega, \theta)}{\varepsilon^*(t, \omega, \theta)} \quad (1.3)$$

Ce module complexe peut aussi s'écrire sous les formes données dans les équation 1.4 et 1.5.

$$E^*(\omega, \theta) = |E^*(\omega, \theta)|e^{i\delta(\omega, \theta)} \quad (1.4)$$

$$E^*(\omega, \theta) = E'(\omega, \theta) + iE''(\omega, \theta) \quad (1.5)$$

où :

- $|E^*(\omega)|$ et $\delta(\omega)$ représentent la norme et l'angle de phase du module complexe du matériau dans les conditions de l'essai (Cornet and Hlawka, 2003), (De La Roche, 1996) ;
- $E'(\omega, \theta)$ représente le module d'élasticité dynamique qui traduit la réponse instantanée du matériau. C'est la partie réelle du module complexe. Elle permet de quantifier l'énergie élastique emmagasinée ; E' est le module réversible associé à la partie élastique du matériau.
- $E''(\omega, \theta)$ représente le module de perte qui traduit la viscosité (module irréversible). Il quantifie l'énergie dissipée par frottement interne sous l'effet d'une sollicitation. Cette énergie dissipée se transforme en chaleur et va accroître la température au sein du matériau sous un chargement cyclique.

Ces différentes écritures sont reliées par les équations 1.6 et 1.7.

$$|E^*(\omega, \theta)| = \sqrt{E'(\omega, \theta)^2 + E''(\omega, \theta)^2} \quad (1.6)$$

$$\delta(\omega, \theta) = \text{Arctan} \left(\frac{E''(\omega, \theta)}{E'(\omega, \theta)} \right) \quad (1.7)$$

1.4.2 Essais de caractérisation

1.4.2.1 Préparation des éprouvettes

Les enrobés ont été fabriqués dans le malaxeur figure 1.8(a) et compactés sous forme de plaques dans le compacteur de plaques représenté sur la figure 1.8(b). Les dimensions des plaques sont : $600 \times 400 \times 120 \text{ mm}^3$. Le compactage a été réalisé suivant la norme NF EN 12697-

33+A1 portant sur la *méthode d'essai pour mélange hydrocarbonné à chaud, partie 33 : Confection d'éprouvettes au compacteur de plaque*. Les plaques d'enrobés obtenues ont été ensuite sciées pour produire des éprouvettes trapézoïdales. Ces éprouvettes trapézoïdales ont une grande base de 50 mm, une petite base de 25 mm, une hauteur de 250 mm et une épaisseur de 25 mm. D'après Di Benedetto and Corté (2005a), ces dimensions d'échantillon permettent de considérer les éprouvettes d'enrobés comme des milieux continus et homogènes.



(a) Malaxeur



(b) Compacteur de plaques

Figure 1.8 – Matériels de laboratoire pour la fabrication et pour le compactage d'enrobés

1.4.2.2 Réalisation d'un essai de module complexe

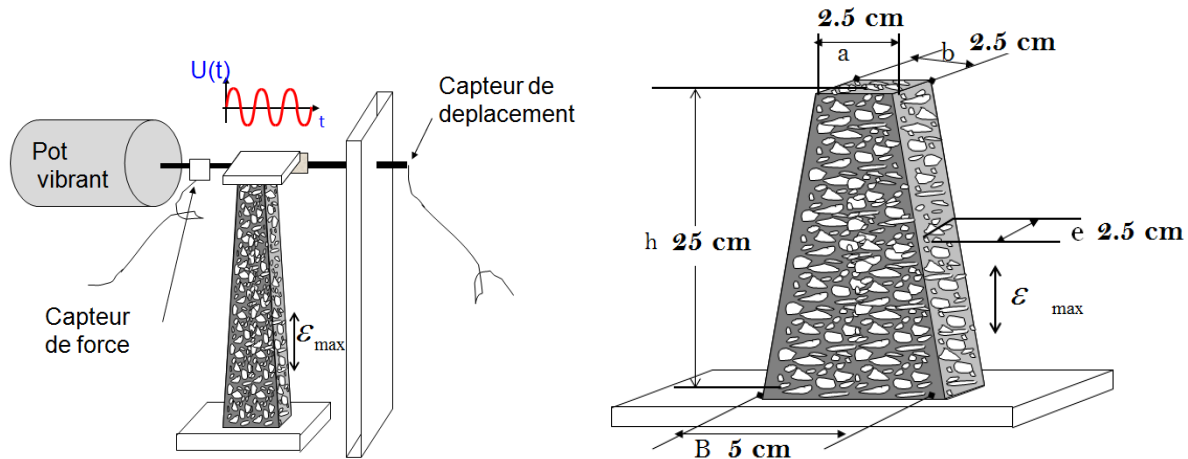
Les essais de module complexe peuvent se classer en deux catégories : les essais homogènes qui permettent d'accéder directement aux contraintes et aux déformations et les essais non homogènes nécessitant la prise en compte de la géométrie des éprouvettes pour le calcul du module. Dans un essai de module complexe, les grandeurs mesurées sont : la force appliquée F , le déplacement engendré et le déphasage D . Dans les essais non homogènes, il est nécessaire de définir :

- un facteur de forme γ , dépendant des dimensions de l'éprouvette ;

Étude bibliographique sur les enrobés bitumineux

- un facteur de masse μ , prenant en compte (si nécessaire) les effets d'inertie liés à la masse M de l'éprouvette en mouvement et à la masse m de l'équipage mobile (casque de fixation, liaison éprouvette-organe moteur ...).

L'essai de flexion 2-points a été utilisé pour l'étude du module complexe. Cet essai normalisé (EN 12697-26) consiste à imposer un déplacement de façon à ce que la déformation maximale $\epsilon_{\max}$ dans l'éprouvette soit inférieure ou égale à 50×10^{-6} . Il est en général admis qu'à de faibles niveaux de déformation et pour des temps de sollicitation très courts (30 s à 2 mn maximum selon la norme EN12697-26), le mélange hydrocarboné présente un comportement viscoélastique linéaire. Les mesures des paramètres (F , D , ...) nécessaires au calcul du module sont réalisées pendant les 10 dernières secondes de l'essai. Plusieurs températures et fréquences sont balayées au cours de l'essai correspondant aux conditions de service des chaussées bitumineuses. Pour cette étude, l'essai débute par la température la plus basse et pour chaque température d'essai l'éprouvette doit être maintenue en température pendant au moins 4 heures dans l'enceinte. Pour cette étude, la plage de température est -10°C à 40°C et celle de la fréquence de 1 à 40 Hz. La figure 1.9(a) présente le schéma de principe de l'essai de module complexe en flexion deux points.



(a) Principe de l'essai de flexion sur éprouvette tra- (b) Éprouvette trapézoïdale pour essai de module
pézoïdale

Figure 1.9 – Essai de flexion 2-points sur éprouvette trapézoïdale

Les valeurs de contrainte et de déformation maximales $\sigma_{\max}$ et $\epsilon_{\max}$ atteintes par l'éprouvette sont calculées à partir des caractéristiques géométriques des éprouvettes (figure 1.9(b))

à l'aide des formules issues d'un calcul de résistance des matériaux.

$$\epsilon_{\max} = \frac{(b-a)^2}{8h^2 a \left(\ln \frac{b}{a} - \frac{(b-a)(3b-a)}{2b^2} \right)} \cdot d \quad (1.8a)$$

$$\sigma_{\max} = \frac{3h}{2ea(b-a)} \cdot F \quad (1.8b)$$

Le développement de ces expressions permet de calculer le module E^* permettant ensuite le calcul de E' et de E'' .

$$E' = \gamma \left(\frac{F}{D} \cos \phi + \mu \omega^2 \right) \quad (1.9a)$$

$$E'' = \gamma \left(\frac{F}{D} \sin \phi \right) \quad (1.9b)$$

où F est la force mesurée, ω , la pulsation, D le déplacement en tête de l'éprouvette, M la masse de l'éprouvette, m la masse de l'équipage mobile.

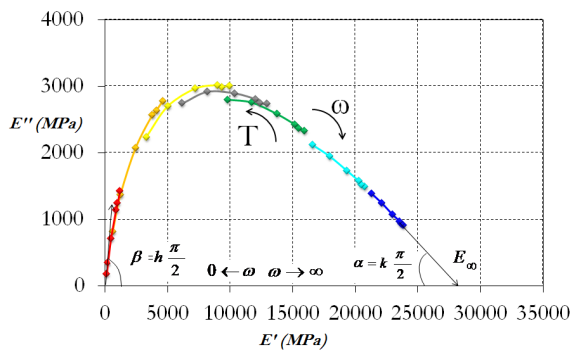
1.4.3 Représentations des résultats de module complexe

Les représentations des résultats du module complexe les plus utilisées, sont celles dans le plan complexe $E'' = f(E')$ appelée encore **représentation Cole-Cole** (figure 1.10(a)), dans l'espace de Black $\delta = f(|E^*|)$ appelée courbe de Black (figure 1.10(b)) et la représentation en courbe maîtresse $|E^*| = f(a_T \times f)$ (figure 1.11) à une température de référence donnée.

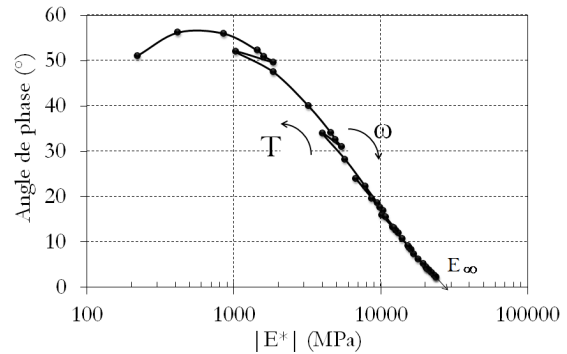
1.4.3.1 Analyse des résultats dans le plan complexe et dans l'espace de Black

Sur la figure 1.10(a), qui représente l'évolution du module visqueux en fonction du module élastique, il apparaît que les points expérimentaux se placent très sensiblement sur une même courbe globale, indépendante de la température et de la fréquence. Sur cette courbe, seule dépend de ces facteurs l'abscisse curviligne du point expérimental. La conséquence importante mise en évidence par Huet (1965) de cette représentation, est que la fréquence et la température jouent des rôles interchangeables par rapport au module complexe. Cette courbe tend vers l'origine pour les températures croissantes et les fréquences décroissantes, et vers un point asymptotique E_∞ , situé sur l'axe réel, quand la fréquence tend vers l'infini et quand la température décroît. Les matériaux se comportent de plus en plus comme des matériaux purement élastiques quand la fréquence devient très grande ou quand la température devient très basse. L'allure de la courbe de la figure 1.10(a) est grossièrement celle d'un arc de cercle, passant par E_0 (valeur proche de 0) et par E_∞ et présentant une dissymétrie sensible. À l'origine, l'angle que fait la courbe expérimentale avec l'axe E_1 est beaucoup plus grand que

celui qu'elle fait avec cet axe à l'autre extrémité. Le fait que la courbe semble passer par l'origine indique un comportement de liquide. Ce comportement a été constaté sur des essais de fluage. Cette courbe peut être utilisée pour câler des modèles rhéologiques. La représentation dans le plan complexe, si elle est précise, présente cependant un inconvénient. En effet, les coordonnées étant arithmétiques, la précision devient moins bonne pour les faibles valeurs du module. Pour améliorer le calage aux faibles valeurs de module, on utilise plus souvent la représentation dans l'espace de Black (figure 1.10(b)). Dans cette nouvelle représentation, les points expérimentaux se répartissent autour d'une même courbe globale. L'extrapolation de la courbe jusqu'à E_0 est beaucoup plus aisée que dans le plan complexe. Cette courbe permet de visualiser la zone de faible module et également la diminution de l'angle de phase pour les hautes températures. L'argument du module complexe connu aussi sous le terme d'angle de phase croît dans les mêmes conditions, depuis 0 jusqu'à une valeur finie inférieure à $\pi/2$ (figure 1.10(b)). À température constante, c'est l'inverse qui se produit quand la fréquence augmente. Dans ce cas le matériau est considéré comme rhéologiquement simple.



(a) Représentation Cole-Cole



(b) Représentation de Black

Figure 1.10 – Représentation de Cole-Cole et de Black du comportement de matériaux bitumineux

Lorsque le matériau obéit au principe d'équivalence temps-température, les points expérimentaux permettent de définir une courbe unique, caractéristique du matériaux étudié.

1.4.3.2 Analyse de la courbe maitresse

Lorsqu'on analyse les courbes isothermes représentés sur la figure 1.11, on constate qu'une même valeur de $|E^*|$ peut être obtenue pour différents couples (fréquence, température). Cette propriété est appelée propriété d'équivalence temps-température (Ferry, 1961). Elle est traduite par l'écriture $E^*(\omega, T)$ sous la forme $E^*(\omega f(T))$. Lorsque le principe d'équivalence temps-température est respecté pour un matériaux donné, il est possible de construire une courbe

unique ($\log E^*$, $\log f$), où F est la fréquence pour une température de référence T_R choisie arbitrairement. Cette courbe est obtenue par translation parallèlement à l'axe des fréquences de chaque isotherme par rapport à l'isotherme correspondant à la température de référence jusqu'à superposition des points de mêmes ordonnées. La courbe ainsi obtenue est appelée courbe maîtresse à la température de référence T_R . Elle permet d'obtenir des valeurs de modules à des fréquences inaccessibles par l'expérimentation (figure 1.11). Il est généralement considéré une température de référence de 15°C pour les enrobés pour la construction de cette courbe maitresse.

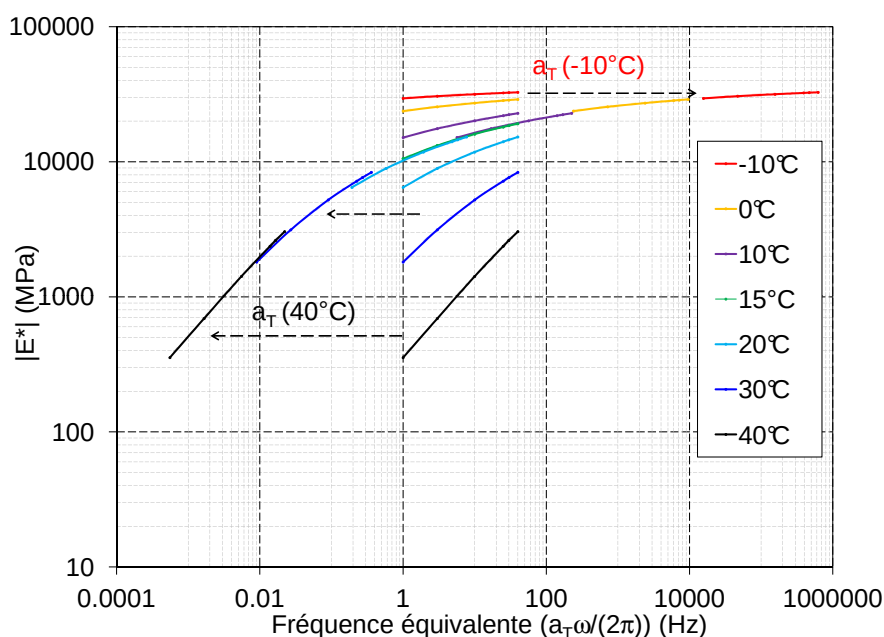


Figure 1.11 – Principe de construction d'une courbe maîtresse à 15 °C

1.4.3.3 Détermination du facteur de translation

La relation d'équivalence (fréquence-température) fut constatée expérimentalement bien avant qu'une justification théorique pût être donnée de ce phénomène. On s'est aperçu en effet qu'expérimentalement les effets de la température et de la fréquence sont inverses l'un de l'autre et qu'il est possible d'obtenir dans la plupart des cas les mêmes valeurs des résultats en choisissant convenablement les valeurs de la fréquence et de la température. Cela se traduit sur les résultats expérimentaux obtenus à différentes températures comprises entre le point de transition vitreux et le point de transition caoutchoutique par le fait qu'il est possible de ramener ces différentes courbes l'une à l'autre moyennant une translation. Il est alors possible de déterminer empiriquement les valeurs de ces translations en fonction de la température et

de connaître ainsi la relation d'équivalence ou encore le facteur de translation relatif à une température de référence donnée a_T . Le facteur de translation permet donc de passer d'un essai effectué à une température T_1 et fréquence f_1 à un essai effectué à la température T_0 et d'une fréquence $f_1 \neq f$ et égale à $a_T f$. Différentes formes pour l'expression de a_T ont été proposées. La plus utilisée à l'heure actuelle est la relation de WLF (Ferry, 1961).

Cette relation a été proposée à partir des résultats expérimentaux obtenus sur différents polymères, avant qu'une justification théorique fondée sur la théorie des chaînes moléculaires lui soit attribuée par (Rouse, 1965).

Le coefficient de translation de l'isotherme T par rapport à l'isotherme T_R de référence choisi est $\log a_T$ tel que $E^*(\omega, T) = E^*(\omega a_T, T_R)$ avec $a_{T_R} = 1$.

Plusieurs formules sont proposées pour déterminer $\log a_T$. Les plus utilisées sont :

– l'équation de type Arrhénius :

$$\log a_T = \frac{\Delta H}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_R} \right) \quad (1.10)$$

ΔH est l'énergie apparente d'activation dépendant du matériau ; R est la constante de gaz parfaits ; T et T_R sont les températures exprimées en Kelvin

– la relation WLF (William-Landel-Ferry) : À partir d'analyse de résultats rhéologiques sur différents matériaux, (Ferry, 1961) ont proposé une loi de variation des facteurs de translation $\log(a_T)$ entre les isothermes expérimentales T et une température de référence T_{ref} quelconque.

$$\log a_T = \frac{-C_1(T - T_R)}{C_2 + (T - T_R)} \quad (1.11)$$

Les paramètres C_1 et C_2 sont des constantes dépendant du matériaux étudié et possèdent les propriétés suivantes :

$$C_1 \times C_2 = C_1' \times C_2'; (T_{ref} - C_2) = (T_{ref}' - C_2') \quad (1.12)$$

T et T_R sont les températures exprimées en Kelvin ; C_1 et C_2 sont obtenus à T_{ref} tandis que C_1' et C_2' sont obtenus à T_{ref}' . (Chailleux et al., 2006). Un exemple de l'évolution du coefficient de translation obtenu à partir de la relation WLF en fonction de la température est représenté sur la figure 1.12.

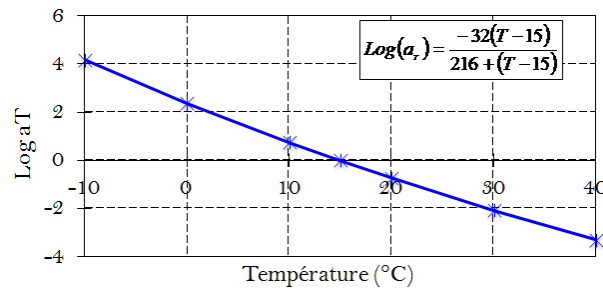


Figure 1.12 – Coefficient de translation fonction de la température $T_{ref}=15^{\circ}\text{C}$ avec $C1 = 32$ et $C2 = 216$ de la loi WLF

Le coefficient de translation peut être aussi décrit par un polynôme du second degré

$$\log a_T = aT^2 + bT + c \quad (1.13)$$

a, b, c sont les coefficients de regression.

1.4.4 Modèles de caractérisation du comportement viscoélastique des enrobés bitumineux

La réalisation des essais de détermination du module complexe des enrobés bitumineux est longue et coûteuse. De nombreux chercheurs se sont ainsi intéressés à la possibilité de prédire la valeur de ce module à partir de la composition de l'enrobé bitumineux, cela dans l'optique d'obtenir un ordre de grandeur utilisable dans le dimensionnement des chaussées routières (Huet, 1965), (Sayegh, 1965), (Francken, 1977), (Olard and Di Benedetto, 2003), (Di Benedetto et al., 2004), (Bari and Witczak, 2006). Le comportement de nombreux matériaux viscoélastiques peut être décrit à l'aide de modèles rhéologiques simples fondés sur l'association d'éléments analogiques tels que des ressorts, des amortisseurs linéaires ou paraboliques. Un rappel du comportement de ces éléments ainsi leur association dans des cas simples est fourni en annexe 8.3.2.2.

1.4.4.1 Modèle de Huet

Le modèle de Huet (1965) que nous allons rappeler dans cette partie est inspiré par les travaux de K.S. Cole et R.M Cole qui ont étudié les variations en fonction de la fréquence d'un grand nombre de corps. Ils avaient constaté que les images de la constante diélectrique complexe se plaçaient sur un arc de centré non pas sur l'axe réel, mais en dessous de celui-ci.

Pour tenir compte de ce fait, ils introduisirent, dans le circuit équivalent, un modèle dont la loi est parabolique. Cela correspond en viscoélasticité au modèle dit fluage parabolique. Ce modèle est défini par sa fonction de fluage $f(t)$.

$$f(t) = At^k \quad (1.14)$$

où $0 < k < 1$

Ce modèle a pour cas particulier, le ressort pur ($k = 0$) et l'amortisseur pur ($k = 1$). On déduit facilement sa complaisance complexe

$$f^*(i\omega) = (i\omega\tau)^{-k} \quad (1.15)$$

Cole et Cole ont étendu le modèle parabolique élémentaire à un modèle bi-parabolique ou modèle parabolique à 2 paramètres qui permet de décrire qualitativement les tangentes extrêmes (non perpendiculaire à l'axe réel). Ils ont donc associé au modèle de fluage parabolique précédent un condensateur parfait en série (les tangentes extrêmes forment des angles de $k\frac{\pi}{2}$ avec l'axe réel). En analogie mécano-électrique cela équivaut à l'association en série d'un ressort pur (qui rend compte du comportement asymptotique E_∞) avec un modèle parabolique.

Remarque : pour $k = 1$ on retrouve le modèle de Maxwell.

$$f^*(i\omega) = A_\infty [1 + (i\omega\tau)^{-k}] \quad (1.16)$$

L'analyse des résultats de la figure 1.10(a) montre une dyssymétrie de la courbe et l'angle formé avec l'axe réel par la tangente à l'origine est supérieure à l'angle formé avec cet axe par la tangente à E_∞ . Huet a donc eu l'idée d'ajouter un deuxième modèle parabolique (figure 1.16). La fonction de fluage du modèle de Huet se met sous la forme :

$$A^*(i\omega) = A_\infty [1 + (i\omega\tau_1)^{-k} + (i\omega\tau_2)^{-h}] \quad (1.17)$$

avec $0 < k < h < 1$

$$\begin{cases} A^*(0) \sim A_\infty (i\omega\tau)^{-h} \\ A^*(0) - A_\infty \sim A_\infty (i\omega\tau)^{-k} \end{cases}$$

Le modèle ainsi trouvé par Huet répond aux impératifs de la courbe expérimentale (figure 1.16). Le paramétrage en fréquence sur la courbe dépend de τ_1 et τ_2 , et il varie en

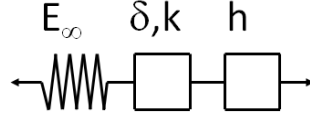


Figure 1.13 – Modèle analogique de Huet

fonction de la température. Il s'ensuit que τ_1 et τ_2 sont des fonctions de la température. Il existe une relation entre $\tau_1(T)$ et $\tau_2(T)$. En posant $\omega = \frac{1}{\tau_1}$, il vient que :

$$A^* \left(i \frac{1}{\tau_1} \right) = A_\infty \left[1 + i^{-k} + \left(i \frac{\tau_2(T)}{\tau_1(T)} \right)^{-h} \right] \quad (1.18)$$

Il est possible de montrer que $\tau_1(T)$ et $\tau_2(T)$ sont dans un rapport constant quand la température varie. En posant $\tau_1 = \mu \tau_2 = \mu \tau$ et $\mu^{-k} = \delta$ il vient alors :

$$A^*(i\omega) = A_\infty \left[1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} \right] \quad (1.19)$$

Le module complexe est déterminé si le modèle convient, par 5 paramètres, dont 4 sont indépendants de la fréquence et de la température, et dont le 5^{ème} (τ) ne dépend que de la température. L'expression du module est alors :

$$E^*(i\omega) = \frac{E_\infty}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h}} \quad (1.20)$$

τ dépend de la température et a pour expression

$$\tau = \tau_0 \exp \left(\frac{W}{RT} \right) \quad (1.21)$$

W est l'énergie d'activation et R , la constante des gaz parfaits.

L'expression temporelle de la fonction de fluage du modèle de Huet est donnée par l'équation 1.22.

$$J(t) = \frac{1}{E_\infty} \left(1 + \frac{\delta}{\Gamma(1+k)} \left[\frac{t}{\tau(t)} \right]^k + \frac{1}{\Gamma(1+h)} \left[\frac{t}{\tau(t)} \right]^h \right) \quad (1.22)$$

où Γ désigne la fonction d'Euler³.

3. $\Gamma(n)$ représente la fonction d'Euler de deuxième espèce :
 $\Gamma(n) = \int_0^\infty t^{n-1} dt$
 $\Gamma(n+1) = n \cdot \Gamma(n) \quad \forall n \in \mathfrak{R}_+^*$ et $\Gamma(n+1) = n! \quad \forall n \in \mathfrak{N}$

Étude bibliographique sur les enrobés bitumineux

Le modèle permet un très bon ajustement des valeurs expérimentales dans le plan de Cole-Cole (figure 1.14(a)). En revanche, l'espace de Black donnant une meilleure représentation des faibles valeurs de module grâce à son axe logarithmique montre une divergence importante dans cette zone entre modèle et valeurs expérimentales. En effet, le modèle de Huet ne rend pas compte de la retombée de l'angle de phase aux basses fréquences due à la présence des granulats dans l'enrobé (figure 1.14(b)).

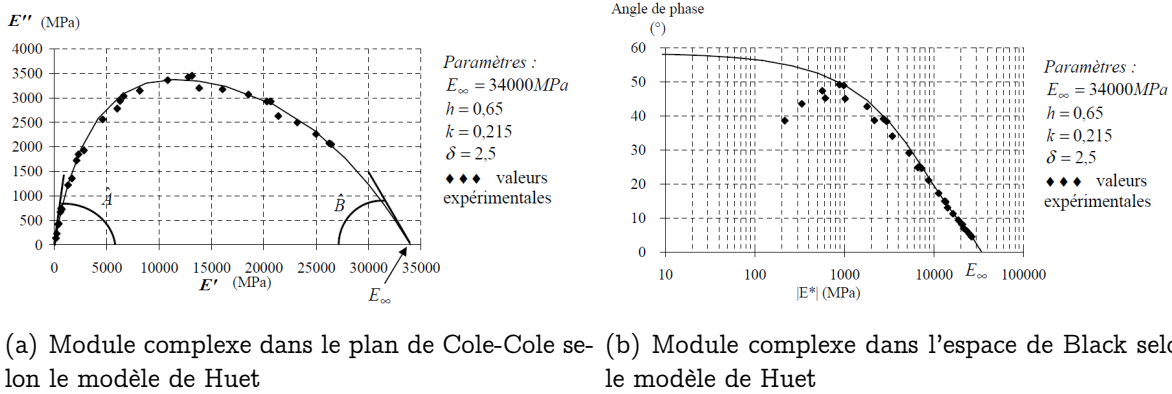


Figure 1.14 – Représentation du modèle de Huet dans le Cole-Cole et dans l'espace de Black

1.4.4.2 Modèle de Huet-Sayegh

Ce défaut d'ajustement a été corrigé par Sayegh (1965) par l'ajout, en parallèle du modèle de Huet, d'un ressort de très faible rigidité traduisant le comportement statique ou à très basse fréquence des enrobés. Ce ressort de rappel représente un caractère solide du matériau à long terme.

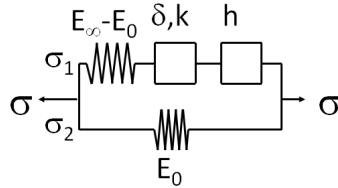


Figure 1.15 – Modèle analogique de Huet-Sayegh

Le module complexe correspondant s'écrit alors :

$$E^*(i\omega.\tau(T)) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + \delta(i\omega.\tau(T))^{-k} + (i\omega.\tau(T))^{-h}} \quad (1.23)$$

Étude bibliographique sur les enrobés bitumineux

Ce modèle rhéologique comporte deux branches parallèles notées 1 et 2 (figure 1.15). La branche 1 comporte un ressort en série avec deux amortisseurs paraboliques, la branche 2 comprend un ressort.

Soient $F(t, \tau)$ la fonction de fluage de la branche 1 et $E^*(\omega)$ le module complexe du modèle, alors par analogie avec les équations 1.20 et 1.22 (Lefevre, 2001), on a :

$$J(t) = \frac{1}{E_\infty - E_0} \left(1 + \frac{\delta}{\Gamma(1+k)} \left[\frac{t}{\tau(t)} \right]^k + \frac{1}{\Gamma(1+h)} \left[\frac{t}{\tau(t)} \right]^h \right) \quad (1.24)$$

avec comme paramètre supplémentaire E_0 , le module statique du modèle que l'on obtient lorsque $\omega \cdot \tau$ tend vers zéro (températures élevées ou basses fréquences). Ainsi, E_0 définit la première intersection de la courbe du modèle avec l'axe des abscisses dans l'espace de Black. La représentation dans le plan de Cole-Cole étant la même que pour le modèle de Huet, on ne présente ici que la réponse du modèle dans l'espace de Black dont on constate qu'il rend à présent très bien compte du comportement des enrobés sur la gamme des fréquences et des températures de service au prix de cinq paramètres.

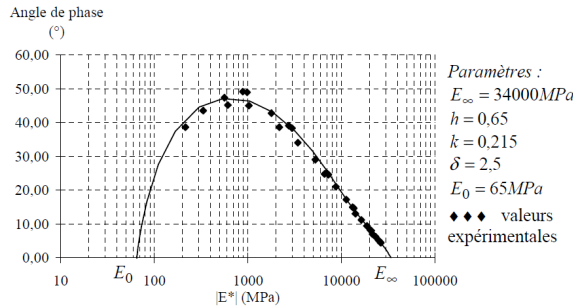


Figure 1.16 – Modèle analogique de Huet-Sayegh dans l'espace de Black

Les cinq paramètres ainsi ajustés, il ne reste qu'à effectuer le calage de la fonction $\tau(T)$ de manière à faire coïncider le modèle de Huet-Sayegh avec les isothermes de module complexe. À chaque isotherme correspond une valeur de la fonction. Finalement, ces valeurs vont permettre de définir par régression les paramètres de la fonction dont la forme correspond naturellement aux expressions des coefficients de translation entre isothermes (équation 1.11) mais que l'on exprime de manière pratique sous la forme parabolique :

$$\tau(T) = \exp(a_0 + a_1 \cdot T + a_2 \cdot T^2) \quad (1.25)$$

1.4.4.3 Modèle 2S2P1D

Olard (2003) a montré que le modèle de Huet-Sayegh ne décrit pas avec précision le comportement des fluides viscoélastiques tels que les bitumes, à très basses fréquences ou pour des temps de charge très élevés. Il a proposé un nouveau modèle analogique pour la caractérisation des propriétés viscoélastiques linéaires des liants et des enrobés bitumineux.

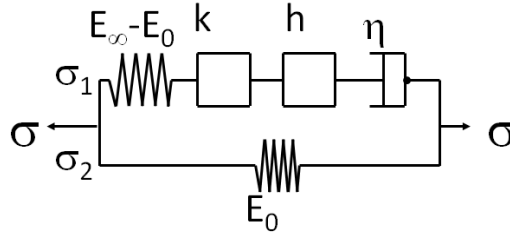


Figure 1.17 – Modèle 2S2P1D

À une température donnée, ce modèle possède 7 constantes et son module complexe est donné par l'expression suivante :

$$E^*(i\omega\tau) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (1.26)$$

Avec $\omega = 2\pi f$: la pulsation

k, h : les exposants tels que $0 < k < h < 1$

E_0 : module statique, module lorsque $\omega\tau \rightarrow 0$

E_∞ : module vitreux, module lorsque $\omega\tau \rightarrow \infty$

τ : temps caractéristique

β : constante sans dimension

η : viscosité Newtonienne

$\eta = (E_\infty - E_0)\beta\tau$. Lorsque $\omega\tau \rightarrow 0$, alors $E^*(i\omega\tau) \rightarrow E_0 + i\omega(E_\infty - E_0)\beta\tau$.

Seulement 7 constantes ($\delta, k, h, E_\infty, E_0, \beta$ et τ_0) sont donc nécessaires pour déterminer entièrement le comportement viscoélastique linéaire du matériau bitumineux, à une température donnée. Pour les liants, le module statique expérimental E_0 est très proche de zéro (voire égal à zéro). Ainsi, E_0 peut être considéré nul pour les liants et le nombre de constantes du modèle réduit à six. De plus, si l'hypothèse d'un comportement viscoélastique linéaire thermo-rhéologiquement simple peut être utilisée pour le matériau considéré (i.e. Principe d'Equivalence Temps-Temperature notée PETT est valide), seul le paramètre τ dépend de la

température. L'évolution de τ peut être décrite par la loi WLF pour l'intervalle de températures observées en laboratoire. Si le PETT est valide, les deux constantes supplémentaires C_1 et C_2 (calculées à la température de référence T_{ref}) de l'équation WLF sont nécessaires. Le nombre de constantes du modèle s'élève à 9 (et 8 pour la majorité des bitumes pour lesquels $E_0 = 0$).

Contrairement aux modèles de Huet, aucune expression analytique de la fonction de fluage de ce modèle n'est disponible dans le domaine temporel.

1.5 Comportement à la fatigue des matériaux bitumineux

Une chaussée bitumineuse est un empilement de couches de matériaux granulaires, liées ou non ayant toutes des fonctions spécifiques. La figure 1.18 présente un exemple de structure multi-couches typique d'une chaussée. Les couches de surface ont des fonctions d'adhérence, d'uni, de drainabilité, de résistance à l'arrachement et de réduction de bruit, etc. Les couches d'assise obéissent à des critères de performances mécaniques que sont la résistance à la fatigue, la résistance aux déformations permanentes, la résistance au désenrobage due à l'action de l'eau, à la tenue au gel-dégel, etc. Ces couches sont généralement liées entre elles par des couches dites de liaison. Au dessous des couches d'assises se trouve le sol support qui doit satisfaire à des exigences de portance, et de faible sensibilité à l'eau. Tout le travail de dimensionnement consiste à ajuster efficacement les épaisseurs des différentes couches ou en permutant certaines sous-couches, pour donner à la structure de chaussées les propriétés mécaniques suffisantes afin de supporter durablement les charges du trafic. Les règles de conception des chaussées routières selon la méthode française sont décrites dans les guides techniques (LCPC-Setra, 1998) et (LCPC-Setra, 1994).

Une structure de chaussée est une superposition de couches de matériaux granulaires liés ou non reposant sur un sol support, cf. figure 1.19.

Le passage de poids lourds engendre un état de contrainte complexe au sein des matériaux des différentes couches d'une chaussée bitumineuse. Les couches subissent essentiellement des dommages dus à l'action combinée des cycles de traction/compression dans la direction parallèle à l'axe de roulement et dans la direction transversale de la chaussée. La figure 1.20 représente par exemple le signal de déformation longitudinale relevée au fond de la couche d'assise d'une structure de chaussée. Il faut noter que la dissymétrie du signal est due à la viscoélasticité du matériau. À l'approche de la charge, l'état de déformation des couches profondes de chaussée correspond à une contraction du matériau, puis, sous la charge à une

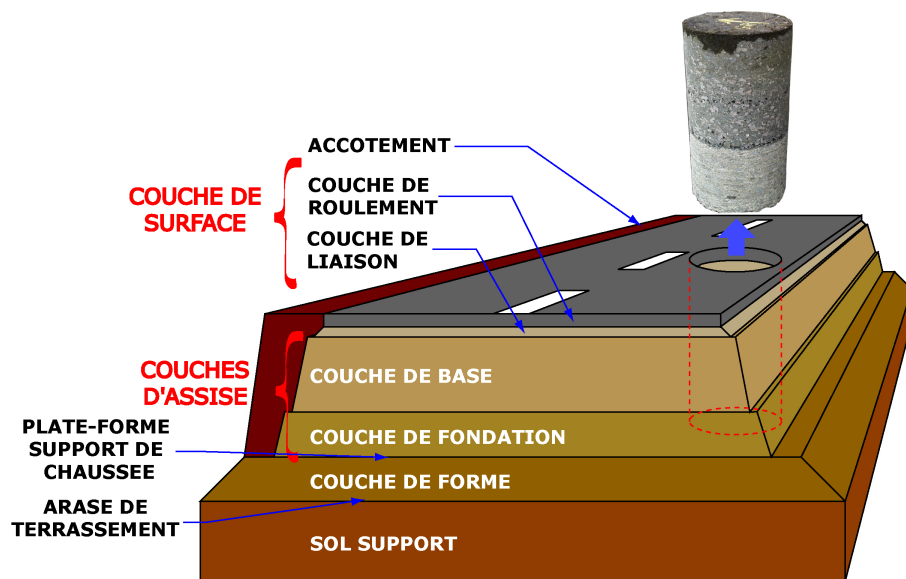


Figure 1.18 – Structure de chaussée

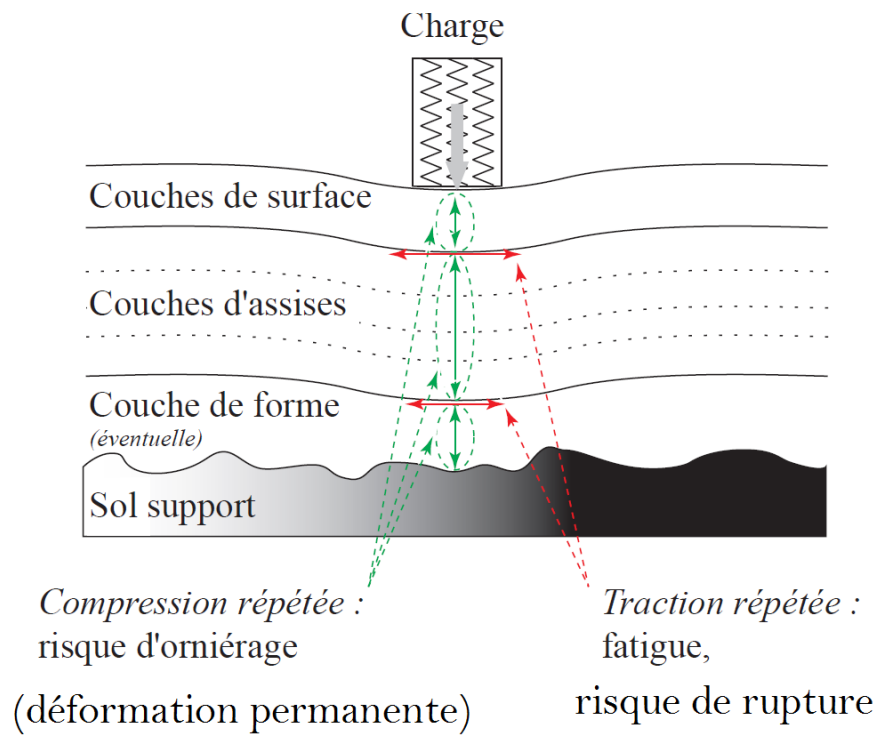


Figure 1.19 – Schéma d'une structure de chaussée et des sollicitation induites par le trafic (Di Benedetto and Corté, 2005b)

extension pour finir par une contraction avant de retrouver son état au repos lorsque la charge s'éloigne. L'extension subit par le matériau est supérieure à la sollicitation de contraction en valeur absolue. La valeur de déformation maximale est atteinte lorsque l'axe de la charge est

voisine de la verticale du point considéré.

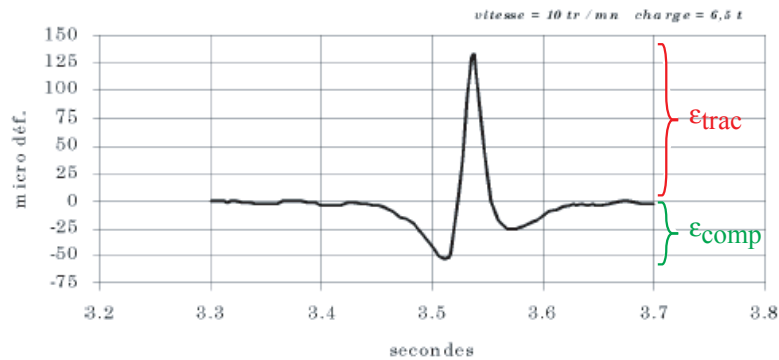


Figure 1.20 – Déformation longitudinale mesurée à la base d'une couche de chaussée sur le manège de fatigue de l'IFSTTAR (convention : traction positive) (De La Roche, 1996)

La répétition du passage des poids lourds entraîne ainsi des cycles de chargement dont l'amplitude, même très petites (de l'ordre de $10^{-4} = 100 \text{ } [\mu\text{m}/\text{m}]$) devant la déformation à la rupture en chargement monotone, peut engendrer des détériorations de la chaussée à long terme. La micro dégradation à l'échelle du matériau se transforme alors en fissure à l'échelle de la structure de chaussée. Ces fissures favorisent l'infiltration de l'eau vers les couches de forme et le sol support pouvant conduire à la destruction de la chaussée.

La méthode de dimensionnement des chaussées consiste donc, en partie, à empêcher la propagation d'une fissure depuis les couches d'assises jusqu'à la surface de la chaussée en mettant en oeuvre des épaisseurs de matériaux suffisantes compte tenu du trafic et des caractéristiques des matériaux utilisés. Les premières études fondamentales du phénomène de fatigue en laboratoire ont été entreprises par Wholer en 1852 sur les métaux. À l'heure actuelle, ce sont les matériaux pour lesquels on dispose des connaissances les plus étendues sur le sujet mais la fatigue des bétons, des matériaux routiers (Doan, 1970), (De La Roche, 1996), (Bodin, 2002) et plus généralement d'un grand nombre de matériaux composites ont également fait l'objet d'études.

1.5.1 Principe de l'essai de fatigue en flexion deux points sur éprouvette trapézoïdale

L'essai classique, permettant de caractériser le phénomène de fatigue consiste à soumettre une éprouvette à des sollicitations répétées et à noter le nombre de cycles entraînant sa rupture. Les formes et les dimensions des éprouvettes sont celles définies précédemment dans

l'étude du module complexe (figure 1.9(b)). La forme trapézoïdale de l'éprouvette a été choisie pour obtenir une déformation maximale en dehors de la zone d'encastrement de l'échantillon sollicité en poutre console. Des calculs résistance de matériaux (RDM) montrent que la rupture s'effectue généralement au voisinage de 1/5 de la hauteur totale. Une grande disparité expérimentale existe néanmoins sur les valeurs de cette hauteur. L'expérience montre qu'elles peuvent être comprises entre $h/10$ et $h/2$ compte tenu de l'hétérogénéité du matériau.

La dispersion des résultats de fatigue conduit à utiliser au moins quatre éprouvettes par niveau de déformation et trois niveaux de déformation minimum afin d'obtenir des résultats statistiquement significatifs. Pour chaque éprouvette i , le déplacement en tête souhaité doit être calculé en utilisant l'équation :

$$z_i = \frac{\varepsilon_i}{K_i} \quad (1.27)$$

avec $K_i = \frac{(B-b)^2}{8h^2 b \ln \frac{B}{b} - \frac{(B-b)(3B-b)}{2B^2}}$ qui ne dépend que de la géométrie de l'éprouvette.

La figure 1.21 (Bodin, 2002), (Homs, 2011) présente un exemple de résultats obtenus à partir de l'essai de flexion 2-points sur enrobé bitumineux. Elle montre que les résultats de l'essai de fatigue en flexion 2-points sont très dispersés pour les nombres de cycles très élevés où le matériau est fortement endommagé.

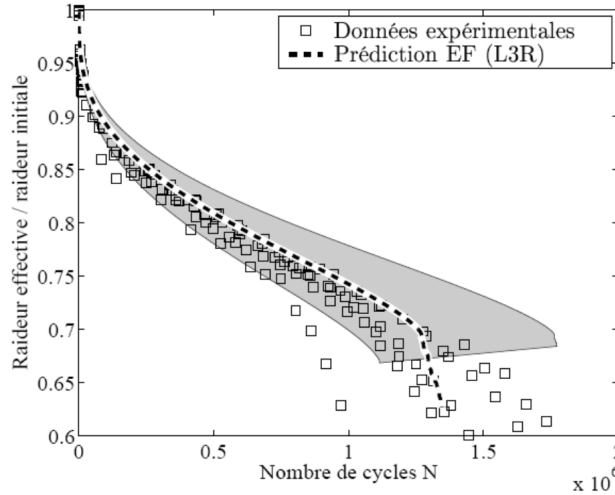


Figure 1.21 – Exemple de résultats d'essai de fatigue obtenus par flexion 2-points et comparaison avec un modèle de prédiction (Bodin, 2002), (Homs, 2011)

1.5.2 Analyse des résultats d'un essai de fatigue

La figure 1.22(a) représente l'évolution de la raideur d'une éprouvette soumise à un essai de flexion 2-points en fonction du nombre de cycle. Cette figure traduit trois phases caracté-

ristiques dans l'évolution de la raideur de l'éprouvette (Bodin, 2002), (Lefeuvre, 2001) :

- La phase I : constitue l'échauffement du matériau par dissipation visqueuse et la germination des micro-fissures. Cette phase est caractérisée par une décroissance rapide du module.
- La phase II : traduit la stabilisation du régime thermique et la croissance des micro-fissures. Cette phase est caractérisée par une décroissance lente et continue du module.
- La phase III : concerne la coalescence des micro-fissures et localisation (effet géométrique, hétérogénéités) conduisant aux macro-fissures jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cette dernière phase est caractérisée par une chute brutale du module.

Au cours de l'essai, l'éprouvette est continûment sollicitée jusqu'à sa rupture. D'autres phénomènes tels que la thixotropie (reversible) ou l'autoreparation (temps de repos) ont été étudiés par certains auteurs (Baaaj, 2002). Les résultats d'un essai de fatigue sont représentés sous forme de droite de fatigue figure 1.22(b) selon la norme EN12697 – 24 + A1.

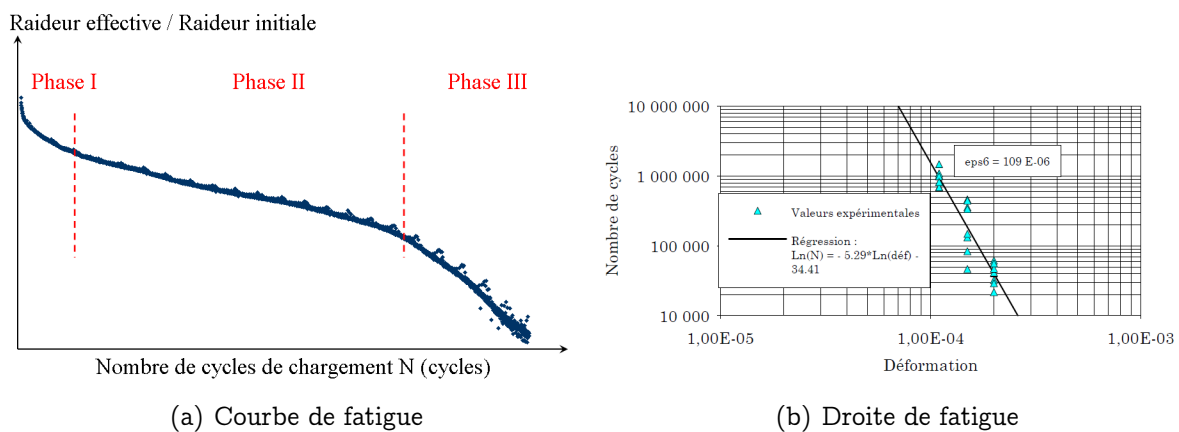


Figure 1.22 – Différentes représentations des résultats d'un essai de fatigue

À partir des résultats représentant la durée de vie N_i pour ε_i définie, la droite de fatigue $N = f(\varepsilon)$ est obtenue par regression linéaire entre les logarithmes décimaux de N_i et les logarithmes décimaux de ε_i . L'équation de la droite de fatigue peut s'écrire de trois façons différentes :

$$\log(N) = a + \left(\frac{1}{b}\right)\log(\varepsilon) \quad (1.28a)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_6 \times \left(\frac{N}{10^6}\right)^{-\frac{1}{b}} \quad (1.28b)$$

$$N = 10^6 \times \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_6}\right)^b \quad (1.28c)$$

$$(1.28d)$$

avec : $-1/b$: la pente de l'ordre de -0.2 (Moutier, 1991)

ε_6 : la déformation admissible pour 10^6 cycles, elle correspond à l'amplitude de la sollicitation qu'il faut appliquer pour obtenir une durée de vie de 10^6 cycles.

Les performances mécaniques des enrobés bitumineux dépendent de la formulation, du procédé de fabrication et du compactage des matériaux. Pendant la phase de fabrication, la faible viscosité des bitumes les propriétés de mouillage des granulats par le bitume permet d'avoir un bon collage. Cette qualité de collage peut être étudiée sur le matériaux en condition de service (température ambiante) ou pendant la phase de fabrication. Pendant la fabrication, il n'existe pas pour l'instant d'essai permettant de l'évaluer. En conditions de service, l'étude de la qualité du collage peut se faire à plusieurs échelles :

- à l'interface bitume granulat (Pull test),
- à l'échelle du matériau (essais de tenue à l'eau,...).

1.6 Caractérisation de l'interface bitume-granulat

1.6.1 Mécanismes de dégradation dû au désenrobage

L'eau peut arriver dans les pores de l'enrobé de plusieurs façons, soit par la pression des pneumatiques sur l'eau de pluie qui tombe sur la chaussée, soit par infiltration naturelle, soit absorbée par capillarité (liquide ou vapeur) depuis le sol support de la chaussée (Khandal, 1992), (Santucci, 2003). Cette eau modifie l'équilibre existant et peut agir de différents manières (Terrel and Ai-Swailmi, 1990), (Bhasin et al., 2007) :

- en chassant le bitume de la surface du granulat, au point que la résistance cohésive du mélange se dégrade par cette intrusion d'eau à l'interface.

- en diffusant à travers le film de bitume sous forme d'*émulsion inverse*⁴, de gouttelettes d'eau dans le bitume, en affaiblissant la cohésion du liant.
- en affaiblissant la résistance cohésive du granulat (Khandal, 1992), (Curtis et al., 1993).

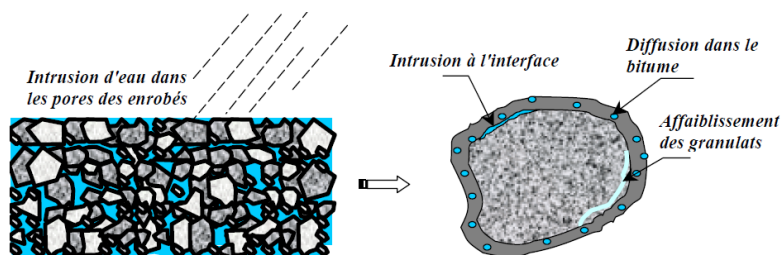


Figure 1.23 – Parcours de l'eau dans les enrobés d'après (Casteneda, 2004)

Plusieurs théories sont souvent utilisées pour expliquer l'adhésion et/ou le désenrobage (dû à l'action de l'eau) du bitume sur les granulats : la *Mechanical Interlocking Theory*, la *théorie des liaisons chimiques*, la *théorie des énergies superficielles (interactions moléculaires, électrostatiques)*, et la *théorie de la diffusion moléculaire* (Johnson and Freeman, 2002) et (Zaniewski, 2002). À travers la littérature (Scott et al., 1977), (Curtis et al., 1993), on sait que la sensibilité à l'eau dépend des caractéristiques physicochimiques des composants (granulat, eau, bitume). Les principales caractéristiques des granulats entrant en jeu, identifiées sont : leurs natures minéralogiques, leurs textures de surface et leurs porosités, et pour le bitume, sa composition chimique, sa viscosité et sa tension superficielle.

1.6.1.1 Influence des caractéristiques des granulats

Pour la fabrication des mélanges bitumineux, on utilise de préférence des ressources locales pour l'approvisionnement des granulats. Leurs compositions varient d'une région à une autre (siliceux, calcaires,...). Cependant, les granulats n'ont pas les mêmes affinités avec les bitumes. Scott et al. (1977) et Curtis et al. (1993) ont mis en évidence l'influence de la nature chimique du granulat à partir des mesures d'adsorption et de désorption du bitume sur plusieurs surfaces de granulats. D'autres études menées par Ramond (1977), Kiggundu and Robberts (1988), Mason (1997), Pan (1992), confirment aussi que la nature du granulat est fondamentale dans la résistance au désenrobage par l'eau.

Les méthodes de formulation incluent généralement un test de tenue à l'eau. Les granulats issus du concassage mécanique de roches massives conduisent à des enrobés plus résistants

4. émulsion inverse de bitume : eau dispersée dans une phase de bitume contrairement à l'émulsion dans laquelle le bitume est dispersé dans l'eau

au désenrobage que ceux issus de matériaux aux facettes arrondies. Les aspérités du granulat rendent plus difficile le processus de mouillage par le bitume, en restant peu accessibles ou contaminées par des particules d'argile. Cependant, avec une bonne fluidité du bitume et des granulats propres et secs, le mouillage est plus favorable. Les granulats poreux peuvent offrir plus de points d'ancrage au bitume. Cependant, lors de la fabrication des enrobés, le séchage des granulats poreux peut être inefficace car de l'eau résiduelle peut rester dans les pores et empêcher un enrobage complet des granulats. De plus, une trop grande quantité de liant risque d'être mobilisée au cours de l'enrobage car les granulats poreux ont une surface développée plus importante que les granulat non poreux.

1.6.1.2 Influence des caractéristiques des bitumes

Le bitume est un mélange d'hydrocarbures essentiellement *aliphatiques* mais qui contient quelques constituants polaires et organométalliques (nickel, vanadium et fer). Selon Plancher et al. (1977), les composants du bitume qui ont plus d'affinité avec la surface des granulats sont par ordre décroissant : les acides carboxyliques, les anhydrides, les quinoléines, les sulfoxydes et les cétones. Mais ces composants qui adhèrent à la surface du granulat, sont aussi peu résistants à l'action de l'eau. L'adhésion active (adhésion en présence d'eau) du liant varie de manière inverse à la viscosité du liant (Ramond, 1977). Un bitume très consistant (dur), exigera une température d'enrobage élevée pour réduire la force intermoléculaire du bitume et conduire à un bon mouillage du granulat. Par ailleurs, il sera moins susceptible d'être déplacé sous contraintes de cisaillement à l'interface bitume-eau (Ishai and Craus, 1977) ; (Tunncliffe and Root, 1982). Selon (Schmidt and Graf, 2003), l'utilisation des bitumes de fortes viscosités réduit la sensibilité à l'eau des enrobés. Ces auteurs ont également montré que la tenue à l'eau des enrobés était similaire pour des liants de même viscosité. Une relation donnant la vitesse de désenrobage U a été proposée par (De Gennes et al., 2002) :

$$U = 2^{-3/2} \theta_{SLE}^3 \frac{\sigma_{LE}}{\eta} \quad (1.29)$$

Où σ_{LE} est la tension interfaciale bitume-eau, θ_{SLE} angle de contact à l'équilibre entre le bitume et le support minéral en présence d'eau, η la viscosité du bitume.

L'eau a peu d'effet sur la cohésion du bitume. Néanmoins elle peut interagir avec les composants polaires des liants. Selon Mingyuan et al. (2002), des groupes carbonyles présents dans les bitumes peuvent développer des liaisons hydrogènes avec des molécules d'eau. Selon Curtis et al. (1993), l'eau peut diffuser à travers le film de liant en entraînant des composants

bitumineux solubles.

Pour déterminer la sensibilité du mélange bitumineux, on distingue différents types d'essais :

- de caractérisation de l'interface granulat-bitume (pull-test, énergies d'adhésion),
- qualitatifs de l'augmentation de surface par le décollement du liant (essai de désenrobage à l'eau bouillante),
- de caractérisation des pertes des propriétés mécaniques (essai de compression simple d'éprouvettes saturés d'eau, essai de traction indirecte, essai d'orniérage Hamburg).

1.6.2 Essai d'évaluation du désenrobage et de l'affinité bitume granulat

1.6.2.1 Essai normalisé de décollement du liant ASTM D-3625

En général, pour ce type d'essai, soit un échantillon d'enrobé soit une fraction granulaire enrobée de bitume est immergée dans l'eau pour une durée et une température déterminées. Le résultat est établi qualitativement comme étant la fraction de surface désenrobée des granulats. Les modes opératoires varient légèrement d'un pays à un autre. Les principales différences concernent la durée et la température d'immersion dans l'eau ; le procédé peut varier de 10 minutes pour une température de chauffage de 100 °C, à 24 heures pour une température de 25 °C. L'essai type est l'essai normalisé ASTM D-3625. Son inconvénient majeur nécessite l'appréciation de la fraction de surface par un évaluateur expérimenté. Cet essai ne tient pas compte des autres conditions pouvant conditionner la vitesse de désenrobage comme l'incidence du trafic, du climat ou de la teneur en vide des mélanges. Son grand avantage est sa facilité d'exécution, le matériel est très simple à utiliser et les résultats sont rapidement obtenus.

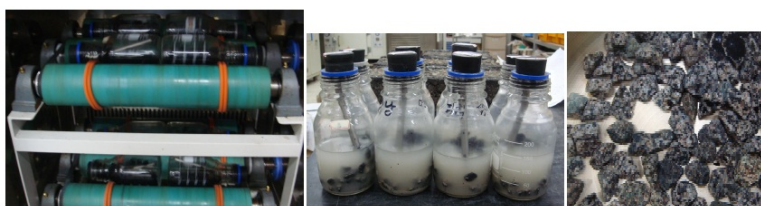


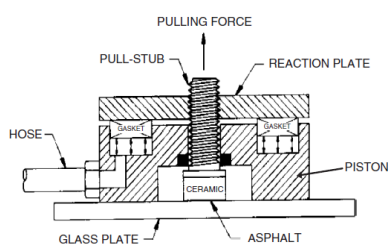
Figure 1.24 – Essai de détermination d'affinité bitume-granulat par désenrobage

1.6.2.2 Essai de rupture adhésive Pull-test

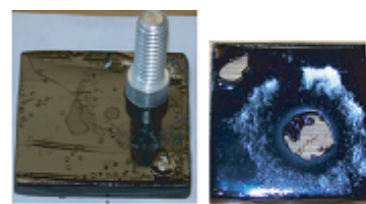
C'est un test de décollement du bitume parfois accompagné de decohésion du liant qui consiste à chauffer un granulat fixé sur une vis métallique et à chauffer également le bitume. Le bitume liquide est coulé sur un support de granulat puis est mis en contact avec un autre granulat fixé sur la vis cylindrique (figure 1.25(a)). Après refroidissement, on réalise des essais de traction pour décoller le bitume des substrats (figure 1.25(b)). La mesure de la force due à la rupture cohésive et/ou décohésive et l'analyse de la surface après cette rupture permet de juger d'une part de l'affinité bitume-granulat et d'autre part des effets adhésifs des additifs (Moraes et al., 2011), (Mogawer et al., 2011). Les échantillons peuvent être conditionnés par immersion dans de l'eau afin d'en étudier l'effet. D'autres variantes ont été développées par Canestrari et al. (2010) et Wasiuddin et al. (2011).



(a) Préparation des échantillon du pull-off test



(b) Pull-off test



(c) Exemple de rupture decohésive

Figure 1.25 – Pull-off test d'après (Moraes et al., 2011), et (Wasiuddin et al., 2011)

1.6.2.3 Essai normalisé d'immersion-compression EN 12697-12

Il s'agit du test normalisé employé dans le processus de formulation des enrobés bitumineux (cf EN 12697-12, ASTM D1075). Dans cet essai, des éprouvettes cylindriques, compactées sous charge monotone à l'aide d'un double piston, sont testées en compression simple (figure 1.26(a)), en reportant comme résultat le pourcentage de perte de résistance par immersion dans l'eau. Dans la norme de formulation (EN 12697-12), des pertes maximales de rigidité de 30 % pour certains matériaux bitumineux (grave bitume de classe 3 et 4) sont tolérées. Cette perte de résistance due aux différents mécanismes de désenrobage est décrite précédemment (§1.6.1).

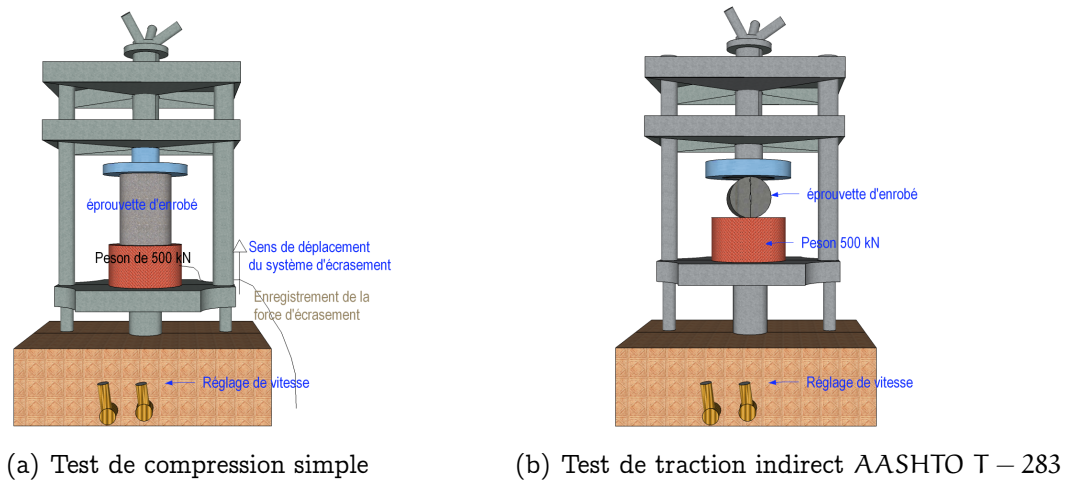


Figure 1.26 – Essais d'immersion compression et fendage

1.6.2.4 Essai de traction indirecte

Il s'agit d'un essai normalisé (AASHTO T-283) connue sous le nom d'essai Lottman Modifié (figure 1.26) proposé par (Tunnicliff and Root, 1982) dans lequel les éprouvettes (de forme cylindrique) sont saturées entre 55 % et 80 % puis testées en traction indirecte, en appliquant des charges diamétralement opposées. Une perte de rigidité supérieure à 20 %, après conditionnement, est considérée comme excessive. Selon (Aschenbrener et al., 1995) et (Tunnicliff and Root, 1982) le test AASHTO T – 283 peut déclarer une formulation résistante à l'action de l'eau contrairement au comportement sur site.

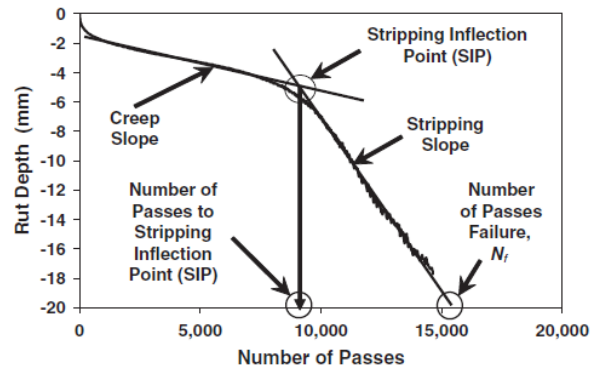
1.6.2.5 Essai d'orniérage Hamburg

Dans cet essai, des plaques ou des éprouvettes cylindriques sont déformées sous les passages successifs d'une roue chargée. Le paramètre d'évaluation de l'effet de l'eau correspond au nombre de passages où la pente de la courbe de déformation permanente en fonction du nombre de passages change brutalement (figure 1.27(b)). Ce point d'inflexion, nommé *Point de désenrobage*, est rapporté comme indicateur de la résistance au désenrobage et la pente, depuis ce point, est rapportée comme la sévérité de l'endommagement. (Aschenbrener et al., 1995) ont trouvé une bonne corrélation entre le point d'inflexion ou point de désenrobage et la performance des enrobés vis-à-vis de l'eau.

Tous les tests de caractérisation de la résistance au désenrobage décrits dans les parties précédentes sont généralement utilisés pour étudier l'amélioration des performances des enrobés tièdes après ajout de tensio-actifs. Parmi les performances couramment testées, c'est le désenrobage dû à l'effet de l'eau qui est souvent pointé comme un des facteurs entraînant



(a) Dispositif du test d'orniérage Hamburg



(b) Courbe du test d'orniérage d'Hamburg

Figure 1.27 – Dispositif et résultat d'orniérage Hamburg

l'endommagement prématuré des structures de chaussées.

La plupart des résultats de la littérature tend à montrer que la réduction de la température de fabrication et l'ajout d'additifs réduit le désenrobage dû à l'eau dans les chaussées (Gonzalez-Leon et al., 2009), (Beduneau et al., 2009) (Yang et al., 2011), (Zhao et al., 2012). Cependant, il est important de préciser que dans ces résultats, l'ajout des additifs conduit généralement à des matériaux mieux compactés (faible teneur en vide). De ce fait, les comparaisons effectuées avec les matériaux non additivés (moins bien compactés) ne permet pas de dissocier les effets dus à la compacité de ceux dus à qualité de l'interface bitume-granulat que mesure l'essai de désenrobage.

En complément de la démarche usuelle développée dans le chapitre 7, notre étude a pour vocation d'étudier la qualité de collage et de mouillage d'une surface minérale par du bitume par une méthode thermique de détermination de la résistance de contact à l'interface bitume/substrat (chapitre 3 à 6). Cette méthode permet de s'affranchir des effets liés à la compacité des matériaux et d'aborder le problème de la qualité d'enrobage dans la phase de fabrication des enrobés et non pas sur le matériau refroidi.

Conclusion du chapitre 1

Les matériaux bitumineux présentent un comportement complexe lié à plusieurs facteurs : nature des granulats, origine du bitume, température de fabrication, affinité bitume-granulat,... Nous avons présenté dans ce chapitre, les généralités sur la composition et la formulation des enrobés bitumineux.

Nous avons ensuite présenté l'essai de flexion 2-points sur éprouvette trapézoïdale en poutre console. C'est un essai de module complexe qui permet d'étudier les propriétés viscoélastiques des matériaux bitumineux. Quelques modèles rhéologiques décrivant le module complexe des enrobés bitumineux ont été également présentés.

Puis une brève étude bibliographique sur le comportement de la fatigue des enrobés a été effectuée dans ce chapitre.

Nous avons enfin introduit la problématique du collage du bitume sur les granulats et présenté un ensemble de tests mécaniques qui permettent d'évaluer l'efficacité de ce collage. Les essais mécaniques ont des résultats complexes à interpréter parce qu'ils ne dissocient pas les résultats liés à la compacité, ou à la cohésion de ceux dus aux défauts à l'interface bitume-granat. Les essais de désenrobage indépendant de la teneur en vide tel que le désenrobage à l'eau bouillante, présentent des résultats intéressants même s'ils restent dans la plupart des essais qualitatifs. Tous ces essais sont réalisés à des températures proches de la température ambiante. À ces températures, on mesure les conséquences des défauts de mouillabilité ou de collage. L'approche que nous allons présenter dans la suite de ce document, permet d'évaluer la mouillabilité des surfaces de granulat par du bitume dans les conditions de fabrication des enrobés bitumineux lorsque le bitume chaud est mis en contact avec les granulats chauds ou tièdes. Cette technique est basée sur l'étude des flux de chaleur échangée entre le granulat et le bitume lors du contact. Avant d'aborder le principe expérimental, nous allons introduire quelques notions fondamentales de transferts thermiques entre deux matériaux mis en contact.

Chapitre 2

Étude bibliographique sur les résistances thermiques de contact

La mise en contact des granulats avec le bitume lors de la fabrication des enrobés bitumineux tièdes (température des granulats inférieure à celle du bitume), peut s'apparenter sous certaines hypothèses à des problèmes thermiques de contact entre matériaux de températures et de propriétés thermiques différentes, l'un étant le ou les granulats et l'autre le bitume. Au niveau de la surface de contact granulat-bitume, on peut définir localement les grandeurs thermiques suivantes : les températures de surface du bitume et du granulat, le flux thermique traversant cette surface du fait de la différence de température entre le granulat et le bitume, et une résistance thermique de contact (RTC) à l'interface qui représente un défaut de collage du bitume sur le granulat.

Le but de ce chapitre, est alors de présenter quelques méthodes analytiques et numériques permettant d'estimer les conditions thermiques de contact à l'interface (températures surfaciques, flux, RTC). Nous allons commencer par donner une définition de la RTC, puis nous allons présenter une méthode analytique d'estimation de la RTC dans le cas des contacts solides-solides et liquides-solides dans un cadre général. Le cas du contact bitume-granulat fera l'objet des chapitres ultérieurs. Nous allons ensuite donner une formulation mathématique du problème direct du contact solide-liquide et nous allons analyser quelques méthodes d'estimation du flux surfacique et de la RTC.

2.1 Définition de la résistance de contact

Considérons le cas d'un contact entre deux solides avec des transferts thermiques monodimensionnels et des conditions de températures imposées au loin de l'interface dans chaque matériau (figure 2.1), il existe une zone hétérogène imposée par les états des surfaces en contact mettant en jeu un fluide interstitiel, des contacts solides-solides et les différentes couches superficielles liées à chaque matériau. De part et d'autre de cette zone s'établit une seconde zone dite « zone perturbée », délimitée par deux plans théoriques qui constitue une barrière au passage de la chaleur. La chaleur transmise par conduction dans la zone hétérogène emprunte deux voies de passage : la voie solide et la voie fluide telles que représentées sur la figure 2.1 (Massé, 2000), (Guillot, 2009).

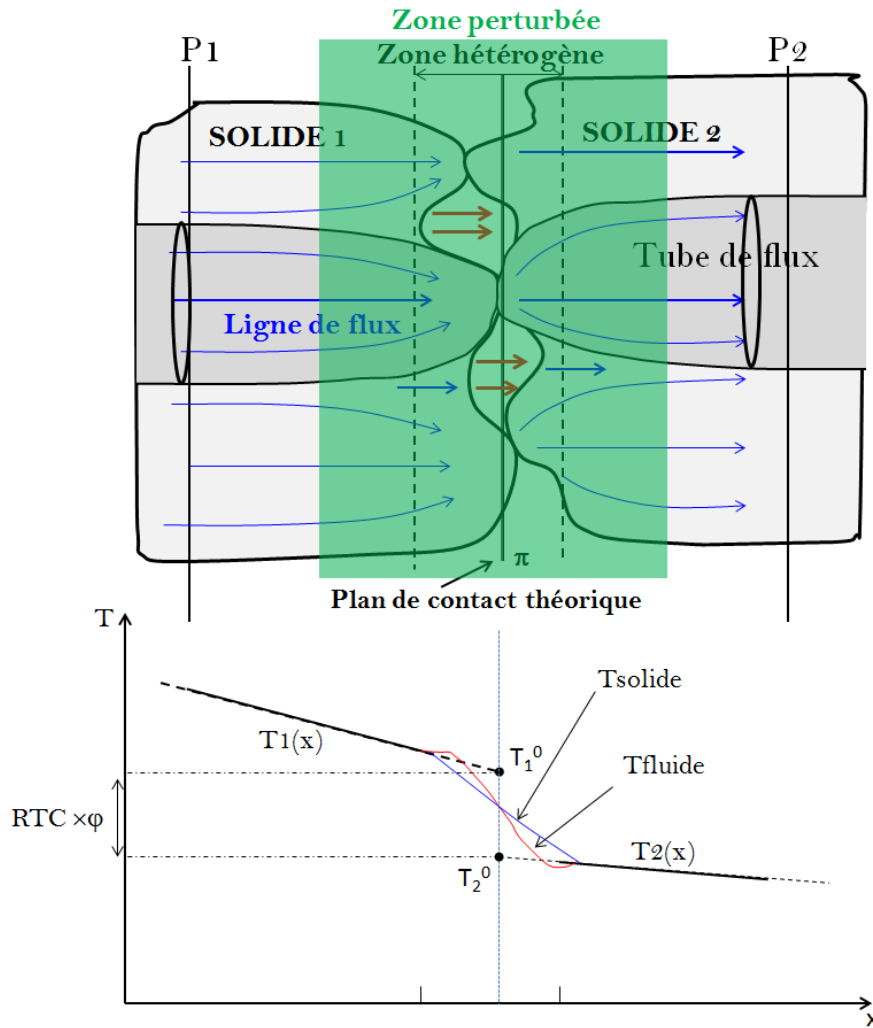


Figure 2.1 – Représentation de la résistance thermique de contact

- **Passage direct via les aspérités solides en contact :**

Une partie des lignes de flux converge vers les zones de passage les plus faciles : c'est le phénomène de constriction. Celle-ci se caractérise par l'accroissement de la résistance thermique du milieu, lié à l'allongement des lignes de flux, et au rétrécissement des tubes de flux.

- **Passage direct à travers le fluide interstitiel :**

L'autre partie du flux passe à travers l'espace interstitiel si celui-ci est vide ou rempli par un fluide (gaz). Dans le cas où l'espace interstitiel est vide, les transferts s'effectuent par rayonnement. Excepté aux hautes températures, ce transfert est très faible et souvent négligé. Dans le cas où l'espace est rempli par un fluide, en général mauvais conducteur, ce transfert s'effectue essentiellement par conduction thermique. La convection est exclue car la dimension extrêmement petite des interstices et les différences de températures conduisent à des nombres de *Rayleigh* extrêmement petits.

Le calcul montre que pour chacune de ces deux voies (aspérités en contact ou fluide interstitiel), les champs de température sont différents comme représentés sur la figure 2.1. La résistance thermique de contact (RTC) s'exprime comme le rapport du saut de température sur la densité de flux φ qui la traverse :

$$RTC = \frac{T_1^0 - T_2^0}{\varphi} \quad (2.1)$$

Remarque : T_1^0 et T_2^0 sont les températures extrapolées au point théorique de contact (cf. figure 2.1)

La résistance de contact thermique traduit ainsi l'imperfection du contact. Elle exprime la différence entre le contact réel et le contact apparent (théoriquement parfait) entre les solides 1 et 2 (cf. figure 2.1). Le rapport des deux est appelé "taux réel de contact". Sa valeur est généralement faible (quelques pourcents), voire très faible (quelques centièmes de pourcent). En plus du taux surfacique de contact, la RTC dépend de la topographie des surfaces en contact (densité des points de contact, distance entre les plans moyens de contact,...) de la nature des matériaux (conductivité, microdureté, lois de comportement, ...), de la nature du fluide interstitiel, de sa pression, des niveaux thermiques.

Il existe plusieurs méthodes permettant d'évaluer la contribution des contacts solides-solides (à cause des constriction) et celle du fluide interstitiel à la RTC.

2.1.1 Résistance de constriction

Il s'agit de la résistance thermique induite par la distorsion (convergence) de lignes de flux thermique qui en résulte lorsque deux corps de températures différentes sont mis en contact comme le représente la figure 2.2. Commençons la discussion sur les résistances de

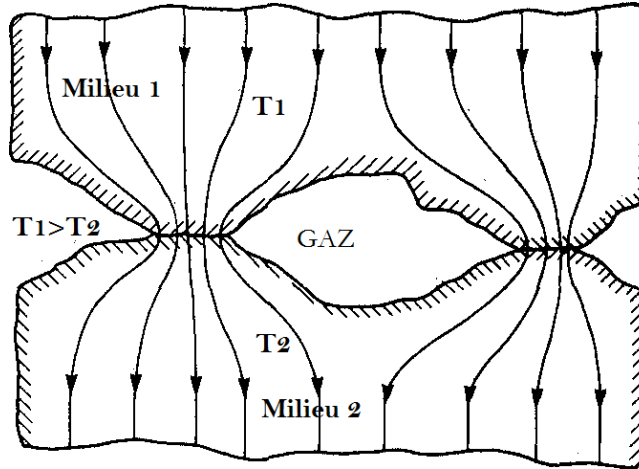


Figure 2.2 – Constriction thermique

constriction par un problème à géométrie simple et examinons les trois cas suivants où les constriction ont lieu dans un milieu semi-infini, dans un milieu fini et se trouvant dans un environnement fluide.

2.1.1.1 Constriction en milieu semi-infini

Considérons un milieu semi-infini possédant une petite section circulaire ∂ de diamètre $2a$ sur sa section droite. La surface du milieu est isolée, exceptée la surface de diamètre $2a$ où l'on impose une température uniforme T_c ou un flux uniforme φ comme indiqué sur la figure 2.3. La température à l'infini est T_∞ . Le champ de température en régime permanent $T(r, z)$, au sein du milieu évolue de T_∞ à T_c mais cette évolution est principalement confinée au voisinage de la surface ∂ (96 % de la chute de la température est comprise dans le demi cercle de rayon $10a$). Le problème de conduction en coordonnées cylindriques s'écrit alors selon les cas :

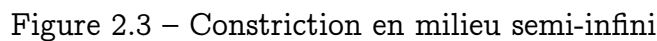
$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 T(r, z)}{\partial z^2} = 0 \quad (2.2a)$$

$$T(r \leq a, z = 0) = T_c \quad (2.2b)$$

$$T(r, z \rightarrow \infty) = T_\infty \quad (2.2c)$$

$$-\lambda \left(\frac{\partial T(r > a, z)}{\partial z} \right)_{z=0} = 0 \quad (2.3c)$$

Flux imposé



$$R_\varphi = \frac{8}{3\pi^2\lambda a} \quad (2.5)$$

Flux imposé

On note que la résistance de constriction dans le cas du flux imposé est environ 8 % plus élevé que la résistance de constriction dans le cas de la température imposée.

2.1.1.2 Constriction dans un tube cylindrique isolé latéralement

Le contact réel entre deux matériaux est caractérisé en réalité par plusieurs microcontacts. En supposant que chaque point de contact soit caractérisé par un disque de rayon a_i entouré par un cylindre de rayon b_i comme indiqué sur la figure 2.4, chaque cylindre n'échangeant pas de flux thermique avec les voisins, on peut déterminer analytiquement l'expression de la résistance thermique de contact (Negus et al., 1988).

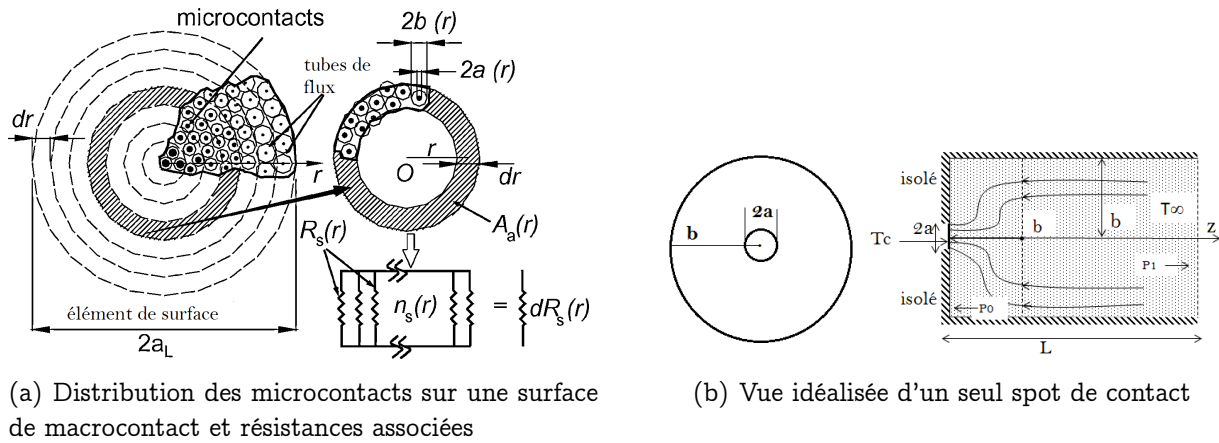


Figure 2.4 – Vue idéalisée d'un contact plan et constriction dans un tube cylindrique semi-infini

Pour une température de surface imposée, cette résistance associée à un seul spot de contact est donnée par l'équation 2.6 obtenue en résolvant l'équation de conduction dans la configuration de la figure 2.4(b) par les méthodes de séparation de variables, de transformation de Laplace-Hankel, de transformation de Fourier, ...

$$R = R_T F(a/b) \quad (2.6)$$

avec

$$F(a/b) = 8\pi \left(\frac{b}{a} \right) \sum_{n=1}^{\infty} \left[\sin\{\lambda_n b(a/b)\} J_1\left\{ \frac{\lambda_n b(a/b)}{(\lambda_n b)^3 J_0^2(\lambda_n b)} \right\} \right] \quad (2.7)$$

appelé facteur de constriction. J désigne la fonction de Bessel.

$$J_n(z) = \left(\frac{1}{2}z\right)^n \sum_{s=0}^{\infty} \frac{(-1)^s \left(\frac{z}{2}\right)^s}{s!(n+s)!} \quad (2.8)$$

$$= \frac{1}{\pi} \int_0^{\pi} \cos(n\theta - z \sin \theta) d\theta \quad (2.9)$$

avec : n un entier relatif et z un nombre complexe

En pratique, pour faciliter les calculs, on se sert souvent de quelques approximations données dans la littérature (Madhusudana, 1995) :

$$F_{\text{Roess}} = 1 - 1.4093(a/b) + 0.2959(a/b)^3 + 0.05254(a/b)^5 + \dots \quad (2.10)$$

$$F_{\text{Gibson}} = 1 - 1.4092(a/b) + 0.3380(a/b)^3 + 0.0679(a/b)^5 + \dots \quad (2.11)$$

$$F_{\text{N-Y}} = 1 - 1.4098(a/b) + 0.3441(a/b)^3 + 0.0435(a/b)^5 + \dots \quad (2.12)$$

où N-Y sont les initiales de Negus-Yovanovich

2.1.1.3 Constriction dans un environnement fluide

Dans le cas de constriction dans un fluide, les conditions aux limites relatives à la figure 2.5 sur le plan de contact $z = 0$ s'écrivent comme suit :

$$\begin{cases} T(0, t) = T_c & \text{pour } 0 \prec r \prec a \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial z} = \lambda_f \frac{(T_c - T)}{\delta} & \text{pour } a \prec r \prec b \end{cases}$$

où λ_f est la conductivité du fluide et δ est l'épaisseur effective prenant en compte l'interaction fluide/solide à l'interface.

Une solution¹ approchée de ce problème a été proposée par Cetinkale and Fishenden (1951), et Mikic and Rohsenow (1966). Cette solution nécessite la détermination du rayon b_1 (figure 2.5) où se limitent les effets de paroi. La solution approchée s'écrit alors :

$$R = \frac{1}{\frac{1}{R_s} + \frac{1}{R_f}} \quad (2.13)$$

$$R_s = R_T F(a/b_1) \quad (2.14) \quad R_f = \frac{\delta}{\pi b^2 \lambda_f} \quad (2.15)$$

1. Une solution exacte de ce problème a été présentée par Sanokawa (1968)

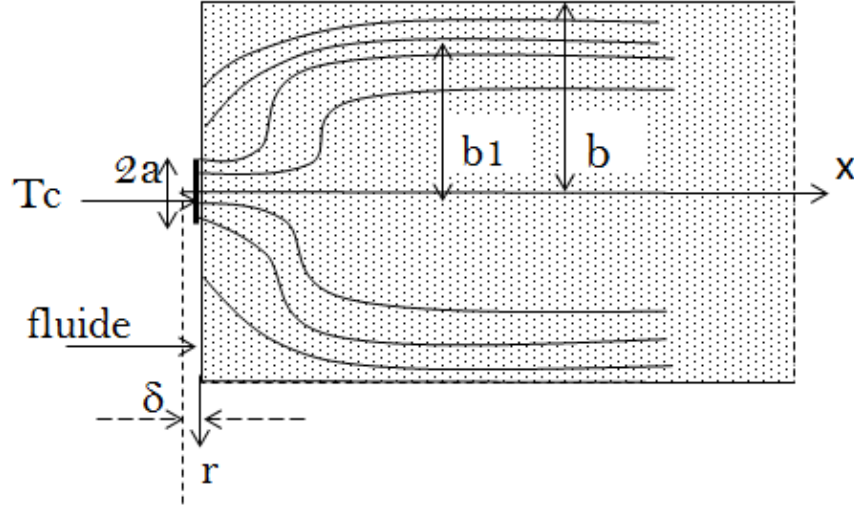


Figure 2.5 – Constriction dans un environnement fluide

Où R_f est la résistance due à l'épaisseur du film de fluide sur la paroi et R_s la résistance de constriction.

2.1.2 Résistance interstitielle

Elle traduit la différence de température à l'interface entre les milieux 1 et 2 du fait de la présence d'un fluide interstitiel (figure 2.6). La surface réelle de contact étant très faible et les effets de dilatation des tubes de flux annulaires très petits devant la résistance des anneaux fluides, la plupart des auteurs adoptent des modèles simples pour décrire la résistance interstitielle R_f (C.V. Madhusudana, 1986), (B. Snaith, 1986), (Bardon, 1972), (Salgon et al., 1998).

$$\frac{1}{R_f} = (1 - \xi^2) \frac{\lambda_g}{e^0} \quad \text{selon Bransier} \quad (2.16a)$$

$$\frac{1}{R_f} = \frac{\lambda_g^e}{\delta} \quad \text{selon Bardon} \quad (2.16b)$$

- où e^0 : est l'épaisseur de la lame d'air entre les rugosités
 λ_g : la conductivité du gaz
 $\xi = \frac{a}{b}$: le taux surfacique de contact (figure 2.5)
 λ_g^e : la conductivité effective du milieu interstitiel
 δ : est l'épaisseur est l'épaisseur du fluide

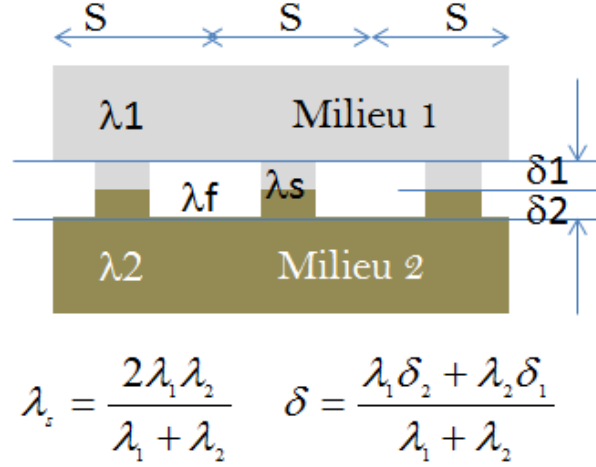


Figure 2.6 – Modèle à aspérité de hauteur non négligeable

À partir de la théorie cinétique des gaz, Hardee and Green (1968) ont établi que la conductivité thermique d'un gaz est indépendante de la pression. Elle est donnée par la relation :

$$\lambda_g = \left(\frac{4f}{3d^2} \right) \sqrt{\left(\frac{k^2 T}{\pi^2 M} \right)} \quad (2.17)$$

Avec : f : le degré de liberté des molécules gazeuses

d : le diamètre de la molécule ,m

T : la température absolue du gaz, K

k : la constante de Boltzman, $1.381 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$

M : la masse des molécules du gaz, kg

Cependant, beaucoup de travaux récents (Nishino and Torii, 1994), (Madhusudana, 1995) montrent qu'il existe un seuil de pression à partir duquel la conductivité thermique varie avec la pression du gaz et différentes corrélations ont été proposées.

Lorsque l'épaisseur moyenne δ de l'espace interstitiel est de l'ordre de quelques libres parcours moyens moléculaires, les effets d'accommodation ne sont plus négligeables.

1. On considère alors que la conductivité du gaz est diminuée et on remplace sa conductivité par sa conductivité effective tenant compte des effets d'accommodation. Elle devient selon (Bardon, 1972) :

$$\lambda'_g = \frac{\lambda_g}{1 + \frac{g_1 + g_2}{\delta}} \quad (2.18)$$

g_1 et g_2 sont les longueurs des sauts d'accommodation (figure 2.7).

2. On effectue une correction de la valeur de l'épaisseur de la lame d'air (δ) en rajoutant une épaisseur appelée distance d'accommodation g , due à l'accommodation des molécules sur la surface S_i de chaque solide i (Salgon et al., 1996).

$$\delta' = \delta + g_1 + g_2 \quad (2.19)$$

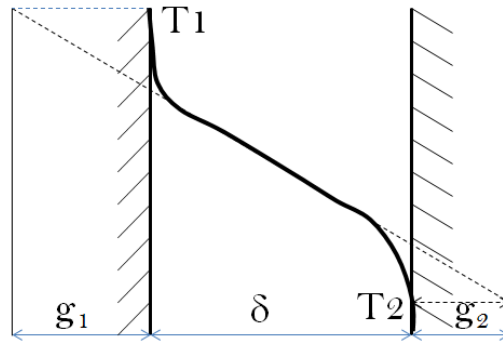


Figure 2.7 – Longueur des sauts d'accommodation g_1 et g_2

La valeur de g établie par (Kennard, 1938) (équation 2.20) a été déduit à partir de la théorie cinétique des gaz.

$$g = \frac{2 - \alpha}{\alpha} \frac{2}{\gamma + 1} \frac{\lambda_g}{\mu C_v} L \quad (2.20)$$

α : coefficient d'accommodation

L : Libre parcours moyen

λ_g : conductivité thermique du gaz

μ : viscosité

C_v : Chaleur spécifique à volume constant

γ : ratio des chaleurs spécifiques

$C_v = 3R/2$ et $C_p = 5R/2$ pour un gaz monoatomique

R : constante des gaz parfaits

Cette équation 2.20 montre que la distance d'accommodation dépend de 6 paramètres parmi lesquels le coefficient d'accommodation α et la conductivité thermique λ_g du gaz. D'autres expressions équivalentes sont données par Salgon et al. (1996).

Coefficient d'accommodation

L'équation 2.20 montre que le coefficient d'accommodation joue un rôle important dans le contrôle de la distance d'accommodation et donc dans la conductivité thermique du gaz. Le coefficient d'accommodation caractérise les échanges d'énergie entre le gaz et la surface dus aux collisions des molécules de gaz sur la paroi et à leur réflexion. Il est définie par la

relation :

$$\alpha = \frac{T_f - T_g}{T_s - T_g} \quad (2.21)$$

dans laquelle :

T_s est la température de surface, T_g la température des gaz incidents et T_f température effective du gaz dispersé.

Le coefficient d'accommodation α , pour une température donnée, dépend de la nature du gaz et de la surface du solide. Il existe un grand nombre de travaux expérimentaux et théoriques proposant des corrélations de α pour différents gaz en contact avec des surfaces de matériaux spécifiques (Ullman et al. (1974) pour les gaz monoatomiques, Ullman et al. (1974) et Thomas and Loyalka (1982) pour les gaz polyatomiques en contact avec les métaux, Vickerman and Harris (1975) pour les mélanges de gaz et Ullman et al. (1974) pour les surfaces contaminées).

Échanges par rayonnement

Ils sont presque toujours négligeables. On peut cependant en tenir compte (aux hautes températures), en introduisant une conductivité apparente λ_R telle que :

$$\lambda_g^e = \lambda_g' + \lambda_R \quad (2.22a)$$

$$\lambda_R = \frac{\lambda_g}{1 + \frac{g_1 + g_2}{\delta}} + \frac{\epsilon_1 \epsilon_2}{\epsilon_1 + \epsilon_2 - \epsilon_1 \epsilon_2} 4\sigma T^3 \delta \quad (2.22b)$$

Avec : ϵ_i : l'émissivité de la surface i

σ : la constante de Stephan

T : la température absolue du gaz, K

Résistance interstitielle

Une fois la conductivité thermique et les distances d'accommodation g_1 et g_2 sur chacune des surfaces des milieux 1 et 2 (figure 2.6), la résistance de constriction peut se mettre sous les formes :

$$\frac{1}{R_f} = (1 - \xi^2) \frac{\lambda_g}{\delta + g_1 + g_2} \quad \text{selon Bransier} \quad (2.23a)$$

$$\frac{1}{R_f} = \frac{\lambda_g^e}{\delta_1 + \delta_2} \quad \text{selon Bardon} \quad (2.23b)$$

n est le nombre de points de contact par unité de surface.

Ces deux expressions proviennent du fait que les effets d'accommodation sont pris en compte soit dans la conductivité (Bardon) soit dans l'épaisseur du gaz (Bransier).

2.2 Approche théorique de la résistance de contact

Toute étude théorique des RTC entre matériaux accolés nécessite la résolution de trois problèmes : un problème de structure qui consiste à définir la géométrie des interstices (rugosités) (Greenwood and Williamson, 1966), (Hisakado and Tsukizoe, 1974), un problème de thermique qui, une fois la géométrie précisée, consiste à calculer la valeur de la RTC (DeVaal et al.) et un problème mécanique lié à l'intensité au type de chargement mécanique appliqué (Bowden and Tabor, 1950) et au mode de déformation des aspérités (Bahrami, 2004). Ces trois problèmes naturellement sont liés. Deux cas seront considérés dans l'approche théorique de détermination de la résistance : le contact solide-solide et le contact solide-liquide.

2.2.1 Modélisation de la résistance dans un contact solide-solide

Dans un contact solide-solide, la RTC ne dépend que de quelques paramètres : la densité des points de contact, la nature du fluide interstitiel, la pression mise en jeu sur les aspérités. Il peut y avoir 2 échelles de contact : des macrocontacts contenant eux aussi de microcontacts (figure 2.8) (Bahrami, 2004). Les modèles mécaniques permettent de déterminer la pression au niveau des pics de rugosité et de déterminer le mode de déformation de ces pics. La théorie cinétique des gaz fournit les paramètres nécessaires à la détermination de la résistance interstitielle.

Pour modéliser les résistances de contact entre deux solides en contact, la plupart des auteurs (Nayak, 1971), (Robbe Valloire, 2001), (Salgon et al., 1998), (Salgon et al., 1996) considère une distribution gaussienne des aspérités de surface de solides en contact (figure 2.9).

Lorsque les solides sont mis en contact avec une pression P , les aspérités peuvent subir un écrasement qui se traduit par une diminution de la hauteur initiale des pics et une augmentation des épaisseurs des pics et donc du taux surfacique de contact ξ comme indiqué sur la figure 2.10. Ces évolutions géométriques des aspérités sont souvent décrites par des modèles mécaniques en fonction de la nature du contact (élastique, élastoplastique, plastique, ...) ou par des relations empiriques en fonction de la charge appliquée.

Des modèles de résistance pour les contacts solides-solides ont été proposés dans la litté-

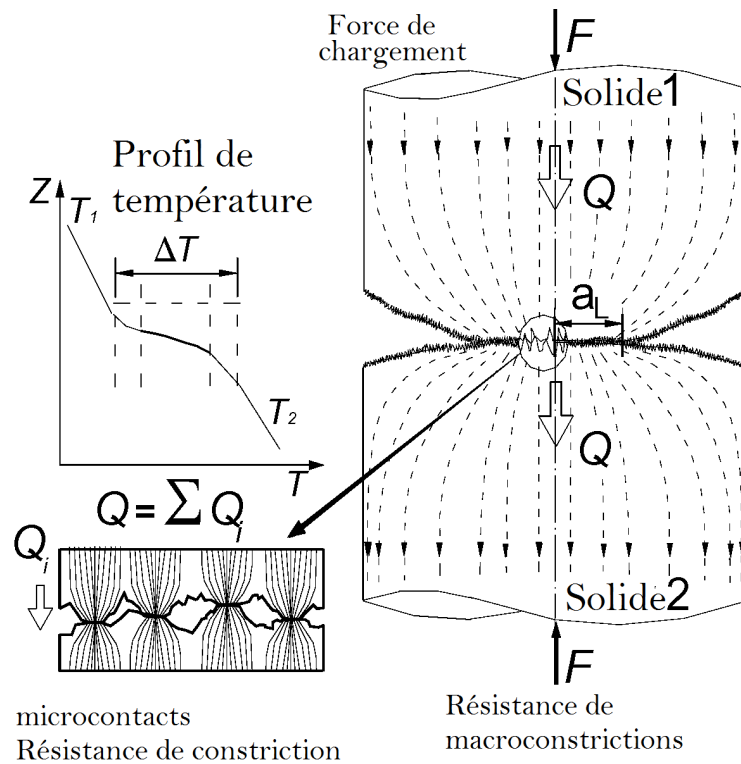


Figure 2.8 – Contact solide-solide

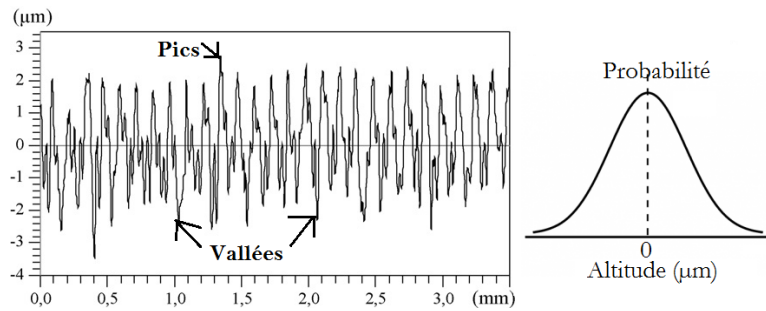


Figure 2.9 – Distribution des pics et des vallées

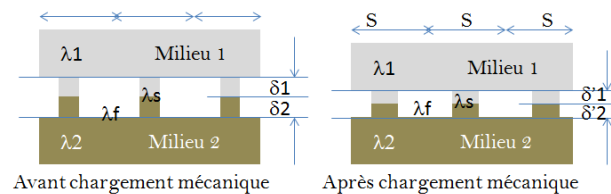


Figure 2.10 – Variation de la hauteur des aspérités

rature. Deux modèles couramment utilisées sont celle de Cooper et al. (1969) (Salgon et al., 1998) et celle de Bardon (1972). Dans ces deux modèles, la résistance thermique de contact

est décomposé en une partie due au fluide interstitiel R_f et une partie R_s .

$$\frac{1}{R_{tc}} = \frac{1}{R_s} + \frac{1}{R_f} \quad (2.24)$$

Le modèle de Cooper et al. (1969) décrit par Salgon et al. (1998) conduit à :

$$\frac{1}{R_{tc}} = \frac{2\lambda_s \xi \sqrt{n}}{(1 - \xi)^2} + (1 - \xi^2) \frac{\lambda_g}{\delta + g_1 + g_2} \quad (2.25)$$

et celle de Bardon (1972) (Bardon, 1988), (A. Degiovanni, 1984), (A. Degiovanni, 1989), (Salgon et al., 1996) donne :

$$R_{tc} = \frac{R_s R_f}{R_s + R_f} = \frac{\delta_1 + \delta_2}{\lambda'_g} \quad (2.26)$$

$$R_{tc} = \frac{R_s R_f}{R_s + R_f} \quad (2.27a)$$

$$R_f = \frac{\delta_1 + \delta_2}{\lambda_g^e} \quad (2.27b)$$

$$R_s = \frac{1}{2\alpha\lambda_s n} (1 - 1.41\xi) + \frac{2\delta}{\pi\alpha^2\lambda_s n} (1 - \xi^2) \quad (2.27c)$$

λ_s est la conductivité harmonique des deux solides en contact et n le nombre de contact par unité de surface (cf. figure 2.6).

2.2.2 Modélisation de la résistance dans un contact solide-liquide

La littérature sur la prédiction de la RTC est dominée par l'étude des contacts solides-solides (Bardon, 1965), (Cooper et al., 1969), (Madhusudana, 1995), (Bourouga et al., 2003), par contre celle portant sur les contacts solides-liquides figure 2.11 est relativement rare et très récente (Hamasaïd et al., 2010), (Hamasaïd et al., 2011).

Cooper et al. (1969) ont montré que la résistance des tubes de flux isothermiques dans un contact solide-solide peut être décrite par l'équation 2.28 (connue sous le nom de modèle CMY Cooper-Mikic-Yovanovich) (M. G. Cooper and Yovanovich, 1968) (Bahrami et al., 2004). Selon Hamasaïd et al. (2011) cette équation 2.28 reste valide dans le cas des contacts solides-liquides si on y rajoute des paramètres supplémentaires tels que la mouillabilité, la

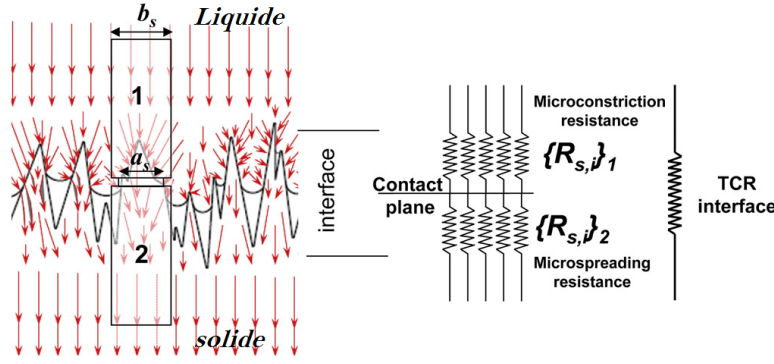


Figure 2.11 – Microcontacts à l'interface solide-liquide

tension superficielle, ...

$$R_{\text{fluxtube1}} + R_{\text{fluxtube2}} = \frac{\psi(\xi = a/b_1)}{4\lambda_1 a_1} + \frac{\psi(\xi = a/b_2)}{4\lambda_2 a_2} = \frac{\psi(\xi = a/b)}{2\lambda_s a_s} = \frac{(1 - \xi)^{1.5}}{2\lambda_s a_s} \quad (2.28)$$

où a_s est le rayon des microcontacts représentés sur la figure 2.11. b_1 et b_2 sont les rayons des tubes de flux dans chacun des deux milieux loin de l'interface tels que représentés sur la figure 2.5. L'équation 2.28 est obtenue en faisant l'hypothèse $b_1 = b_2 = b$.

$$\lambda_s = \frac{2\lambda_1\lambda_2}{\lambda_1 + \lambda_2} \quad (2.29)$$

λ_1, λ_2 sont les conductivités des corps en contact, $\psi(\xi)$ est la résistance due à la dilatation des lignes de flux ("*spreading resistance factor*") qui peut prendre plusieurs formes (Bahrami et al., 2003). Certains auteurs rajoutent une résistance supplémentaire connectée en série avec la résistance de constriction et la résistance de dilatation des lignes de flux (*spreading resistance*). Cette résistance additionnelle est liée à la perturbation dans l'écoulement du flux thermique due à la résistance des aspérités R_h , le long des hauteurs des aspérités.

$$R_h = \frac{2\delta}{\lambda_s} \left(\frac{1}{\pi a_s^2} - \frac{1}{\pi b_s^2} \right) \quad (2.30)$$

Dans cette expression δ vaut :

$$\delta = \frac{\delta_1\lambda_2 + \delta_2\lambda_1}{\lambda_1 + \lambda_2} \quad (2.31)$$

δ_1 et δ_2 étant les hauteurs des aspérités en contact des deux matériaux en contact.

Les expressions précédentes de la résistance sont relatives à un point de contact. En pre-

nant en compte tous les points de microcontact à l'interface, la résistance devient l'association en parallèle des résistances de microcontact.

$$\left(\frac{1}{R}\right)_{1,2} = \frac{1}{A_0} \left(\sum_{i=1}^{N_s} \frac{1}{R_{s,i}} \right)_{1,2} \quad (2.32)$$

Avec : A_0 : est la surface nominale de contact (m^2)

$R_{s,i}$: résistance de constriction et *spreading resistance* (K/W)

R : résistance de contact (m^2K/W)

Les indices 1,et 2 sont relatifs au deux corps 1 et 2 en contact (figure 2.11).

Bien que cette forme brute de la résistance de contact soit largement acceptée pour les contacts solides-solides, les expressions analytiques de détermination de la densité de microcontact n_s et du rayon équivalent r_s des points de microcontacts, conduisent souvent à des résultats divergents à cause des hypothèses sur la topologie des surfaces (aspérités hémisphériques, conique, sphériques,...) de contact, du mécanisme de contact et de nature élastique, élasto-plastique des contacts.

2.2.2.1 Modélisation du profil de surface d'un solide

L'objectif de cette partie est de présenter une méthode analytique qui permet de prédire la RTC lors de la mise en contact d'un liquide avec un solide à partir de la distribution et de la forme des aspérités de surface du solide, mesurables au profilomètre. Pour cela, considérons une surface rugueuse d'un solide dont les sommets des aspérités de la surface sont supposés aléatoires comme représenté sur la figure 2.13(a) et suivant une distribution Gaussienne :

$$\phi(y) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-y^2}{2\sigma^2}\right) \quad (2.33)$$

Ce qui signifie que la valeur moyenne de la distribution est nulle et l'axe $y = 0$ coïncide avec la ligne moyenne comme le montre la figure 2.13(a).

Une fois l'hypothèse de la distribution Gaussienne des aspérités faite, la première étape consiste à relier les paramètres (moyenne $\mu = 0$ et écart-type σ) de cette loi Gaussienne aux paramètres de rugosité mesurables au profilomètre (R_a , R_q , R_{sm}). Partons de la définition algébrique des paramètres de rugosité en l'occurrence R_a , R_q et intégrons sur tout le domaine.

On obtient alors :

$$R_a = \int_{-\infty}^{+\infty} \phi(y)|y|dy = \sqrt{\frac{2}{\pi}}\sigma \quad (2.34a)$$

$$R_q^2 = \int_{-\infty}^{+\infty} \phi(y)y^2dy = \sigma^2 \quad (2.34b)$$

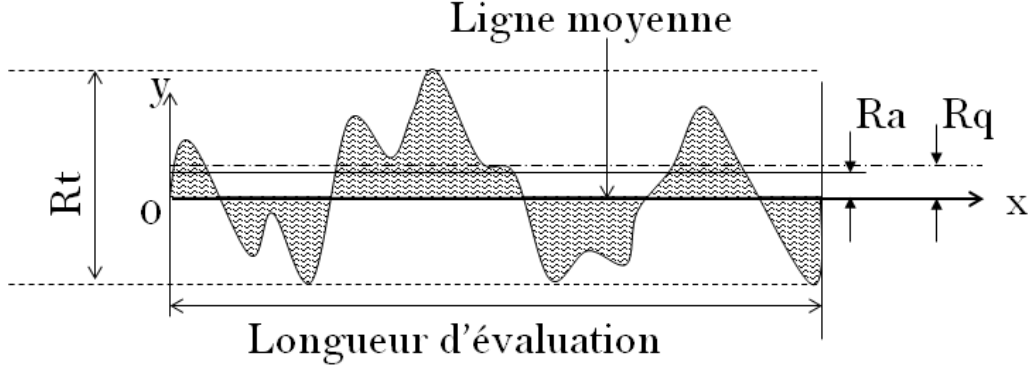
Ces paramètres de rugosité sont définis de la façon suivante :

- R_a (Roughness average) : Profondeur moyenne arithmétique : elle désigne la moyenne arithmétique de tous les écarts du profil de rugosité par rapport à la ligne médiane de longueur de base l_e figure 2.12(a).
- R_q ou RMS : Profondeur moyenne quadratique : elle représente la moyenne quadratique des écarts de profil à l'intérieur de la longueur de base l_e (figure 2.12(a)).
- R_t : Profondeur totale de rugosité : cette valeur correspond à l'intervalle allant du pic le plus élevé jusqu'au creux le plus profond à l'intérieur de la longueur d'évaluation mesurée l_m
- le taux de portance t_p (en %) : représente le pourcentage de surface portante d'un profil coupé à la profondeur p , à partir du pic le plus haut figure 2.12(b) en représentant t_p en fonction de p on obtient la courbe du taux de portance ou courbe d'Abbott-Firestone.

À partir des équations 2.34a et 2.34b, on voit qu'une mesure de R_a ou R_q au profilomètre permet d'accéder à la valeur de σ de la loi Gaussienne. Cette modélisation des aspérités présente quelques avantages : facilité à relier aux paramètres mesurables et prend en compte la distribution des aspérités (pics et vallées) mais pas le profil longitudinal et transversal. De plus la figure 2.13(a) se rapproche le plus du profil réel. Cependant, la ligne moyenne se situant à la position où l'écart quadratique est minimal ($y = 0$), avec les pics pour $y > 0$ et les vallées $y < 0$, il est difficile de définir une épaisseur de lame d'air compréhensible physiquement. C'est pourquoi Hamasaiid et al. (2010) ont proposé de modifier le profil initial afin d'obtenir un profil dans lequel les vallées sont toutes mises à la position $y = 0$ (figure 2.13(c)). Ce qui permet de définir une épaisseur de lame d'air compréhensible physiquement. Dans ce nouveau profil, la densité des aspérités reste identique à celle du profil initial, seules changent les pentes des pics donc les surfaces de base des cônes symbolisant les pics (figure 2.13(c)).

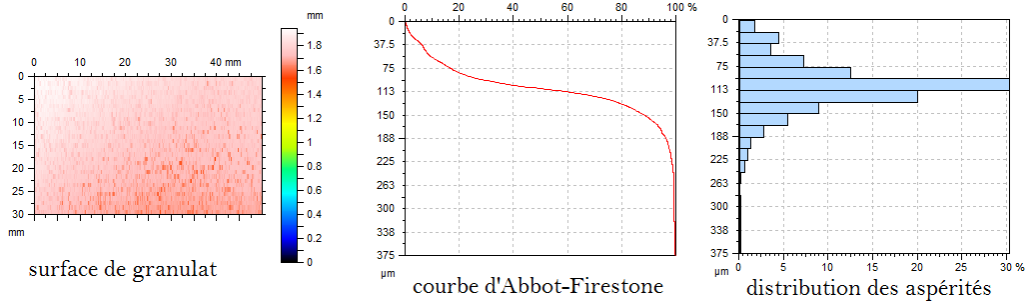
Pour valider ce nouveau profil (figure 2.13(c)) et l'utiliser dans le modèle de prédiction, la courbe d'Abbot-Firestone théorique doit être comparée à la courbe d'Abbot-Firestone expérimentale du profil réel. Plus cet écart est faible, plus le profil modifié est juste.

Dans ce profil, on considère que la distribution des aspérités $\phi_B(y)$ suit la distribution



$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y^2(x_i)} \quad R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y(x_i)|$$

(a) Rugosités moyennes arithmétique R_a et quadratique R_q



(b) Courbe d'Abbott-Firestone

Figure 2.12 – Paramètre de caractérisation de la rugosité de surface

des surfaces de base des pics et des vallées du profil initial décrites par :

$$\phi_B(y) = \frac{2}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-y^2}{2\sigma^2}\right); \forall y \in [0, +\infty] \quad (2.35)$$

L'intérêt de la définition de $\phi_B(y)$ est qu'il s'applique uniquement pour $y > 0$ et qu'il est le double de $\phi(y)$ dans le domaine de validité. Les paramètres mesurables se redéfinissent de la façon suivante :

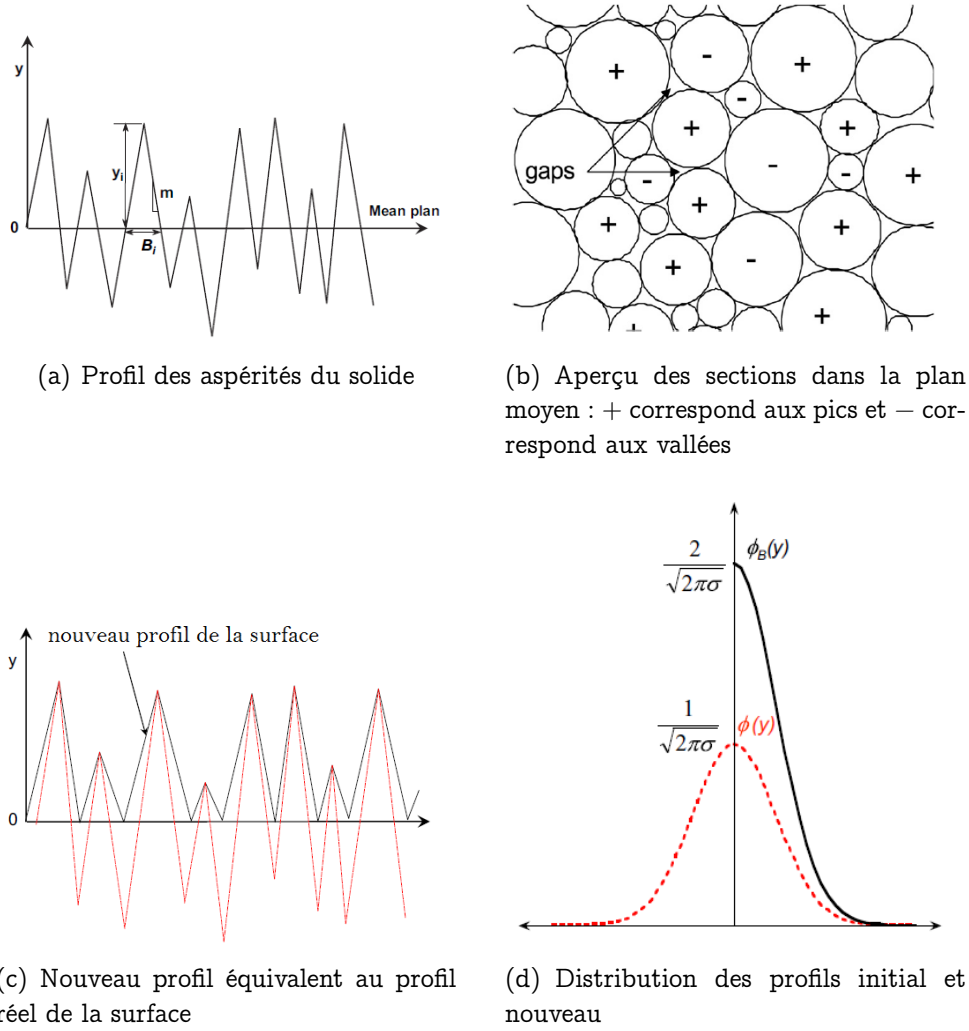


Figure 2.13 – Modélisation du profil de surface du solide

$$\langle y \rangle = \int_0^{+\infty} \phi_B(y) y dy = \int_{-\infty}^{+\infty} \phi(y) |y| dy = R_a \quad (2.36)$$

$$\langle y^2 \rangle = \int_0^{+\infty} \phi_B(y) y^2 dy = \int_{-\infty}^{+\infty} \phi(y) y^2 dy = \sigma^2 \quad (2.37)$$

$$\sigma_B^2 = \int_0^{+\infty} \phi_B(y) (y - R_a)^2 dy = \sigma_B^2 - R_a^2 = \sigma^2 \left(1 - \frac{2}{\pi}\right) \quad (2.38)$$

Après cette transformation du profil des aspérités, le profil du contact liquide-solide normalisé devient celui représenté sur la figure 2.14. L'étape suivante est l'estimation du diamètre moyen B_{mn} de ces aspérités ainsi que leur pente moyenne m_n . Comme la densité des pics est identique à celle du profil initial, B_{mn} est égal l'espace entre pics R_{sm} . Ainsi :

$$B_{mn} = \int_0^{+\infty} \phi_B(y) B(y) dy = 4 \int_0^{+\infty} \phi(y) \frac{y}{m_n} dy = \frac{2R_a}{m_n} = 2\sqrt{\frac{2}{\pi}} \frac{\sigma}{m_n} \quad (2.39)$$

$$m_n = 2\sqrt{\frac{2}{\pi}} \frac{\sigma}{R_{sm}} \quad (2.40)$$

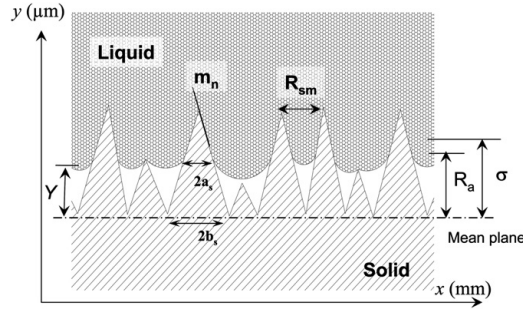


Figure 2.14 – Profil normalisé de l'interface solide-liquide

La surface nominale est définie par :

$$A_0 = \varepsilon N_{pic} \int_0^{+\infty} \phi_B(y) \frac{\pi}{4} \left(\frac{2y}{m_n} \right)^2 dy = \varepsilon N_{pic} \pi \frac{1}{m_n^2} \int_0^{+\infty} \phi_B(y) y^2 dy = \varepsilon N_{pic} \pi \frac{1}{m_n^2} \sigma^2 \quad (2.41)$$

La densité des aspérités est donnée par la relation :

$$n_{pic} = \frac{N_{pic}}{A_0} = \frac{1}{\varepsilon \pi} \left(\frac{m_n}{\sigma} \right)^2 = \frac{8}{\varepsilon \pi^2} \left(\frac{1}{R_{sm}} \right)^2 \quad (2.42)$$

Lorsque le liquide mouille ce profil de surface, il pénètre et mouille les aspérités jusqu'à un niveau Y. Notons que la profondeur des vallées a été prise en compte dans le changement de la pente de m à m_n .

2.2.2.2 Estimation de la densité et des rayons des microcontacts

Par rapport au profil normalisé de l'interface solide-liquide (figure 2.14), les pics dont les hauteurs dépassent Y sont en contact avec la surface du liquide, tandis que les pics plus petits n'ont aucun contact avec le liquide. En d'autres termes, le plan moyen de séparation à Y définit la densité de microcontact et la constriction entre les diamètres projetés des microcontacts ($2a_s$) et les diamètres projetés des cônes de bases ($2b_s$). La densité des microcontacts à la

position Y s'obtient par :

$$n_s = n_{\text{pic}} \int_{y=Y}^{y=+\infty} \phi_B(y) dy = n_{\text{pic}} \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma\sqrt{2}} \right) = \frac{8}{\varepsilon\pi^2} \left(\frac{1}{R_{sm}} \right)^2 \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma\sqrt{2}} \right) \quad (2.43)$$

Le rayon moyen de la surface de contact projetée a_s (voir figure 2.14) pour les pics qui dépassent l'épaisseur de la lame d'air Y peut, de façon similaire être déterminée par la fonction de distribution comme suit :

$$\langle a_s \rangle = \int_{y=Y}^{y=+\infty} \frac{y-Y}{m_n} \phi_B(y) dy = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{R_{sm}}{\sigma} \left(\frac{2\sigma}{\pi\sqrt{2}} \exp \left(-\frac{Y^2}{2\sigma^2} \right) - Y \times \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma\sqrt{2}} \right) \right) \quad (2.44)$$

$$\langle b_s \rangle = \frac{B_m}{2} = \frac{R_{sm}}{2} \quad (2.45)$$

2.2.2.3 Estimation de l'épaisseur équivalente de la lame d'air piégée dans les rugosités

Lorsqu'un liquide mouille une surface solide, l'air entourant les aspérités est piégé dans les rugosités d'interface. Cet air est comprimé dans les microcavités de la surface du solide (supposé non poreux). On suppose qu'un équilibre est atteint entre la pression de l'air comprimé, et la tension superficielle du liquide. L'équation d'état des gaz appliquée à cet air comprimé s'écrit alors :

$$(P_1 \pm P(\gamma)) V_1 = nRT_1 \quad (2.46)$$

+ s'il y a un bon mouillage ; et – si le mouillage est faible.

En écrivant les équations des gaz parfaits juste avant le contact (instant t_0) et juste après le contact (instant t_1), et en supposant que le nombre de moles n soit constant, on peut alors écrire que :

$$\frac{(P_1 \pm P(\gamma)) V_1}{T_1} = nR = \frac{P_0 V_0}{T_0} \quad (2.47)$$

À partir de l'analyse topographique de l'état de surface effectuée précédemment, on peut déterminer les volumes V_0 et V_1 de l'air présent dans les rugosités avant et après le contact.

$$V_0 = \frac{1}{3} \pi \frac{1}{m_n^2} \int_{y=0}^{y=+\infty} \phi_B(y) y^3 dy = \frac{2\pi}{3} \sqrt{\frac{2}{\pi}} \frac{\sigma^3}{m_n^2} \quad (2.48)$$

$$V_1 \approx \frac{1}{3} \pi \frac{Y^3}{m_n^2} \quad (2.49)$$

Ce qui conduit à l'épaisseur Y_0 de lame d'air juste après le contact.

$$Y_0 = \sqrt[3]{2 \frac{P_0}{(P_1 \pm p(\gamma))} \frac{T_1}{T_0}} \times \sqrt[6]{\frac{2}{\pi}} \sigma \quad (2.50)$$

La difficulté majeure réside dans l'estimation du $P(\gamma) = \frac{2\gamma}{\mathfrak{R}}$. Avec γ la tension superficielle du liquide et $\mathfrak{R}$ le rayon de courbure du liquide contenu dans les microcavités.

2.2.2.4 Résistance thermique du contact liquide-solide

Dans beaucoup de modèles développés pour prédire la RTC dans les contacts solide-solide, l'équation 2.28 est souvent utilisée pour caractériser la résistance de constriction. Cette équation peut aussi être utilisée dans le cas du contact solide-liquide compte tenu du fait que la constriction est due aux imperfections de contact. La différence entre les contacts solide-solide et solide-liquide est liée à la fois à la topographie de l'interface et au mécanisme de contact complexe, et non pas à la constriction elle-même.

Pour simplifier la nature complexe des problèmes de RTC, certaines hypothèses sont faites pour développer les modèles prédictifs :

- le liquide et le solide sont isotropes,
- les surfaces solides sont propres,
- les phénomènes de rayonnement et de convection sont négligés,
- les microcontacts sont isothermes.

Ainsi en utilisant la relation de Cooper et al. (1969) pour le facteur de forme, la résistance de constriction des tubes de flux devient :

$$R_s = R_{\text{fluxtube1}} + R_{\text{fluxtube2}} = \frac{\left(1 - \frac{a_s}{b_s}\right)^{1.5}}{2\lambda_s a_s} \quad (2.51)$$

Chaque point de microcontact est associé à une résistance de microconstriction définie par l'équation 2.51. Ce qui signifie que pour une surface de contact donnée, il existe un nombre important de résistance de microconstriction qui sont connectées en parallèle. Le modèle de la distribution des aspérités introduit précédemment (équation 2.35) permet de déterminer

la conductance thermique de contact effective comme suit :

$$h = \left(\frac{1}{R_s} \right)_{1,2} = \frac{1}{A_0} \left(\sum_{i=1}^{N_s} \frac{1}{R_{s,i}} \right)_{1,2} = n_{\text{pic}} \int_{y=Y}^{y=+\infty} \phi_B(y) \frac{1}{R_s(y)} dy \quad (2.52)$$

En combinant les équations 2.51 et 2.52 on obtient :

$$\left(\frac{1}{R_s} \right)_{1,2} = 2\lambda_s n_{\text{pic}} \int_{y=Y}^{y=+\infty} \frac{a_s(y)}{\left(1 - \frac{a_s(y)}{b_s} \right)^{1.5}} \phi_B(y) dy \approx 2\lambda_s n_s \frac{\langle a_s \rangle}{\left(1 - \frac{\langle a_s \rangle}{\langle b_s \rangle} \right)^{1.5}} \quad (2.53)$$

En remplaçant n_s , a_s et b_s par leurs expressions, la conductance thermique à l'interface s'écrit en définitive :

$$h = \left(\frac{1}{R_s} \right)_{1,2} = 2\lambda_s b_s^{1.5} \left(\frac{8}{\varepsilon \pi^2} \left(\frac{1}{R_{sm}} \right)^2 \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma \sqrt{2}} \right) \right) \times \frac{\left(\frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{R_{sm}}{\sigma} \left(\frac{2\sigma}{\pi \sqrt{2}} \exp \left(-\frac{Y^2}{2\sigma^2} \right) - \operatorname{Yerfc} \left(\frac{Y}{\sigma \sqrt{2}} \right) \right) \right)}{\left(\frac{R_{sm}}{2} - \left(\frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{R_{sm}}{\sigma} \left(\frac{2\sigma}{\pi \sqrt{2}} \exp \left(-\frac{Y^2}{2\sigma^2} \right) - \operatorname{Yerfc} \left(\frac{Y}{\sigma \sqrt{2}} \right) \right) \right) \right)^{1.5}} \quad (2.54)$$

Elle dépend de l'épaisseur de la lame d'air Y , des termes géométriques et des conductivités.

2.3 Méthodes d'estimation des résistances thermiques de contact par résolution de problèmes inverses de conduction thermique

2.3.1 Définition d'un problème inverse en transfert thermique

Considérons un système physique (cf. figure 2.15) caractérisé par une variable d'entrée $T(x_0, t)$, une variable de sortie $Y(x, t)$ et une transformation entrée/sortie $F(x, T, \varphi, t)$.

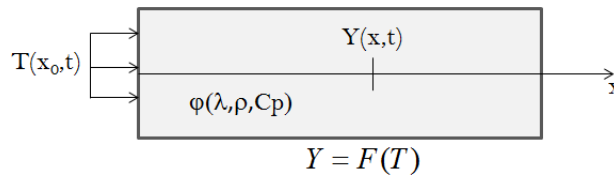


Figure 2.15 – Problème inverse de conduction thermique

$$T(x_0, t) \implies \boxed{F(x, T, \varphi, t)} \implies Y(x, t)$$

où $Y(x, t)$ est la température en un point x quelconque et φ représente les propriétés thermophysiques.

Le problème est dit direct lorsque $T(x_0, t)$ et φ sont connus et que l'on désire déterminer $Y(x, t)$,

Le problème est dit inverse lorsque $Y(x, t)$ et φ sont connus et que l'on cherche à déterminer $T(x_0, t)$

Le problème est dit d'identification paramétrique si l'on veut déterminer φ connaissant $Y(x, t)$ et $T(x_0, t)$.

$$Y = F(T) \tag{2.55}$$

Le problème est dit bien posé au sens d'Hadamard si :

- *pour toutes données admissibles, une solution existe*
- *pour toutes données admissibles, elle est unique*
- *la solution dépend continûment des données.*

Les problèmes inverses sont souvent mal posés mathématiquement parce que :

- F est non inversible, F^{-1} n'existe pas,
- F admet plusieurs inverses ; $\exists G_1, G_2 \mid G_1(F) = G_2(F) = I$,
- le problème est mal conditionné : $\exists \varepsilon > 0 \exists T, T + \alpha \delta T \mid \lim_{\alpha \rightarrow 0} \|F^{-1}(T) - F^{-1}(T + \alpha \delta T)\| > \varepsilon \implies$
instabilité en présence de bruits dans les mesures.

2.3.2 Formulation du problème direct

Considérons le problème de contact entre deux milieux initialement à des températures différentes (figure 2.16). Supposons que le milieu 1 soit du bitume liquide et le milieu 2 un granulat (figure 2.16), tous deux considérés comme des milieux semi-infinis. Pour terminer, supposons que les transferts qui s'opèrent entre les deux milieux soient unidirectionnels.

Soient T_b^{init} et T_g^{init} les températures initiales du bitume et du granulat supposées uniformes. Des thermocouples TC1(t) et TC5(t) constituent les conditions aux limites connues pour la résolution du problème d'estimation de la RTC. TC2(t), TC3(t) et TC4(t) sont les températures relevées par les thermocouples internes qui fournissent des informations supplémentaires. On se propose de déterminer la RTC et son évolution au cours du temps. Le modèle mathématique du problème de conduction thermique que représente la figure 2.16

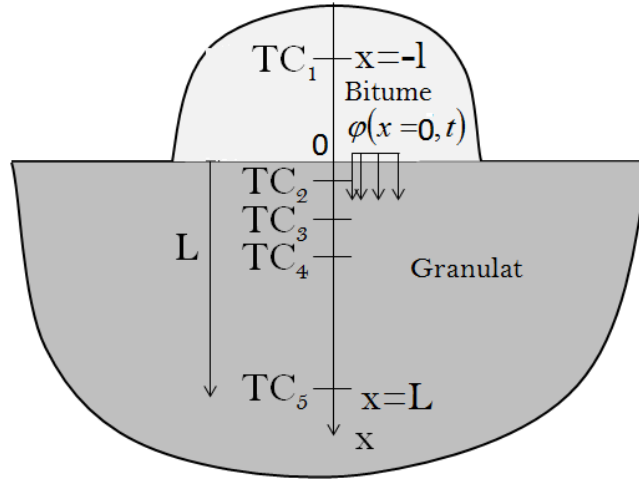


Figure 2.16 – Géométrie des milieux en contact

s'écrit de la façon suivante :

$$\rho_b C_{pb} \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial x} \right) \quad -l < x < 0; \quad 0 < t < t_f \quad (2.56a)$$

$$T_b(-l, t) = TC_1(t) \quad x = -l; \quad 0 < t < t_f \quad (2.56b)$$

$$-\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(0, t)}{\partial x} = \varphi(x = 0, t) \quad x = 0; \quad 0 < t < t_f \quad (2.56c)$$

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(0, t)}{\partial x} = \varphi(x = 0, t) \quad x = 0; \quad 0 < t < t_f \quad (2.56d)$$

$$T_b(x, 0) = T_b^{\text{init}} \quad -l < x < 0 \quad (2.56e)$$

$$\rho_g C_{pg} \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial x} \right) \quad 0 < x < L; \quad 0 < t < t_f \quad (2.56f)$$

$$T_g(L, t) = TC_5(t) \quad x = L; \quad 0 < t < t_f \quad (2.56g)$$

$$T_g(x, 0) = T_g^{\text{init}} \quad t = 0; \quad 0 < x < L \quad (2.56h)$$

Estimation par étape des conditions de contact

Dans les méthodes que nous allons présenter, le problème est décomposé en deux parties distinctes, le solide (g) d'une part et le liquide (b) de l'autre. L'estimation des conditions thermiques de contact se ramène à la détermination successive de $\varphi(x = 0, t)$, $T_g(x = 0, t)$ et finalement $T_b(x = 0, t)$. La mesure directe du flux de chaleur et de la température d'interface coté substrat étant très difficile, on les détermine indirectement par une méthode de conduction thermique inverse, en exploitant les données recueillies par les capteurs implantés dans le substrat (g). La conservation de l'énergie suppose que le flux de chaleur pénétrant dans le substrat n'est autre que celui qui a quitté le liquide.

2.3.3 Formulation du problème inverse de calcul du flux dans le substrat

Le problème de conduction inverse que constitue la zone du granulat de la figure 2.16 avec une condition à la limite en flux imposé à l'interface bitume-granulat $x = 0$ peut être formulé par les équations 2.57a- 2.57d suivantes :

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(0, t)}{\partial x} = \varphi(x = 0, t) \quad x = 0; \quad 0 < t < t_f \quad (2.57a)$$

$$\rho_g C_{p_g} \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial x} \right) \quad 0 < x < L; \quad 0 < t < t_f \quad (2.57b)$$

$$T_g(L, t) = TC_5(t) \quad x = L; \quad 0 < t < t_f \quad (2.57c)$$

$$T_g(x, 0) = T_g^{init} \quad t = 0; \quad 0 < x < L \quad (2.57d)$$

Dans ce problème inverse défini par les équations 2.57a- 2.57d, le flux thermique à l'interface $\varphi(x = 0, t)$ est le paramètre à estimer en utilisant les informations complémentaires (températures mesurées) données par les capteurs installés au sein du substrat. Les températures mesurées par les capteurs situés dans le substrat sont notées $Y(x_i, t)$ ou Y_i^n où i désigne le nombre de points de mesures ($i = 4$). Le principe de résolution consiste à minimiser l'écart quadratique des températures calculées par la résolution du problème direct et les températures mesurées par les capteurs. Soit $J(\varphi(x = 0, t))$ cette fonctionnelle décrivant cet écart quadratique à minimiser :

$$J(\varphi(x = 0, t)) = \sum_{i=1}^M \int_0^{t_f} [Y(x_i, t) - T_g(x_i, t)]^2 dt \quad (2.58)$$

où :

- M : est le nombre de point de mesure
- $Y(x_i, t)$: est la température mesurée au sein du substrat en x_i
- $T_g(x_i, t)$: est la température calculée au sein du substrat en x_i .

Après avoir défini le problème inverse, nous allons présenter un outil mathématique permettant de calculer le gradient de la fonctionnelle J à minimiser. La minimisation de la fonctionnelle J , sous les conditions décrites par les équations 2.57a - 2.57d, est connue sous le nom de minimisation avec contraintes d'égalités. Plusieurs techniques peuvent être développées pour la résolution d'un tel problème. Une des plus utilisées est la méthode des états adjoints qui consiste à minimiser le Lagrangien de la fonctionnelle $J(\varphi(x = 0, t))$ soumise aux conditions décrites par les équations 2.57a - 2.57d (Gelfand and Fomin, 1963), (Jarny

et al., 1991), (Alifanov et al., 1995), (Jarny, 2011), (Loulou, 1995). Cependant, dans notre étude nous avons utilisé deux autres méthodes : la méthode de Beck et celle de Raynaud et Bransier que nous allons développer dans les prochains paragraphes.

2.3.4 Méthode de Beck

La méthode de (Beck et al., 1985), ou méthode de spécification de fonction, est une méthode séquentielle où la densité de flux surfacique inconnue est estimée à chaque pas de temps par la minimisation d'une fonctionnelle basée sur l'écart quadratique entre les températures calculées (fournies par le modèle direct) et les températures mesurées.

2.3.4.1 Détermination du flux et des températures surfaciques

Une fois le flux à l'interface et la température de surface du granulat déterminés, le problème de conduction dans le liquide (b) défini par les équations 2.56a - 2.56c peut être résolu par les méthodes classiques (différences finies,...). Si pour le problème inverse illustré sur la figure 2.16, la distribution de température T^n et de la densité de flux surfacique $\varphi_{x=0}^n$ sont connues au temps $T^n = n.\Delta t$, alors la densité de flux surfacique au pas de temps T^{n+1} est obtenue à partir de la minimisation de la fonction objectif suivante :

$$J(\varphi_{x=0}^{n+1}) = \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1}, \varphi_{x=0}^{n+2}, \dots, \varphi_{x=0}^{n+r})]^2 \quad (2.59)$$

où les Y_j sont les températures mesurées par les thermocouples TC₂ à TC₄ ; les T_j sont les températures calculées, aux mêmes points de mesure où se situent ces thermocouples, par le modèle direct ; r est le nombre de pas de temps de températures futures et m est le nombre de thermocouples ($m = 3$ selon la figure 2.16). L'équation 2.59 peut être simplifiée en supposant que la densité de flux surfacique est constante à chaque pas de temps entre $n + 1$ et $n + r$. Alors cette équation devient :

$$J(\varphi_{x=0}^{n+1}) = \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})]^2 \quad (2.60)$$

Cette équation est minimisée lorsque :

$$\frac{\partial J(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} = -2 \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})] \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} = 0 \quad (2.61)$$

$$S_j^k = \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} \quad (2.62)$$

S_j^k : coefficients de sensibilité qui sont les dérivées partielles premières d'une variable dépendante (température aux points de mesure), par rapport à un paramètre inconnu (flux).

Un développement de Taylor autour de $\varphi_{x=0}^n$ permet d'écrire :

$$T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1}) = T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^n) + \Delta\varphi_{x=0} \times S_j^{*k} \quad (2.63)$$

$$S_j^{*k} = \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^n)}{\partial \varphi_{x=0}^n} \quad (2.64)$$

En supposant que $S_j^k \equiv S_j^{*k}$ et en substituant l'équation 2.63 dans l'équation 2.61 il vient que :

$$\Delta\varphi_{x=0} = \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (2.65)$$

où $\Delta\varphi_{x=0}$ représente la variation de la densité de flux entre les instants t^n et t^{n+1}
la densité de flux à l'instant t^{n+1} est donnée par :

$$\varphi_{x=0}^{n+1} = \varphi_{x=0}^n + \Delta\varphi_{x=0} \quad (2.66)$$

Ce qui peut s'écrire encore sous la forme :

$$\varphi^{n+1} = \varphi^n + \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (2.67)$$

S_j^k : coefficients de sensibilité qui sont les dérivées partielles premières d'une variable dépendante (température aux points de mesure), par rapport à un paramètre inconnu (flux).
 $S_j^k = \frac{\partial T_j^{n+k}}{\partial \varphi}$ ils sont solution de l'équation de sensibilité.

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial S(x, t)}{\partial x} = 1 \quad x = 0; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.68a)$$

$$\rho_g C_{p_g} \frac{\partial S(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_g(T) \frac{\partial S(x, t)}{\partial x} \right) \quad 0 \prec x \prec L; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.68b)$$

$$S(L, t) = 0 \quad x = L; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.68c)$$

$$S(x, 0) = 0 \quad t = 0; \quad 0 \prec x \prec L \quad (2.68d)$$

Une fois la densité de flux déterminée, on détermine la température $T_i^{n+1} = T(x_i, t_{n+1})$ par la relation :

$$T_i^{n+1} = \hat{T}_i^{n+1} + (\varphi^{n+1} - \varphi^n) S_i^1 \quad (2.69)$$

2.3.4.2 Identification de la résistance

Une fois la densité de flux à l'interface et la température de surface du granulat déterminées, le problème de conduction dans le milieu b défini par les équations 2.70a- 2.70c peut être résolu par les méthodes classiques (différences finies,...), ce qui fournit la température de surface du bitume. On en déduit alors la résistance thermique de contact.

$$\rho_b C_{p_b} \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial x} \right) \quad -l \prec x \prec 0; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.70a)$$

$$T_b(0, t) = TC_1(t) \quad x = -l; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.70b)$$

$$-\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(0, t)}{\partial x} = \varphi(x = 0, t) \quad x = 0; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.70c)$$

2.3.5 Méthode de Raynaud et Bransier

2.3.5.1 Détermination du flux et des températures surfaciques

Considérons le problème inverse de conduction thermique 1D entre le bitume et le granulat indiqué sur la figure 2.17. La méthode que nous présentons dans cette partie veut que le problème de conduction soit scindé en deux parties : une partie granulat et une partie bitume.

La méthode de Raynaud et Bransier s'applique dans la partie granulat, considérée comme un milieu soumis à densité de flux transitoire inconnue en $x = 0$, $\varphi(x = 0, t)$. Le transfert de chaleur au sein du milieu est toujours supposé unidirectionnel. Deux thermocouples TC2 et TC5 sont placés dans le milieu à différentes profondeurs de la surface. Pour ce problème, la conductivité thermique $\lambda(T)$ et la chaleur spécifique $C_p(T)$ du milieu varient en fonction de

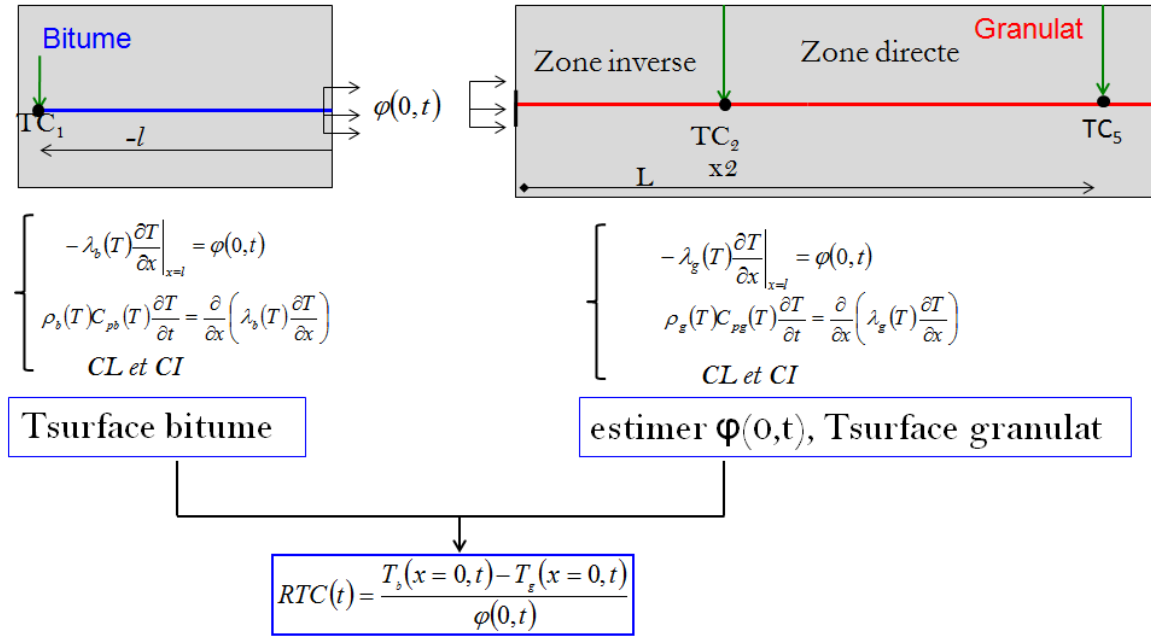


Figure 2.17 – Modèle unidirectionnel de conduction dans le granulat

la température, caractérisant ainsi un problème de conduction inverse non-linéaire.

Selon (Raynaud, 1998) la première étape pour résoudre ce problème inverse de la figure 2.17, est la décomposition du domaine en deux zones : une première zone directe comprise entre TC2 et TC5 où toutes les conditions aux limites sont connues (TC1 et TC5) et une zone inverse entre l'interface et TC2 où s'applique la densité du flux thermique inconnue, $\varphi(x=0, t)$.

Dans la zone directe, le système se résume à un problème classique de conduction de la chaleur avec des températures imposées comme conditions aux limites. Le problème dans cette zone peut être facilement résolu par une méthode numérique (éléments finis, différences finies, méthode du bilan d'énergie dans un volume de contrôle, ...). Le problème décrit par la figure 2.16 peut se formuler comme suit :

$$C^*(T^*) \frac{\partial T^*}{\partial t^*} = \frac{\partial}{\partial x^*} (\lambda^*(T^*) \frac{\partial T^*}{\partial x^*}) \quad 0 < x^* < 1; \quad t^* > 0 \quad (2.71)$$

$$T^*(x^*, 0) = 0 \quad 0 < x^* < 1; \quad t^* = 0 \quad (2.72)$$

$$T^*(x_{TC2}^*, t^*) = Y_m^{n+1} \quad x^* = x_j^*; \quad t^* > 0 \quad (2.73)$$

$$T^*(x_{TC5}^*, t^*) = T^*(1, t^*) = Y_m^{n+1} \quad x^* = 1; \quad t^* > 0 \quad (2.74)$$

$$\varphi^*(0, t^*) = -\lambda^*(T^*(0, t^*)) \frac{\partial T^*}{\partial x^*} \quad \text{inconnu} \quad (2.75)$$

où les Y_m sont les températures mesurées aux points x_j^* par les thermocouples.

Les variables adimensionnelles sont définies comme suit : $x^* = \frac{x}{L}$, $t^* = \frac{a_0 t}{L^2}$, $a_0 = \frac{\lambda(T^0)}{C(T^0)}$, $\lambda^*(T^*) = \frac{\lambda(T)}{\lambda(T^0)}$, $C^*(T^*) = \frac{C(T)}{C(T^0)}$, $T^* = \frac{T-T^0}{\theta}$, $\varphi^* = -\lambda^*(T^*) \frac{\partial T^*}{\partial x^*} = \frac{\varphi L}{\lambda(T^0)\theta}$.

θ est une différence de température nominale prise comme référence et T^0 la température initiale.

Dans la zone inverse, le problème devient inhabituel car il y a une condition au limite $\varphi(x=0, t)$ inconnue. La méthode de Raynaud et Bransier consiste à dire que la température en chaque noeud de la zone inverse est la moyenne arithmétique de deux estimateurs $\hat{T}$ et $\hat{\hat{T}}$. Le premier estimateur est obtenu en faisant un bilan thermique autour du noeud i entre les instants $n+1$ et $n+2$. d'où

$$C^*(\hat{T}_i^{n+3/2}) \Delta x^* \frac{\hat{T}_i^{n+2} - \hat{T}_i^{n+1}}{\Delta t^*} = \hat{q}_{i-1/2}^{n+1} - \hat{q}_{i+1/2}^{n+2} \quad (2.76a)$$

$$C^*(\hat{T}_i^{n+3/2}) \Delta x^* \frac{\hat{T}_i^{n+2} - \hat{T}_i^{n+1}}{\Delta t^*} = -\lambda^*(\hat{T}_{i-1/2}^{n+1}) \frac{\hat{T}_i^{n+1} - \hat{T}_{i-1}^{n+1}}{\Delta x^*} + \lambda^*(\hat{T}_{i+1/2}^{n+2}) \frac{\hat{T}_{i+2}^{n+2} - \hat{T}_i^{n+2}}{\Delta x^*} \quad (2.76b)$$

On peut alors déterminer les valeurs de $\hat{T}_{i-1}^{n+1}$ à partir de l'équation 2.77

$$\hat{T}_{i-1}^{n+1} = \left(\frac{1+\gamma}{\beta} \right) \hat{T}_i^{n+2} + \left(\frac{\beta-1}{\beta} \right) \hat{T}_i^{n+1} - \left(\frac{\gamma}{\beta} \right) \hat{T}_{i+1}^{n+2} \quad (2.77)$$

$$\begin{cases} \beta = \frac{\lambda^*(\hat{T}_{i-1/2}^{n+1})}{C^*(\hat{T}_i^{n+3/2})} M \\ \gamma = \frac{\lambda^*(\hat{T}_{i+1/2}^{n+2})}{C^*(\hat{T}_i^{n+3/2})} M \\ M = \frac{\Delta t^*}{(\Delta x^*)^2} \end{cases}$$

Le second estimateur est obtenu en écrivant le bilan thermique entre l'instant n et l'instant $n+1$ autour du noeud i :

$$C^*(\hat{\hat{T}}_i^{n+1/2}) \Delta x^* \frac{\hat{\hat{T}}_i^{n+1} - \hat{\hat{T}}_i^n}{\Delta t^*} = \hat{\hat{\phi}}_{i-1/2}^{n+1} - \hat{\hat{\phi}}_{i+1/2}^n \quad (2.78a)$$

$$C^*(\hat{\hat{T}}_i^{n+1/2}) \Delta x^* \frac{\hat{\hat{T}}_i^{n+1} - \hat{\hat{T}}_i^n}{\Delta t^*} = -\lambda^*(\hat{\hat{T}}_{i-1/2}^{n+1}) \frac{\hat{\hat{T}}_i^{n+1} - \hat{\hat{T}}_{i-1}^{n+1}}{\Delta x^*} + \lambda^*(\hat{\hat{T}}_{i+1/2}^n) \frac{\hat{\hat{T}}_{i+1}^n - \hat{\hat{T}}_i^n}{\Delta x^*} \quad (2.78b)$$

On peut alors déterminer les valeurs de $\hat{\hat{T}}_{i-1}^{n+1}$ à partir de l'équation 2.79

$$\hat{\hat{T}}_{i-1}^{n+1} = \left(\frac{1+\delta}{\xi} \right) \hat{\hat{T}}_i^{n+1} + \left(\frac{\xi-1}{\xi} \right) \hat{\hat{T}}_i^n - \left(\frac{\xi}{\delta} \right) \hat{\hat{T}}_{i+1}^n \quad (2.79)$$

La température finale est donnée par l'équation 2.80

$$T_i^{n+1} = \frac{\hat{T}_i^{n+1} + \hat{\hat{T}}_i^{n+1}}{2} \quad (2.80)$$

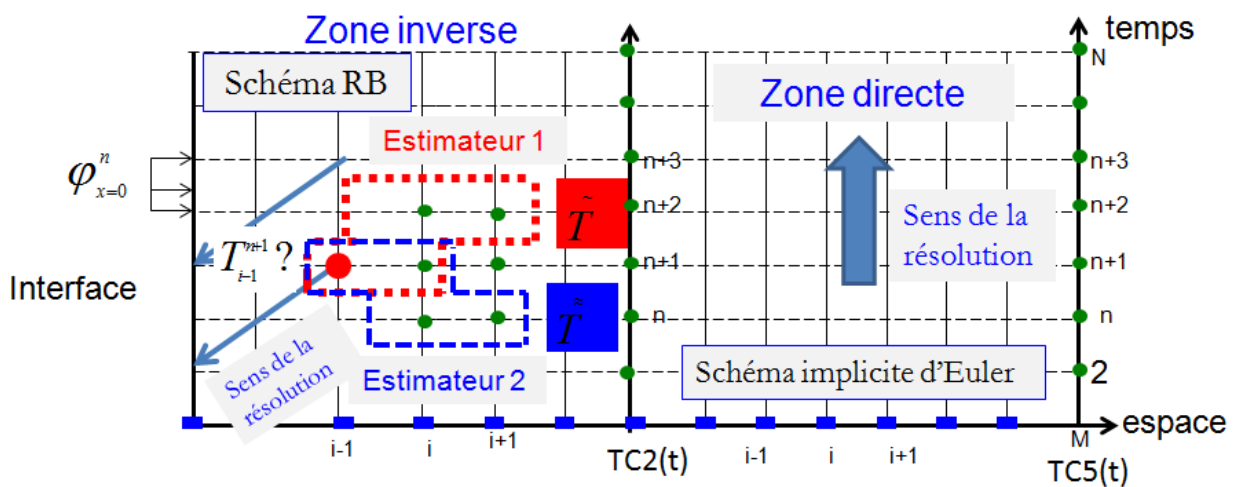


Figure 2.18 – Schéma de discrétisation du problème dans le granulat et molécule de Raynaud et Bransier

Cette démarche permet de calculer les températures dans la zone inverse à partir des températures préalablement calculées dans la zone directe. À partir des températures calculées aux deux premiers noeuds voisins de la surface, le flux surfacique est donnée par l'équation 2.81 :

$$\varphi_1^{n+1} = \lambda^*(T_1^{n+1}) \frac{T_1^{n+1} - T_2^{n+1}}{\Delta x^*} + C^*(T_1^{n+1}) \frac{T_1^{n+1} - T_1^n}{\Delta t^*} \frac{\Delta x^*}{2} \quad (2.81)$$

2.3.5.2 Identification de la résistance

Une fois le flux à l'interface et la température de surface du granulat déterminés, le problème de conduction dans le milieu b défini par les équations 2.82a-2.82c peut être de nouveau résolu par les méthodes classiques (différences finies,...). Ce qui fournit la température de surface du bitume. On en déduit alors la résistance thermique de contact (équation 2.83).

$$\rho_b C_{pb} \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial x} \right) \quad -l \prec x \prec 0; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.82a)$$

$$T_b(-l, t) = TC_1(t) \quad x = -l; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.82b)$$

$$-\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(0, t)}{\partial x} = \varphi(x = 0, t) \quad x = 0; \quad 0 \prec t \prec t_f \quad (2.82c)$$

$$RTC(0, t) = \frac{T_b(x = 0, t) - T_g(x = 0, t)}{\varphi(0, t)} \quad (2.83)$$

2.4 Choix des méthodes

La méthode de Raynaud et Bransier s'applique uniquement aux problèmes 1D. Pour les problèmes monodimensionnels, la méthode de Raynaud et Bransier présente plusieurs avantages et inconvénients :

1) *Temps de calcul faible* : Le temps de calcul de la méthode de Raynaud et Bransier est comparable à celui de la résolution du problème direct (Raynaud, 1998) dans le domaine global.

2) *Bruit de mesure* : Cette méthode filtre naturellement les bruits de mesure dans le calcul du flux, et ceci d'autant plus que le nombre de noeuds dans la zone inverse est important (Raynaud, 1998).

3) *Problème faiblement contraint* : Deux informations de température ou de flux dans la zone inverse sont nécessaires pour la mise en oeuvre de la méthode même si on dispose de plusieurs informations fournies par les capteurs.

4) La méthode diverge pour certaines valeurs du nombre de Fourier (Fo). Il faut donc toujours vérifier le critère de stabilité. Pour un problème linéaire, il faut que $(1 - 1/Fo) > 0$ (Boutonnet, 1998).

La méthode de Beck et la méthode des états adjoints peuvent s'appliquer aux problèmes multidimensionnels. Les avantages et les inconvénients de la méthode de Beck sont essentiellement :

1) La taille des matrices peut être réduite significativement et on détermine directement le paramètre recherché sans calcul intermédiaire comme cela peut être le cas dans la méthode de Raynaud et Bransier. Cependant, le calcul des coefficients de sensibilité dans les cas non

linéaires rajoute une étape supplémentaire et augmente le temps de calcul.

2) Pour un nombre de pas de temps futur en général inférieur à 5, le problème est bien régularisé et stabilisé.

3) Plusieurs informations fournies par les capteurs peuvent être utilisées pour apporter des informations complémentaires lors de la procédure de minimisation de la fonctionnelle J .

Dans la méthode des états adjoints, c'est le choix du critère d'arrêt dans le processus de régularisation qui conditionne la précision des résultats des problèmes inverses (Loulou, 1995). D'un point de vue mathématique, le principal défaut de la méthode des états adjoints est que l'algorithme d'optimisation du gradient ne peut converger que vers un minimum local, ou même un point critique (point où le gradient s'annule). Il faut utiliser les dérivées secondes pour écarter les points critiques qui ne sont pas des minima. Avec une information uniquement locale du premier ordre, il n'est pas possible d'éviter cet inconvénient. Il est contrebalancé par le fait que ces méthodes sont bien formulées du point de vue mathématique, et qu'il en existe des implémentations de qualité. De plus elles donnent des informations sur les intervalles de confiance.

Dans le cadre de ce travail, la méthode de Raynaud et Bransier et la méthode de Beck seront utilisées car le problème inverse envisagé est de géométrie 1D (chapitre 3) et que ces méthodes sont simples et rapides d'utilisation.

Conclusion du chapitre 2

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents types de résistances thermiques (résistance de constriction, et résistance interstitielle). Nous avons ensuite présenté un modèle prédictif ainsi que plusieurs méthodes numériques de détermination de la résistance thermique de contact. Nous avons choisi la méthode de Raynaud et Bransier et celle de Beck pour la suite de notre étude et nous allons tester en détails leurs performances.

Chapitre 3

Résolution de problème inverse de transfert thermique à l'interface bitume-granulat

Ce chapitre possède un double objectif :

- *Présenter deux méthodes inverses de détermination de la résistance thermique de contact en régime transitoire,*
- *Présenter une démarche de validation de ces méthodes inverses dans les cas de problèmes linéaires et non-linéaires*

3.1 Position du problème de contact bitume-granulat

Le but de l'étude est de modéliser le comportement thermique à l'interface entre un échantillon de bitume mis en contact avec un substrat de granulat de minéralogie de type gneiss. Le bitume et le substrat sont initialement chauffés à des températures différentes puis mis en contact brusque afin de simuler les phénomènes thermiques s'opérant au moment de l'enrobage des granulats par le bitume au cours de la fabrication d'enrobé bitumineux. On suppose le granulat et le bitume équipés de thermocouples comme indiqué sur la figure 3.1.

Les données propriétés (conductivités, chaleur spécifique, masse volumique) prises dans le cas de cette étude sont celles du bitume et du gneiss, décrites dans le chapitre 5. Elles sont thermo-dépendantes, ce qui permet de vérifier la capacité du code de calcul à résoudre des problèmes non-linéaires. Seules les conductivités thermiques des matériaux sont constantes au vu des résultats du chapitre 5 (page 121). On suppose les données initiales suivantes :

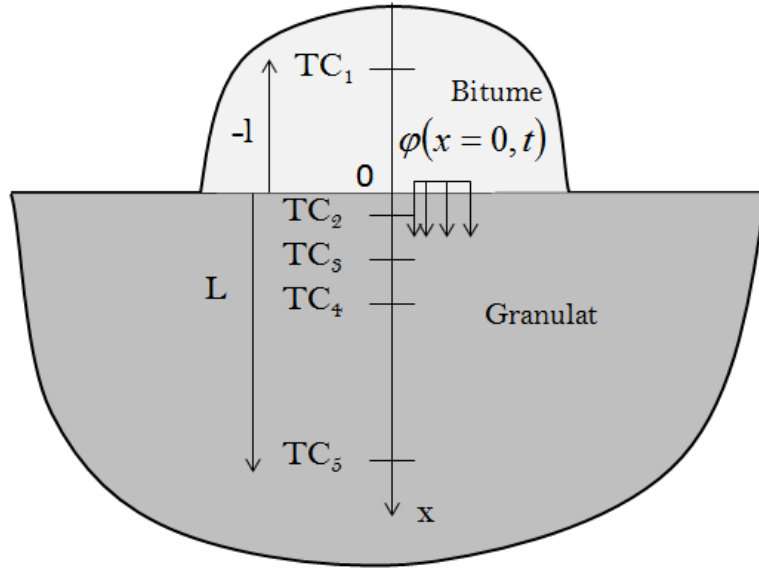


Figure 3.1 – Schéma du contact bitume/granulat (rappel de la figure 2.16)

Température initiale du substrat $T_g^{\text{init}} = 110^\circ\text{C}$; Température initiale du bitume : $T_b^{\text{init}} = 160^\circ\text{C}$; Flux thermique initial à l'interface $\varphi^{\text{init}} = 0$.

3.2 Solution dans le cas linéaire

Tout d'abord, considérons le problème de contact matérialisé sur la figure 3.1 et considérons les deux milieux comme semi-infinis, de propriétés thermophysiques constantes ayant initialement des températures uniformes différentes $T_b^{\text{init}} = 160^\circ\text{C}$ et $T_g^{\text{init}} = 110^\circ\text{C}$. À l'instant initial, on met les deux milieux en contact puis on cherche à déterminer l'évolution de la température au sein des deux milieux. La résolution de ce problème de conduction entre deux milieux semi-infinis en contact repose sur l'utilisation des transformées intégrales de Laplace.

3.2.1 Cas de deux milieux en contact parfait

Dans le cas où le contact entre les deux milieux est supposé parfait, les profils de température dans le granulat et dans le bitume représentés sur la figure 3.2, sont décrits par les équations 3.1a, 3.1b et 3.1c obtenues par la résolution analytique du problème de conduction à l'aide des transformées de Laplace.

$$T_b(x, t) = T_b^{\text{init}} + (T_g^{\text{init}} - T_b^{\text{init}}) \frac{E_g}{E_b + E_g} \operatorname{erfc} \left[\frac{|x|}{2\sqrt{\alpha_b t}} \right] \quad x < 0 \quad (3.1a)$$

$$T_g(x, t) = T_g^{\text{init}} + (T_b^{\text{init}} - T_g^{\text{init}}) \frac{E_b}{E_b + E_g} \operatorname{erfc} \left[\frac{x}{2\sqrt{\alpha_g t}} \right] \quad x > 0 \quad (3.1b)$$

$$T_c(0, t) = \frac{E_b T_b(0, t) + E_g T_g(0, t)}{E_b + E_g} \quad x = 0 \quad (3.1c)$$

où E_b et E_g sont les effusivités thermiques du bitume et du granulat. α_b et α_g désigne les diffusivités thermiques. $T_c(0, t)$ est appelé température du contact parfait.

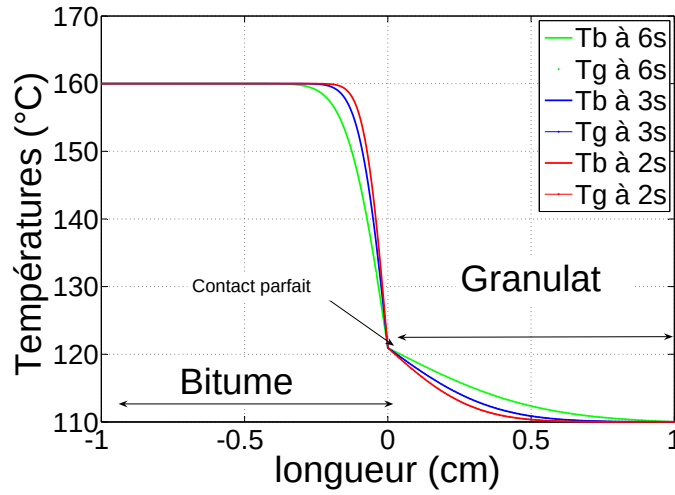


Figure 3.2 – Profils spatiaux des températures dans le cas du contact parfait

La densité de flux qui traverse l'interface peut prendre les deux formulations équivalentes suivantes : équations 3.2a et 3.2b

$$\varphi_1(0, t) = \frac{E_b}{\sqrt{\pi t}} (T_b(0, t) - T_c(0, t)) \quad (3.2a)$$

$$\varphi_2(0, t) = \frac{E_g}{\sqrt{\pi t}} (T_c(0, t) - T_g(0, t)) \quad (3.2b)$$

3.2.2 Cas de deux milieux en contact imparfait

Dans le cas où le contact entre les deux milieux est imparfait, cette imperfection se traduit par l'existence d'une résistance de contact. Supposons que cette résistance soit définie par $R_c = 1/h = 5 \cdot 10^{-4} \text{ Km}^2\text{W}^{-1}$, les profils de températures dans les deux milieux représentés sur la figure 3.3, sont donnés par les équations 3.3a et 3.3b.

$$\frac{T_b(x, t) - T_b^{\text{init}}}{T_g^{\text{init}} - T_b^{\text{init}}} = \frac{E_g}{E_b + E_g} \left(\operatorname{erfc} \left[\frac{|x|}{2\sqrt{a_b t}} \right] - \exp(b_b x + a_b b_b^2 t) \operatorname{erfc} \left[\frac{|x|}{2\sqrt{a_b t}} + b_b \sqrt{a_b t} \right] \right) \quad (3.3a)$$

$$\frac{T_g(x, t) - T_g^{\text{init}}}{T_b^{\text{init}} - T_g^{\text{init}}} = \frac{E_b}{E_b + E_g} \left(\operatorname{erfc} \left[\frac{x}{2\sqrt{a_g t}} \right] - \exp(b_g x + a_g b_g^2 t) \operatorname{erfc} \left[\frac{x}{2\sqrt{a_g t}} + b_g \sqrt{a_g t} \right] \right) \quad (3.3b)$$

$$b_b = \frac{h}{\lambda_b} \left(1 + \frac{E_b}{E_g} \right), \quad b_g = \frac{h}{\lambda_g} \left(1 + \frac{E_g}{E_b} \right),$$

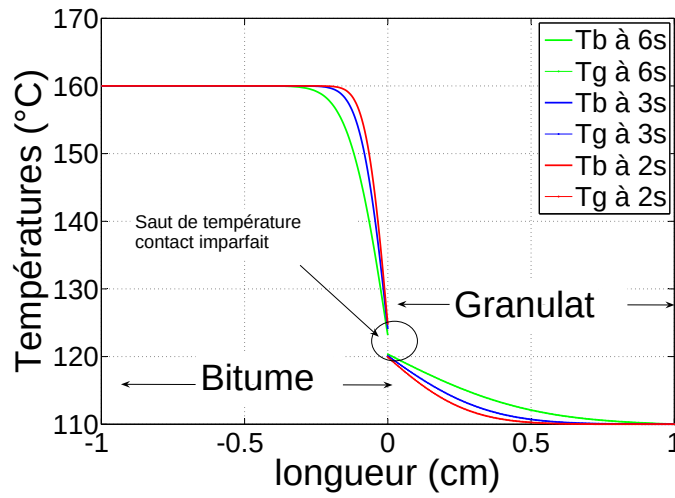


Figure 3.3 – Profils spatiaux des températures dans le cas du contact imparfait

Dans le cas où les propriétés thermophysiques des deux milieux varient avec la température, il n'existe plus de solution analytique et il faut alors recourir à des méthodes numériques inverses pour déterminer les températures et le flux à l'interface.

3.3 Méthode de Raynaud et Bransier

Considérons le problème de conduction 1D de la figure 3.1, il s'agit d'un granulat soumis à une densité de flux transitoire en $x = 0$, $\varphi(x = 0, t)$ et à une température transitoire imposée connue en $x = L$, $T(x=L, t)$. Deux thermocouples $TC_2(t)$ et $TC_5(t)$ sont placés à différentes profondeurs à l'intérieur du granulat afin de suivre l'évolution temporelle de la température, respectivement aux points x_{TC2} et $x_{TC5} = L$. Pour ce problème, considérons que la conductivité thermique $\lambda(T)$, la chaleur spécifique $C_p(T)$ et la masse volumique $\rho(T)$ varient en fonction de la température. On se propose de déterminer la température, le flux et la résistance ther-

mique à l'interface. La méthode de Raynaud et Bransier (Raynaud and Bransier, 1986), pour ce type de problème inverse, consiste à découper le granulat en deux zones : une zone directe ($x_{TC2} \leq x \leq x_{TC5}$) où toutes les conditions aux limites sont connues (c'est-à-dire les valeurs données par les thermocouples $TC_2(t)$ et $TC_5(t)$) et une zone inverse où s'applique la densité de flux thermique $\varphi(x=0, t)$ inconnue conduisant à un problème de conduction thermique mal posé (Boutonnet, 1998) (Cavalcanti, 2006), (Somé et al., 2011).

Dans la zone directe ($x_{TC2} \leq x \leq x_{TC5}$) le système se résume à un problème classique de conduction thermique avec des températures imposées comme conditions aux limites (condition de type Dirichlet $TC_2(t)$ en $x = x_{TC2}$ et $TC_5(t)$ en $x = L$). La solution du problème dans cette zone peut être donnée par une méthode numérique (éléments finis, différence finies, méthode des bilans d'énergie dans un volume de contrôle...) (Bianchi et al., 2004).

3.3.1 Résolution du problème dans la zone directe du granulat

Envisageons de résoudre ce problème par la méthode des bilans thermiques dans un volume de contrôle. Pour cela, on discrétise le domaine $x_{TC2} \leq x \leq x_{TC5}$ en N tranches d'épaisseur Δx_d , chaque tranche contenant un noeud i . Autour du noeud i , la méthode des bilans d'énergie consiste à écrire que la somme des énergies entrants, sortants et la variation interne d'énergie est nulle (figure 3.4). Lorsqu'il n'y a pas de source ni de puits interne de chaleur, la conservation de l'énergie peut se traduire mathématiquement par l'équation 3.4.

$$\rho_i C_{pi} \Delta x_d \frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{\Delta t} = -\varphi_{i+1/2}^{n+1} + \varphi_{i-1/2}^{n+1} \quad (3.4)$$

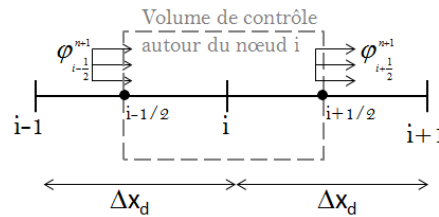


Figure 3.4 – Bilan thermique autour du noeud i

En explicitant le flux, on obtient :

$$\rho_i C_{pi} \Delta x_d \frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{\Delta t} = - \left[-\lambda_{i+1/2}^{n+1} \frac{T_{i+1}^{n+1} - T_i^{n+1}}{\Delta x_d} \right] + \left[-\lambda_{i-1/2}^{n+1} \frac{T_i^{n+1} - T_{i-1}^{n+1}}{\Delta x_d} \right] \quad (3.5)$$

d'où

$$-\frac{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n+1}\Delta t}{\rho_i C_{pi}\Delta x_d^2}T_{i-1}^{n+1} + \left(1 + \frac{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n+1}\Delta t}{\rho_i C_{pi}\Delta x_d^2} + \frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1}\Delta t}{\rho_i C_{pi}\Delta x_d^2}\right)T_i^{n+1} - \frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1}\Delta t}{\rho_i C_{pi}\Delta x_d^2}T_{i+1}^{n+1} = T_i^n \quad (3.6)$$

Dans cette zone directe, nous avons discrétisé le problème à l'aide de schéma aux différences finies implicites. La résolution de ce système tridiagonal (équation 3.6) fournit le champ de température dans le domaine compris entre x_{TC2} et x_{TC5} .

3.3.2 Résolution du problème dans la zone inverse du granulat

3.3.2.1 Premier pas de retour vers la surface

On discrétise le domaine inverse en tranche d'épaisseur Δx_i . Le dernier noeud de cette zone inverse coïncide avec la position du thermocouple TC₂. Pour déterminer la température au noeud $i-1$, on écrit le bilan thermique autour du noeud i (cf. figure 3.5).

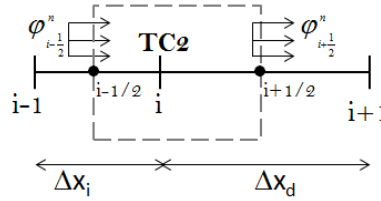


Figure 3.5 – Premier pas de retour vers la surface

$$\rho_i C_{pi} \left(\frac{\Delta x_i + \Delta x_d}{2} \right) \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} = -\varphi_{i+\frac{1}{2}}^n + \varphi_{i-\frac{1}{2}}^n \quad (3.7)$$

On modifie l'équation 3.7 afin d'introduire les température futures. La densité de flux $\varphi_{i+\frac{1}{2}}^n$ est remplacée par sa moyenne arithmétique aux instants $n-1$ et $n+1$. l'équation 3.7 devient alors :

$$\rho_i C_{pi} \left(\frac{\Delta x_i + \Delta x_d}{2} \right) \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} = - \left[\frac{\varphi_{i+\frac{1}{2}}^{n+1} + \varphi_{i+\frac{1}{2}}^{n-1}}{2} \right] + \varphi_{i-\frac{1}{2}}^n \quad (3.8)$$

On effectue ensuite une différence finie centrée autour du point $i + \frac{1}{2}$ et autour du point $i - \frac{1}{2}$. l'équation 3.8 conduit alors à :

$$\rho_i C_{pi} \left(\frac{\Delta x_i + \Delta x_d}{2} \right) \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} = - \left[-\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1} \frac{T_{i+1}^{n+1} - T_i^{n+1}}{\Delta x_d} + \lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n-1} \frac{T_{i+1}^{n-1} - T_i^{n-1}}{\Delta x_d} \right] \quad (3.9a)$$

$$- \lambda_{i-\frac{1}{2}}^n \frac{T_i^n - T_{i-1}^n}{\Delta x_i} \quad (3.9b)$$

Les conductivités thermiques $\lambda_{i-\frac{1}{2}}$ et $\lambda_{i+\frac{1}{2}}$ correspondent respectivement aux conductivités thermiques calculées aux températures $\frac{T_{i-1} + T_i}{2}$ et $\frac{T_{i+1} + T_i}{2}$. Le développement de l'équation 3.9 fournit la température du premier noeud inverse.

$$T_{i-1}^n = \frac{\Delta x_i}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n+1}} \left[\rho_i C_{pi} \left(\frac{\Delta x_i + \Delta x_d}{2} \right) \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} \right] - \frac{1}{2} \left[\frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1}}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^n} \frac{\Delta x_i}{\Delta x_d} \right] (T_{i+1}^{n+1} + T_i^{n+1}) - \frac{1}{2} \left[\frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n-1}}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^n} \frac{\Delta x_i}{\Delta x_d} \right] (T_{i+1}^{n-1} + T_i^{n-1}) \quad (3.10)$$

3.3.2.2 Température de surface du granulat et densité de flux surfacique

Dans la zone inverse ($0 \leq x \leq x_{TC2}$) on procède de la même façon que précédemment. Le bilan thermique autour d'un noeud i quelconque du domaine inverse s'écrit :

$$\rho_i C_{pi} \Delta x_i \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} = -\varphi_{i+\frac{1}{2}}^n + \varphi_{i-\frac{1}{2}}^n \quad (3.11)$$

En introduisant la température future, l'équation 3.11 devient :

$$\rho_i C_{pi} \Delta x_i \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} = - \left[\frac{\varphi_{i+\frac{1}{2}}^{n+1} + \varphi_{i+\frac{1}{2}}^{n-1}}{2} \right] + \varphi_{i-\frac{1}{2}}^n \quad (3.12a)$$

$$\rho_i C_{pi} \Delta x_i \frac{T_i^{n+1} - T_i^{n-1}}{2\Delta t} = - \left[-\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1} \frac{T_{i+1}^{n+1} - T_i^{n+1}}{\Delta x_i} + \lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n-1} \frac{T_{i+1}^{n-1} - T_i^{n-1}}{\Delta x_i} \right] - \lambda_{i-\frac{1}{2}}^n \frac{T_i^n - T_{i-1}^n}{\Delta x_i} \quad (3.12b)$$

Ce qui permet de déterminer la température au noeud $i - 1$

$$T_{i-1}^n = T_i^n + \frac{1}{2} \left[\frac{\rho_i C_{pi} \Delta x_i^2}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n+1} \Delta t} + \frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1}}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n+1}} \right] T_{i+1}^{n+1} + \frac{1}{2} \left[-\frac{\rho_i C_{pi} \Delta x_i^2}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n-1} \Delta t} + \frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1}}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n-1}} \right] T_i^{n-1} - \frac{1}{2} \frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n+1}}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n+1}} T_{i+1}^{n+1} - \frac{1}{2} \frac{\lambda_{i+\frac{1}{2}}^{n-1}}{\lambda_{i-\frac{1}{2}}^{n-1}} T_{i+1}^{n-1} \quad (3.13)$$

Pour la détermination du flux surfacique, on écrira simplement le bilan thermique dans la demi-maille adjacente indiquée sur la figure 3.6. On effectue une discrétisation en $n \cdot \Delta t$ et $(n - 1)\Delta t$ du problème thermique. Ce qui fournit :

$$\rho_1 C_{p1} \frac{\Delta x_i}{2} \frac{T_1^n - T_1^{n-1}}{\Delta t} = \varphi(x=0)^n - \varphi_{1+\frac{1}{2}}^n \quad (3.14)$$

ou encore :

$$\varphi(x=0)^n = \rho_1 C_{p1} \frac{\Delta x_i}{2} \left[\frac{T_1^n - T_1^{n-1}}{\Delta t} \right] - \lambda_{1+\frac{1}{2}}^n \left[\frac{T_1^n - T_1^{n-1}}{\Delta x_i} \right] \quad (3.15)$$

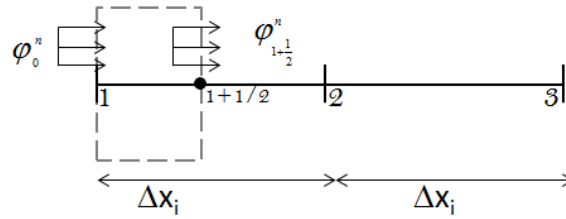


Figure 3.6 – Noeuds surfaciques

3.3.3 Température de surface du bitume et résistance thermique de contact

Après avoir déterminé la température de surface du granulat (T_{gs}) et la densité de flux, la dernière étape consiste à déterminer la température de surface du bitume. La conservation de l'énergie implique que le flux entrant dans le granulat est le même que celui sortant du bitume. À partir des données de température fournies par le thermocouples TC_1 au fond du bitume et du flux obtenu précédemment, on résout le problème de conduction dans le bitume par un schéma implicite d'Euler.

Une fois la température de surface du bitume obtenue (T_{bs}), on déduit la résistance thermique de contact.

$$RTC(t) = \frac{T_{bs}(t) - T_{gs}(t)}{\varphi(0, t)} \quad (3.16)$$

3.3.4 Validation de la méthode de Raynaud et Bransier (RB)

Pour valider la méthode, on impose une RTC entre le bitume et le granulat en contact puis on résout le problème global de conduction par schéma implicite entre TC_2 et TC_5 . Nous obtenons alors les températures en tout point du domaine $x_{TC2} \leq x \leq x_{TC5}$, en particulier

Résolution de problème inverse de transfert thermique

aux points x_{TC2} et x_{TC4} . Ensuite, on utilise les températures obtenues aux points x_{TC2} et x_{TC4} comme des données d'entrée du problème inverse puis nous résolvons le problème inverse pour déterminer à nouveau la RTC appelée " valeur cible ". La méthodologie utilisée est la suivante :

1. Nous imposons une résistance de contact RTC égale à $5 \times 10^{-4} \text{ Km}^2/\text{W}$ entre le bitume et le granulat et nous déterminons le champ de température dans le granulat et dans le bitume par résolution du problème global. Une solution analytique du problème peut être déterminée dans le cas d'un problème linéaire.
2. Supposons maintenant que les températures aux points x_{TC2} et x_{TC5} soient celles données par les thermocouples TC_2 et TC_5 . On utilise ces températures comme des données du problème inverse. De plus, pour simuler les bruits de mesures, nous générons un bruit blanc de l'ordre de 0.05 K sur les valeurs de température des thermocouples TC_2 et TC_5 . Nous obtenons alors des résultats bruités $Y_i = T_i \pm 0.05 \times R_n$ où R_n désigne un bruit blanc d'amplitude ± 1 . On peut alors déterminer la température dans le domaine compris entre x_{TC2} et x_{TC5} , à l'aide d'un schéma implicite.
3. À partir de la température TC_2 mesurée en x_{TC2} et des températures obtenues dans le domaine compris entre x_{TC2} et x_{TC5} , la méthode de Raynaud et Bransier permet de déterminer la température et le flux à l'interface.
4. À partir du flux surfacique et de la température TC_1 en $x = 0 \text{ mm}$, on détermine la température du bitume à l'interface.
5. Lorsque les températures et le flux à l'interface sont connus, on détermine de nouveau la RTC. À cette étape si la démarche est bien mise en oeuvre on doit retrouver au bout de quelques instants la valeur de la RTC " cible " quel que soit le cas, linéaire ou non-linéaire. Ce temps est associé à la méthode de Raynaud Bransier (peu précise pour les premiers pas de temps). Lorsque les températures TC_2 et TC_4 sont bruitées, la RTC calculée l'est également à cause de la combinaison du bruit provenant à la fois des températures surfaciques et du flux. La RTC calculée oscille néanmoins autour de la valeur " cible ". Pour améliorer la méthode de détermination de la RTC, on peut moyenner les valeurs obtenues sur un nombre de pas de temps donné (*méthode de l'horizon glissant*).

3.3.4.1 Validation dans le cas linéaire

Dans le cas linéaire, en considérant le bitume et le granulat comme des milieux semi-infini en contact, le problème de conduction dans la partie 3.1 admet une solution analytique permettant de valider notre démarche. On impose une RTC " cible " égale à $5 \times 10^{-4} \text{ Km}^2/\text{W}$ entre le bitume et le granulat en contact et on résout le problème direct ($T_b^{\text{init}} = 160^\circ\text{C}$, $T_g^{\text{init}} = 110^\circ\text{C}$). La figure 3.7 présente l'évolution spatiale des températures dans le granulat et le bitume en fonction du temps.

Données de la simulation

$$TC_1 = 160^\circ\text{C}$$

$$TC_5 = 110^\circ\text{C}$$

$$x_{TC1} = -1 \text{ cm}$$

$$x_{TC5} = 1 \text{ cm}$$

$$RTC = 5 \times 10^{-4} \text{ Km}^2\text{W}^{-1}$$

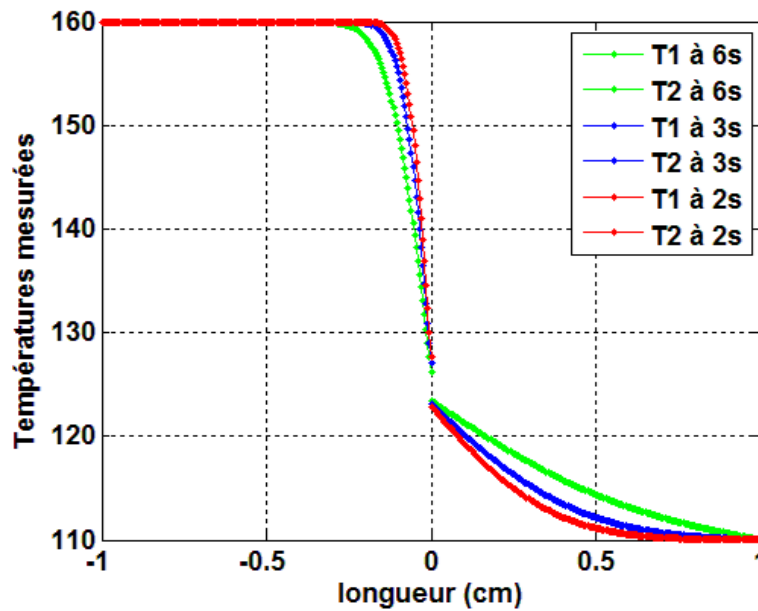
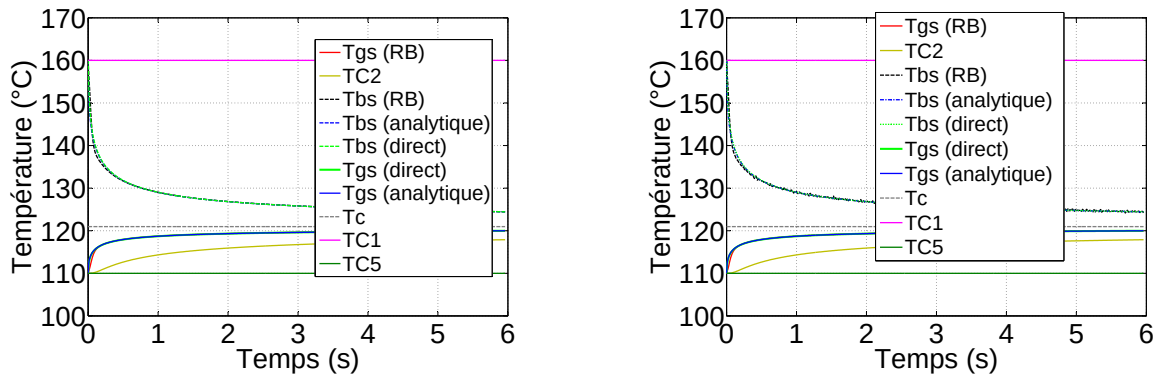


Figure 3.7 – Profils spatiaux des températures issues d'expérience numérique

À partir de ces données obtenues par la résolution du problème direct, on peut, par méthode inverse, déterminer l'évolution des températures du bitume et du granulat à l'interface et aux points x_{TC2} et x_{TC5} en fonction du temps. La figure 3.8 présente l'évolution de la température du bitume et du flux thermique à l'interface en fonction du temps pour la méthode

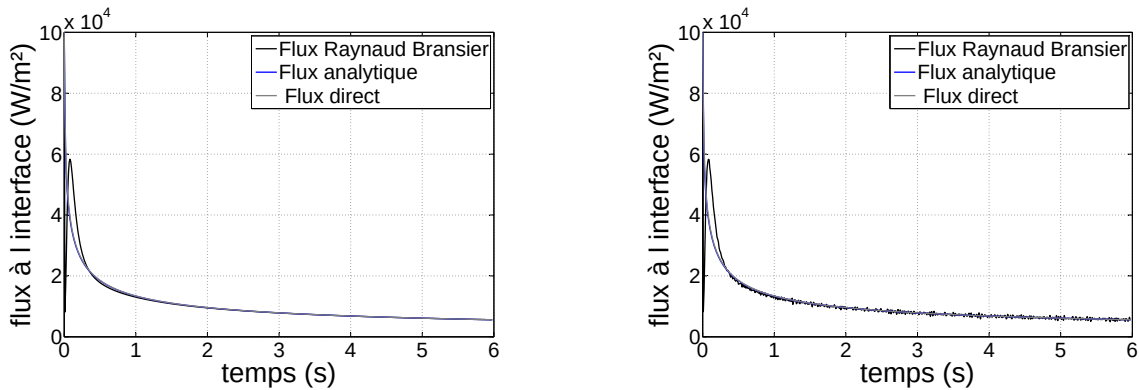
de Raynaud et Bransier. Les résultats obtenus à partir de méthodes de résolution analytiques et numériques (méthode globale et Raynaud et Bransier) ne montrent pas de différence significative. Une fois les températures et flux à l'interface obtenus (figure 3.9), il est possible d'en déduire la RTC associée. La figure 3.10 présente l'évolution de la RTC en fonction du temps pour des températures non bruitées et bruitées. On voit que la RTC calculée converge vers la valeur cible $5 \times 10^{-4} \text{ Km}^2/\text{W}$.



(a) Profils de température : cas de températures non bruitées

(b) Profils de température : cas de températures bruitées

Figure 3.8 – Validation de la méthode RB, profils de températures : cas linéaire



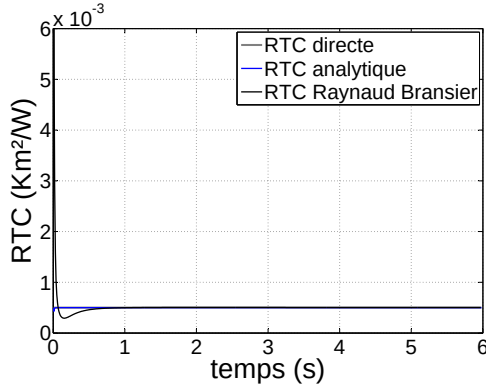
(a) Évolution du flux : cas de températures non bruitées

(b) Évolution du flux : cas de températures bruitées

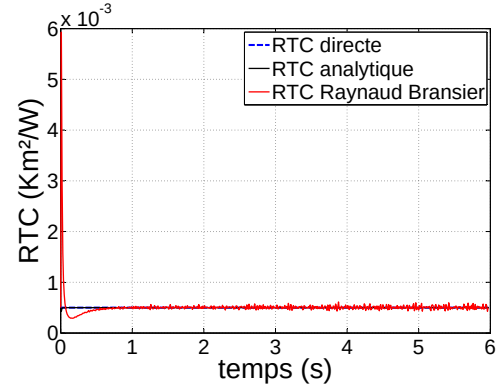
Figure 3.9 – Validation de la méthode RB, profils des densités de flux : cas linéaire

3.3.4.2 Validation dans le cas non-linéaire

Dans le cas non linéaire, on prend en compte la thermo-dépendance des propriétés thermophysiques des matériaux. Les températures, le flux et la RTC sont alors calculés de façon



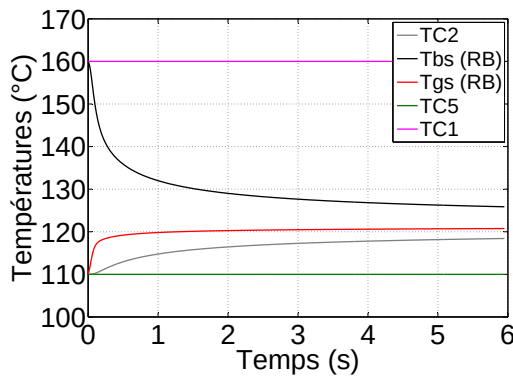
(a) Évolution de la résistance : cas de températures non bruitées



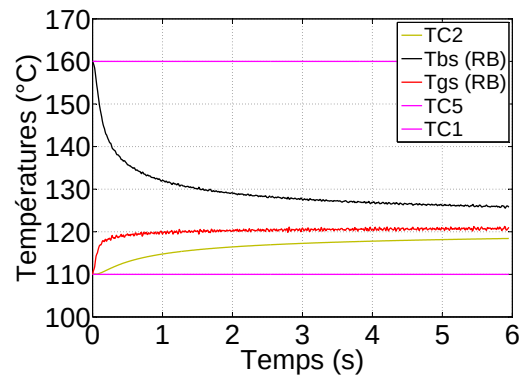
(b) Évolution de la résistance : cas de températures bruitées

Figure 3.10 – Validation de la méthode de RB, profils de RTC cas linéaire

itérative. La résolution du problème dans le cas non linéaire est indispensable pour l'étude du collage de liants bitumineux qui présente un comportement thermosusceptible sur des granulats chauffés à des températures comprises entre 110 °C et 150 °C. Comme dans le cas linéaire, les figures 3.11, 3.12 et 3.13 présentent les évolutions des températures calculées, du flux et de la résistance en fonction du temps avec les résultats correspondant aux températures bruitées.



(a) Profils de température : cas de températures non bruitées

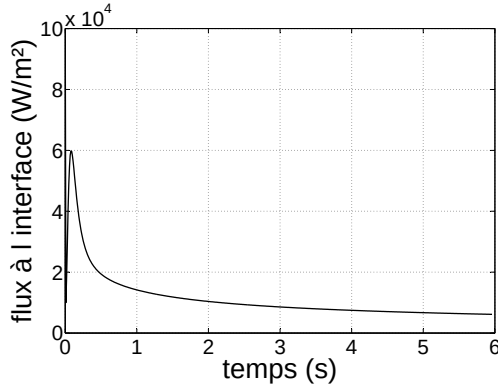


(b) Profils de température : cas de températures bruitées

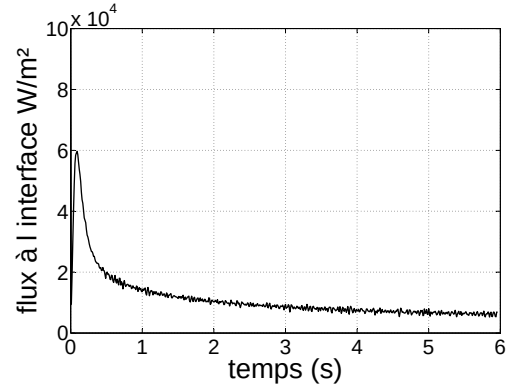
Figure 3.11 – Validation de la méthode de RB, profils de températures : cas non-linéaire

3.4 Méthode de Beck

Une solution pour la résolution des IHCP (Inverse Heat Conduction Problem) consiste à supposer que le flux surfacique (ou résistance thermique) est décrit par une fonctionnelle

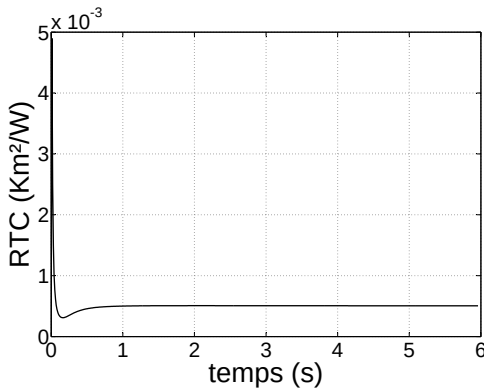


(a) Évolution du flux : cas de températures non bruitées

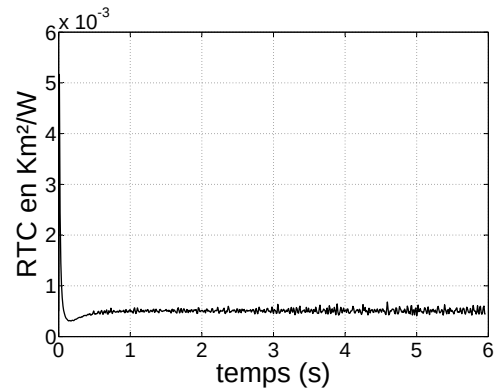


(b) Évolution du flux : cas de températures bruitées

Figure 3.12 – Validation de la méthode de RB, profils des densités de flux : cas non-linéaire



(a) Évolution de la résistance : cas de températures non bruitées



(b) Évolution de la résistance : cas de températures bruitées

Figure 3.13 – Validation de la méthode de RB, profils de RTC : cas non-linéaire

dépendant du temps. Cette technique est appelée la méthode de spécification de fonction. La fonction peut être une succession de segments constants, ou d'autres formes, paraboliques, exponentielles, cubiques ...

D'autres variantes de cette méthode sont :

- (1) l'estimation simultanée de tous les paramètres dans tout l'intervalle de temps et
- (2) l'estimation séquentielle des paramètres.

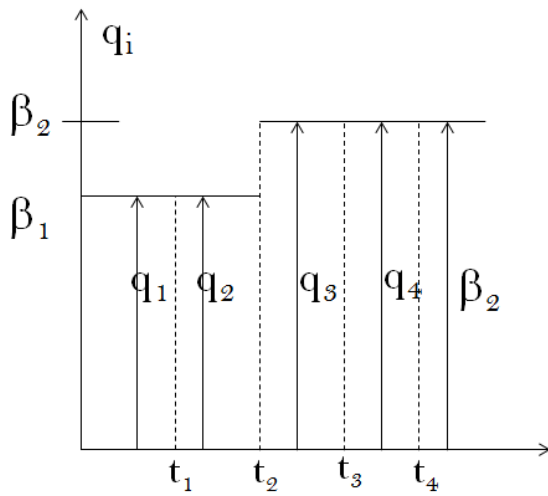
Dans la première variante appelée *estimation sur tout le domaine temporel*, on fait intervenir *en un seul bloc* toutes les mesures et toutes les excitations de l'instant initial à l'instant final. Cette approche présente deux inconvénients lorsque l'horizon temporel devient grand ;

- la taille de la matrice S d'inversion devient énorme ($x = S^{-1}y$, y vecteur de mesures bruitées,

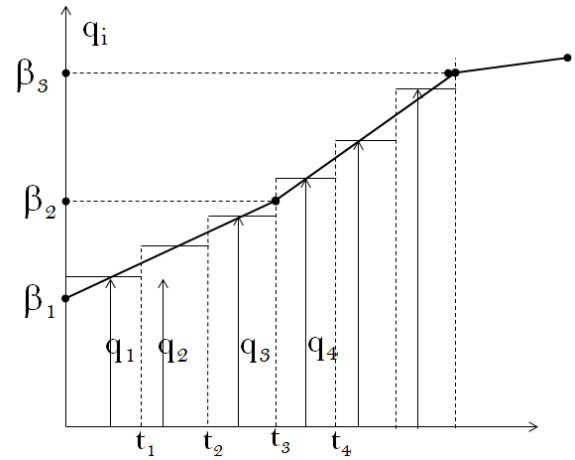
x : vecteur des paramètres à estimer) ;

- l'influence d'une composante de x à l'instant t_i peut devenir nulle pour l'observation y à l'instant t_k lorsque $k \geq i$. On manipule alors une matrice S comprenant beaucoup de zéros. Pour alléger la formulation, on peut adopter une formulation séquentielle.

Dans la *méthode séquentielle*, les segments sont déterminés les uns après les autres à partir de l'instant initial jusqu'à l'instant final (figure 3.14). D'après les travaux de (Beck et al., 1985), la *méthode séquentielle* est plus efficace que la méthode d'*inversion sur tout le domaine temporel* pour les IHCP.



(a) Spécification de fonction de $q(t)$ avec $q_1=q_2=\beta_1$ et $q_3=q_4=\beta_2$



(b) Spécification de fonction de $q(t)$ avec $q(t)$ fonction linéaire sur chaque 3 pas de temps

Figure 3.14 – Méthode Séquentielle : Approximation constante ou linéaire par morceau du flux

3.4.1 Méthode d'identification de la résistance à partir du flux surfacique

3.4.1.1 Démarche d'identification du flux thermique

On se propose dans ce paragraphe de déterminer le flux surfacique résultant de la mise en contact du bitume et du granulat à partir de la méthode séquentielle de (Beck et al., 1985). La méthode séquentielle est basée sur le concept de spécification de fonction et de pas de temps futur. Le problème en flux est formulé comme suit :

Trouver $\varphi(0, t)$ et $T(0, t)$ tels que :

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(0, t)}{\partial x} = \varphi(x=0, t) \quad x=0; \quad 0 < t < t_f \quad (3.17a)$$

$$\rho_g C_{p_g} \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial x} \right) \quad 0 < x < L; \quad 0 < t < t_f \quad (3.17b)$$

$$T_g(L, t) = TC_5(t) \quad x=L; \quad 0 < t < t_f \quad (3.17c)$$

$$T_g(x, 0) = T_g^{\text{init}} \quad t=0; \quad 0 < x < L \quad (3.17d)$$

Pour la mise en oeuvre de la méthode séquentielle le domaine $0 < x < L$ est équipé de trois thermocouples supplémentaires (TC_2, TC_3, TC_4) placés à ($X_{TC2}, X_{TC3}, X_{TC4}$) fournissant des températures ($Y_2(t), Y_3(t), Y_4(t)$) additionnelles (cf. figure 3.1). La condition à la limite de type Dirichlet est fournie par le thermocouple TC_5 .

À l'instant t_n on suppose connus :

- le champ de température au temps t_n , $T_i^n = T(x_i, t_n)$ pour $i = 1, 2, \dots$, jusqu'au dernier noeud d'espace
- la densité de flux φ^n
- les relevés de température $Y_1^k, Y_2^k, Y_3^k, Y_4^k$, pour $k = 1, \dots, r$ où r désigne le nombre de pas de temps futurs.

Pour déterminer le flux φ^{n+1} à l'instant $n+1$, on se propose de minimiser la fonctionnelle suivante :

$$J(\varphi_{x=0}^{n+1}) = \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1}, \varphi_{x=0}^{n+2}, \dots, \varphi_{x=0}^{n+r})]^2 \quad (3.18)$$

L'équation 3.27 peut être simplifiée en supposant que la densité de flux surfacique est constante à chaque pas de temps entre $n+1$ et $n+r$. Alors cette équation devient :

$$J(\varphi_{x=0}^{n+1}) = \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})]^2 \quad (3.19)$$

Cette équation est minimisée lorsque :

$$\frac{\partial J(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} = -2 \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})] \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} \quad (3.20)$$

$$S_j^k = \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} \quad (3.21)$$

S_j^k : coefficients de sensibilité qui sont les dérivées partielles premières d'une variable dépendante (température aux points de mesure), par rapport à un paramètre inconnu (flux).

Un développement de Taylor autour de $\varphi_{x=0}^n$ permet d'écrire :

$$T_j^{n+1}(\varphi_{x=0}^{n+1}) = T_j^{n+1}(\varphi_{x=0}^n) + \Delta\varphi_{x=0} \times S_{*j}^k \quad (3.22)$$

$$S_{*j}^k = \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^n)}{\partial \varphi_{x=0}^n} \quad (3.23)$$

En supposant que $S_j^k \equiv S_{*j}^k$ et en substituant l'équation 3.22 dans l'équation 3.20, il vient que :

$$\Delta\varphi_{x=0} = \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (3.24)$$

où $\Delta\varphi_{x=0}$ représente la variation de la densité de flux entre les instants t^n et t^{n+1}
la densité de flux à l'instant t^{n+1} est donnée par :

$$\varphi_{x=0}^{n+1} = \varphi_{x=0}^n + \Delta\varphi_{x=0} \quad (3.25)$$

Comme le problème est non linéaire compte tenu de la dépendance des propriétés thermophysiques à la température, le flux φ^{n+1} à l'instant est déterminé par itération en supposant connu φ^n . Soit p le paramètre d'itération. L'équation 3.25 s'écrit alors :

$$\varphi_{x=0}^{n+1,p} = \varphi_{x=0}^{n+1,p-1} + \Delta\varphi_{x=0}^p \quad (3.26)$$

Ce qui permet d'écrire φ^{n+1} sous la forme :

$$\varphi^{n+1} = \varphi^n + \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (3.27)$$

S_j^k : coefficients de sensibilité qui sont les dérivées partielles premières d'une variable dépendante (température aux points de mesure), par rapport à un paramètre inconnu (flux).
Les $S_j^k = \frac{\partial T_j^{n+k}}{\partial \varphi}$ sont solutions de l'équation de sensibilité formulée comme suit :

Trouver S_j^k tel que :

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial S_g(0, t)}{\partial x} = 1 \quad x = 0; \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.28a)$$

$$\rho_g C_{pg} \frac{\partial S_g(x, t)}{\partial t} = \lambda_g \left(\frac{\partial^2 S_g(x, t)}{\partial x^2} \right) \quad 0 \prec x \prec L; \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.28b)$$

$$S(x, 0) = 0 \quad 0 \prec x \prec L \quad (3.28c)$$

$$S(L, t) = 0 \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.28d)$$

NB : Les résultats de détermination des conductivités thermiques dans le chapitre 5 (page 121), montrent λ_b et λ_g sont constantes.

T_j^{n+k} : température calculée à l'emplacement des capteurs par la résolution du problème direct dans l'intervalle de temps $[t_n, t_{n+r}]$. Cette résolution est effectuée en spécifiant a priori l'évolution du flux sur cet intervalle. En pratique, on considère un flux constant dans cet intervalle comme défini dans la méthode de spécification de fonction ci-dessus.

Une fois le flux déterminé, on en déduit la température $T_i^{n+1} = T(x_i, t_{n+1})$ par la relation :

$$T_i^{n+1} = \hat{T}_i^{n+1} + (\varphi^{n+1} - \varphi^n) S_i^1 \quad (3.29)$$

$i = 1, \dots, 4$ et $\hat{T}_i^n$ est la température estimée par la résolution du problème direct en x_i et au temps t_n pour un flux φ^n considéré.

La résistance thermique de contact est déduite à partir des équations 3.27 et 3.29 :

$$RTC^{n+1} = \frac{T_{bs}^{n+1} - T_{gs}^{n+1}}{\varphi^{n+1}} \quad (3.30)$$

On répète le calcul tant que $t_{n+r} \prec t_f$. Avec t_f l'instant final.

Algorithme de la méthode inverse

Le champ de température et le flux surfacique à l'instant n sont supposés connus,

1. **Etape 1** Pour la première itération, dans l'équation 3.31, $\varphi_{x=0}^{n+1}$ est remplacé par $\varphi_{x=0}^n$ et on calcule les coefficients de sensibilité aux points de mesure $x_{TC1}, \dots, x_{TC4}$, aux instants $n+1$ à $n+r$

$$S_{mj}^k = \frac{\partial T_j^{n+k}(\varphi_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} \quad (3.31)$$

2. **Etape 2** Calcul de $\Delta\varphi_{x=0}$ à partir de l'équation 3.32

$$\Delta\varphi_{x=0} = \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [\gamma_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (3.32)$$

$$\varphi_{x=0}^{n+1} = \varphi_{x=0}^n + \Delta\varphi_{x=0} \quad (3.33)$$

3. **Etape 3** Calcul de $\varphi_{x=0}^{n+1,p}$ à partir de l'équation 3.34 :

- (a) Calcul $\varphi_{x=0}^{n+1,p-1}$ à partir de l'équation 3.33 :
- (b) Calcul de $\Delta\varphi_{x=0}^p$ par l'équation 3.32 avec la valeur $\varphi_{x=0}^{n+1,p-1}$ déjà calculé l'équation l'équation 3.33
- (c) Calcul de $\varphi_{x=0}^{n+1,p}$ avec les valeurs de $\Delta\varphi_{x=0}^p$ et $\varphi_{x=0}^{n+1,p-1}$ par l'équation 3.34

$$\varphi_{x=0}^{n+1,p} = \varphi_{x=0}^{n+1,p-1} + \Delta\varphi_{x=0}^p \quad (3.34)$$

4. **Etape 4** Vérification du critère de convergence suivant :

$$\frac{|\varphi_{x=0}^{n+1,p} - \varphi_{x=0}^{n+1,p-1}|}{|\varphi_{x=0}^{n+1,p-1}| + e_2} < e_1 \quad (3.35)$$

où e_1 est un petit nombre ($\approx 10^{-4}$) qui représente l'erreur relative de convergence et e_2 ($< 10^{-2}$) permet d'éviter la situation $\varphi_{x=0}^{n+1,p-1} = 0$. Si le critère n'est pas satisfait, $\varphi_{x=0}^{n+1}$ est remplacé par $\varphi_{x=0}^{n+1,p}$ et l'algorithme repart à partir de l'étape 1. Dans le cas contraire, si l'équation 3.35 est satisfait, le nouveau $\varphi_{x=0}^{n+1,p}$ est accepté et on passe à l'étape suivante ;

5. **Etape 5** Utilisation du nouveau $\varphi_{x=0}^{n+1,p} = \varphi_{x=0}^{n+1}$ pour résoudre le modèle direct sur le pas de temps afin de calculer le champ de température à l'instant $n+1$;
6. **Etape 6** Les étapes de 1 à 5 sont répétées afin de calculer la densité de flux aux instants suivants.

Remarque : pour les problèmes de conduction inverse linéaire, le calcul des coefficients de sensibilité n'est réalisé qu'une fois dans l'étape 1. La résolution de l'équation 3.34 n'est pas nécessaire et l'équation 3.31 de sensibilité est résolue une seule fois à l'étape 1 entre $n+1$ et $n+r$.

3.4.1.2 Validation de la méthode d'identification de RTC à partir du flux de Beck

Des tests de validation de la méthode d'identification de la "résistance cible" à partir de l'estimation préalable du flux surfacique ont été effectués. Dans un premier temps, il s'agit de résoudre l'équation de la chaleur dans le système représenté par la figure 3.1 avec des conditions aux limites et conditions initiales connues. Ainsi, les températures de surface sont connues et les densités de flux facilement déduites. On considère alors comme données expérimentales les températures aux points x_{TC2} , x_{TC3} , x_{TC4} et x_{TC5} . Il s'agit alors de vérifier que le code de calcul mis au point est capable de retrouver la résistance d'interface initiale, l'évolution des températures de surface dans le temps, ainsi que le flux.

Deux tests sont présentés ici : un pour le cas linéaire et l'autre pour le cas non-linéaire. Ces tests sont considérés comme représentatifs de ce que l'on peut rencontrer expérimentalement. À partir de chacun de ces cas, on ajoute volontairement des bruits de mesure sur les températures expérimentales afin de tester la robustesse de code de calcul vis-à-vis des variations dues aux incertitudes de mesure des températures.

Données de la simulation

$$TC_1 = 160 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$TC_5 = 110 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$x_{TC1} = 1 \text{ cm}$$

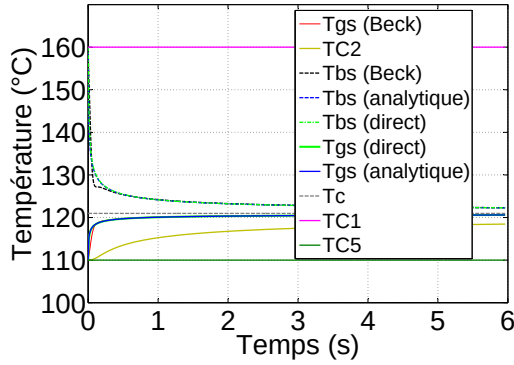
$$x_{TC5} = 1 \text{ cm}$$

$$RTC = 5 \times 10^{-4} \text{ Km}^2/\text{W}$$

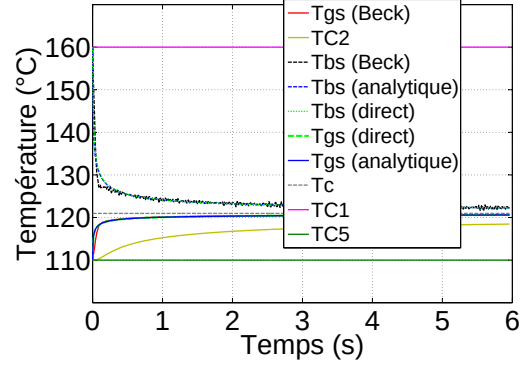
Cas linéaire

Dans le cas où les propriétés thermophysiques sont prises constantes, on obtient un problème linéaire possédant une *solution analytique* qui fournit les profils de température (équation 3.3a et 3.3b). Les résultats de la méthode Beck peuvent être comparés aux résultats issus du calcul analytique. De plus la *résolution directe du problème globale* fournit des résultats qui peuvent être comparés à la solution analytique et à la solution de la *méthode de Beck*. Supposons que les $T_i(t)$ soient les températures calculées aux points x_{TC2} , x_{TC3} , x_{TC4} et x_{TC5} et les $Y_i = T_i \pm 0.05 \times R_n$ les températures bruitées servant de données d'entrées du problème inverse. Rappelons que R_n désigne un bruit blanc d'amplitude ± 1 . Les figures 3.15 et 3.16, présentent les résultats, respectivement des températures et densités de flux pour les températures bruitées et non bruitées.

La figure 3.17 montre que les résultats sont satisfaisants et que la RTC cible est bien

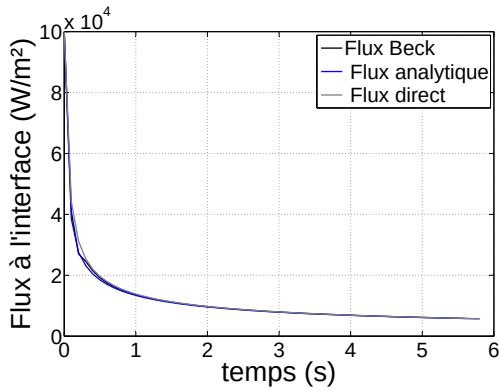


(a) Profils de température : cas de températures non bruitées

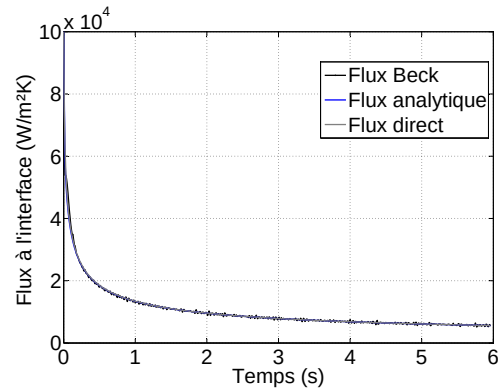


(b) Profils de température : cas de températures bruitées

Figure 3.15 – Validation de la méthode d'identification de la RTC à partir du flux de Beck, profils de température : cas linéaire



(a) Évolution du flux : cas de températures non bruitées



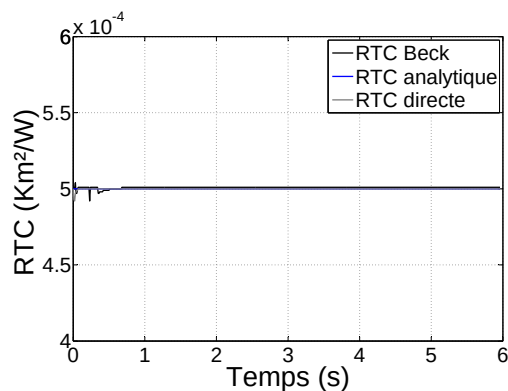
(b) Évolution du flux : cas de températures bruitées

Figure 3.16 – Validation de la méthode d'identification de la RTC à partir du flux de Beck, profils du flux : cas linéaire

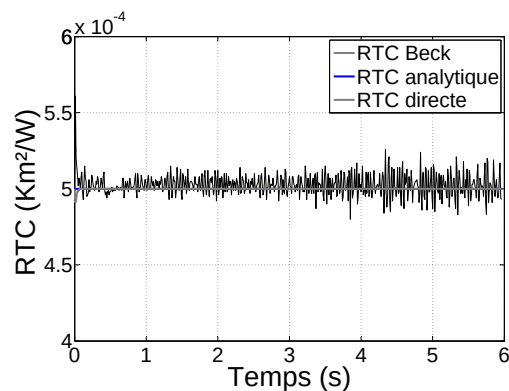
atteinte en moins d'une demi-seconde, compte tenu de l'imprécision des schémas numériques de la méthode inverse aux premiers pas de temps.

Cas non-linéaire

En considérant les propriétés thermophysiques fonction de la température, ce qui est souvent le cas, le problème de conduction défini par la figure 3.1 devient non-linéaire. Compte tenu de l'absence de solution analytique, la démarche de validation du code de calcul portera sur l'identification de la résistance. Dans un soucis de clarté nous ne présenterons que les résultats de la méthode inverse et pas ceux de la méthode directe issue de la résolution du



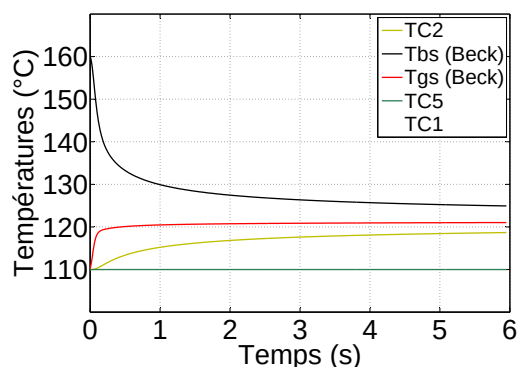
(a) Évolution de la résistance : cas de températures non bruitées



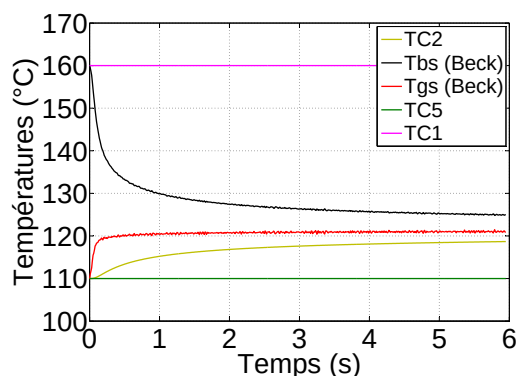
(b) Évolution de la résistance : cas de températures bruitées

Figure 3.17 – Validation de la méthode d'identification de la RTC à partir du flux de Beck, profils de RTC : cas linéaire

problème global. Les profils de température, de la densité de flux et de la RTC sont représentés sur les figure 3.18, 3.19 et 3.20.



(a) Profils de température

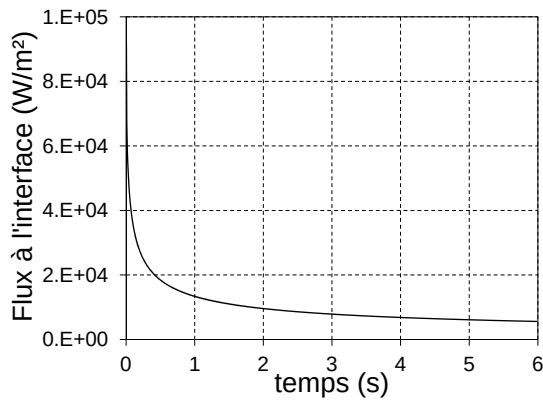


(b) Profils de température : cas de températures bruitées

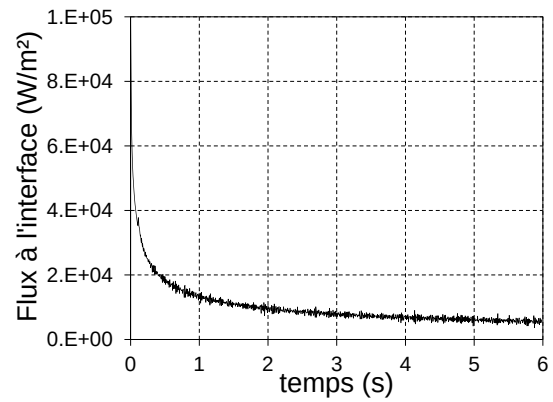
Figure 3.18 – Validation de la méthode d'identification de la RTC à partir du flux de Beck, profils de température : cas non-linéaire

La figure 3.20 montre que les résultats sont également satisfaisants et que la résistance de contact cible est aussi atteinte en moins d'une demi-seconde.

Cette méthode mise en oeuvre s'avère donc robuste et raisonnablement précise.

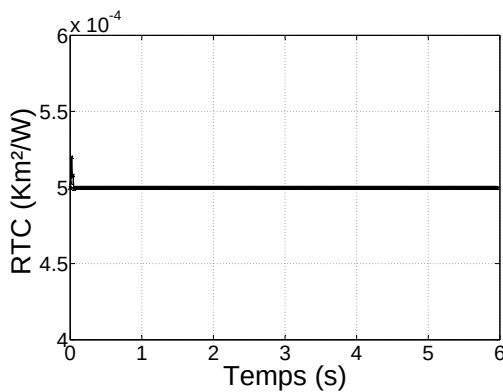


(a) Évolution du flux

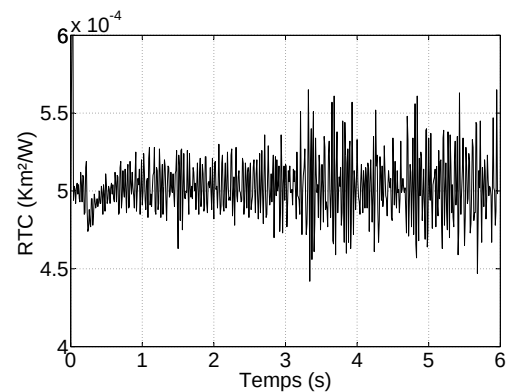


(b) Évolution du flux : cas de températures bruitées

Figure 3.19 – Validation de la méthode d'identification de la RTC à partir du flux de Beck, profils de densité de flux : cas non-linéaire



(a) Évolution de la résistance



(b) Évolution de la résistance : cas de températures bruitées

Figure 3.20 – Validation de la méthode d'identification de la RTC à partir du flux de Beck, profils de RTC : cas non-linéaire

3.4.2 Méthode d'identification directe de la résistance

3.4.2.1 Démarche d'identification directe de la résistance thermique

On se propose dans cette partie de déterminer directement la RTC sans calculer préalablement le flux. Pour cela écrivons le système d'équation de la façon suivante :

$$\rho_b C_{pb} \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(x, t)}{\partial x} \right) \quad -l < x < 0; \quad 0 < t < t_f \quad (3.36a)$$

$$T_b(-l, t) = TC_1(t) \quad x = -l; \quad 0 < t < t_f \quad (3.36b)$$

$$-\lambda_b(T) \frac{\partial T_b(0, t)}{\partial x} = \mathcal{C}(t)(T_{bs} - T_{gs}) \quad x = 0; \quad 0 < t < t_f \quad (3.36c)$$

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(0, t)}{\partial x} = \mathcal{C}(t)(T_{bs} - T_{gs}) \quad x = 0; \quad 0 < t < t_f \quad (3.36d)$$

$$T_b(x, 0) = T_b^{\text{init}} \quad -l < x < 0 \quad (3.36e)$$

$$\rho_g C_{pg} \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_g(T) \frac{\partial T_g(x, t)}{\partial x} \right) \quad 0 < x < L; \quad 0 < t < t_f \quad (3.36f)$$

$$T_g(L, t) = TC_5(t) \quad x = L; \quad 0 < t < t_f \quad (3.36g)$$

$$T_g(x, 0) = T_g^{\text{init}} \quad t = 0; \quad 0 < x < L \quad (3.36h)$$

où $\mathcal{C}(t)$ est l'inconnu à déterminer.

La démarche consiste comme dans le cas précédent à minimiser l'écart quadratique entre les températures calculées T et celle mesurées Y . Pour cela, on écrit la fonctionnelle J sous la forme :

$$J(\mathcal{C}_{x=0}^{n+1}) = \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\mathcal{C}_{x=0}^{n+1})]^2 \quad (3.37)$$

sous l'hypothèse que $\mathcal{C}$ est constant entre $n+1$ et $n+r$. La minimisation de cette fonctionnelle donne :

$$\frac{\partial J(\mathcal{C}_{x=0}^{n+1})}{\partial \varphi_{x=0}^{n+1}} = -2 \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}(\mathcal{C}_{x=0}^{n+1})] \frac{\partial T_j^{n+k}(\mathcal{C}_{x=0}^{n+1})}{\partial \mathcal{C}_{x=0}^{n+1}} \quad (3.38)$$

avec S_j^k les coefficients de sensibilité :

$$S_j^k = \frac{\partial T_j^{n+k}(\mathcal{C}_{x=0}^{n+1})}{\partial \mathcal{C}_{x=0}^{n+1}} \quad (3.39)$$

l'équation de sensibilité s'écrit alors comme suit :

$$\rho_b C_{pb} \frac{\partial S_b(x, t)}{\partial t} = \lambda_b \left(\frac{\partial^2 S_b(x, t)}{\partial x^2} \right) \quad -l \prec x \prec 0; \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.40a)$$

$$-\lambda_b(T) \frac{\partial S_b(0, t)}{\partial x} = T_{bs} - T_{gs} \quad x = 0; \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.40b)$$

$$-\lambda_g(T) \frac{\partial S_g(0, t)}{\partial x} = T_{bs} - T_{gs} \quad x = 0; \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.40c)$$

$$\rho_g C_{pg} \frac{\partial S_g(x, t)}{\partial t} = \lambda_g \left(\frac{\partial^2 S_g(x, t)}{\partial x^2} \right) \quad 0 \prec x \prec L; \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.40d)$$

$$S(x, 0) = 0 \quad -l \prec x \prec 0 \quad (3.40e)$$

$$S(x, 0) = 0 \quad 0 \prec x \prec L \quad (3.40f)$$

$$S(0, t) = 0 \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.40g)$$

$$S(L, t) = 0 \quad t_n \prec t \prec t_{n+r} \quad (3.40h)$$

On calcule ensuite la variation ΔC à partir de l'équation 3.41

$$\Delta C_{x=0} = \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (3.41)$$

$$C_{x=0}^{n+1,p} = C_{x=0}^{n,p-1} + \Delta C_{x=0}^p \quad (3.42)$$

ou encore

$$RTC^{n+1,p} = \frac{1}{C_{x=0}^{n,p} + \Delta C_{x=0}^p} \quad (3.43)$$

L'algorithme de résolution est quasiment identique à celui de l'identification du flux surfacique dans lequel on remplace le flux par la résistance thermique.

Algorithme de la méthode inverse Le champ de température T^n et la conductance $C_{x=0}^n$ à l'instant n sont supposés connus,

1. **Etape 1** Pour la première itération, dans l'équation 3.44, $C_{x=0}^{n+1}$ est remplacé par $C_{x=0}^n$ et on calcule les coefficients de sensibilité aux points de mesure $x_{TC2}, \dots, x_{TC4}$, aux instants $n+1$ à $n+r$.

$$S_j^k = \frac{\partial T_j^{n+k}(C_{x=0}^{n+1})}{\partial C_{x=0}^{n+1}} \quad (3.44)$$

2. **Etape 2** Calcul de $\Delta C_{x=0}$ à partir de l'équation 3.45

$$\Delta C_{x=0} = \frac{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^m [S_j^k]^2} \quad (3.45)$$

$$C_{x=0}^{n+1} = C_{x=0}^n + \Delta C_{x=0} \quad (3.46)$$

3. **Etape 3** Calcul de $C_{x=0}^{n+1,p}$ à partir de l'équation 3.47 :

- (a) Calcul de $C_{x=0}^{p-1}$ à partir de l'équation 3.46
- (b) Calcul de $\Delta C_{x=0}^p$ par l'équation 3.45 avec la valeur $C_{x=0}^{n+1,p-1}$ déjà calculé l'équation 3.46
- (c) Calcul de $C_{x=0}^{n+1,p}$ avec les valeurs de $\Delta C_{x=0}^p$ et $C_{x=0}^{n+1,p-1}$ par l'équation 3.47

$$C_{x=0}^{n+1,p} = C_{x=0}^{n+1,p-1} + \Delta C_{x=0}^p \quad (3.47)$$

4. **Etape 4** Vérification du critère de convergence suivant :

$$\frac{|C_{x=0}^{n+1,p} - C_{x=0}^{n+1,p-1}|}{|C_{x=0}^{n+1,p-1}| + e_2} < e_1 \quad (3.48)$$

où e_1 est un petit nombre ($\approx 10^{-4}$) qui représente l'erreur relative de convergence et e_2 ($< 10^{-3}$) permet d'éviter la situation $C_{x=0}^{n+1,p-1} = 0$. Si le critère n'est pas satisfait, $C_{x=0}^{n+1}$ est remplacé par $C_{x=0}^{n+1,p}$ et l'algorithme repart à partir de l'étape 1. Dans le cas contraire, si l'équation 3.48 est satisfait, le nouveau $C_{x=0}^{n+1,p}$ est accepté et on passe à l'étape suivante ;

5. **Etape 5** Utilisation du nouveau $C_{x=0}^{n+1,p} = C_{x=0}^{n+1}$ pour résoudre le modèle direct sur le pas de temps afin de calculer le champ de température à l'instant $n+1$;
6. **Etape 6** Les étapes de 1 à 5 sont répétées afin de calculer la conductance aux instants suivants.

Remarque : pour les problèmes de conduction inverse linéaire, le calcul des coefficients de sensibilité n'est réalisé qu'une fois dans l'étape 1. La résolution de l'équation 3.47 n'est pas nécessaire et l'équation 3.44 de sensibilité est résolue une seule fois à l'étape 1 entre $n+1$ et $n+r$.

3.4.2.2 Validation de la méthode d'identification directe de la résistance de Beck

Les tests de validation de la méthode d'identification directe de la résistance ont été effectués en considérant le problème représenté par la figure 3.1, linéaire puis non-linéaire. La démarche de validation est similaire à décrit dans le paragraphe 3.4.1.2 page 95. Il s'agit de résoudre l'équation de la chaleur dans le système représenté par la figure 3.1 avec des conditions aux limites et conditions initiales connues. Ainsi, les températures de surface sont connues et les densités de flux facilement déduites. On considère alors comme données expérimentales les températures aux points x_{TC2} , x_{TC3} , x_{TC4} et x_{TC5} et on vérifie que le code de calcul mis au point est capable de retrouver la résistance d'interface initiale sans le flux et la température surfacique. Les températures considérées comme données expérimentales ont été dans un second temps bruitées pour tester l'influence des bruits de mesure sur la RTC calculée.

Cas linéaire

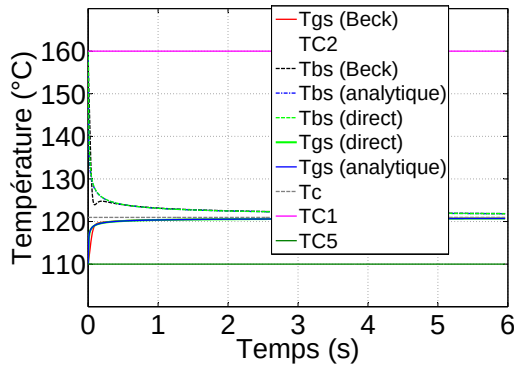
Dans le cas où les propriétés thermophysiques sont considérées comme indépendantes de la température, le problème de milieux semi-infinis représenté par la figure 3.1 se ramène à un problème linéaire possédant une solution analytique qui fournit les profils de température les équations 3.3a et 3.3b. Les résultats de la méthode d'identification directe de la résistance selon la méthode de Beck peuvent être comparés aux résultats issus du calcul analytique. Comme dans le cas de l'identification du flux, la *résolution directe du problème global* fournit des résultats qui peuvent être comparés à la solution analytique et à la solution de la *méthode de Beck*. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures 3.21, 3.22 et 3.23.

La figure 3.23 montre que les résultats sont satisfaisants et que la RTC cible est atteinte très rapidement.

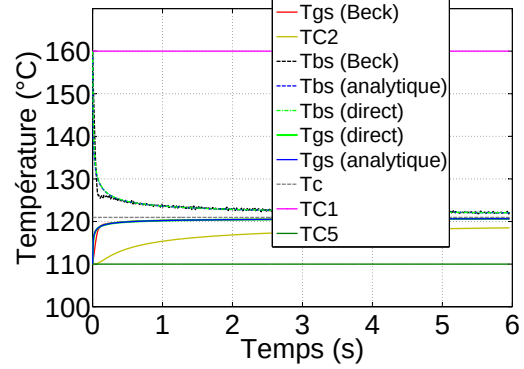
Cas non-linéaire

L'hypothèse des propriétés thermophysiques variant en fonction de la température du problème défini par la figure 3.1, conduit à un problème non-linéaire. Les résultats de validation dans les cas où les températures sont bruitées et non bruitées sont présentés sur les figures 3.24, 3.25 et 3.26.

On note également dans ce cas que l'on retrouve assez rapidement ($t < 1s$) la valeur de résistance cible qui confirme la bonne mise en oeuvre de la méthode.

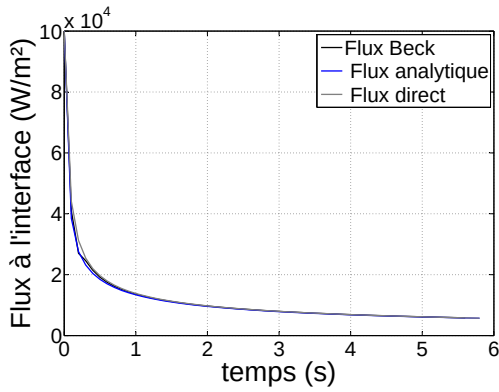


(a) Profils de température : cas de températures non bruitées

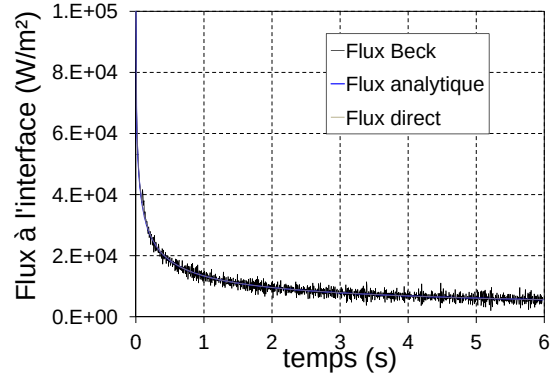


(b) Profils de température : cas de températures bruitées

Figure 3.21 – Validation de la méthode d'identification directe de la RTC de Beck, profils de température : cas linéaire



(a) Évolution du flux : cas de températures non bruitées

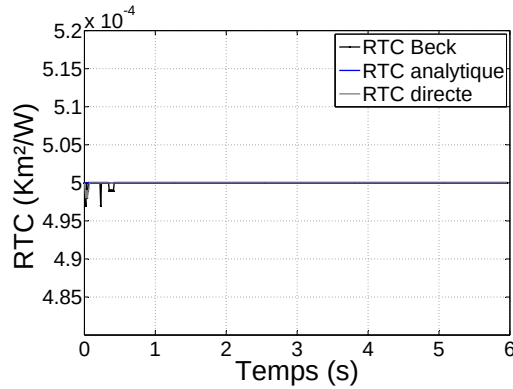


(b) Évolution du flux : cas de températures bruitées

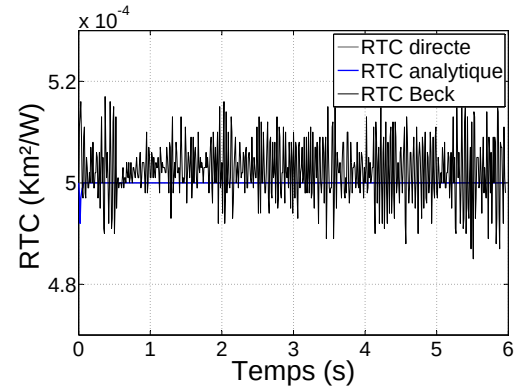
Figure 3.22 – Validation de la méthode d'identification directe de la RTC de Beck, profils de densité de flux : cas linéaire

3.5 Comparaison des méthodes

Nous avons utilisé la même procédure de validation décrite précédemment 3.3.4 page 84 pour comparer les résultats donnés par les différentes méthodes dans le cas linéaire. Les résultats obtenus sont représentés sur les figures 3.27(a), 3.27(b) et 3.27(c). Sur chacune de ces figures nous avons représenté la RTC bruitée obtenue ainsi la "valeur cible". Les figures 3.27(a) et 3.27(b) montrent que le bruit issu de la méthode de Raynaud et Bransier et la méthode d'estimation de la résistance à partir du flux de la méthode de Beck, est plus important que celui obtenu avec la méthode d'identification directe de la résistance de Beck.

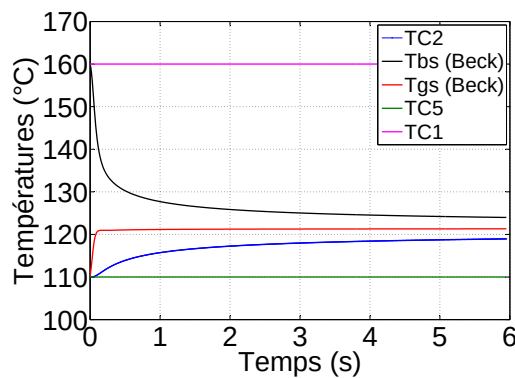


(a) Évolution de la résistance : cas de températures non bruitées

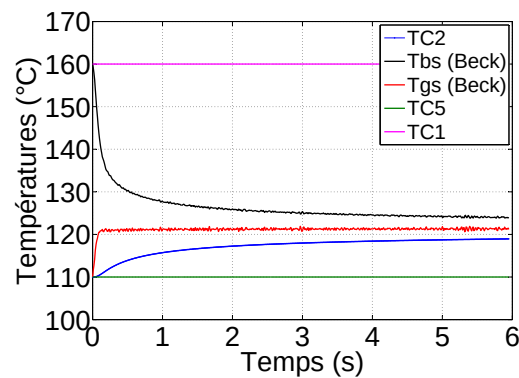


(b) Évolution de la résistance : cas de températures bruitées

Figure 3.23 – Validation de la méthode d'identification directe de la RTC de Beck, profils de RTC : cas linéaire



(a) Profils de température

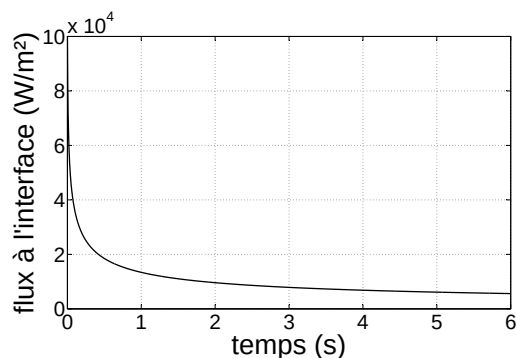


(b) Profils de température : cas de températures bruitées

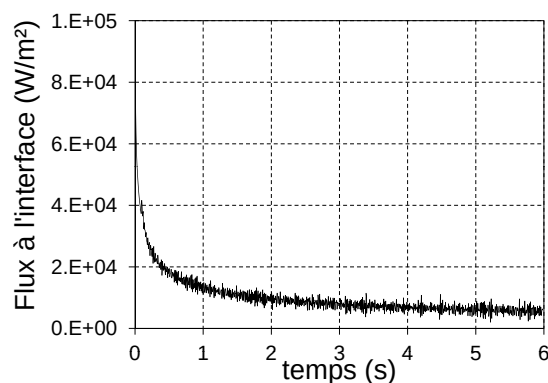
Figure 3.24 – Validation de la méthode d'identification directe de la RTC de Beck, profils de température : cas non-linéaire

Dans les deux premières méthodes, la RTC est déterminée à partir du flux et des températures de surface estimés. Cette détermination de la RTC à partir du flux et des températures qui sont tous les deux bruités entraîne une amplification du bruit sur la résistance estimée. Dans la méthode d'identification directe de la résistance, le flux n'est pas pris en compte dans le calcul de la résistance, seules les températures sont utilisées d'où une réduction de l'amplitude du bruit.

Pour comparer ces trois méthodes, nous avons ensuite estimé les coefficients de variation (CV) ainsi que les valeurs moyennes des résultats de RTC obtenus. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 3.1.

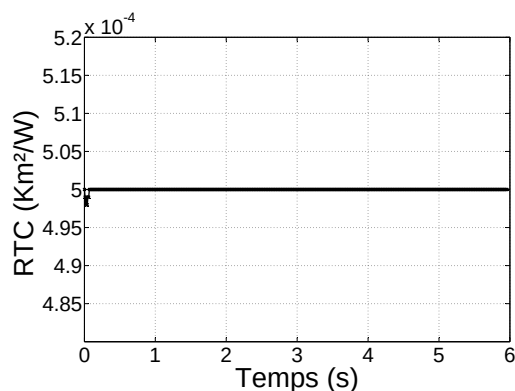


(a) Évolution du flux

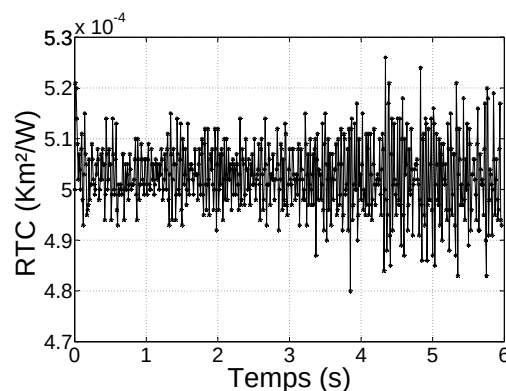


(b) Évolution du flux : cas de températures bruitées

Figure 3.25 – Validation de la méthode d'identification directe de la RTC de Beck, profils de densité de flux : cas non-linéaire



(a) Évolution de la résistance



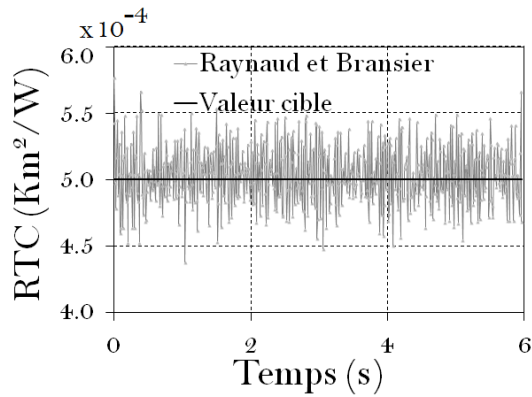
(b) Évolution de la résistance : cas de températures bruitées

Figure 3.26 – Validation de la méthode d'identification directe de la RTC de Beck, profils de RTC : cas non-linéaire

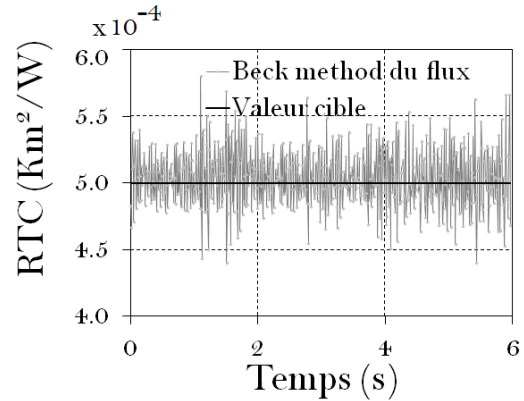
	$m \times 10^{-4}$	$2 \times CV$
Raynaud et Bransier	5.03	8 %
Beck (flux)	5.03	7 %
Beck (résistance)	5.02	4 %

Tableau 3.1 – Moyenne m et coefficient de variation CV de la RTC estimée

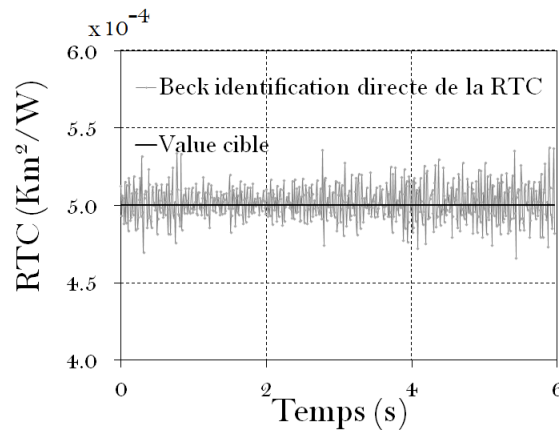
À partir du tableau 3.1, on constate que le coefficient de variation obtenu à partir de la méthode d'identification directe de la résistance est deux fois plus faible que celui obtenu avec la méthode de Raynaud et Bransier et avec la méthode d'identification de la résistance à partir du flux de Beck.



(a) Effet du bruit de la température sur la valeur de la RTC obtenu à partir de la méthode de Raynaud et Bransier pour B160G110



(b) Effet du bruit de la température sur la valeur de la RTC obtenu à partir de la méthode d'identification du flux de Beck pour B160G110



(c) Effet du bruit de la température sur la valeur de la RTC obtenu à partir de la méthode d'identification directe de la résistance de Beck pour B160G110

Figure 3.27 – Comparaison des RTCs obtenues à partir des trois méthodes

Conclusion du chapitre 3

Les trois méthodes développées dans ce chapitre s'avèrent robustes mais à des degrés de précision différentes. Ces méthodes sont basées sur la conservation de grandeurs physiques essentielles, flux, températures. Ces méthodes ont été validées et comparées sur la base d'une "expérience numérique" qui permet de simuler le principe de mesure de la RTC qui sera présenté dans le prochain chapitre. Au vu des résultats obtenus, c'est la méthode d'identification directe de la résistance qui sera utilisée pour la détermination de la RTC à partir des températures mesurées expérimentalement. L'influence du pas de temps futurs ainsi les incertitudes sur les propriétés thermophysiques et sur la position des thermocouples, sera

traité dans le chapitre 6.

Chapitre 4

Protocole expérimental de détermination de la résistance thermique de contact

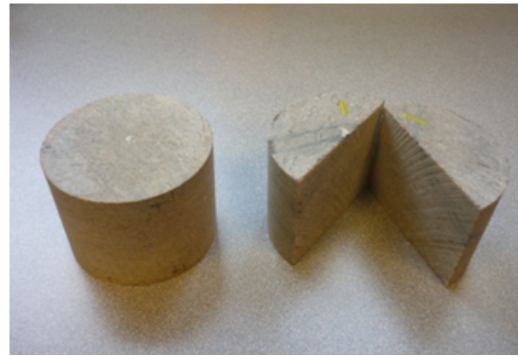
Ce chapitre est essentiellement constitué de deux parties. La première porte sur la description de la préparation des échantillons et la seconde dans laquelle nous décrivons le dispositif expérimental que nous avons utilisé pour l'étude de la résistance thermique (RTC) de contact bitume-granulat. Ce dispositif permet de mettre en application la méthode de détermination de la résistance à l'interface adoptée dans cette étude et exposée dans le chapitre précédent. Il permet de mettre en contact un bitume et un granulats soigneusement instrumenté, tous deux initialement préchauffés à des températures différentes afin de simuler les conditions de fabrication des enrobés bitumineux.

4.1 Préparation des échantillons

Les granulats qui sont utilisés pour la fabrication des enrobés bitumineux ont, en général, un diamètre maximum de 20 mm. Cependant, le dispositif de mesure de la RTC nécessite des échantillons de granulats de 70 mm de diamètre. Nous avons prélevé des blocs de granulats à la carrière *Les Maraîchères* dans lesquels nous avons carotté des éprouvettes cylindriques de 70 mm de diamètre puis découpé en échantillon de 52 mm de hauteur. La figure 4.1 présente un aperçu des blocs de gneiss que nous avons récupéré à la carrière ainsi qu'une éprouvette cylindrique (70 × 52 mm) extraite d'un de ces blocs.



(a) Bloc de gneiss issu de la carrière

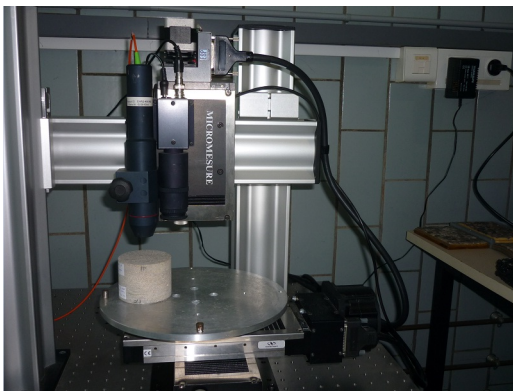


(b) Éprouvette extraite du bloc

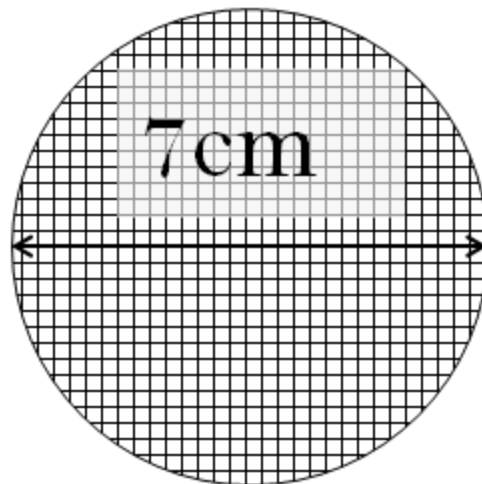
Figure 4.1 – Blocs de gneiss provenant de la carrière et éprouvette extraite d'un bloc

4.1.1 Préparation et caractérisation de l'état de surface du substrat

Les paramètres de rugosité de la surface de l'éprouvette cylindrique de granulat extraite du bloc ont été déterminés à l'aide d'un profilomètre LASER (STIL CHR 150-N) (figure 4.2(a)). La démarche a consisté à quadriller la surface du granulat comme indiqué sur la figure 4.2(b), et à effectuer des mesures sur cette surface maillée au pas de $10\mu\text{m}$. Les mesures ont été effectuées tous les $10\mu\text{m}$ avec une résolution de $5\mu\text{m}$. Les paramètres de rugosité de surface dépendent de l'opération de sciage lors de la découpe des échantillons.



(a) Mesure de la rugosité par profilométrie laser (STIL CHR 150-N)



(b) Plan de mesure de la rugosité

Figure 4.2 – Mesure de la rugosité de surface

4.1.2 Paramètres de l'état de surface du granulat

Le tableau 4.1 présente les valeurs des paramètres obtenues dans le du granulat utilisé.

R_a	R_q	R_t
75.3 μm	91.8 μm	1.83 mm

Tableau 4.1 – Rugosités de surface du granulat

Une fois les paramètres de rugosité du granulat déterminés, l'opération suivante consiste à placer les thermocouples le long de son axe vertical. Pour cela, nous avons découpé le granulat en deux demi-cylindres puis placé les capteurs avant de les réassembler au moyen d'une colle à pierre qui possède des propriétés thermiques proches de celles du granulat.

4.1.3 Critères de positionnement des capteurs

4.1.3.1 Positionnement du premier thermocouple

Le positionnement des thermocouples conditionne la précision des mesures qui seront effectuées et constitue une étape importante dans l'identification des paramètres nécessaires à la résolution d'un IHCP (Inverse Heat Conduction Problem). La sensibilité de mesure est conditionnée par celle du premier thermocouple du fluxmètre au phénomène thermique qui se produit à la surface (ou à l'interface). Le thermocouple TC2 le plus proche de la surface du granulat doit être positionné le plus proche possible de la surface de façon à assurer une sensibilité maximale et suffisamment éloigné pour que les effets locaux dus à la rugosité soient négligeables. Plusieurs conditions doivent doivent simultanément être satisfaites pour l'implantation du 1^{er} thermocouple, (Raynaud, 1998), (Bourouga et al., 2000).

Une des conditions décrites par Bourouga et al. (2000) est que la position la plus proche que peut occuper le premier thermocouple du fluxmètre (valeur minimale du domaine d'implantation) ne peut être inférieure à 10 fois le rayon du fil de thermocouple r ; autrement dit :

$$10 \leq \frac{x_1}{r} \leq 66 \quad (4.1)$$

Cette distance $10r$ représente le rayon de la demi-sphère dans laquelle la constriction thermique se développe autour de la soudure. En respectant cette distance entre la surface à caractériser et le point de mesure, on s'assure que le caractère intrusif de la soudure chaude n'affecte pas la température de surface.

Protocole expérimental de détermination de la résistance thermique de contact

Une condition supplémentaire impose de placer le premier thermocouple à une distance supérieure à 10 fois la rugosité de surface (Loulou, 1995). Cette condition permet de s'éloigner de la zone constriction imposée par l'état de surface.

$$x_1 \geq 10R_a \quad (4.2)$$

Une dernière condition sur la position du 1^{er} thermocouple est fournie par Raynaud (1998). Cette condition exige que la position de ce thermocouple vérifie l'inégalité suivante (Cavalcanti, 2006) :

$$0.01 \leq \frac{\alpha \cdot \Delta t}{x_1^2} \leq 1 \quad (4.3)$$

Notons que la position la plus éloignée que peut occuper le premier thermocouple par rapport à la surface à caractériser est aussi liée au pas de temps de la discrétisation temporelle du problème inverse de conduction de la chaleur dont la résolution a pour objet la détermination de la condition surfacique recherchée (température, flux, résistance). Notons aussi au passage que la valeur minimale $\Delta t^* = \frac{\alpha \Delta t}{x_1^2} = 0.01$ évoquée ici correspond à la situation où le rapport signal sur bruit est très grand (mesure de grande qualité) ; sinon il est nécessaire de filtrer les signaux avant le dépouillement. Dans la pratique, le premier thermocouple a généralement une position x_1 beaucoup plus proche de $10r$ que de $66r$.

Pour un granulat possédant les propriétés thermophysiques suivantes : $\lambda_g = 2.59 \text{ W/(mK)}$; $\rho_g = 2400 \text{ kg/m}^3$; $C_p = 714.12 \text{ J/(kgK)}$; et $\Delta t = 5 \text{ ms}$, selon la méthode adoptée (équations 4.1 ou 4.2 ou 4.3), les domaines d'implantation du premier thermocouple sont présentés dans le tableau 4.2.

Conditions d'implantation	$(x_1)_{\min} \text{ (mm)}$	$(x_1)_{\max} \text{ (mm)}$
$10r < x_1 < 66r$	1	6.6
$x_1 > R_a$	0.862	
$0.01 < \frac{\alpha \Delta t}{x_1^2} \leq 1$	0.275	2.75

Tableau 4.2 – Domaines d'implantation des thermocouples dans le granulat

Connaissant maintenant le domaine de variation de x_1 , on peut aborder les problèmes de la sensibilité de la mesure. La question de la précision de la mesure sera abordée au chapitre 6 (page 143).

4.1.3.2 Positionnement du second thermocouple

Deux conditions doivent être satisfaites. Pour un même instant t , la différence de température ΔT entre deux thermocouples adjacents doit être supérieure au bruit de mesure (ϵ_{moy}) moyenne de la chaîne d'acquisition ($\epsilon_{\text{moy}} \cong 0.05$ K environ) (Cavalcanti, 2006). En plus de cette condition, il faut, tout comme le premier thermocouple, que le second thermocouple soit situé au delà de la zone de constriction du premier thermocouple.

4.1.4 Positions réelles des thermocouples dans le granulat

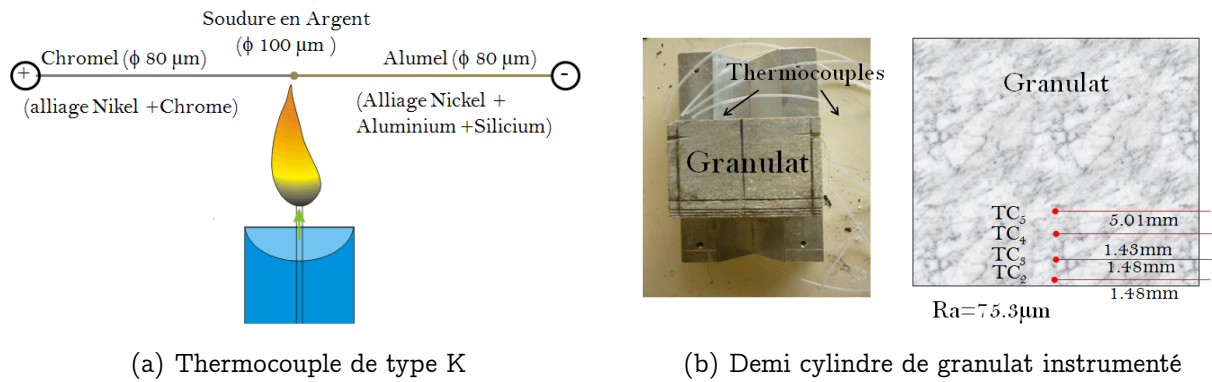
Pour le positionnement des thermocouples dans le granulat, le granulat a été découpé en deux demi-cylindres afin de placer avec précision les thermocouples. En effet, si on perce le granulat pour les placer, leurs positions ne seront pas précises. Le fait de découper le granulat en demi-cylindres permet d'effectuer des rainures pour placer les thermocouples. Ces rainures ont été effectuées à l'aide d'un disque de 1.15 mm d'épaisseur. Compte tenu de l'épaisseur de la lame utilisée pour le rainurage, il n'a pas été possible de placer les thermocouples à moins d'1 mm les uns des autres. Tout en respectant les conditions sur le positionnement des capteurs décrites précédemment, les thermocouples ont été placés aux profondeurs résumées dans le tableau 4.3 et schématisé sur la figure 4.3. Les rainures ont été réalisées parallèlement à la surface du granulat (c'est à dire le long des isothermes). Une fois les thermocouples placés dans les rainures, ils ont été fixés à l'aide de la colle à pierre puis les deux demi-cylindres ont été recollés avec cette même colle. Le choix de la colle à pierre est dû au fait qu'elle possède des propriétés thermophysiques proches de celle du granulat. Il est important de bien coller les demi-cylindres de façon à éviter la présence de vides dans le granulat qui vont perturber l'écoulement de la chaleur dans le granulat au cours de l'expérience.

Capteurs	TC1	TC2	TC3	TC4
Positions (mm)	1.480 ± 0.008	2.910 ± 0.007	4.390 ± 0.003	9.040 ± 0.005

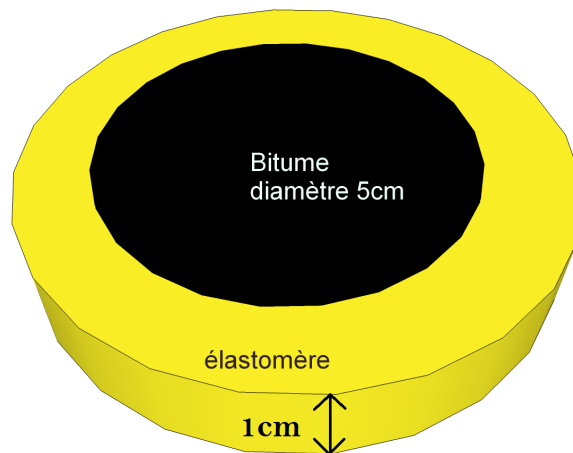
Tableau 4.3 – Positions des thermocouples

4.1.5 Préparation de l'échantillon de bitume

Le bitume a été chauffé à environ 100 °C de façon à le rendre fluide puis coulé dans un anneau en elastomère comme indiqué sur la figure 4.4. Une fois refroidi, l'échantillon de bitume a été démoulé et son épaisseur a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse. Il a été



ensuite remis dans l'anneau d'élastomère afin de réaliser l'essai de mise en contact avec le granulat. La procédure reste identique dans le cas des bitumes additivés.



4.2 Description du montage expérimental

Le suivi de l'évolution de la résistance thermique de contact entre le bitume et le granulat est déterminé grâce à un appareil dit *Lagardère* mis au point à Polytech Nantes pour l'étude de la solidification des polymères thermoplastiques au contact de métal froid sans effet de cisaillement pour simuler la résistance thermique de contact lors de l'injection de ces polymères.

4.2.1 Montage expérimental initial

Cet appareil (figure 4.5) est conçu de façon à établir une mise en contact brusque entre deux milieux dont l'un est en phase fondue, tout en suivant finement les flux échangés. La conception de l'appareil est telle que, durant les premiers instants, les transferts restent unidirectionnels dans la direction de la normale au plan de contact, ce qui permet de simplifier la modélisation. Un schéma de l'appareil est présenté en figure 4.5.

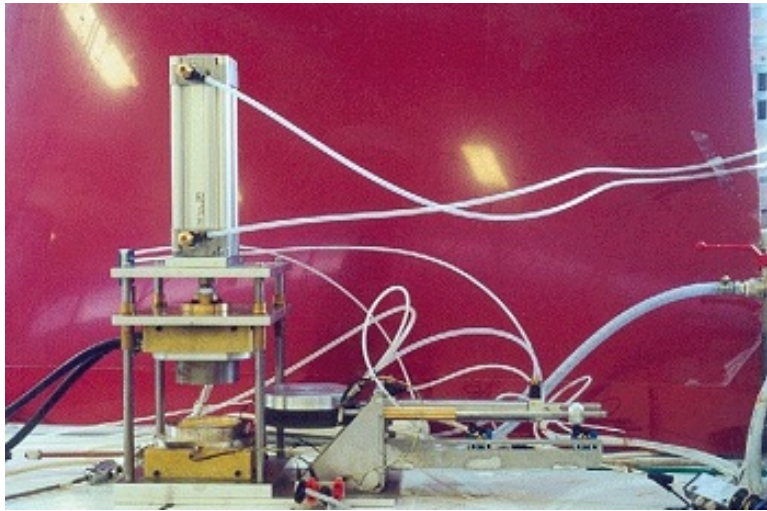


Figure 4.5 – Dispositif de mesure de la résistance thermique de contact

Un anneau en élastomère de faible module d'Young permet d'assurer une isolation latérale ainsi que le maintien de l'échantillon pendant la fusion. L'ensemble est placé entre deux plateaux équipés de résistances chauffantes : le plateau médian P1 (figure 4.6), mobile latéralement grâce à un système pneumatique à air comprimé, et le plateau inférieur fixe P2. Ces deux plateaux, équipés de résistances chauffantes, permettent la fusion du matériau contenu dans l'élastomère et de le maintenir à une température constante et uniforme. Un troisième plateau supérieur P0 (figure 4.6) mobile verticalement grâce à un système d'air comprimé, joue le rôle de plaque froide. Il est constitué par un cylindre d'acier de 78 mm de diamètre et est équipé d'un capteur de flux dont le rôle est d'évaluer les transferts de chaleurs entre le moule et l'échantillon. Un circuit d'eau permet d'imposer au plateau une température initiale avant le contact comprise entre 10 °C et 90 °C. Le contact brusque entre les deux matériaux (solide et matériau fondu) se produit au moment où le système d'air comprimé est déclenché. Au même moment, le plateau mobile P1 se déplace latéralement et le plateau cylindrique P0 descend sur l'échantillon fondu provoquant le refroidissement rapide recherché. L'échantillon de matériau fondu, qui subit le changement de phase, est aussi équipé d'un thermocouple

placé sur la surface inférieure en contact avec le plateau inférieur P2 figure 4.6. Ce thermocouple de 80 μm de diamètre est tendu selon les isothermes et sort de la cellule à travers l'anneau d'élastomère.

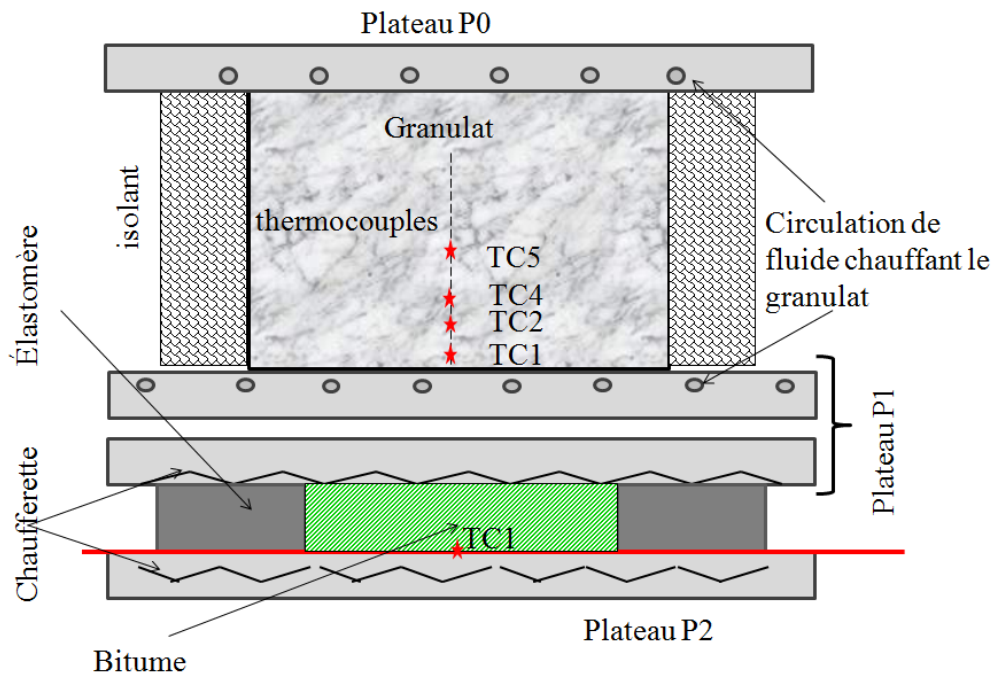


Figure 4.6 – Dispositif simplifié de mesure de la résistance de contact

4.2.2 Description du montage expérimental modifié

Notre étude nécessite de remplacer le cylindre métallique du dispositif par un cylindre de granulat. Cependant, contrairement au cylindre métallique sur lequel on peut usiner des pas de vis afin de le fixer au dispositif principal, dans le granulat, il n'est pas possible d'usiner ces pas de vis. Il a donc fallu concevoir un nouveau système de fixation du granulat représenté sur la figure 4.7. Dans ce nouveau système, le granulat est serré entre deux mors en aluminium sur lesquels les pas de vis sont usinés permettant sa fixation sur le dispositif.

De plus, dans le système initial, le chauffage du cylindre métallique était assuré par une circulation d'eau dont la température pouvait atteindre 90 °C. Or nous souhaitons un système de chauffe qui permette d'atteindre au moins 150 °C (température de chauffage des granulats lors de la fabrication d'enrobé bitumineux). Nous avons donc remplacé le bain d'eau par un bain d'huile et remplacé les circuits fluides afin qu'elles puissent supporter des températures élevées (150 °C). Ces nouvelles tuyauteries ont des diamètres plus grandes afin de garantir



Figure 4.7 – Granulat fixé sur le nouveau système de fixation conçu

la circulation efficace du bain l'huile. Nous avons élargi aussi les canaux d'entrée et de sortie d'huile chaude du plateau P1 qui permet de chauffer la face inférieure du granulat, cela permet aussi d'augmenter le débit massique de l'huile dans les tuyauteries et de limiter le refroidissement par convection avec l'air ambiant (figure 4.8).

4.3 Déroulement d'une expérience type

L'expérience nécessite que des précautions soient prises pour limiter au maximum les erreurs induites par la non propreté du granulat, la présence de bitume résiduel, la présence de contaminant type perchloroéthylène à l'interface... L'expérience commence par un nettoyage systématique du matériel expérimental. Après chaque expérience, le granulat et le creuset contenant le bitume sont nettoyés au perchloroéthylène. La surface du granulat est ensuite nettoyée avec un coton-tige trempé dans du perchloroéthylène pour éliminer le bitume des rugosités. Au début de l'expérience, le granulat est fixé sur le système de fixation puis isolé sur sa surface latérale avec de l'isolant Rhoacell 51 (Polymetacrylimide (PMI) sous forme de mousse rigide). L'ensemble est ensuite vissé sur le dispositif principal. L'expérience débute par le chauffage du granulat qui nécessite le temps le plus long pour atteindre la température uniforme désirée.

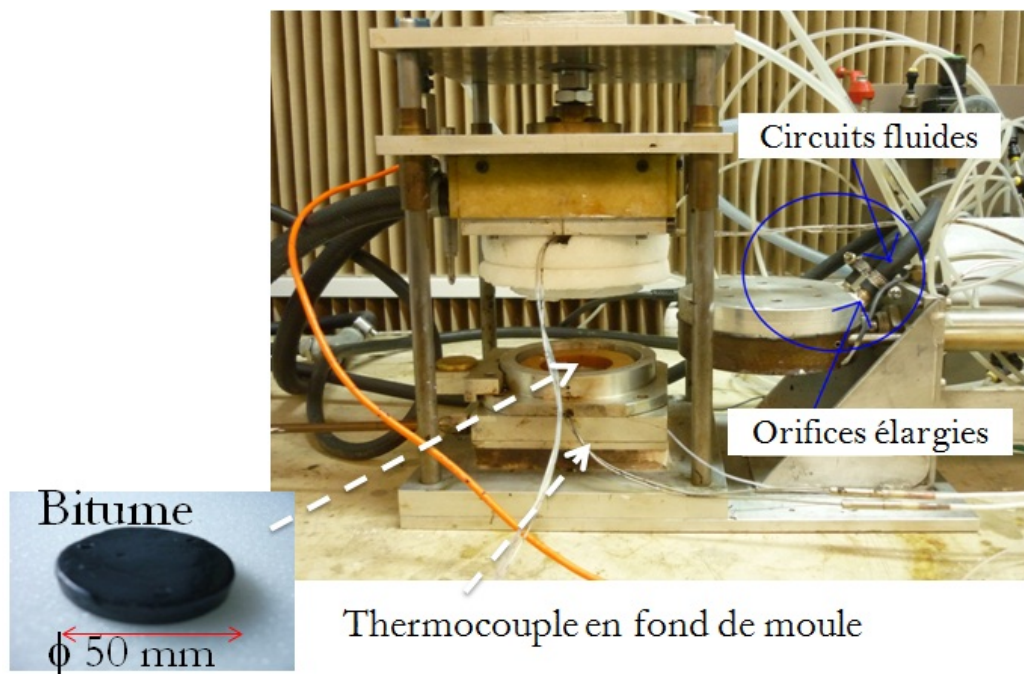


Figure 4.8 – Modification des tuyauteries et orifices du plateau P1

Le bitume est chauffé au four à 100 °C pendant 30 mn puis coulé dans l’anneau en élastomère utilisé pour l’essai de mise en contact. Le temps de chauffe et la température sont importants pour limiter les phénomènes d’oxydation de la couche superficielle du bitume. Le bitume coulé dans l’élastomère est refroidi au congélateur afin de le solidifier et le démouler facilement pour en mesurer son épaisseur. L’échantillon de bitume et l’élastomère sont ensuite placés dans le creuset du dispositif principal de mesure.

Une fois le temps de chauffe du granulat terminé (température uniforme dans le granulat), le processus d’enregistrement des différentes températures est tout d’abord déclenché puis la mise en contact est effectuée.

Conclusion du chapitre 4

Afin d’étudier la résistance thermique de contact à l’interface bitume-granulat, pour l’étude de la qualité du collage bitume sur granulat, nous avons modifié un dispositif existant pour l’adapter aux contraintes liées à nos matériaux (granulat, bitume). La difficulté majeur résidait dans la fixation du granulat sur le dispositif existant. Il a fallu concevoir un système de fixation permettant de lever cette difficulté. Le granulat et le bitume ont été instrumentés

Protocole expérimental de détermination de la résistance thermique de contact

en capteurs qui permettent de suivre finement l'évolution de la température au cours de l'essai. Le principe de l'expérience a consisté à mettre en contact brusque le granulat et le bitume tous deux préchauffés à différentes températures de façon à assurer un gradient thermique à la mise en contact. À partir des relevés de températures et en se servant des techniques de résolution des problèmes de conduction thermique, il est possible de déterminer la résistance thermique de contact. La détermination de la RTC nécessite néanmoins la connaissance précise des propriétés thermophysiques des matériaux utilisés. Ces propriétés sont étudiées dans le chapitre suivant.

Chapitre 5

Étude des propriétés des matériaux

Dans ce chapitre on se propose de déterminer dans un premier temps quelques propriétés du bitume et du granulat en fonction de la température intervenant dans les équations de conduction thermique, indispensables à la résolution du problème inverse de conduction (IHCP) formulé dans le chapitre 3. Ce sont la conductivité thermique, la chaleur spécifique et le volume spécifique.

La deuxième partie de ce chapitre porte sur la détermination de la viscosité du bitume en fonction de la température.

La troisième partie de ce chapitre est consacrée à l'étude de la mouillabilité du granulat par le bitume. Après avoir estimé l'évolution des tensions superficielles du bitume et de l'énergie de surface des différents types de granulat, nous allons déterminer l'évolution des tensions interfaciales et des énergies d'adhésion bitume-granulat en fonction de la température.

Les propriétés étudiées dans les deux dernières parties fourniront les informations utiles pour l'interprétation des résultats de mesure de la la RTC qui seront exposés dans le chapitre 6.

5.1 Matériaux utilisés et tests réalisés

Les matériaux utilisés ainsi que les essais réalisés sont dans le tableau 5.1. Le bitume utilisé est un bitume de grade 35/50. Les additifs EM, AG1 et AG2 utilisés sont décrits dans le chapitre 1. Les essais réalisés ont pour but de fournir les données pour la résolution du problème de conduction ou pour l'interprétation des résultats des essais réalisés dans les chapitres 6 et 7, de ce fait, il n a pas été nécessaire de réaliser tous les essais possibles sur

Étude des propriétés des matériaux

tous les matériaux.

Essais → Matériaux ↓	Conductivité thermique	Chaleur spécifique	Volume spécifique	Viscosité	Tension ou énergie superficielle
PTFE					+
Granulat Gneiss	+	+	+		+
Granulat Calcaire noir					+
Granulat Calcaire blanc					+
Granulat Diorite					+
Bitume	+	+	+	+	+
Bitume + 0.5 % EM	+	+	+	+	+
Bitume + 0.5 % AG1	+	+	+	+	+
Bitume + 0.5 % AG2	+	+	+	+	+
Additif EM					+
Additif AG1					+
Additif AG1					+

Tableau 5.1 – Matériaux utilisés et tests réalisés

5.2 Mesure de la conductivité thermique

La méthode de la plaque chaude gardée a été utilisée pour mesurer les conductivités thermiques des matériaux. C'est une méthode de mesure de la conductivité thermique des matériaux en régime permanent. Dans cette méthode, l'échantillon est placé entre deux plaques chauffées à des températures différentes comme indiqué sur la figure 5.1. Une chaufferette est intercalée entre l'échantillon et l'isolant de façon à égaliser les températures T_1 et T_2 . La partie supérieure de l'échantillon est en contact direct avec la source froide. Une garde placée autour de l'échantillon limite les déperditions latérales de chaleur. L'ensemble échantillon et garde est isolé de l'extérieur. En faisant l'hypothèse d'un transfert thermique monodimensionnel, la loi de Fourier permet d'accéder à la conductivité thermique :

$$\lambda = \frac{P \times \delta}{S(T_3 - T_4)} \quad (5.1)$$

Où $P = UI$ est la puissance électrique dissipée dans la résistance, δ et S sont respectivement l'épaisseur et la surface de l'échantillon.

Cette méthode a été utilisée pour déterminer la conductivité thermique des bitumes et du granulat. Les valeurs moyennes des conductivités obtenues pour une plage de température comprise entre 30 °C et 150 °C, sont présentées dans le tableau 5.2 et leurs évolutions en

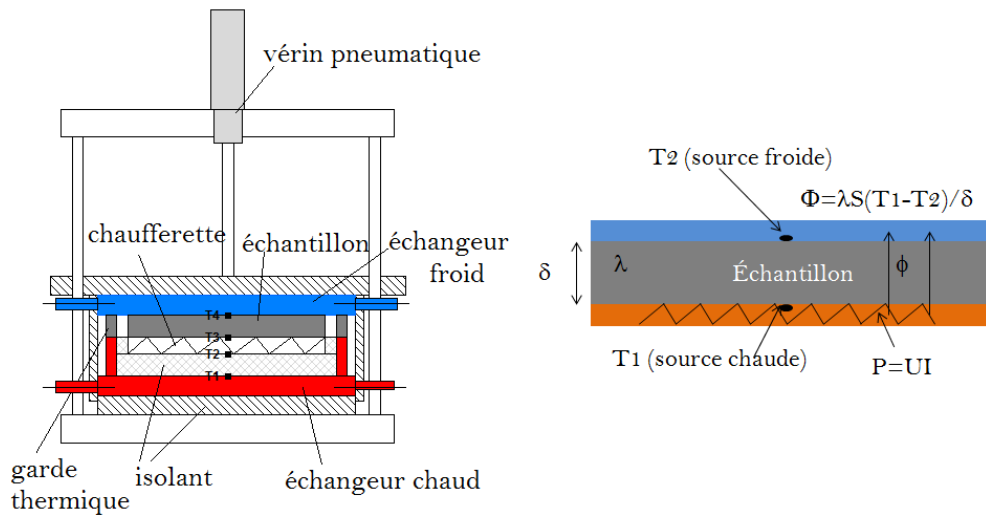


Figure 5.1 – Mesure de la conductivité thermique des matériaux par la méthode de la plaque chaude gardée

fonction de la température données sur la figure 5.2.

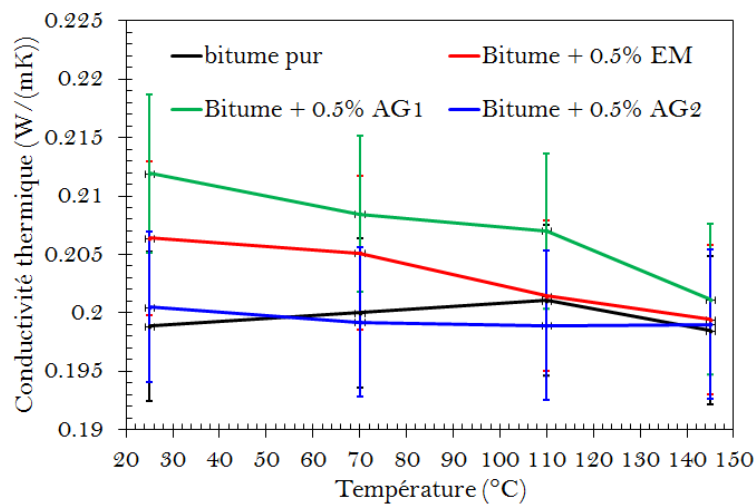


Figure 5.2 – Mesure de la conductivité par la plaque chaude gardée

	Granulat (gneiss)	bitume pur	bitume 0.5 % EM	bitume 0.5 % AG1	bitume 0.5 % AG2
Conductivité (W/mK)	2.590	0.199	0.203	0.2071	0.202

Tableau 5.2 – Conductivités des matériaux utilisés

La dispersion maximale des résultats expérimentaux est de 3.2 %. Cette dispersion maximale obtenue sur les échantillons de granulats issus d'un même bloc est due aux hétérogénéités de la roche. Cet écart reste néanmoins raisonnable compte tenu des résultats de la littérature (Rides et al., 2009). En effet, des essais croisés de conductivité et de diffusivité thermiques menés sur un matériau plastique (PMMA) par Rides et al. (2009) en utilisant plusieurs techniques (Hot Disk, Temperature wave analysis, laser flash, Transient line-source method, Heat flow meter) ont montré que la dispersion des résultats peut atteindre 7 %. D'autres études sur la conductivité thermique de matériaux polymères avec la méthode de la plaque chaude gardée et le conductivimètre en ligne menées par Le Bot (1998), Delaunay (2010) et Massé (2000) ont montré un écart maximum de 5 %. Des études de conductivités thermiques menées par De La Roche (1990) sur des granulats de diorite et sur du bitume pour des températures allant de -20 °C à +35 °C, ont l'existence de variations importantes sur les valeurs conductivités. Au regard de ces résultats, la dispersion de 3.2 % obtenue sur nos échantillons est donc raisonnable.

5.3 Mesure de la chaleur spécifique

Lorsqu'un matériau subit un changement d'état physique (fusion, solidification) ou bien réagit chimiquement (réaction de réticulation, d'oxydation, de décomposition), de la chaleur est soit absorbée, soit dégagée que l'on peut mesurer par DSC (differential scanning calorimetry). De tels processus peuvent être initiés simplement en augmentant la température du matériau, c'est le principe de l'analyse calorimétrique différentielle (ACD ou DSC en Anglais). Un appareil de DSC (figure 5.4) est constitué de deux dispositifs calorimétriques. Ils sont placés dans le même environnement : température, isolation par rapport à l'extérieur, nature et pression du gaz environnant (balayage d'azote). Dans la pratique, on utilise deux creusets l'un vide servant de référence et l'autre contenant l'échantillon à tester, de masse connue (Delaunay, 2010). Pour déterminer la chaleur spécifique des échantillons de bitume et de granulats, nous avons effectué sur chaque échantillon deux cycles de chauffage et de refroidissement à une vitesse de chauffe de 10 °C/min. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures 5.4 et 5.5. De plus, dans notre domaine d'étude compris entre 30 °C et 160 °C, nous avons approximé la chaleur spécifique du granulats et des bitumes par des polynômes du second degré présentés dans le tableau 5.3.

Dans la littérature, certaines études ont même permis d'identifier des groupement moléculaires présents dans le bitume à partir des flux thermiques obtenus par DSC (Masson and

Polomark, 2001).

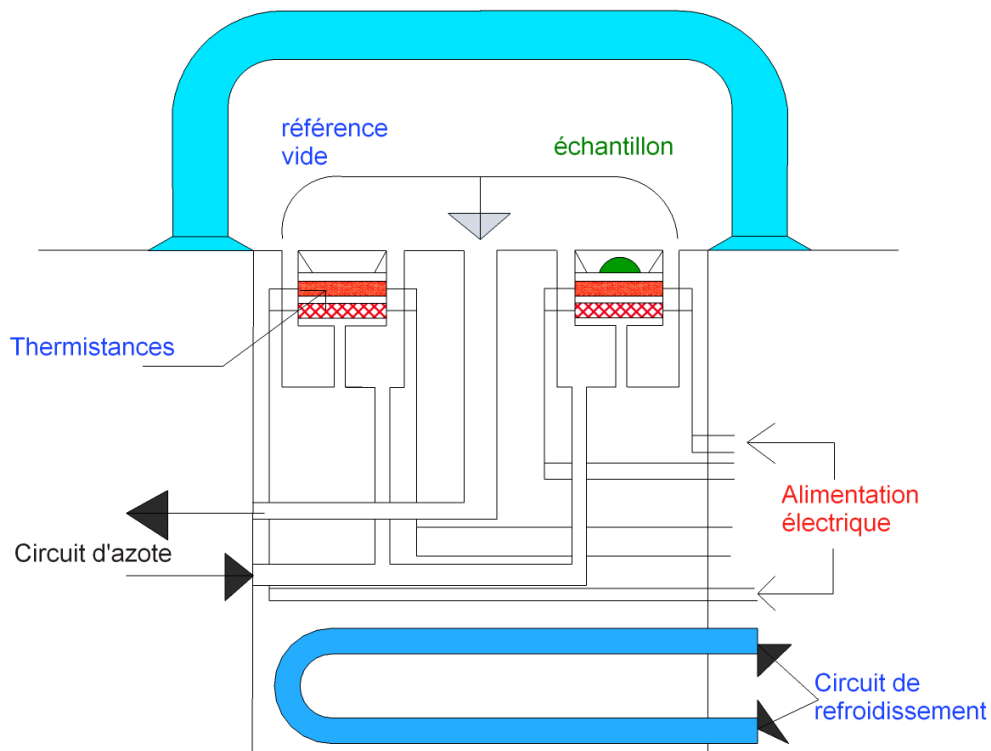


Figure 5.3 – Schéma d'un calorimètre différentiel

Matériaux	Chaleur spécifique (J/(kgK))
Granulat (Gneiss)	$C_p(T) = 1.3961 \times T + 628.51$
bitume pur	$C_p(T) = 7.1 \times 10^{-3}T^2 + 2.4291 \times T + 1835.1$
bitume + 0.5 % EM	$C_p(T) = 8.9 \times 10^{-3}T^2 + 1.9268 \times T + 2049.8$
bitume + 0.5 % AG1	$C_p(T) = -2.1 \times 10^{-3}T^2 + 3.9004 \times T + 1649$
bitume + 0.5 % AG2	$C_p(T) = 4.5 \times 10^{-3}T^2 + 1.6496 \times T + 1597.3$

Tableau 5.3 – Chaleurs spécifiques des matériaux étudiés

En dehors des domaines de transformations, lorsque les pertes thermiques sont compensées la différence de flux entre l'échantillon (ϕ_e) et la référence (ϕ_r) est donnée par l'équation 5.2. À partir de l'enregistrement de $\phi_e - \phi_r$ au cours de l'essai et connaissant la masse m de l'échantillon et la vitesse de chauffage ou de refroidissement dT/dt utilisées, on en déduit la chaleur spécifique $C_p(T)$.

$$\phi_e - \phi_r = mC_p(T) \frac{dT}{dt} \quad (5.2)$$

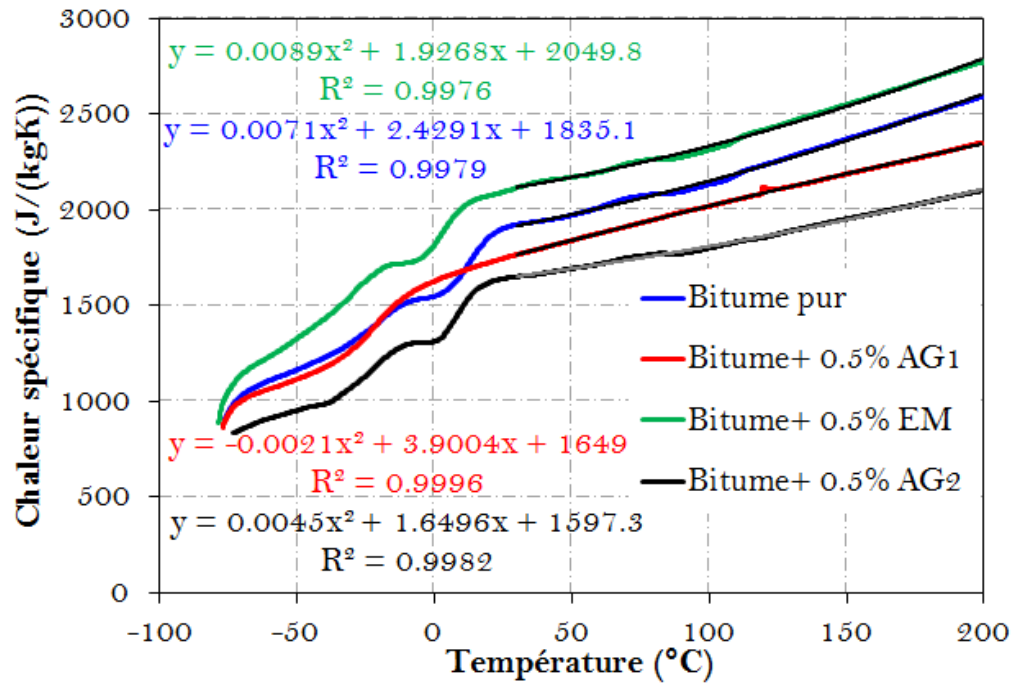


Figure 5.4 – Évolution de la chaleur spécifique des bitumes en fonction de la température

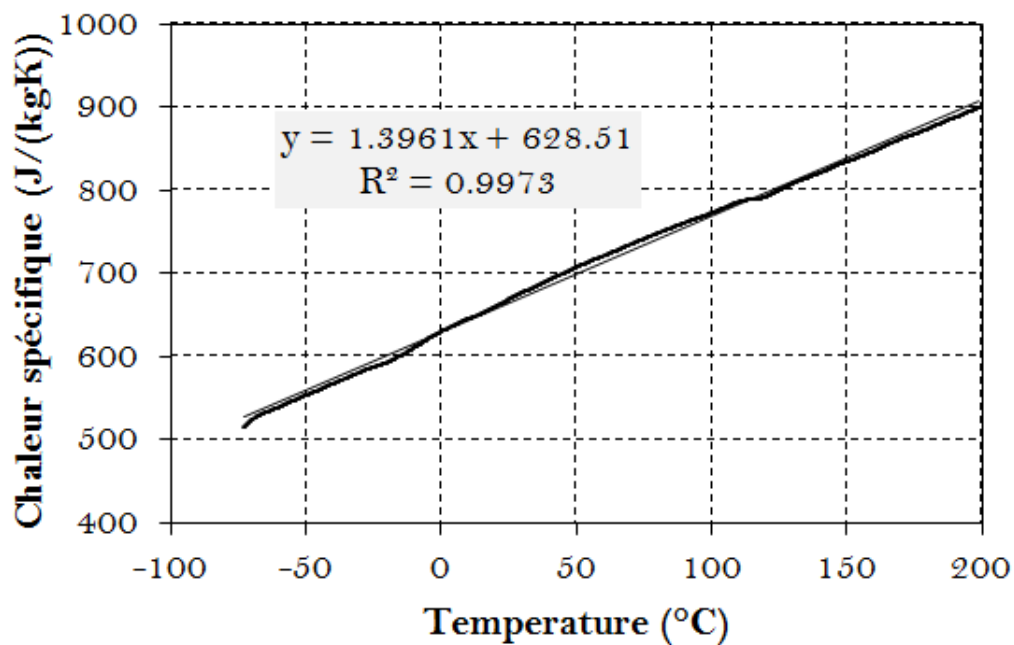


Figure 5.5 – Évolution de la chaleur spécifique du granulat (gneiss) en fonction de la température

5.4 Mesure du volume spécifique

Le volume spécifique a été mesuré par l'essai PvT. Pour cet essai, l'échantillon de bitume est placé dans une capsule fermée hermétiquement puis placé dans une chambre cylindrique

entre un piston supérieur mobile et un piston inférieur fixe. Le bitume est mis sous pression (500 kN) par l'intermédiaire du piston et chauffé jusqu'à 160 °C (état liquide). L'échantillon est ensuite refroidi sous pression à vitesse constante (10 °C/mn). Puis l'échantillon est à nouveau chauffé pour la mesure suivante à la même pression. L'appareil enregistre le déplacement du piston supérieur suite aux variations volumiques de l'échantillon et de la capsule (Delaunay, 2010), (Combette and Ernoult, 2005), (Combette and Ernoult, 2006). En effectuant la même expérience sur un échantillon de référence dont la dilatation est connue, on déduit la dilatation de la capsule et par suite la dilatation de l'échantillon. En supposant que le déplacement du piston dû à la dilatation de l'échantillon soit ΔL , le volume spécifique s'obtient alors par la relation suivante :

$$v_{T,P} = \frac{S_{T,P} \times \Delta L_{T,P}}{m} \quad (5.3)$$

Où :

v est le volume spécifique (m^3/kg)

$S_{T,P}$ est la surface de l'échantillon (m^2) et m sa masse (kg)

On en déduit le coefficient de dilatation correspondant à partir de l'équation 5.4

$$\alpha = \frac{1}{v} \left(\frac{\partial v}{\partial T} \right)_p \quad (5.4)$$

La température de l'échantillon est déterminée par méthode inverse à partir des températures relevées par les capteurs situés au fond du moule et dans le piston comme indiqué sur la figure 5.4.

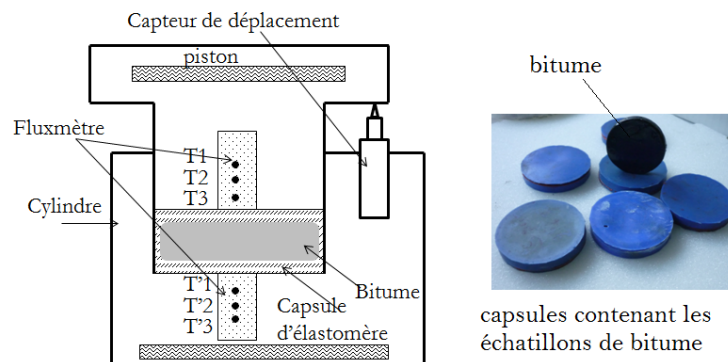


Figure 5.6 – Schéma simplifié de l'appareil PvT et échantillons utilisés

Les résultats obtenus sur les échantillons de bitume et granulat sont représentés sur la figure 5.7. La répétabilité de l'essai est de 3 % pour le granulat et de 2 % pour le bitume.

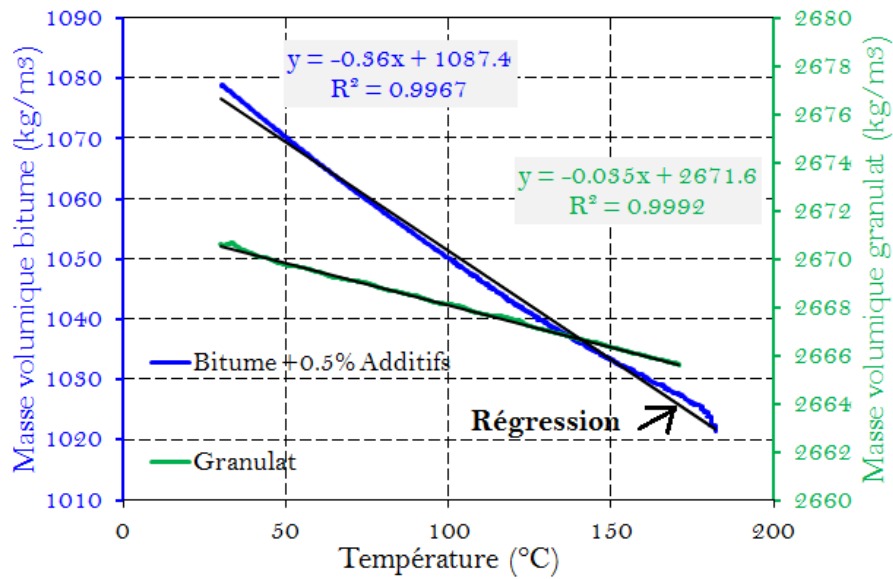


Figure 5.7 – Évolution de la masse volumique des matériaux en fonction de la température

Ces évolutions ont été approximées par des polynômes de degré 1 (tableau 5.4) pour les besoins du calcul numérique.

Matériaux	Volume spécifique (m^3/kg)	α ($/^{\circ}\text{C}$)
Granulat (Gneiss)	$v(T) = 5 \times 10^{-9}T + 4 \times 10^{-4}$	1.25×10^{-5}
bitume pur + 0.5 % additifs	$v(T) = 4 \times 10^{-7}T + 9 \times 10^{-4}$	3.82×10^{-4} à 4.7×10^{-4}

Tableau 5.4 – Volumes spécifiques des matériaux étudiés

5.5 Mesure de la viscosité du bitume

Pour estimer la viscosité des bitumes au moment de l'enrobage, nous avons effectué des mesures sur les bitumes extraits des formules étudiées. Les tests ont été menés dans la gamme de température de 100 °C à 160 °C. Cette gamme température correspond aux températures du bitume d'enrobage des granulats et est compatible avec les limites d'utilisation du matériel expérimental. Les tests ont été réalisés en pompage annulaire à l'aide d'un viscoanalyseur de METRAVIB. Le schéma simplifié du système est présenté sur la figure 5.8.

Le mode opératoire consiste à préchauffer la machine pendant une demi-heure à 160 °C puis verser directement le bitume dans le porte-échantillon, lui aussi à 160 °C et à stabiliser l'ensemble 30 mn à chaque palier de température de la mesure. Ce procédé a l'inconvénient

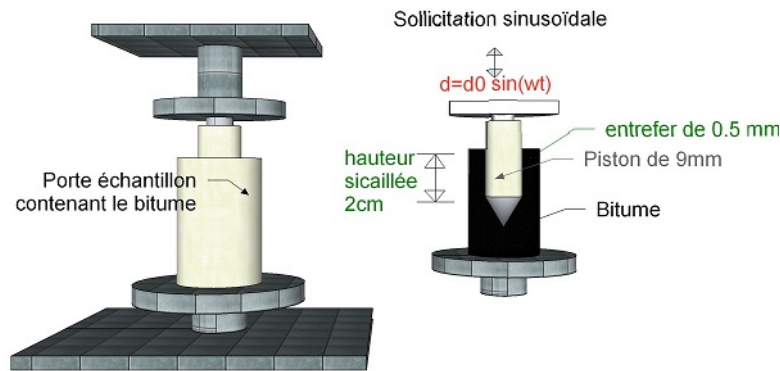


Figure 5.8 – Principe du pompage annulaire

d'augmenter le temps de la mesure et d'exposer le bitume à un léger risque de vieillissement, mais c'est le seul qui permet de bien homogénéiser l'échantillon. Dans le protocole retenu, on effectue les mesures à 160, 140, 120 puis 100 °C en respectant un temps d'une demi-heure avant chaque palier de température. Les fréquences de sollicitation sont de 5, 10, 20, 50 puis 100 Hz et le déplacement du piston de 20 microns avec une hauteur de bitume cisailée de 2 cm dans un entrefer de 0.5 mm.

La viscosité dynamique d'un corps visco-élastique est définie par le rapport :

$$\eta * (i\omega) = \frac{G^*}{i\omega} = \eta_1 + i\eta_2 \quad (5.5)$$

d'où :

$$\begin{cases} \eta' = \frac{G''}{\omega} \\ \eta'' = \frac{G'}{\omega} \end{cases}$$

η_1 est appelé quelque fois la viscosité dynamique. Cette viscosité approche la viscosité d'écoulement η pour les très faibles fréquences, quand le corps se comporte d'une façon Newtonienne. La viscosité du bitume utilisé est représentée sur la figure 5.9.

5.6 Mesure de la tension superficielle du bitume et du granulats

La tension superficielle ou énergie de surface est la tension qui existe à la surface de séparation de deux milieux. Elle se manifeste par une résistance à la déformation de la surface

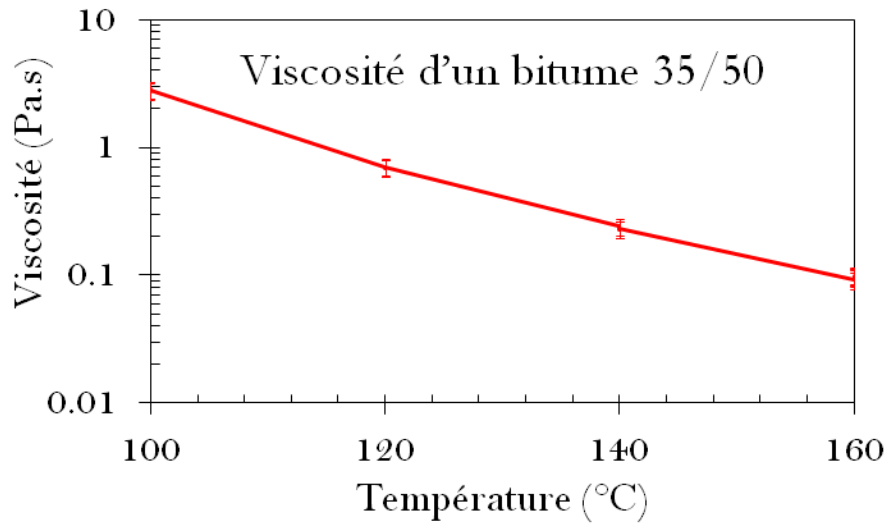


Figure 5.9 – Viscosité du bitume 35/50 utilisé

d'un liquide qui se comporte comme une "membrane élastique". Cette tension est due au fait que les molécules, à la limite de séparation, (représentées en bleu sur la figure 5.10) ne sont pas soumises aux mêmes forces de Van der Waals de la part de toutes leurs voisines que celles situées au sein du liquide (représentées en rouge) (figure 5.10). Les forces de Van der Waals sont un ensemble de trois forces : la force de Keesom, la force de Debye et la force de London décrites en annexe 8.3.2.2. La non compensation des forces de Van der Waals à l'interface fait que cette interface est soumise à une force dirigée vers le liquide dont l'expression est :

$$\vec{F} = \gamma l \vec{n} \quad (5.6)$$

Avec : l : longueur de l'interface,

γ : tension superficielle

$\vec{n}$: normale à l'interface dirigée vers le liquide,

Plusieurs techniques permettent de mesurer l'énergie de surface (méthode de Wilhelmy, méthode de Washburn, méthode de la goutte pendante et posée). La figure 5.11 présente un appareil de mesure de tension superficielle de liquide ou d'énergie de surface de solide.

5.6.1 Mesure de la tension superficielle du bitume par la technique de la goutte pendante

Cette méthode est basée sur l'analyse de la forme d'une goutte à l'équilibre (figure 5.12). La goutte est en équilibre lorsque les effets de tension superficielle (qui tendent à rendre

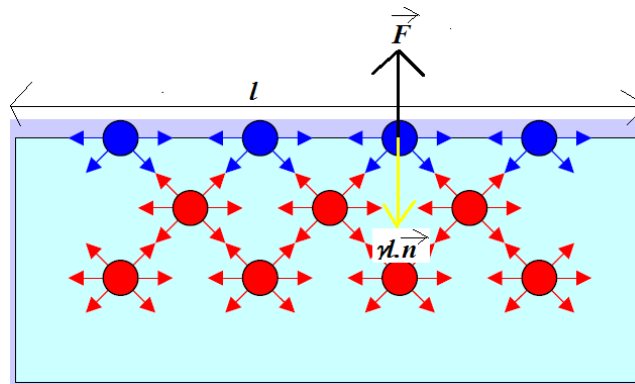


Figure 5.10 – Distribution des molécules d'un liquide à l'interface liquide-air

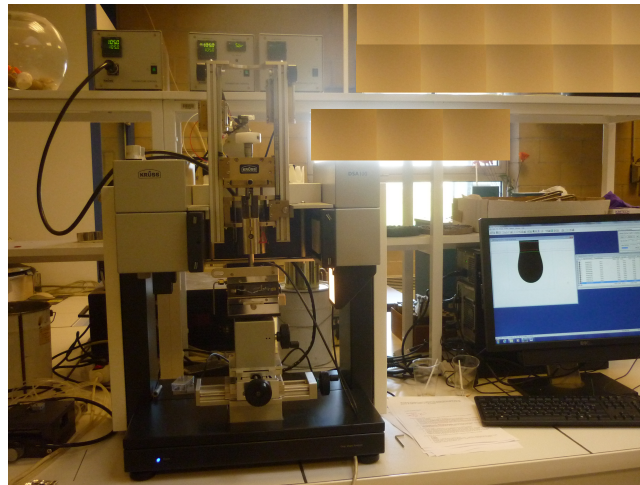


Figure 5.11 – Dispositif de mesure de la tension superficielle par la méthode de la goutte pendante

la goutte sphérique) compensent les effets gravitationnels (qui créent des distorsions de la goutte). La méthode de la goutte pendante est couramment utilisée parce qu'elle nécessite une faible quantité de liquide et permet d'obtenir de façon rapide une mesure relativement précise de la tension superficielle. Elle ne peut cependant pas être utilisée dans le cas de liquides volatils. La procédure générale consiste à former, à l'aide d'une aiguille, une goutte en équilibre (suffisamment grosse et déformée). On capture son image et on mesure ensuite certaines de ses dimensions (diamètre,...) (figure 5.12(b)).

L'équilibre entre les forces de gravités et de tension superficielle permet de déterminer la tension superficielle γ par la relation :

$$\gamma = \frac{V \times \Delta\rho \times g}{\pi r \sin \varphi} \quad (5.7)$$

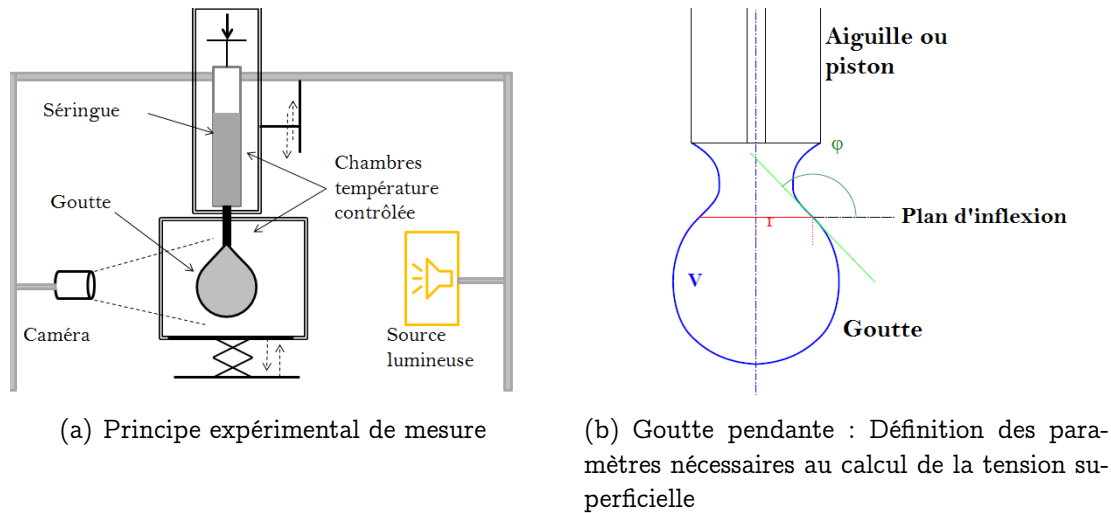


Figure 5.12 – Mesure de la tension superficielle à l'aide de la goutte pendante

Avec : V : volume de la goutte sous le plan d'inflexion

r : rayon de la goutte au point d'inflexion

$\Delta\rho$: différence de masse volumique entre le liquide et la vapeur obtenue par l'essai PvT

ϕ : angle entre l'horizontale et la tangente au point d'inflexion

g : intensité de la pesanteur

Cette méthode a été utilisée pour déterminer la tension superficielle du bitume dans une plage de température de 80 °C à 160 °C. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 5.13.

Ces résultats (figure 5.13) montrent une diminution de la tension superficielle lorsque la température augmente. De nombreuses études sur différents matériaux polymères, menées par Pötschke et al. (2002), Moreira and Demarquette (2001), Kwok et al. (1998), et Muller (2008) ont montré une diminution de la tension superficielle en fonction de la température. Ceci est d'ailleurs général à tous les liquides. Plusieurs explications sont fournies à cela. La première est l'augmentation de l'entropie de surface du liquide qui est principalement gouvernée par la densité. L'augmentation de la température induit une dilatation du liquide et donc une baisse de la densité favorisant la mobilité des molécules surtout à la surface. Mezger (1946) a montré par une démarche thermodynamique que la tension superficielle des liquides diminue jusqu'au point critique et une relation décrivant cette évolution a été proposée. Certains auteurs expliquent cette diminution par une restriction de conformation des longues chaînes près de l'interface liquide-vapeur. Mais cette contribution à l'entropie de surface d'une interface liquide-vapeur est relativement faible comparée aux changements de densité à cette interface.

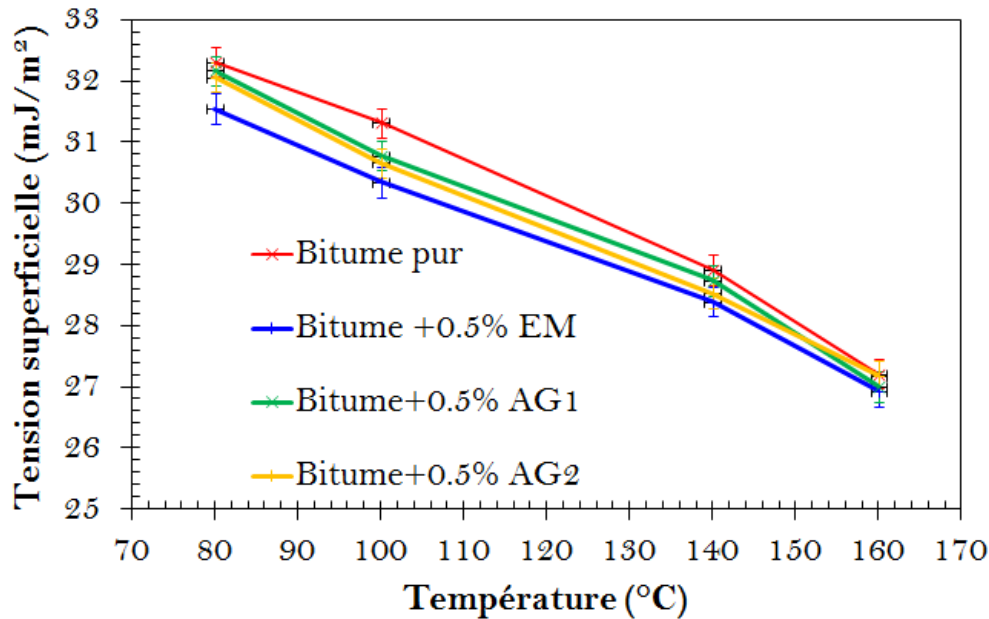


Figure 5.13 – Tension superficielle des bitumes en fonction de la température

L'incorporation d'additifs tensio-actifs (EM, AG1 et AG2) dans le bitume à 0.5 % montre un abaissement de la tension superficielle comparé au bitume pur. Cette technique (goutte pendante) n'est cependant pas la plus riche en information car elle ne rend pas compte de chaque types d'interactions moléculaires qui a lieu dans le bitume. Dans la suite, nous utiliserons en plus des résultats de la goutte pendante, ceux de la méthode de la goutte posée pour estimer la contribution de la partie polaire et dispersive du bitume à la tension superficielle. La connaissance de ces composantes polaires et dispersives permet ensuite d'estimer les tensions interfaciales et les énergies d'adhésion bitume-granulat.

5.6.2 Mesure de la tension superficielle du bitume par la technique de la goutte posée

5.6.2.1 Rappels théoriques

Lorsqu'une goutte de liquide est déposée sur une surface solide plane, l'angle entre la tangente à la goutte au point de contact et la surface solide est appelé angle de contact (θ)

La mesure de cet angle donne trois types d'informations :

- Si on utilise l'eau comme liquide de mesure d'angle de contact, on peut déduire le caractère

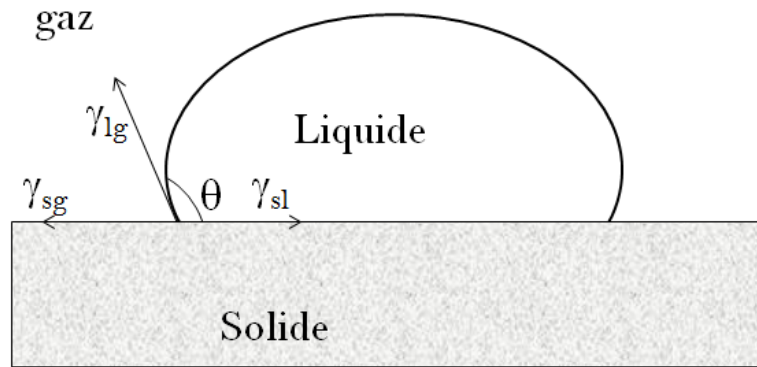


Figure 5.14 – Mesure de l'angle de contact solide-liquide par la méthode de la goutte posée

hydrophobe (grand angle, faible énergie de surface) ou hydrophile (petit angle, grande énergie de surface) de la surface.

- Si on utilise plusieurs liquides de référence différents, on peut accéder à l'énergie libre de la surface, tout en discriminant les composantes polaires ou apolaires de cette énergie en utilisant le modèle de Good Van Oss ou celui d'Owens Wendt.
- Si on mesure l'hystérésis entre l'angle à l'avancée de la goutte et au retrait de la goutte on obtient des renseignements sur la non homogénéité physique (rugosité) ou chimique de la surface.

La forme d'une goutte à la surface d'un solide est régie par 3 paramètres :

- La tension interfaciale solide-liquide γ_{sl} ,
- La tension interfaciale solide-vapeur γ_{sv} (γ_s),
- La tension interfaciale liquide-vapeur γ_{lv} (γ_l).

Ces trois grandeurs sont reliées à l'équilibre par l'équation de *Young* :

$$-\gamma_{sv} + \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos \theta = 0 \quad (5.8)$$

Seules γ_{lv} et θ sont mesurables, par conséquent il est nécessaire d'avoir des relations supplémentaires pour estimer les inconnues γ_{sl} et l'énergie de surface γ_{sv} . Plusieurs modèles ont été développés pour déterminer ces inconnues.

Modèle de Neumann

Dans ce modèle, on ne distingue pas les différentes composantes de l'énergie de surface et on n'essaie pas non plus de les relier aux propriétés physico-chimiques du matériau. L'équation

reliant les composantes à l'angle de contact s'écrit :

$$\cos \theta_{\gamma_{sl}} = \frac{(0.015\gamma_s - 2)\sqrt{\gamma_s\gamma_l} + \gamma_l}{\gamma_l(0.015\sqrt{\gamma_s\gamma_l} - 1)} \quad (5.9)$$

L'utilisation de cette équation doit être limitée à des systèmes qui sont peu polaires.

Modèle d'Owens et Wendt

Dans le modèle d'Owens et Wendt on considère que l'énergie de surface s'exprime sous la forme : $\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^{nd}$ dans laquelle :

- γ_s^d est la composante dispersive,
- γ_s^{nd} ou γ_s^p est la composante non-dispersive.

L'équation reliant les composantes à l'angle de contact s'écrit alors :

$$\gamma_l(1 + \cos \theta) = 2\sqrt{\gamma_s^d}\sqrt{\gamma_l^d} + 2\sqrt{\gamma_s^p}\sqrt{\gamma_l^p} \quad (5.10)$$

Dans ce modèle, on a besoin de deux liquides différents pour obtenir l'énergie de surface. Toutefois une approximation est faite sur le terme non dispersif en considérant qu'il est la moyenne géométrique de γ_s^{nd} et γ_l^{nd} . Cette approximation ne permet pas de rendre compte du comportement des polymères polaires en milieu aqueux.

Modèle de Good Van Oss

Dans le modèle de Good Van Oss l'énergie de surface s'écrit : $\gamma_s = \gamma_s^d + 2\sqrt{\gamma_s^+\gamma_s^-}$ avec :

- γ_s^d : composante dispersive (interaction dipole-dipole),
- γ_s^+, γ_s^- : composantes polaires.

La relation entre les composantes de l'énergie de surface du solide, celles du liquide et l'angle de contact de la goutte s'écrit :

$$\gamma_l(1 + \cos \theta) = 2(\sqrt{\gamma_s^d\gamma_l^d} + \sqrt{\gamma_s^+\gamma_l^-} + \sqrt{\gamma_s^-\gamma_l^+}) \quad (5.11)$$

En déposant une goutte de 3 liquides différents dont les composantes dispersives et polaires sont connues, on peut obtenir l'énergie de surface du solide.

Le tableau 5.5 donne les valeurs des différentes composantes de liquides utilisés pour la mesure de l'énergie de surface des granulats.

Étude des propriétés des matériaux

Liquides	γ_L (mJ/m ²)	γ_L^D (mJ/m ²)	γ_L^P (mJ/m ²)	γ_L^{P+} (mJ/m ²)	γ_L^{P-} (mJ/m ²)
Eau	72.8	21.8	51	25.5	25.5
Glycérol	63.4	37	26.4	-	-
Ethylène Glycol	47.7	30.9	16.8	-	-
Diiodométhane	50.8	50.8	0	-	-

Tableau 5.5 – Tensions superficielles des liquides utilisés

5.6.2.2 Énergie de surface du Polytétrafluoroéthylène (Téflon ou PTFE)

Après avoir choisi les quatre liquides de référence, il faut choisir un solide de référence qui permettra de déterminer les composantes polaires et dispersives des bitumes. Nous avons choisi le Téflon (PTFE) car c'est un matériau qui ne possède que des interactions exclusivement dispersives avec les liquides. Sa composante dispersive peut être calculée à partir de l'équation 5.12

$$\gamma_{\text{PTFE}} = \frac{\gamma_L^2}{4\gamma_L^D} (1 + \cos \theta)^2 \quad (5.12)$$

Ou tout simplement en utilisant les quatre liquides précédents (tableau 5.5) d'une part et du modèle d'Owens et Wendt d'autre part.

$$\frac{\gamma_L(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{\gamma_L^D}} = \sqrt{\gamma_{\text{PTFE}}^P} \frac{\sqrt{\gamma_L^P}}{\sqrt{\gamma_L^D}} + \sqrt{\gamma_{\text{PTFE}}^D} \quad (5.13)$$

On trace la droite de régression $\frac{\gamma_L(1+\cos \theta)}{2\sqrt{\gamma_L^D}}$ en fonction de $\frac{\sqrt{\gamma_L^P}}{\sqrt{\gamma_L^D}}$. La pente de cette droite donne la valeur de $\sqrt{\gamma_{\text{PTFE}}^P}$ et l'ordonnée à l'origine donne $\sqrt{\gamma_{\text{PTFE}}^D}$.

Ainsi les résultats obtenus pour le PTFE sont représentés sur la figure 5.15. On obtient, en faisant la moyenne des résultats que : $\gamma_{\text{PTFE}}^P = 0.58$ mJ/m² et $\gamma_{\text{PTFE}}^D = 19.64$ mJ/m². Après avoir déterminé les composantes de la tension superficielle du PTFE, il sera utilisé comme un support de référence pour la détermination des composantes polaires et dispersives des bitumes en fonction de la température dans la partie 5.6.2.3.

5.6.2.3 Détermination des composantes polaires et dispersives du bitume et des additifs

La méthode de la goutte posée a été utilisée pour estimer les composantes polaires et dispersives du bitume. Le substrat utilisé est le PTFE dont l'énergie de surface a déjà été déterminée. La détermination des composantes polaires et dispersives permet pour la suite

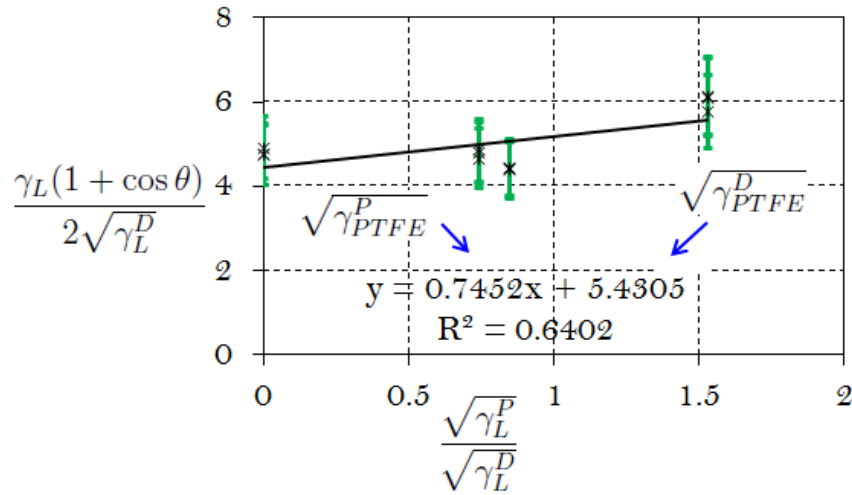


Figure 5.15 – Détermination des composantes dispersives du PTFE

d'estimer les énergies d'adhésion entre le bitume et le granulat. Les résultats montrent une faible diminution de la composante dispersive du bitume en fonction de la température (figure 5.16).

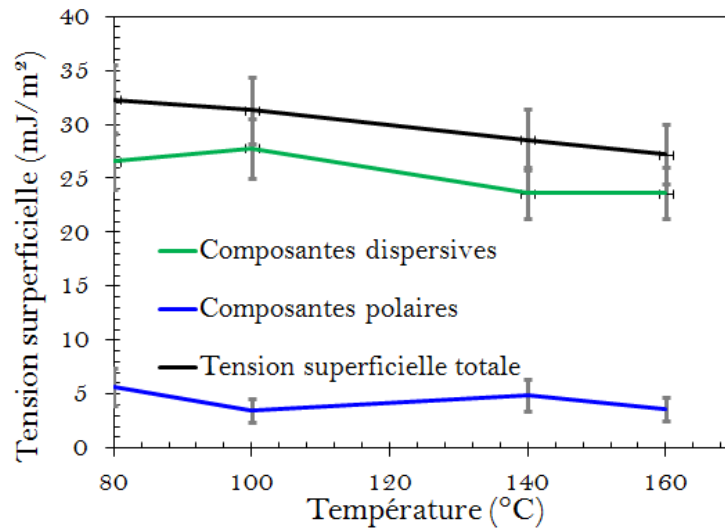


Figure 5.16 – Composantes polaires et dispersives du bitume en fonction de la température

En ce qui concerne les additifs utilisés pour le dopage des bitumes, leurs propriétés ont été déterminées à 25 °C et représentées sur la figure 5.17.

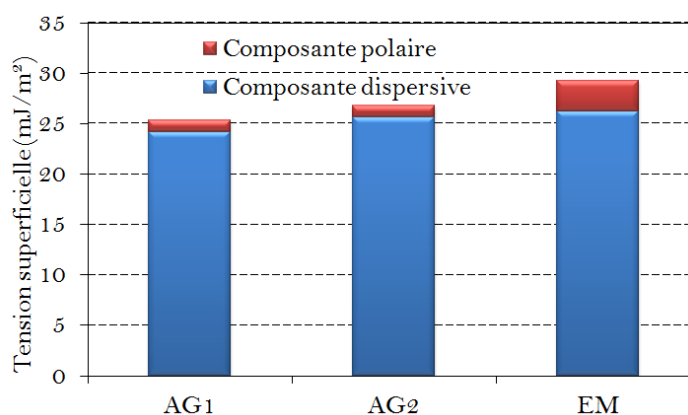


Figure 5.17 – Composantes polaires et dispersives des additifs utilisés pour le dopage du bitume

5.6.2.4 Mesure de l'énergie de surface du granulat

Pour déterminer les composantes polaires et dispersives du granulat, on procède de la même façon qu'avec le PTFE. Nous avons étudié quatre types de granulat : un calcaire noir (CN), un calcaire blanc (CB), une diorite et un gneiss (figure 5.18). Les rugosités de surface de ces granulats sont présentées dans le tableau 5.6 (la méthode de détermination de la rugosité déjà décrite dans le chapitre 4). Précisons que compte tenu de la différence de rugosité entre les différents types de granulat, on ne fera pas une comparaison entre les résultats de ces granulats. L'idée ici est de déterminer les composantes d'énergie de surface de chacun des granulats. Sur chaque granulat nous étudierons l'effet de la température sur les tensions interfaciales et sur les énergies d'adhésion. L'énergie de surface totale ainsi que les composantes polaires et dispersives de chaque granulat sont représentées sur les figures 5.19(a) et 5.19(b).

	diorite	gneiss	calcaire blanc (CB)	calcaire noir (CN)
Rugosité Ra (μm)	38.2	51.2	62.3	82.5

Tableau 5.6 – Rugosités de surface des granulats utilisés pour la détermination des composantes polaires et dispersives

5.6.2.5 Énergies d'adhésion bitume-granulat

Les tensions interfaciales bitume-granulat ont été estimées à partir de l'équation d'Young (équation 5.8). Elles déterminent l'énergie qu'il faut apporter pour créer deux surfaces dis-

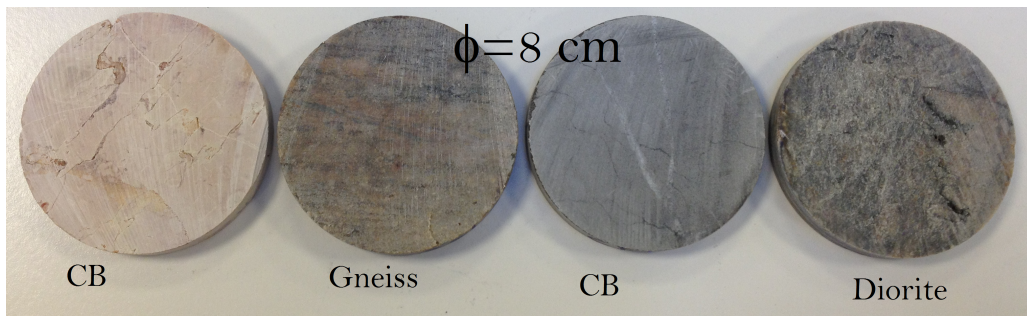


Figure 5.18 – Échantillons de granulats utilisés pour la mesure de l'énergie de surface

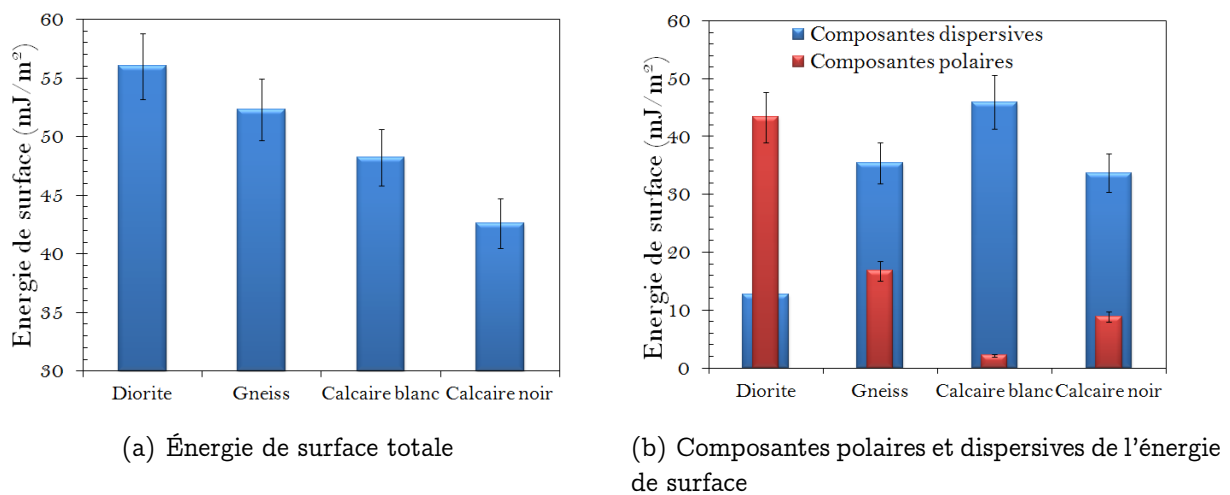


Figure 5.19 – Énergie de surface des granulats

tinctes c'est-à-dire une surface de bitume et une surface de substrat à partir d'une interface bitume-granulat. On constate que la tension interfaciale bitume-granulat augmente pour chaque type de granulat en fonction de la température (figure 5.21). Ce qui signifie que lorsque la température du granulat et du bitume sont élevées, cela crée un bon contact si bien que pour séparer le bitume du granulat, il faut apporter plus d'énergie. Les valeurs des angles de contact montrent que, plus les températures sont élevées, plus les angles sont faibles. Pour les températures inférieures à 140 °C, on obtient un équilibre entre les forces de gravité et de tension superficielle au bout de 300s maximum après le dépôt de la goutte figure 5.20. Les valeurs des angles obtenus sont alors mesurées lorsqu'on atteint l'état quasi-statique. Pour les températures de l'ordre de 160 °C, les valeurs des angles obtenus au bout de 10 s sont inférieures à 2° (figure 5.20). Au dessous de cette valeur, la détermination de l'angle de contact est peu précise. C'est la raison pour laquelle les mesures des angles à cette température ont été arrêtées à partir de cette valeur même si l'étalement continu jusqu'à des angles proches de 0°.

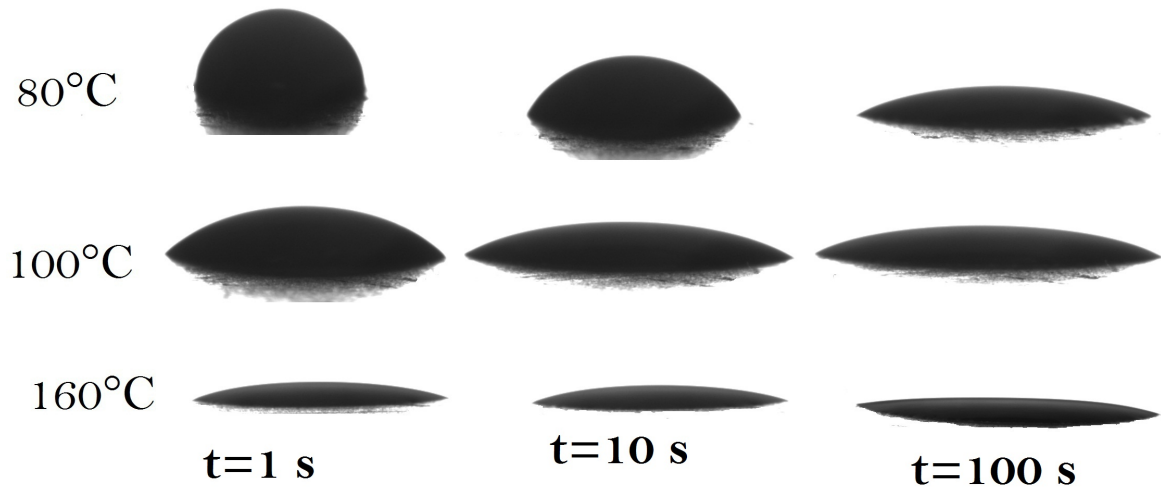


Figure 5.20 – Étalement d’une goutte de bitume sur un granulat (gneiss) en fonction du temps pour deux températures différentes (80 °C à 160 °C)

Les rugosités des granulats utilisées sont fournies dans le tableau 5.7.

	Diorite	Gneiss	Calcaire blanc	Calcaire noir
Rugosité Ra (μm)	43.5	55.7	66.4	78.8

Tableau 5.7 – Rugosités de surface des granulats utilisés pour les mesures d’angles de contact avec le bitume pour différentes températures

Les travaux d’adhésion représentés sur la figure 5.22, varient très peu lorsque la température augmente compte tenu de la dispersion des résultats des mesures. Ces travaux d’adhésion ont été estimés à partir de la relation d’Owens-Wendt (équation 5.14). Ils caractérisent la stabilité à court terme de l’interface.

$$W_{sl} = 2 \left(\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} + \sqrt{\gamma_s^p \gamma_l^p} \right) \quad (5.14)$$

La tension interfaciale peut être estimée à partir de la formule de Dupré (équation 5.15). Elle caractérise la stabilité à long terme de l’interface créée. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 5.23.

$$\gamma_{sl} = \gamma_s + \gamma_l - 2 \left(\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} + \sqrt{\gamma_s^p \gamma_l^p} \right) \quad (5.15)$$

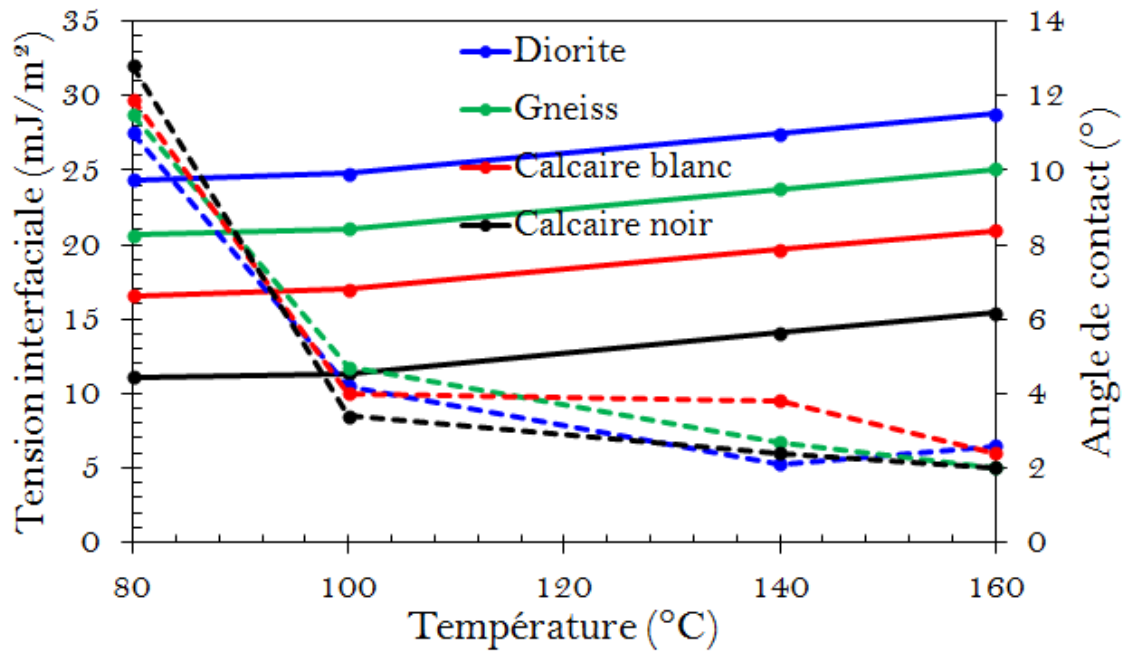


Figure 5.21 – Évolution de la tension interfaciale et angles de contact bitume/granulat en fonction de la température, obtenue à partir de la relation d'Young (équation 5.8)

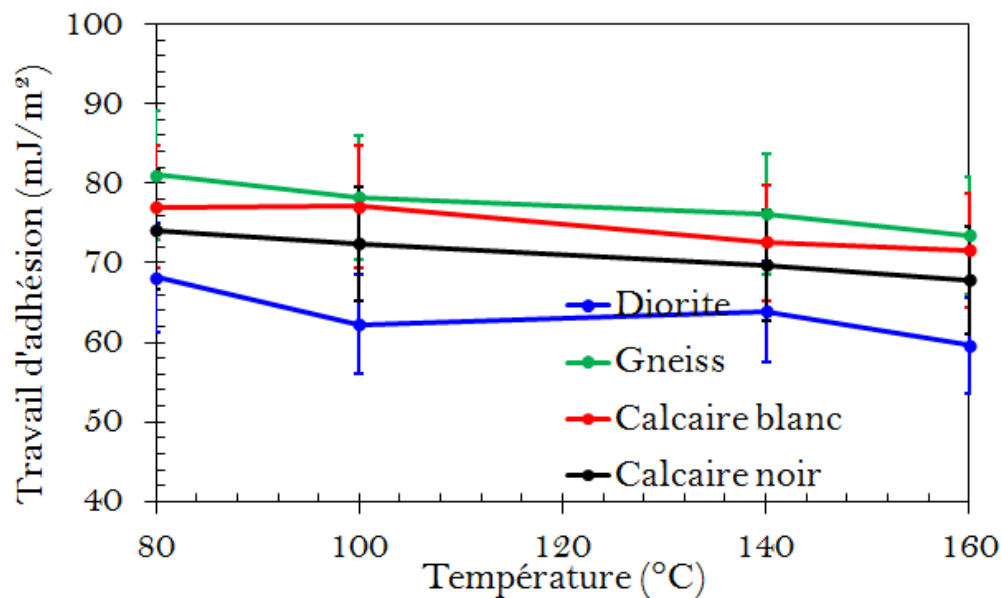


Figure 5.22 – Énergie d'adhésion bitume-granulat estimée à partir de la formule d'Owens-Wendt

Conclusion du chapitre 5

Dans ce chapitre, il a été question d'identifier les propriétés thermophysiques et de mouillabilité des granulats et des bitumes pour la résolution du problème de conduction inverse décrit

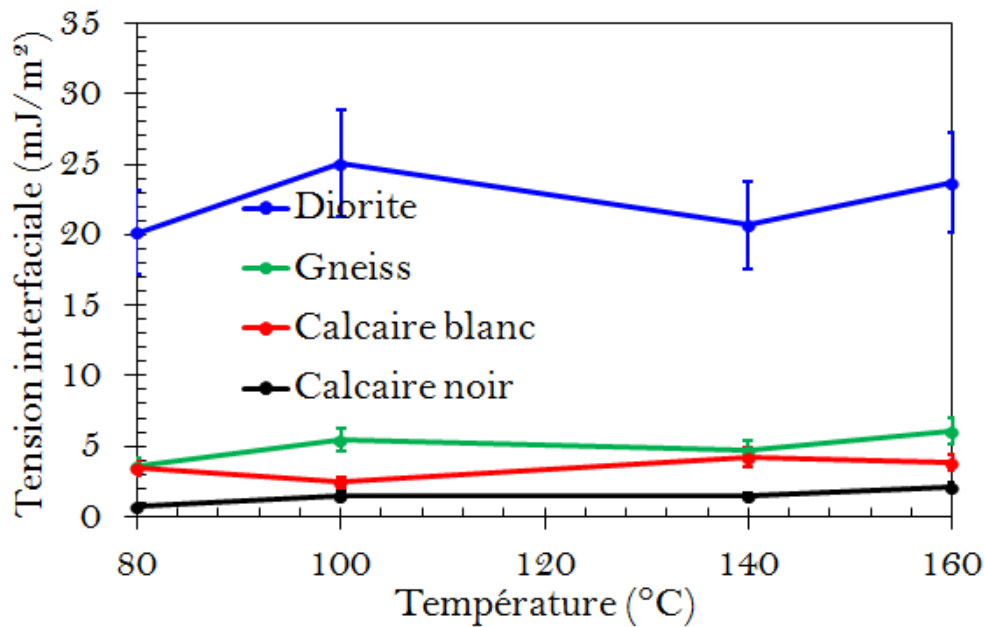


Figure 5.23 – Tension interfaciale bitume-granulat estimée à partir de la formule de Dupré

dans le chapitre 3. En ce qui concerne les propriétés thermophysiques, les résultats montrent une diminution de la masse volumique et une augmentation de la chaleur spécifique en fonction de la température. Ces évolutions ont été modélisées par des fonctions polynômiales. Quant à la conductivité thermique, elle est quasiment constante entre 30 et 150 °C pour le granulat et pour le bitume. Les effets des additifs ont été observés sur les résultats de la chaleur spécifique.

L'étude de la mouillabilité a été menée sur quatre types de granulat dont les énergies de surface ont été préalablement mesurées. Les résultats montrent une augmentation de la tension interfaciale bitume-granulat lorsque la température augmente due à un bon étalement du bitume.

Chapitre 6

Résultats des résistances thermiques de contact

Dans le chapitre 3 (page 77), les différentes méthodes d'estimation de la résistance (méthode de Raynaud et Braniser, méthode d'identification directe de la résistance de Beck et méthode d'identification de la résistance à partir du flux de Beck) ont été validées en comparant la RTC estimée à la valeur cible dans les cas linéaires et non linéaires.

Dans ce chapitre, nous allons utiliser dans un premier temps les trois méthodes pour estimer la RTC sur un exemple, puis nous utiliserons la méthode de l'identification directe de la RTC de Beck pour le traitement des résultats. Nous étudierons l'influence de la température du granulat et du bitume sur l'évolution de la RTC ainsi que l'effet de trois additifs (EM, AG1 et AG2). À partir de ces résultats de la RTC, nous donnerons une estimation des épaisseurs équivalentes de lame d'air présentes à l'interface.

6.1 Analyse des profils de températures, du flux et de la résistance

6.1.1 Analyse des profils de températures

Un exemple d'évolution des températures mesurées par les différents capteurs installés dans le substrat et de la température de surface du granulat estimée sont présentées sur la figure 6.1. L'instant initial correspond au contact du bitume avec la surface du granulat. Le contact thermique brusque du bitume liquide (chauffé à 160 °C) avec le substrat minéral à

une température de 110 °C, provoque un saut dans la réponse des capteurs installés dans le substrat. Les températures à l'interface, côté substrat et côté bitume, sont obtenues à partir du champ de température interne relevé par les thermocouples, en résolvant le problème de conduction inverse dans le substrat et dans le bitume. Nous constatons sur la figure 6.1, que cette température d'interface, côté substrat, suit sensiblement la même évolution que celles des températures internes.

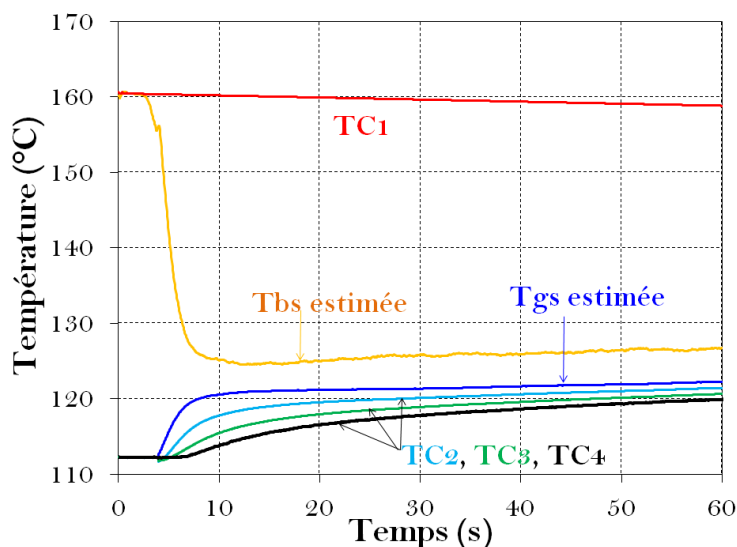


Figure 6.1 – Température à l'interface et à la position des capteurs pour un granulat et un bitume chauffés respectivement à 110 °C et 160 °C noté B160G110

La température mesurée par le capteur situé dans le bitume, loin de l'interface de contact, est quasi constante pendant la durée de l'essai (60 s). Il se comporte bien comme un milieu quasi semi-infini pendant la durée de l'essai. Quant à la surface du bitume, elle subit un refroidissement très rapide dès les premiers instants du contact. Les vitesses de refroidissement sont de l'ordre de 6 à 12 K/s pour le cas présenté sur la figure 6.1.

6.1.2 Analyse du profil du flux de chaleur à l'interface

Les températures enregistrées coté substrat ont permis d'estimer le flux de chaleur à l'interface. L'évolution de ce flux est montré sur la figure 6.2. Nous remarquons que le flux de chaleur atteint son maximum durant les premiers instants du contact.

L'évolution des conditions thermiques à l'interface est donnée à chaque instant par la connaissance du saut de température $\Delta T(t) = T_{bs}(t) - T_{gs}(t)$ à l'interface et de la densité de flux de chaleur $\varphi(t)$ qui traverse cette interface. Par analogie à la notion de résistance

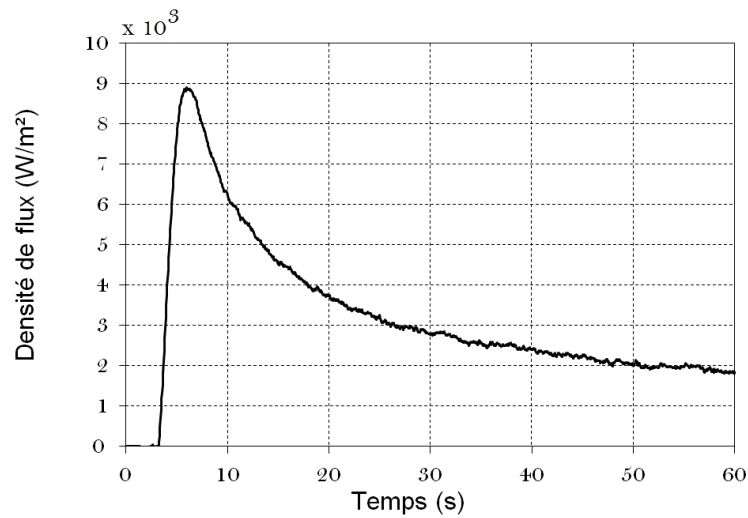


Figure 6.2 – Flux de chaleur à l'interface pour un granulat et un bitume chauffés respectivement à 110 °C et 160 °C noté B160G110

thermique de contact, en régime permanent, nous pouvons considérer le rapport $\Delta T(t)/\varphi(t)$ comme une résistance de contact variable.

6.1.3 Analyse du profil de la RTC

Les résultats de la simulation numérique fournissent les valeurs instantanées de la RTC dont l'allure générale est représentée sur la figure 6.3.

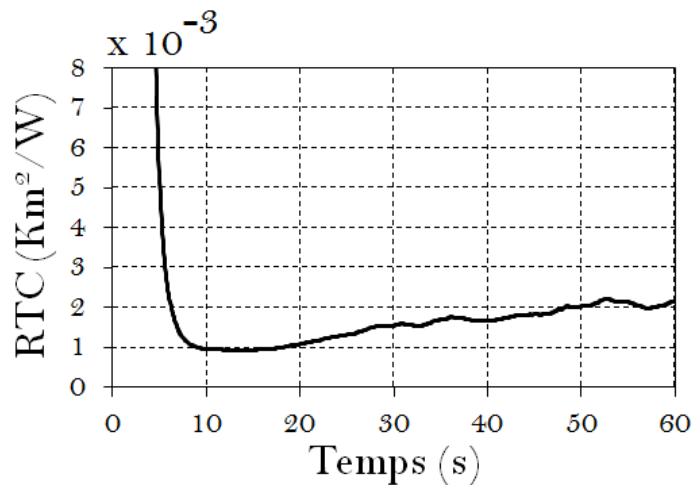


Figure 6.3 – Résistance thermique de contact pour un granulat et un bitume chauffés respectivement à 110 °C et 160 °C noté B160G110

De cette figure 6.3, les constats et analyses suivants peuvent être effectués :

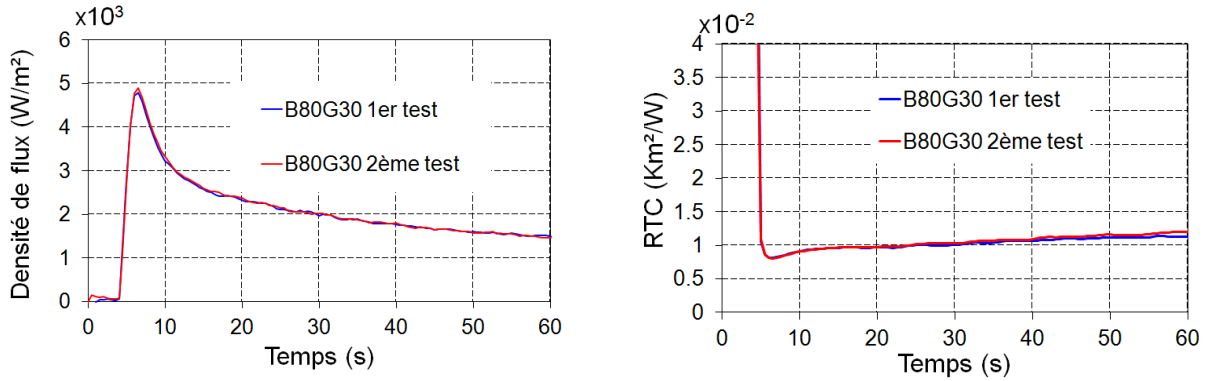
On constate une diminution rapide de la RTC juste après la mise en contact jusqu'à une valeur minimale que nous considérons comme l'instant où le contact est véritablement établi. Cette diminution est associée à l'expulsion d'une partie de l'air contenu dans les rugosités du granulat. À cause des rugosités à la surface du substrat, de l'air y est piégé. Cet air piégé participe avec les constriction thermiques, à l'établissement de la RTC entre le bitume et le granulat. La fin de cette première partie de la TCR est marquée par une densité de flux thermique maximum (figure 6.2). Les contacts sont établis au niveau des pics des aspérités d'où commence le refroidissement du bitume qui s'accompagne d'une augmentation de sa viscosité.

La deuxième étape est caractérisée par une augmentation progressive de la RTC. Comme la température du granulat est inférieure à celle du bitume, le contact entraîne un refroidissement du bitume. Ce refroidissement induit une augmentation de l'épaisseur de la lame d'air comprise dans les microcavités du granulats qui entraîne une augmentation de la RTC. Cette augmentation de l'épaisseur de la lame d'air est attribuée en partie à des phénomènes de micro-retraits du bitume et de l'évolution de la pression de contact instantanée.

6.2 Répétabilité des mesures

Nous avons mené une étude de répétabilité dans le cas où le bitume est chauffé à 80 °C et le granulat à 30 °C. Nous avons effectué deux fois la même expérience puis nous avons déterminé le flux interfacial ainsi que la résistance thermique de contact. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures 6.4(a) et 6.4(b). On peut noter qu'il y a un excellent accord entre les résultats obtenus pour les deux expériences. Après 30 s on constate une légère différence entre les résultats obtenus sur la RTC. Cette différence peut être due à l'apparition des transferts 2D de chaleur sur les parois latérales isolées.

Pour une simplicité d'écriture nous avons adopté la notation B_iG_j . Dans cette notation B (respectivement G) désigne le bitume (respectivement le granulat) et l'indice i (respectivement j), la température à laquelle est chauffé le bitume (respectivement le granulat) figure 6.5.



(a) Répétabilité de la densité de flux thermique de contact pour un granulat et un bitume chauffés respectivement à 80 °C et 30 °C noté B80G30

(b) Répétabilité de la résistance thermique de contact pour un granulat et un bitume chauffés respectivement à 80 °C et 30 °C noté B80G30

Figure 6.4 – Répétabilité de l'essai

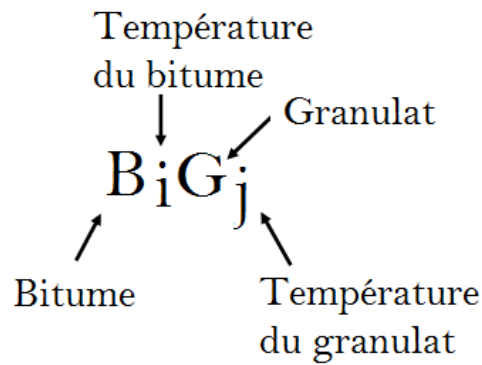


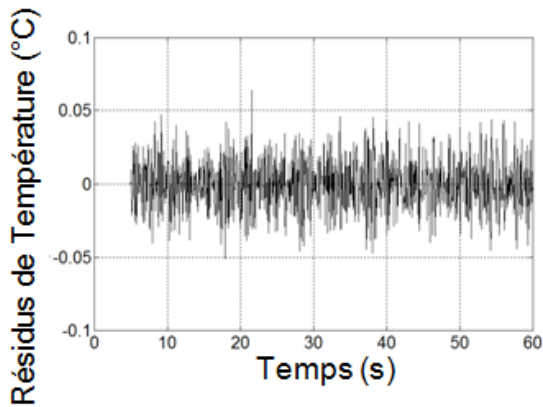
Figure 6.5 – Notation simplifiée

6.3 Comparaison des méthodes

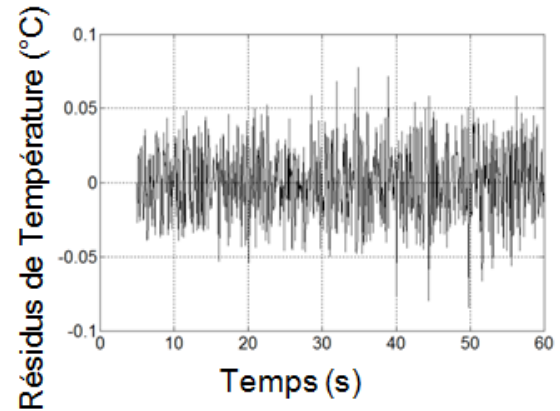
Pour tester la robustesse du code de calcul pour les trois méthodes utilisées, nous allons représenter les résidus $T_{mes} - T_{estim}$ sur les températures obtenues à la position du premier thermocouple (tableau 6.1). T_{mes} et T_{estim} désigne respectivement les températures mesurées et estimées. Les résultats obtenus dans le cas où le bitume est chauffé à 160 °C et le substrat à 110 °C sont présentés sur la figure 6.6.

On constate que les résidus sont centrés sur zéro et d'écart type de l'ordre de 0.05 K qui est la précision de la mesure des températures. Aucune difficulté de convergence dans le processus itératif n'a été remarquée compte tenu de l'absence de fortes non linéarités dans les propriétés thermophysiques des matériaux utilisés. Un nombre de pas de temps futurs $r=4$

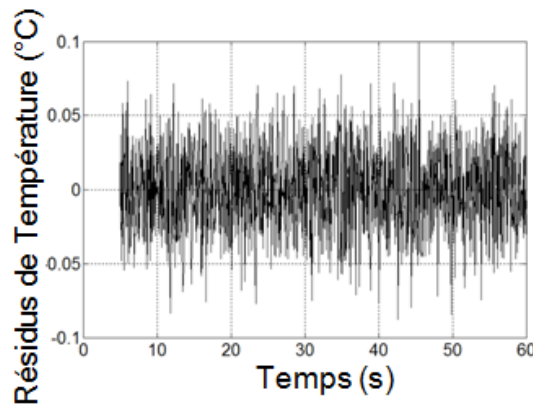
Résultats des résistances thermiques de contact



(a) Résidus de température obtenus à partir de la méthode de d'identification directe de la RTC de Beck pour le cas B160G110



(b) Résidus de température obtenus à partir de la méthode de d'identification du flux de Beck pour le cas B160G110



(c) Résidus de température obtenus à partir de la méthode de Raynaud et Bransier pour le cas B160G110

Figure 6.6 – Résidus de températures

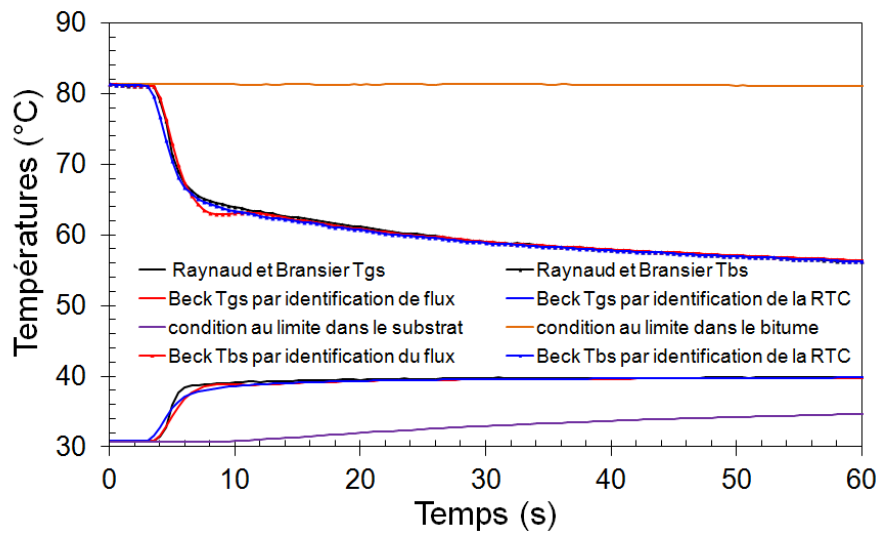
Essais réalisés →	B120G70		B160G70		B160G110		B160G150	
Méthodes ↓	$m \times 10^{-6}$	σ	$m \times 10^{-6}$	σ	$m \times 10^{-6}$	σ	$m \times 10^{-6}$	σ
Raynaud et Bransier	0.25	0.045	-3.1	0.047	-15	0.035	4.57	0.039
Beck (flux)	6.3	0.04	0.71	0.032	-17	0.031	-33.2	0.024
Beck (résistance)	-0.15	0.032	0.58	0.026	-2.8	0.021	-56.4	0.027

Tableau 6.1 – Moyennes et écarts-types des résidus

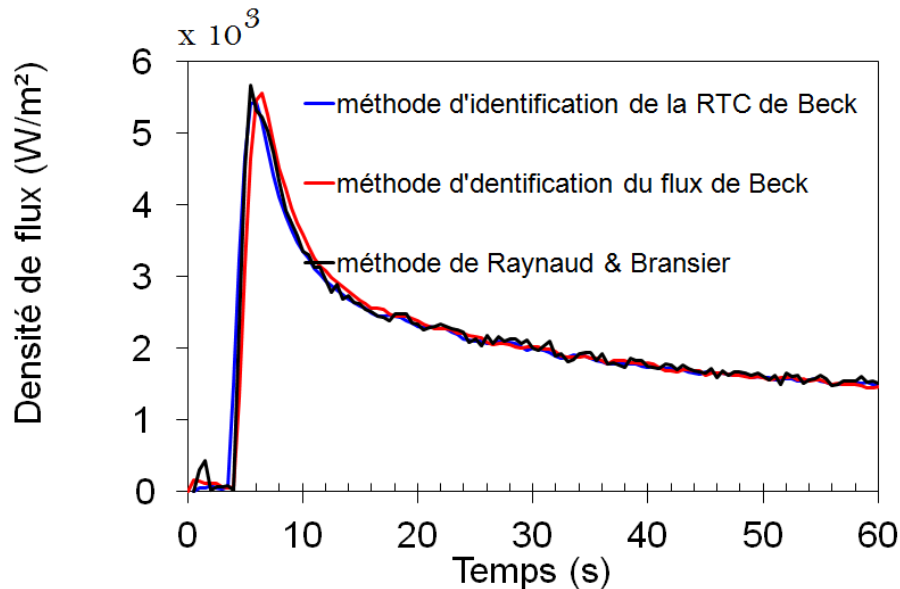
pour les deux variantes de la méthode de Beck et un pas de temps $r=8$ pour la méthode de Raynaud et Bransier fournissent un faible écart type sans biais pour chacune de ces méthodes pour une fenêtre d'acquisition de 5 ms. On peut donc conclure que les codes de calcul écrits pour ces trois méthodes sont robustes. Pour la comparaison des résultats obtenus avec ces

Résultats des résistances thermiques de contact

différentes méthodes nous avons considéré le cas où le bitume est chauffé à 80°C et le granulat à 30°C. Nous avons représenté les profils des températures de surface, le flux à l'interface et la RTC sur les figures 6.7(b), 6.7(a) et 6.8. On constate un bon accord entre ces trois méthodes même si dans le chapitre 3 nous avons montré que la méthode d'identification directe de la résistance donne des résultats de résistance deux fois moins bruités par rapport aux deux autres méthodes (Somé et al., 2012a), (Somé et al., 2012b).



(a) Profils des températures de surface et de conditions aux limites



(b) Évolution de la densité de flux à l'interface

Figure 6.7 – Comparaison des résultats obtenus à partir de la méthode de Raynaud et Bransier et de la méthode de Beck

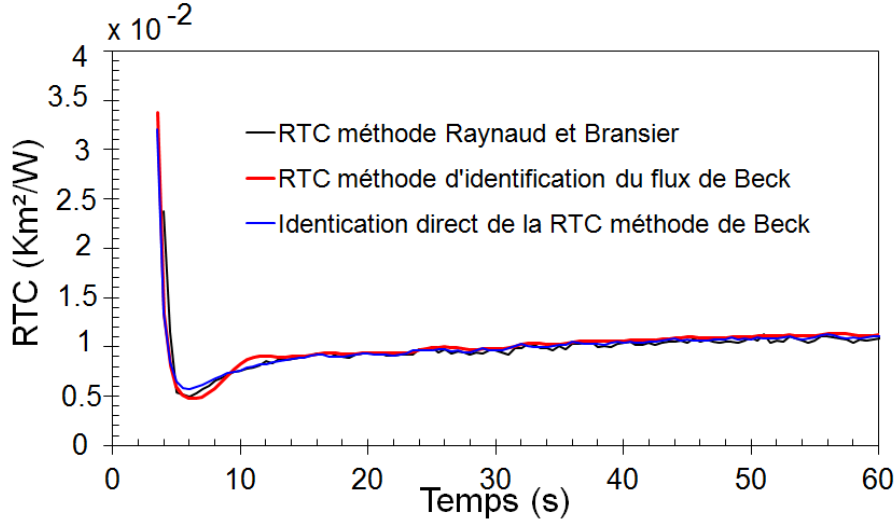


Figure 6.8 – Résistance thermique de contact (RTC)

6.4 Étude des incertitudes de mesures

La précision des résultats de la RTC dépend de celle des températures mesurées par des capteurs dont leurs positions dans le granulat sont connus eux-mêmes avec une certaine précision. Il est donc nécessaire d'associer à ces résultats un intervalle de confiance dû à l'incertitude sur la position des capteurs. Il en est de même des propriétés qui sont connues avec une certaine précision ainsi que les températures mesurées par les thermocouples. Pour estimer l'erreur sur la position des capteurs ainsi que celles dues aux propriétés, nous effectuons une série de mesures et nous déterminons l'écart type ou le coefficient de variation (CV) par rapport à la moyenne.

Ensuite, on détermine la RTC en faisant une surestimation puis une sousestimation de chaque paramètre.

Une surestimation de la conductivité thermique des constituants (granulat ou bitume), entraîne une diminution de RTC à cause de la diminution de la résistance de constriction. Des relations données dans la littérature ((Madhusudana, 1995), (Hamasaïd et al., 2011)) montrent que la résistance de constriction est inversement proportionnelle à la conductivité harmonique ($\lambda_{\text{moyen}} = 2 \times \frac{\lambda_b \lambda_g}{\lambda_b + \lambda_g}$) des deux matériaux en contact. La RTC minimale (respectivement maximale), en fonction de la conductivité, est obtenue en surestimant (respectivement sousestimant) la conductivité du granulat (λ_g) et celle du bitume (λ_b).

$$\lambda_{b,g} \text{ max} \Rightarrow RTC \text{ min}$$

$$\lambda_{b,g} \text{ min} \Rightarrow RTC \text{ max}$$

En ce qui concerne les masses volumiques et les chaleurs spécifiques, c'est le phénomène inverse qui est constaté. Une surestimation (respectivement sousestimation) de la masse volumique ou de la chaleur spécifique du bitume ou du substrat entraîne une augmentation (respectivement une diminution) de la valeur de la RTC.

$$(\rho \times Cp)_{b,g} \text{ max} \Rightarrow RTC \text{ max}$$

$$(\rho \times Cp)_{b,g} \text{ min} \Rightarrow RTC \text{ min}$$

Lorsqu'on s'intéresse aux incertitudes dues aux propriétés thermophysiques (λ, ρ, Cp) du granulat et du bitume, on constate que la RTC est minimale (respectivement maximale) lorsque les conductivités du granulat et du bitume sont surestimées (respectivement sous-estimées) et les masses volumiques et chaleurs spécifiques sousestimées (respectivement surestimées).

$$\frac{(\lambda_{b,g})_{\text{max}}}{((\rho \times Cp)_{b,g})_{\text{min}}} \rightarrow (\alpha_{b,g})_{\text{max}} \Rightarrow RTC \text{ min}$$

$$\frac{(\lambda_{b,g})_{\text{min}}}{((\rho \times Cp)_{b,g})_{\text{max}}} \rightarrow (\alpha_{b,g})_{\text{min}} \Rightarrow RTC \text{ max}$$

Ces incertitudes sur les propriétés thermophysiques du granulat sont essentiellement dues aux hétérogénéités du bloc dans lequel le granulat a été extrait. Le bitume étant plus d'homogène, c'est l'incertitude sur la procédure de mesure qui a été considérée.

L'incertitude sur la température est prise en compte en rajoutant un bruit blanc aux valeurs des températures mesurées avant l'estimation de la résistance. L'incertitude globale est obtenue à partir de l'incertitude de chaque paramètre en faisant la somme des incertitudes maximales et minimales de chaque paramètre. L'incertitude instantanée résultante est représentée sur la figure 6.9.

6.5 Effet de la température des constituants sur la qualité du collage

Les effets de la température du granulat et du bitume ont été étudiés en faisant varier la température du bitume de 80 °C à 160 °C et du celle du granulat de 30 °C à 150 °C. Les profils de températures et des flux thermiques obtenus pour différentes températures de bitume et du granulat sont présentés sur les figures 6.10, 6.11, 6.12, 6.13 6.14 et 6.15.

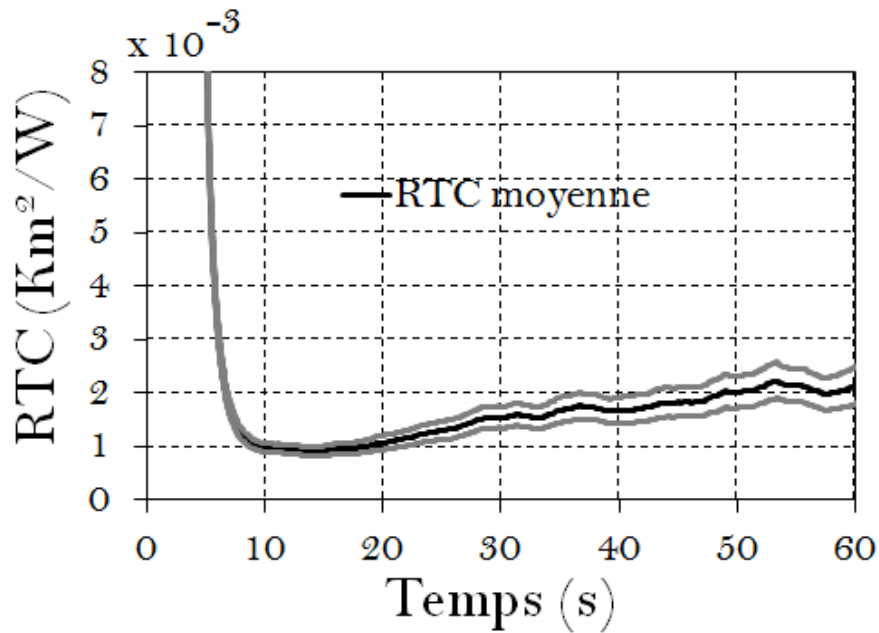
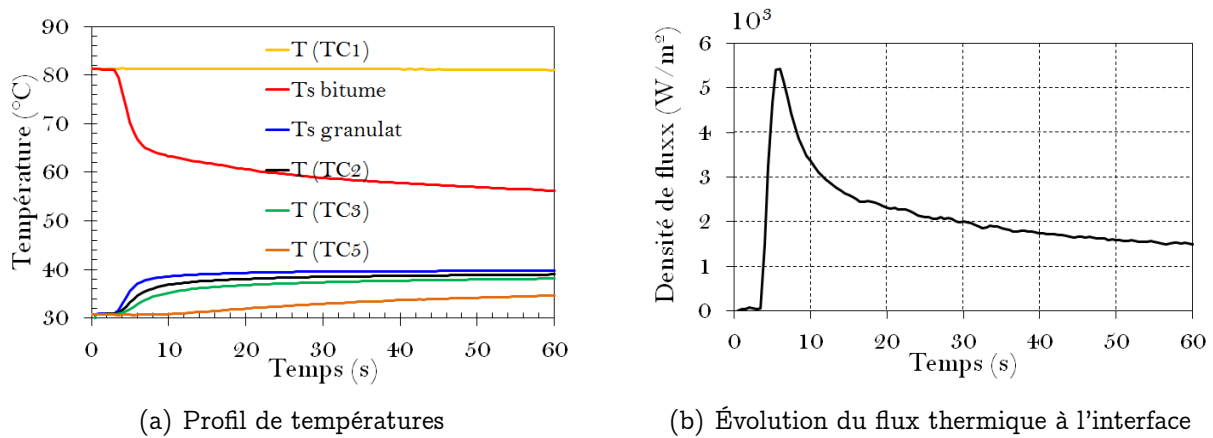


Figure 6.9 – Intervalle de confiance de la RTC pour le cas B160G110


 Figure 6.10 – Températures mesurées par les thermocouples, températures de surface et flux thermique estimés : Cas du B₈₀G₃₀

Les RTCs instantanées obtenues pour ces différentes températures de constituant sont portées sur les figures 6.16 et 6.17. Ces figures montrent qu'une augmentation de la température de l'un des constituant entraîne une diminution de la RTC. Les valeurs maximales instantanées de RTC sont obtenues pour le Cas B₈₀G₃₀. Dans ce cas extrême étudié, le bitume est très visqueux et ne pénètre presque pas dans les rugosités du granulat, d'où les valeurs élevées de la résistance. À l'opposé, les plus faibles valeurs de la résistance sont obtenues pour le cas B₁₆₀G₁₅₀. Dans ce dernier cas, le bitume est très liquide et permet un bon mouillage des rugosités de surface du granulat.

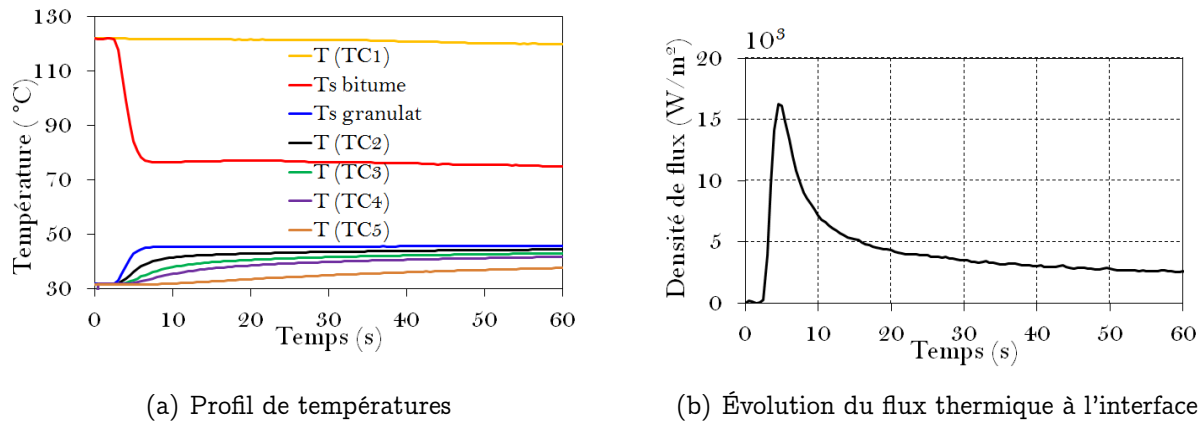


Figure 6.11 – Températures mesurées par les thermocouples, températures de surface et flux thermique estimés : Cas du B₁₂₀G₃₀

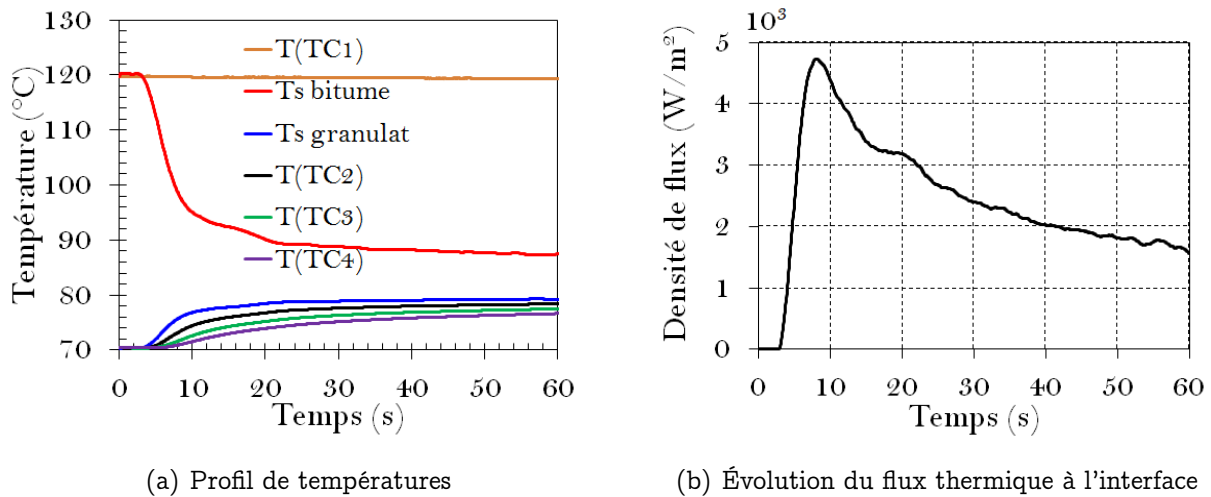


Figure 6.12 – Températures mesurées par les thermocouples, températures de surface et flux thermique estimés : Cas du B₁₂₀G₇₀

Une faible valeur de résistance correspond à une bonne qualité de collage. Cette qualité de collage signifie une bonne mouillabilité (dès les premiers instants du contact) due aux tensions superficielles et une bonne pénétration du bitume dans les rugosités du granulat (après les premiers instants) due aux tensions superficielles et aux effets visqueux.

6.6 Influence des additifs sur la qualité du collage

L'effet des additifs (EM, AG1, AG2) utilisés dans certains procédés tièdes sur les valeurs de la RTC a été étudié pour une température de granulat de 150°C et une température de bitume de 160 °C. Ces additifs ont un rôle de modification des propriétés d'adhésion et de

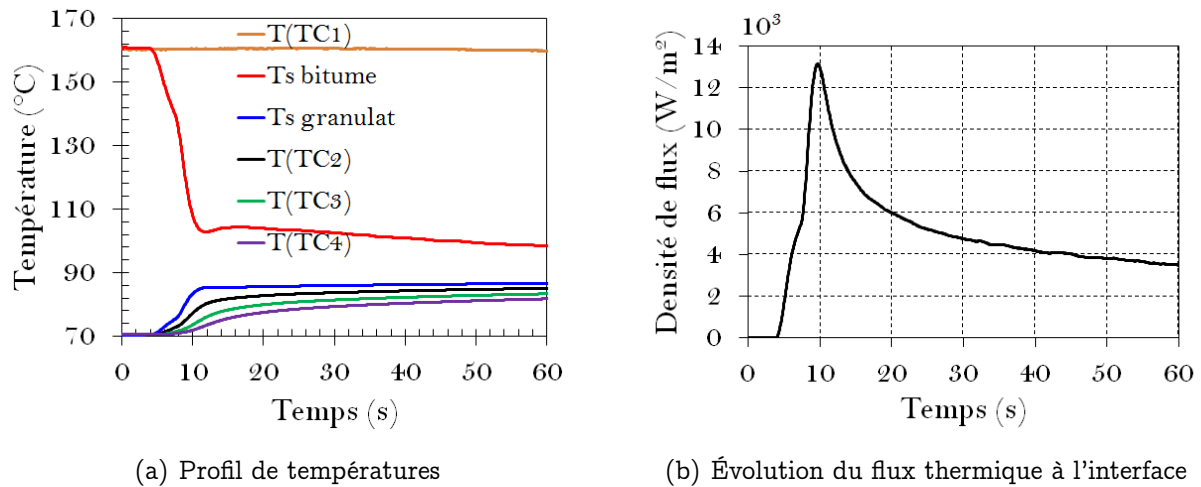


Figure 6.13 – Températures mesurées par les thermocouples, températures de surface et flux thermique estimés : Cas du B₁₆₀G₇₀

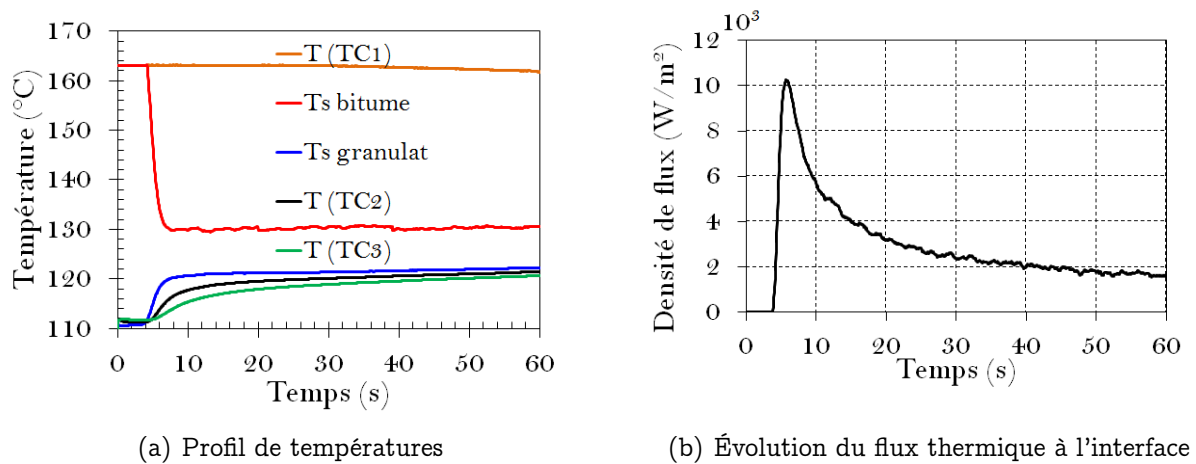


Figure 6.14 – Températures mesurées par les thermocouples, températures de surface et flux thermique estimés : Cas du B₁₆₀G₁₁₀

mouillabilité du bitume sur le granulat. certains de ces additifs (EM, AG1,) modifient la viscosité du bitume. Ces additifs parfaitement solubles dans le bitume, ont été mélangés avec le bitume à hauteur de 0.5 % par masse avant de couler le bitume dans l'élastomère pour le moulage de l'échantillon. Leurs effets sur les valeurs instantanées de la résistance sont présentés sur la figure 6.18.

On constate que les bitumes additivés abaissent légèrement la résistance dès les premiers instants du contact par rapport au bitume sans additif. Cela peut s'expliquer par la meilleure mouillabilité (abaissement de la tension superficielle du bitume) qu'apportent ces additifs au moment du contact. Cependant, l'effet des additifs reste très faible comparé aux effets de la

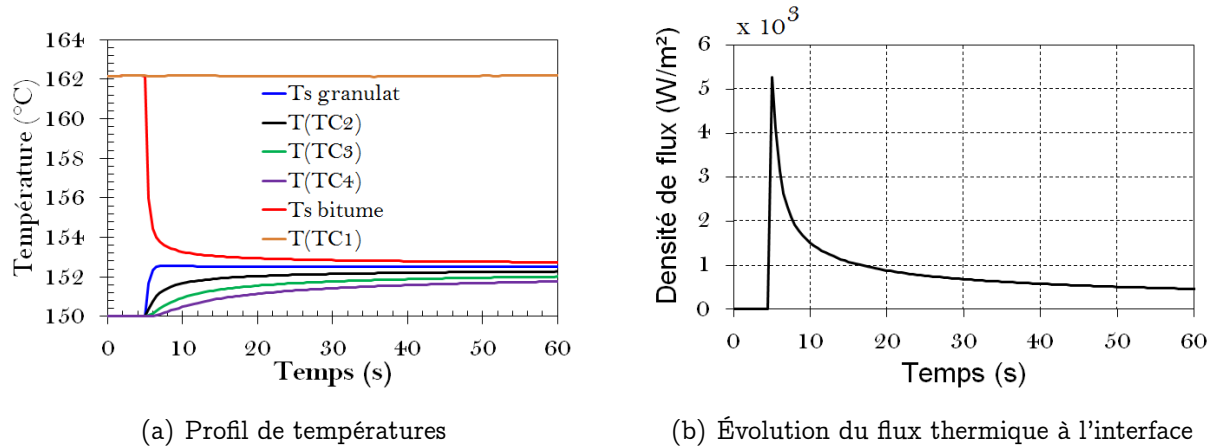


Figure 6.15 – Températures mesurées par les thermocouples, températures de surface et flux thermique estimés : Cas du B₁₆₀G₁₅₀

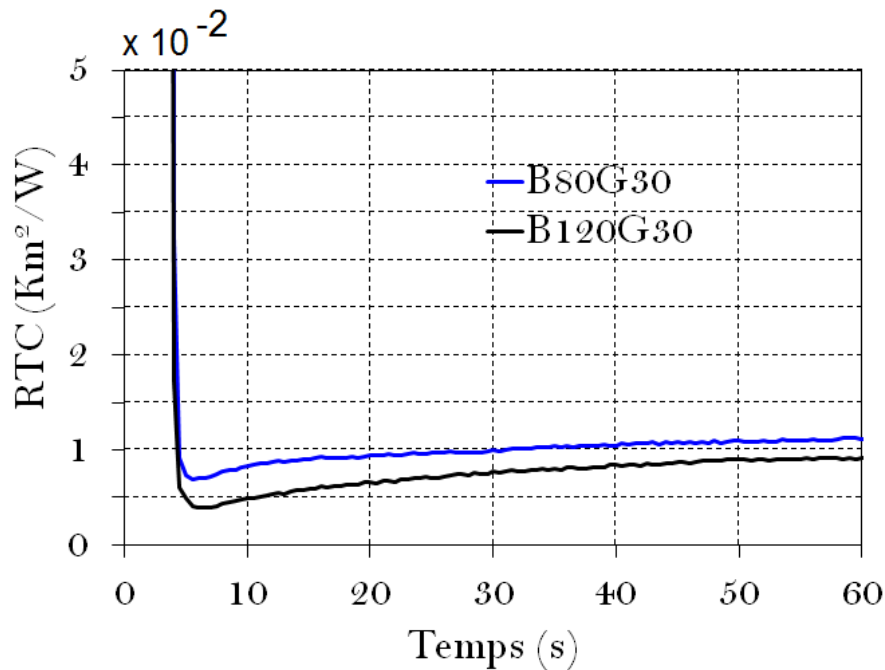


Figure 6.16 – RTC pour B80G30 et B120G30

température des constituants.

Quelques temps (<10s) après l'établissement du contact, on constate une légère augmentation de la RTC comme dans les cas précédents (figure 6.17). Cette augmentation intervient plus ou moins rapidement en fonction des additifs. Selon les études de Gonzalez-Leon et al. (2009), un dosage à 0.5 % de l'additif AG2 ne modifie pas la viscosité du mélange. Les études

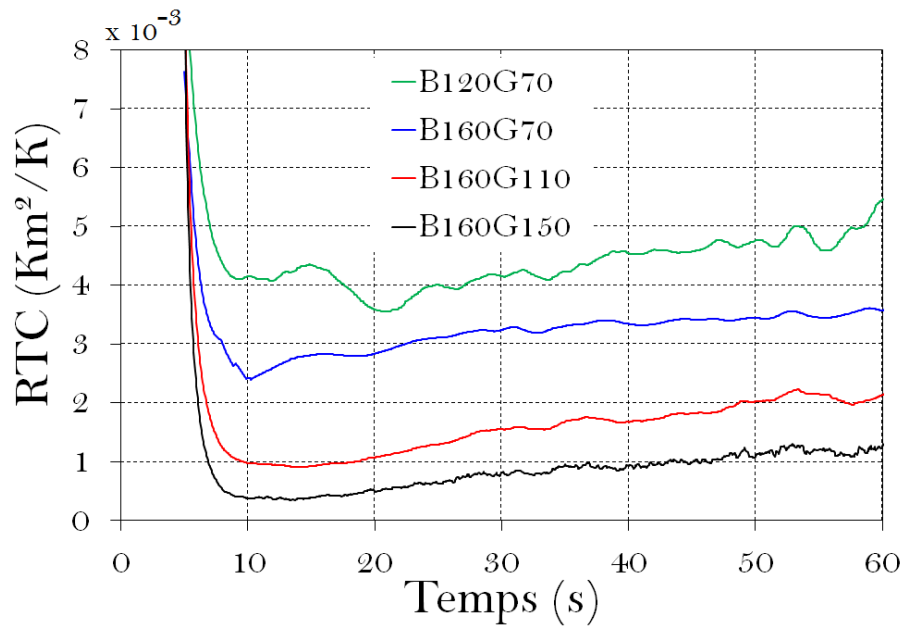


Figure 6.17 – Effet de la température sur la RTC

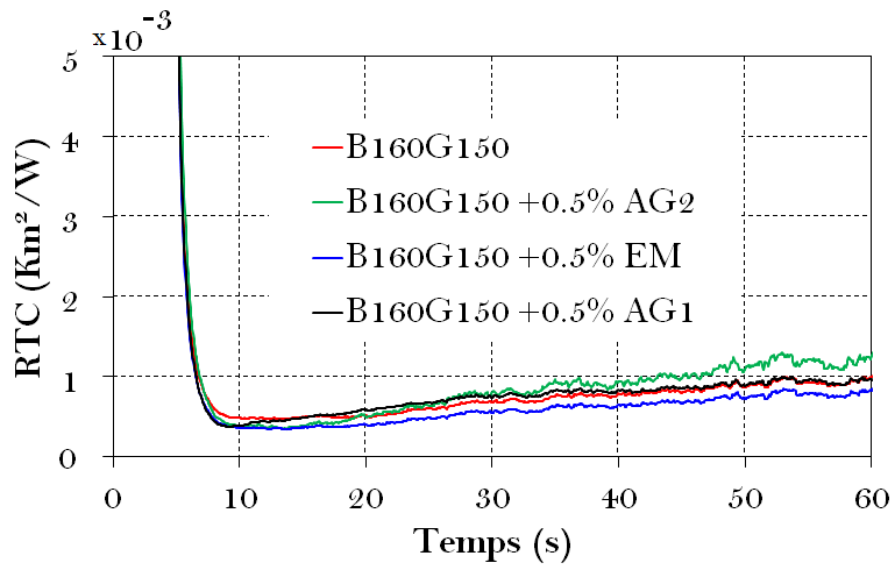


Figure 6.18 – Effets des additifs sur la RTC

montrent que l'additif AG1 modifie la viscosité du mélange lorsqu'il est dosé à hauteur 1 %, cependant dans notre étude, nous n'avons constaté aucun effet de cet additif sur la RTC pour un dosage de 0.5 %. Contrairement à ces deux premiers additifs, l'additif EM réduit faiblement la RTC moyenne pour les temps longs. Cet additif est, en effet, un modificateur de la viscosité et de tension superficielle du bitume même pour un dosage à 0.5 %.

La présence de ce dernier à l'interface bitume/granulat améliore les transferts thermiques en réduisant les effets des rugosités remplies d'air et en favorisant une meilleure pénétration du bitume dans les rugosités. Des résultats de mesures de viscosité effectués et présentés dans le chapitre 8 montrent que l'additif EM modifie la viscosité alors que l'additif AG2 ne la modifie pas.

Toutefois, précisons que :

- ces valeurs de la RTC dépendent de la rugosité du substrat utilisé. Elles ne prennent pas non plus en compte les effets dus à la dynamique du malaxage bitume/granulat qui se produisent dans un malaxeur. Cependant, cette étude expérimentale permet d'estimer la qualité du mouillage pendant la phase de fabrication de l'enrobé bitumeneux. Après 30 s de contact les résistances sont de l'ordre de $8 \times 10^{-4} \text{ Km}^2\text{W}^{-1}$ avec le bitume pur et de $6 \times 10^{-4} \text{ Km}^2\text{W}^{-1}$ pour le bitume additivé avec EM pour une rugosité de substrat $R_a = 75\mu\text{m}$. Dans la suite de cette étude nous essayerons de donner une estimation des épaisseurs de lames d'air piégées dans les rugosités lors du contact.
- les différences obtenues sur les profils instantanés de RTC avec les différents additifs sont peu significatifs au sens statistique (excepté le bitume contenant l'additif EM) si l'on tient compte de l'intervalle de confiance estimé et représenté sur la figure 6.9.

6.7 Estimation des épaisseurs de lames d'air piégées dans les rugosités

Pour estimer l'épaisseur de lame d'air équivalente présente dans les micro-cavités du granulat après le contact, nous avons utilisé le modèle prédictif proposé par Hamasaiid et al. (2011) dans lequel Y désigne l'épaisseur équivalente de lame d'air.

$$h = \left(\frac{1}{R_s} \right)_{1,2} = 2\lambda_s b_s^{1.5} \left(\frac{8}{\varepsilon \pi^2} \left(\frac{1}{R_{sm}} \right)^2 \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma \sqrt{2}} \right) \right) \times \frac{\left(\frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{R_{sm}}{\sigma} \left(\frac{2\sigma}{\pi \sqrt{2}} \exp \left(-\frac{Y^2}{2\sigma^2} \right) - Y \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma \sqrt{2}} \right) \right) \right)}{\left(\frac{R_{sm}}{2} - \left(\frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{R_{sm}}{\sigma} \left(\frac{2\sigma}{\pi \sqrt{2}} \exp \left(-\frac{Y^2}{2\sigma^2} \right) - Y \operatorname{erfc} \left(\frac{Y}{\sigma \sqrt{2}} \right) \right) \right) \right)^{1.5}} \quad (6.1)$$

De plus, on considère que le contact est mécaniquement établi lorsque la RTC estimée à partir des mesures atteint sa valeur minimale. La connaissance de cette résistance permet de déterminer itérativement l'épaisseur de lame d'air équivalente qui donne la concordance entre le modèle prédictif et la RTC issue des mesures. Cette démarche permet d'accéder à la valeur de l'épaisseur de la lame d'air équivalente sans utiliser l'équation des gaz parfaits pour l'estimer car l'hypothèse que l'air ne s'échappe pas après le contact n'est pas forcément vérifiée (hypothèse permettant de se passer du calcul du nombre de mole dans l'équation des gaz parfaits).

6.7.1 Effet de la température des constituants sur l'épaisseur de la lame d'air

L'hypothèse d'égalité entre la RTC mesurée et le modèle prédictif nous a permis d'estimer l'épaisseur des lames d'air piégées dans les rugosités du granulat. Plusieurs couples de températures du bitume et du granulat ont été considérés. Les résultats obtenus par processus itératif sont présentés sur la figure 6.19.

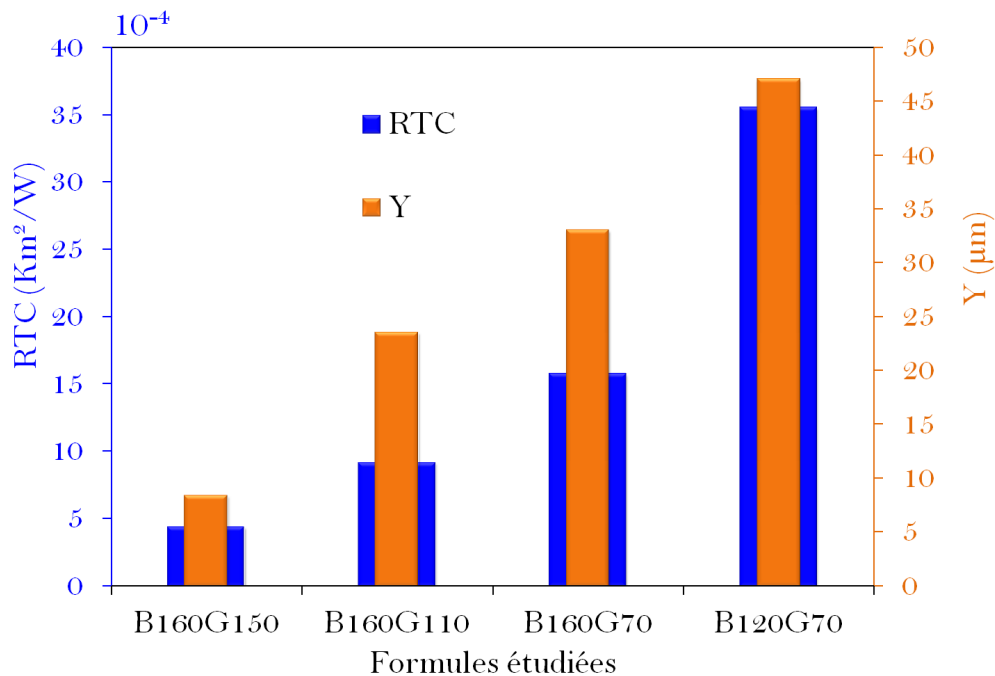


Figure 6.19 – Estimation des épaisseurs de lames d'air piégées lorsque le contact est établi pour différents couples de températures du bitume et du granulat

La diminution de la résistance due à l'augmentation de la température des constituants

s'accompagne d'une diminution systématique de l'épaisseur de la lame d'air estimée. Cette diminution est environ 10 fois plus importante entre le cas $B_{160}G_{150}$ où le bitume est liquide moins visqueux (0.2 Pa.s) et plus mouillant et le cas $B_{120}G_{70}$ où le bitume est plus visqueux 0.9 Pa.s et moins mouillant et de plus est mis en contact avec un granulat chauffé à 70 °C.

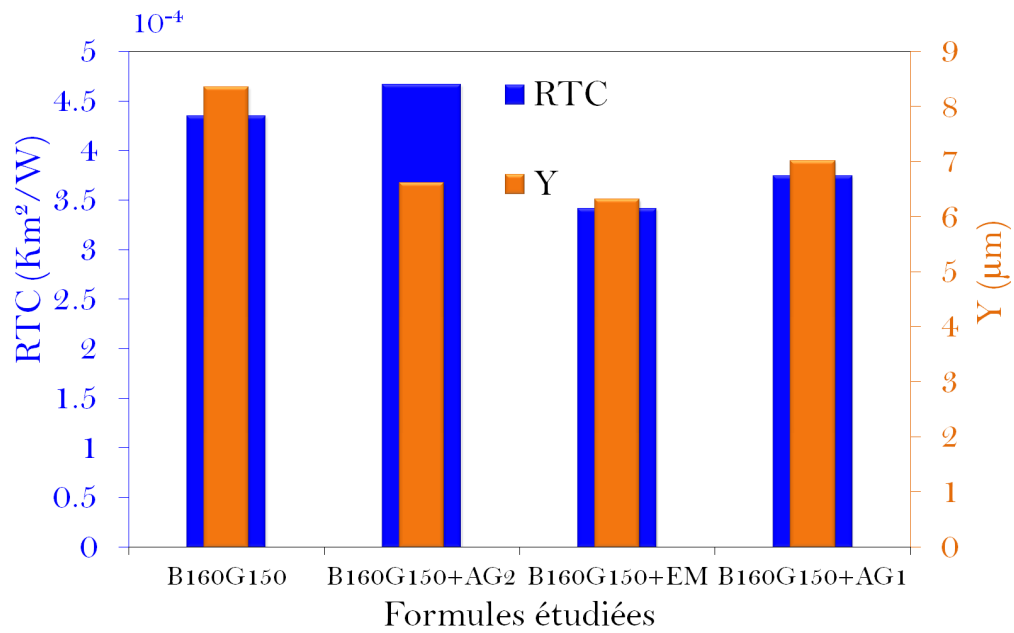
6.7.2 Effet des additifs sur l'épaisseur de la lame d'air

La même étude a été menée avec les bitumes additivés. Les résultats obtenus pour le granulat chauffé à 150 °C (figures 6.20(a) et 6.20(b)) montrent que les épaisseurs de lames varient très peu compte tenu des faibles différences obtenues sur les résistances aux premiers instants du contact (figure 6.18). Les résultats obtenus après 30 s de contact montrent une faible valeur d'épaisseur de lame d'air équivalente avec l'additif EM conformément aux résistances.

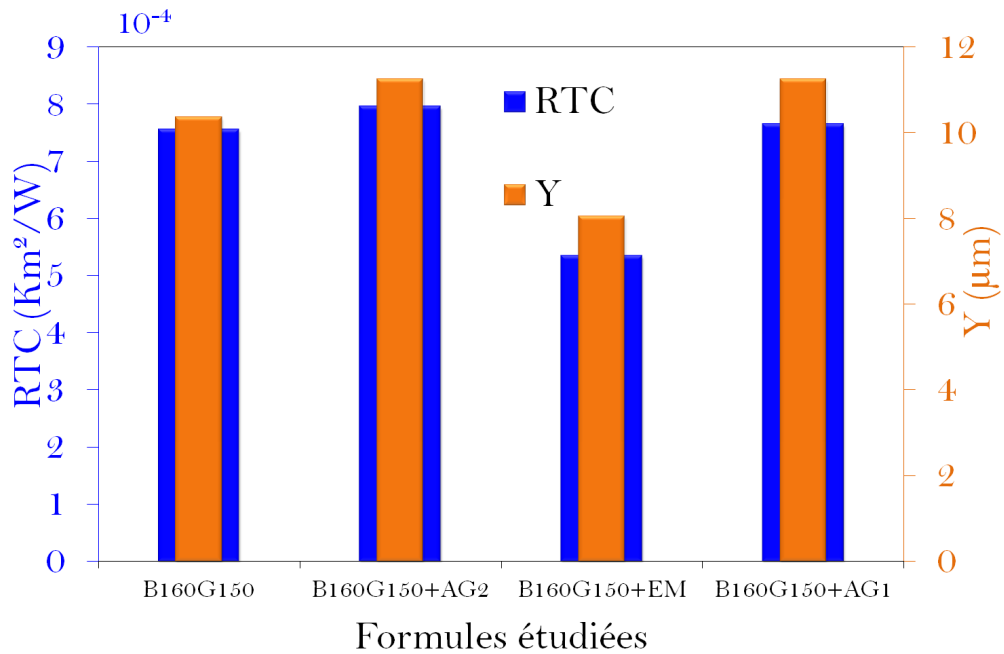
Conclusion du chapitre 6

Dans ce chapitre nous avons étudié l'effet de la température des constituants et des additifs sur la résistance de contact entre un bitume et un granulat. Nous avons constaté qu'une augmentation de la température d'un des constituants entraîne une diminution de la résistance. C'est à dire un bon collage du substrat par le bitume. En ce qui concerne l'étude avec des bitumes additivés à 0.5 %, seul l'additif EM présente des résistances en moyenne plus faibles par rapport au bitume non additivé mis en contact avec un granulat chauffé à 150 °C. Au regard des résultats obtenus nous avons conclu que la RTC peut être utilisée comme un indication de la qualité du collage. Cette détermination de la RTC est possible lorsqu'il existe un gradient de température entre le bitume et le granulat comme c'est le cas dans la fabrication des enrobés tièdes où la température des granulats est inférieure à la température du bitume.

Résultats des résistances thermiques de contact



(a) Épaisseurs de lames équivalentes aux premiers instants du contact



(b) Épaisseurs de lames équivalentes au bout de 30 secondes

Figure 6.20 – Estimation de l'épaisseur de la lame d'air équivalente pour les contacts avec les bitumes additivés

Chapitre 7

Performances thermomécaniques de matériaux bitumineux tièdes

Après avoir mené une étude thermique permettant de déterminer la qualité du mouillage du granulat par le bitume en simulant les conditions de fabrication des enrobés bitumineux, nous allons évaluer l'influence de la température de fabrication des enrobés sur le comportement mécanique.

La première partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude de la sensibilité à l'eau d'éprouvettes d'enrobés bitumineux. En effet, l'eau a la propriété de s'insérer à l'interface entre le bitume et le granulat conduisant à la dégradation des performances des enrobés. On parle alors de désenrobage. Nous avons vu dans les chapitres précédents que la réduction de la température de fabrication entraînait une augmentation de la valeur de RTC et donc un mauvais collage. Le but de ce chapitre est d'évaluer les effets de la réduction de la température de fabrication des enrobés bitumineux sur leur(s) sensibilité(s) à l'eau. De plus, l'influence des additifs utilisés, dans les procédés d'enrobés tièdes, sur la tenue à l'eau sera étudiée.

Outre la sensibilité à l'eau des enrobés, d'autres performances aussi importantes permettent de juger la qualité d'un enrobé. Il s'agit par exemple du module complexe et de la résistance à la fatigue.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous allons étudier l'influence de la réduction de la température de fabrication des enrobés sur le module complexe et sur la résistance à la fatigue. Une évaluation de l'impact des additifs sur ces deux dernières propriétés sera également menée.

7.1 Caractéristiques des matériaux et choix des formules d'enrobés à étudier

7.1.1 Caractéristiques des matériaux

L'enrobé testé a été fabriqué à partir d'un bitume de classe 35/50. Son squelette granulaire continu de type 0/14, est composée de granulats concassés de type diorite provenant de la carrière "La Noubleau" et dont la formule granulométrique est représentée sur la figure 7.1. Cette courbe granulométrique est celle d'une "Grave Bitume" (GB) qui est utilisée comme couche de base d'une chaussée bitumineuse. Deux teneurs en liant ont été utilisées dont la première est 3.80 % et la seconde 4.80 %. Les caractéristiques complètes du bitume seront présentées dans le chapitre 8 (page 185).

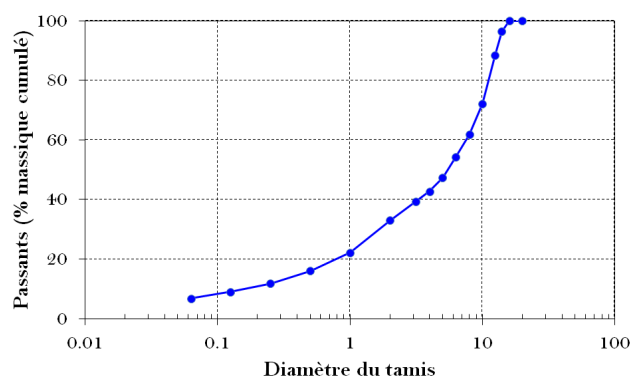


Figure 7.1 – Recomposition granulométrique de la Grave Bitume 0/14 utilisée

7.1.2 Choix des formules d'enrobés à étudier

Les formules à étudier ont été choisies en fonction des paramètres pouvant influencer sur les performances des enrobés et en particulier des enrobés tièdes. Ces paramètres sont : les températures des constituants pendant la fabrication, les additifs utilisés et le mode de séquençage (ordre d'incorporation des constituants).

Treize formules ont été étudiées. Les spécificités de ces formules sont présentées dans le tableau 7.1 et les essais réalisés dans le présentés dans le tableau 7.2.

Pour étudier l'influence de la température de fabrication sur les performances des enrobés (sensibilité à l'eau, module complexe et résistance à la fatigue), les formules suivantes ont été

Performances thermomécaniques de matériaux bitumineux tièdes

utilisées en faisant varier la teneur en bitume : E₂, E₃ et E₄ avec 4.8 % de liant et E₆, E₇ avec 3.8 % de bitume.

Pour étudier l'influence des additifs (dosés à 0.5 % de la masse du bitume), nous avons utilisé les formules E₅, EA₁(EM), EA₃(AG1) et EA₇(AG2).

Pour étudier l'effet du dosage en additifs, nous avons utilisé les formules EA₂(EM), EA₄(AG1) (additifs dosés à 5 %) et les formules EA₁(EM), EA₃(AG1) (additifs dosés à 0.5 %).

Enfin nous avons étudié l'effet de l'additif AG2 sur deux formules EA₅(AG2), EA₆(AG2) en comparaison avec des formules références E₂, E₃.

Nous avons adopté la nomenclature suivante pour la notation des différentes formules d'enrobés (figure 7.2).

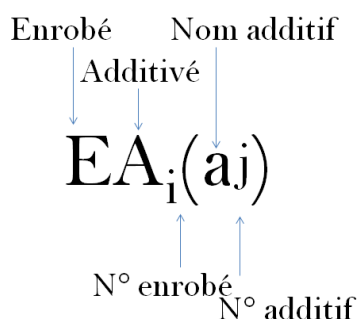


Figure 7.2 – Notation des formules d'enrobés étudiées

Formules	Teneur en bitume	additifs et dosage	Temp. granulat	Temp. théorique du mélange	sables humides froids	Protocole
E ₆	3.80 %		160°C	160°C		1 _a
E ₇	3.80 %		95°C	95°C		1 _a
E ₂	4.78 %		110°C	110°C		1 _a
E ₃	4.78 %		130°C	130°C		1 _a
E ₄	4.78 %		160°C	160°C		1 _a
E ₅	4.78 %		150°C	95°C	25 % sable+1.5 % eau	2
EA ₁ (EM)	4.78 %	0.5 % EM	150°C	95°C	25 % sable+1.5 % eau	2
EA ₂ (EM)	4.78 %	5 % EM	150°C	95°C	25 % sable+1.5 % eau	2
EA ₃ (AG1)	4.78 %	0.5 % AG1	150°C	95°C	25 % sable+1.5 % eau	2
EA ₄ (AG1)	4.78 %	5 % AG1	150°C	95°C	25 % sable+1.5 % eau	2
EA ₅ (AG2)	4.78 %	0.5 % AG2	110°C	110°C		1 _b
EA ₆ (AG2)	4.78 %	0.5 % AG2	130°C	130°C		1 _b
EA ₇ (AG2)	4.78 %	0.5 % AG2	150°C	95°C	25 % sable+1.5 % eau	2

Tableau 7.1 – Différentes formules d'enrobés étudiées

Performances thermomécaniques de matériaux bitumineux tièdes

Essais réalisés → Formules ↓	Module complexe EN 12697-26	Fatigue EN 12697-24	Tenue à l'eau EN 12697-12	Tenue à l'eau modifiée
E ₆	+	+		
E ₇	+	+		
E ₂	+	+	+	+
E ₃	+	+	+	
E ₄	+	+	+	+
E ₅	+	+	+	
EA ₁ (EM)	+	+	+	
EA ₂ (EM)	+	+	+	
EA ₃ (AG1)	+	+	+	
EA ₄ (AG1)	+	+	+	
EA ₅ (AG2)	+	+	+	
EA ₆ (AG2)	+	+	+	
EA ₇ (AG2)	+	+	+	

Tableau 7.2 – Différentes essais réalisés

7.2 Protocoles de fabrication

Les granulats et les fines sont pesés et mis à chauffer à la température correspondant à la formule étudiée pendant une durée d'au moins 12 heures (NF EN 12697-35+A1). Le bitume est chauffé dans une autre étuve à la température de 160° C.

Trois protocoles de fabrication ont été utilisés pour réaliser les mélanges bitumineux.

Protocole 1_a : Il s'agit du protocole de fabrication des enrobés dits à chaud selon la norme NF EN 12697-35+A1. Pour fabriquer les enrobés à chaud, les granulats sont introduits dans le malaxeur (cf. figure 1.8(a)) puis mélangés pendant 30 secondes afin d'homogénéiser les fractions granulaires. Ensuite on ajoute le bitume et l'ensemble est malaxé pendant 2 minutes (cf. figure 7.3).

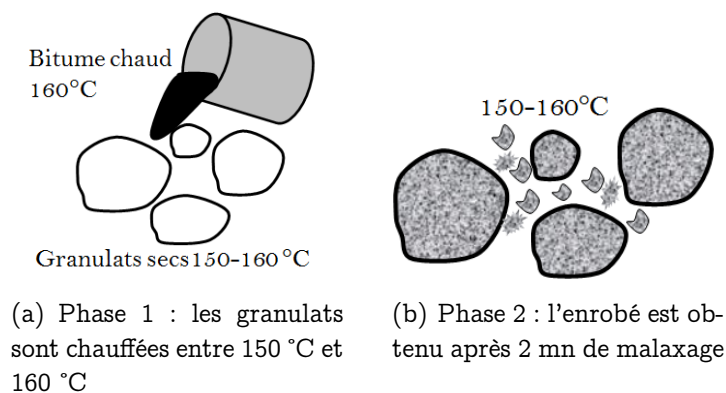


Figure 7.3 – Protocole 1_a

Dans le cas des enrobés tièdes plusieurs types de protocoles existent. Ces protocoles ne sont pas normalisés comme dans le cas des enrobés à chaud. Dans cette étude nous avons utilisé deux protocoles de fabrication des enrobés tièdes.

Protocole 1_b : La méthode utilisée est la même que celle définie dans le protocole 1_a (cf. figure 7.4). La seule différence concerne l'incorporation et l'homogénéisation des additifs avec le bitume qui a été réalisé au préalable à chaud environ 15mn avant l'incorporation du bitume dans les granulats dans le malaxeur.

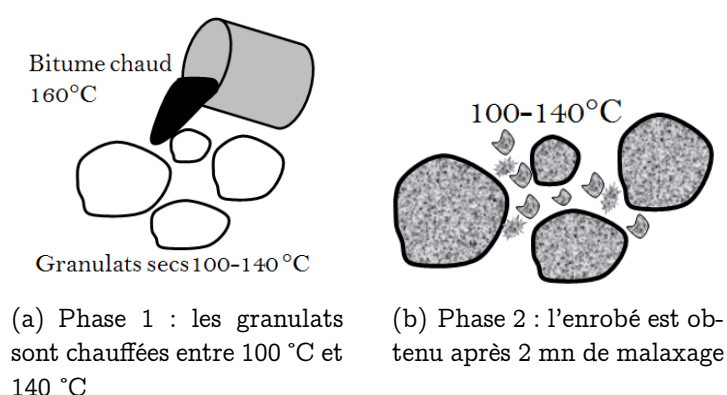


Figure 7.4 – Protocole 1_b

Protocole 2 : Il s'agit d'un protocole particulier de fabrication en laboratoire d'enrobé semi-tiède inspiré de procédé industriel (Beduneau et al., 2009) (cf. figure 7.5). Pour ce protocole, une partie du squelette granulaire correspondant à la fraction 2/14 mm et une partie de la fraction 0/2 mm sont chauffées. La fraction chauffée représente 75 % de la masse totale de l'enrobé. La fraction des sables 0/2 mm non chauffée (25 % du mélange) est humidifiée à hauteur de 1.5 % (par rapport à la masse du mélange). Pendant la fabrication, les fractions granulaires chauffées sont pré-malaxées pendant 30 secondes pour les homogénéiser puis le bitume additivé selon le protocole 1_b est ajouté au mélange. L'ensemble est alors malaxé pendant 2 minutes, puis les sables humides sont ajoutés et de nouveau un malaxage de 2 minutes est réalisé. Pour ce protocole, le temps de malaxage est deux fois plus long et l'ajout de sables humides dans le bitume chaud entraîne une vaporisation de l'eau et une formation de mousse de bitume qui doit permettre de bien enrober les sables humides. La température finale des enrobés fabriqués selon ce protocole est comprise entre 90 °C et 100 °C. Ce deuxième protocole de fabrication des enrobés tièdes a été décrit dans la référence.

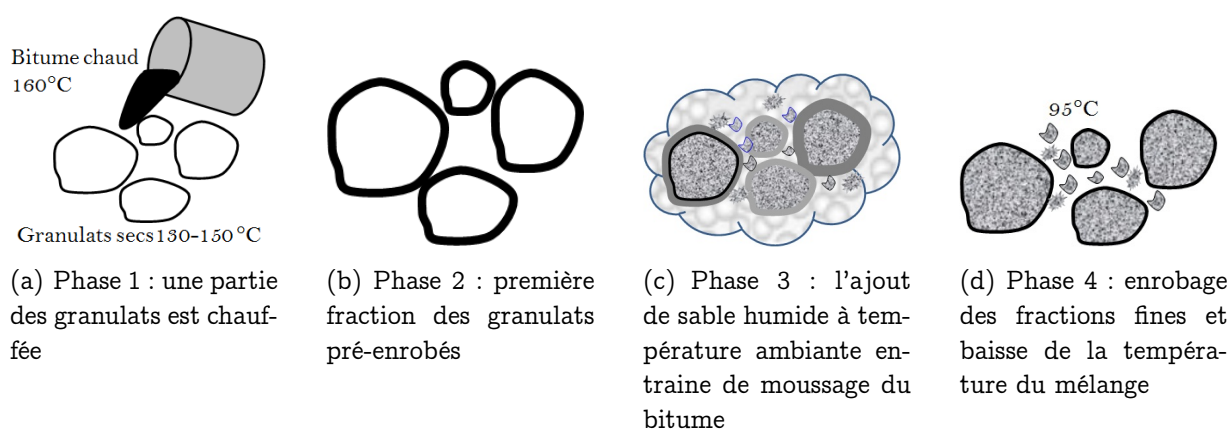


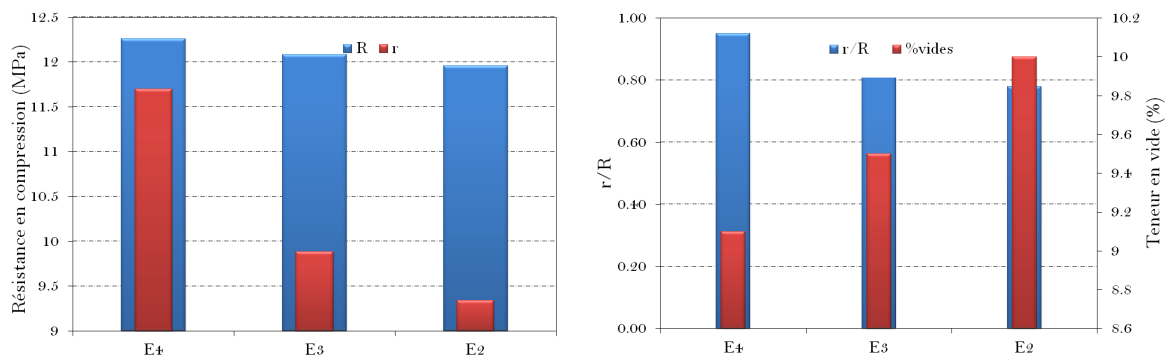
Figure 7.5 – Protocole 2 : temps total de malaxage 4 mn

7.3 Étude de la sensibilité à l'eau

L'objectif de cette partie est d'étudier la sensibilité à l'eau des enrobés. Pour cela, l'essai normalisé (EN 12697-12) de compression simple sur éprouvette cylindrique a été utilisé. Pour cela après l'opération de malaxage, l'enrobé foisonné est mis dans des moules cylindriques de 120 mm de diamètre puis compacté (confection de 10 éprouvettes de masse 3.5 kg chacune). Les éprouvettes compactées sont conservées pendant 24 heures puis démoulées. Les éprouvettes sont réparties en 2 lots. L'air contenu dans les vides des éprouvettes est retiré à l'aide d'une pression résiduelle de 47 kPa. Un premier lot d'éprouvettes est saturé en eau puis conservé 7 jours dans un bain d'eau à 18 °C. Les éprouvettes du second lot sont conservées dans une ambiance à 18°C et 50 % d'humidité relative pendant la même période. Après 7 jours, la résistance en compression simple des éprouvettes de chaque lot est mesurée par un essai d'écrasement réalisé à une vitesse comprise entre 45 mm/min à 65 mm/min. En notant par r et R respectivement la résistance à compression maximale de éprouvettes immergées et non immergées, la tenue à l'eau de l'enrobé est caractérisée par le rapport r/R (Duriez, 1950). L'essai a pour but de mesurer la baisse de la résistance à la compression r due à présence d'eau dans les porosités de l'enrobé et la détérioration de l'interface bitume/granulat engendrée. Cette détérioration de l'interface pourrait être due à la qualité du collage bitume/granulat pendant la phase de malaxage et donc liée à la résistance thermique de contact. Nous y reviendrons en détail lors de l'interprétation des résultats dans le paragraphe 7.3.2 (page 168).

7.3.1 Effet de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau

Pour étudier l'effet de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau des enrobés bitumineux nous avons entrepris de fabriquer des enrobés à 160 °C (E_4), 130°C (E_3) et 110 °C (E_2) sans additif. La figure 7.6(a) présente les résultats de la résistance maximale en compression obtenue sur les éprouvettes ($\phi=120\text{ mm}$) non immergées (R) et immergées (r) dans l'eau. On constate une diminution de la résistance à la compression avec la diminution de la température de fabrication pour les 2 lots d'éprouvettes immergées et non immergées. Cette diminution peut être due à la présence d'eau dans les porosités de l'enrobé ainsi qu'à la diffusion de vapeur d'eau dans le bitume qui peuvent modifier la résistance propre du bitume et au décollement de l'interface bitume/granulats (Di Benedetto and Corté, 2005a). Les résultats de la figure 7.6(b) montrent que plus la température de fabrication est élevée, plus le rapport r/R est grand. Ce qui signifie une diminution de la sensibilité à l'eau des matériaux. Pour comprendre l'origine de ces différences, les teneurs en vide des éprouvettes ont été représentées sur la même figure. Les résultats montrent que la réduction de la température de fabrication conduit à des difficultés de compactage qui se traduisent par des teneurs en vide plus importantes. Pour les teneurs en vide importantes, l'eau peut pénétrer dans l'enrobé, ce qui augmenterait les effets de désenrobage avec une diminution des résistances en compression.



(a) Effet de la température de fabrication sur les résistances en compression des éprouvettes conservées à l'air (R) et dans l'eau (r)

(b) Effet de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau (r/R) et la teneur en vide

Figure 7.6 – Effet de température de fabrication sur la sensibilité à l'eau

Compte tenu des différences de compacité des éprouvettes liées aux températures de fabrication (figure 7.6), il est impossible de conclure quant aux effets du désenrobage. Pour étudier précisément cet effet, il faut travailler sur des échantillons de même compacité. Pour cela nous avons décidé de modifier le mode de compactage et la taille des éprouvettes. Nous

avons fabriqué deux formules d'enrobés à 160 °C (E_4) et 110 °C (E_2) que nous avons compacté dans des plaques rectangulaires de dimensions $400 \times 600 \times 120 \text{ mm}^3$. Celui fabriqué à 110 °C a été surcompacté afin d'obtenir des teneurs en vide équivalentes à celle fabriquée à 160 °C. Des éprouvettes cylindriques de 80 mm de diamètre sur 80 mm de hauteur ont été carottées des plaques d'enrobés. Cette procédure permet d'avoir un nombre d'éprouvettes plus important en une seule fabrication avec une faible dispersion des teneurs en vide et de pouvoir sélectionner des lots d'éprouvettes ayant les mêmes compacités pour les deux formules d'enrobés élaborées à 160 °C et à 110 °C.

Enfin, il est nécessaire de préciser que le carottage des échantillons, de la plaque, conduit à des échantillons qui ne sont pas recouverts de film de bitume sur les parois (figure 7.7 de droite). Cela induit théoriquement une plus grande sensibilité à l'eau par rapport à l'essai normalisé EN12697 – 12.

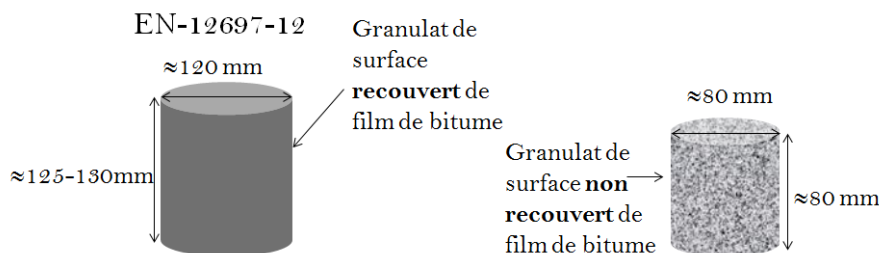


Figure 7.7 – Epreuve compactée selon la norme EN-12697-12 (à gauche) et celle carottée de la plaque (à droite)

7.3.2 Effet de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau à isocompacité : lien avec la résistance thermique de contact

Nous avons sélectionné dans la formule E2 (110 °C) les éprouvettes ayant les *mêmes compacités* que *celles* de la formule E4 (160 °C) afin d'étudier l'effet de la température de fabrication. Les teneurs en vide des éprouvettes ont été mesurées au banc gamma. Les éprouvettes ont été immergées pendant 14 jours dans l'eau à 18 °C. Les résultats obtenus après écrasement sont présentés sur la figure 7.8.

La figure 7.8(b) montrent que lorsque les éprouvettes sont conservées à l'air, les résistances à la compression sont quasi-identiques entre les enrobés fabriqués à 160 °C (E_4) et à 110 °C (E_2) à compacités équivalentes. Cependant à compacité identique, il existe une différence

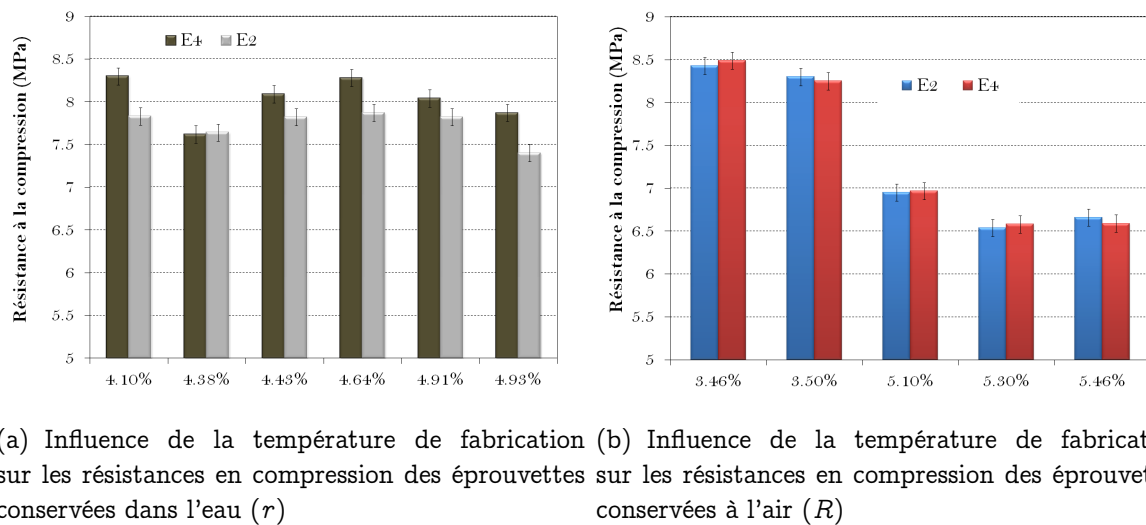


Figure 7.8 – Effet de température de fabrication sur la sensibilité à l'eau à isocompacités

entre les résistances à la compression des éprouvettes immergées figure 7.8(a). L'enrobé E2 fabriqué à 110 °C présente une résistance plus faible que l'enrobé E4 fabriqué à 160 °C. Cette différence peut s'expliquer par l'action de l'eau à l'interface bitume/granulat qui se traduit par un désenrobage plus important (cas d'E2). Cela semble confirmer le fait qu'un mauvais collage du bitume sur les granulats, dû à la réduction de la température, et mesurable par la RTC se traduise par un désenrobage plus important au niveau de l'essai de compression simple figure 7.9. Dans une moindre mesure cette différence pourrait s'expliquer par une modification éventuelle de la perméabilité du bitume à la vapeur d'eau ce qui pourrait modifier la résistance propre du bitume.

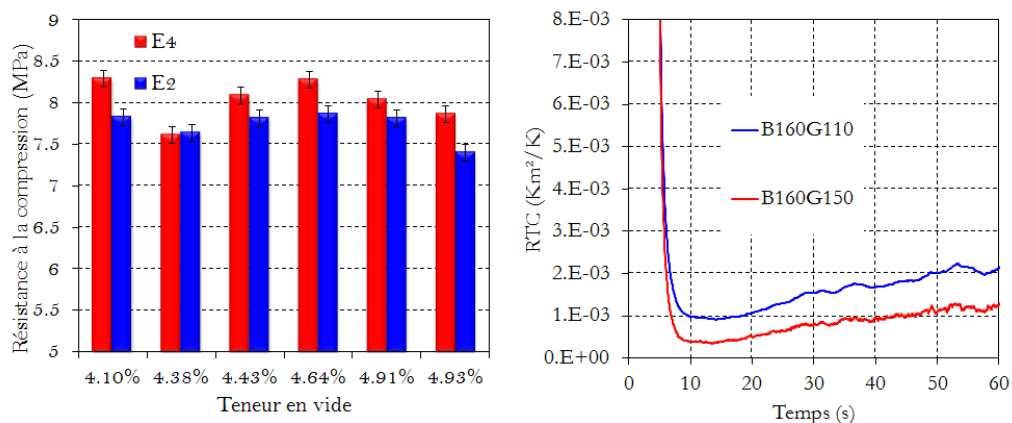


Figure 7.9 – Sensibilité à l'eau et RTC

7.3.3 Effet des additifs et de leurs dosages sur la sensibilité à l'eau

La littérature (Gonzalez-Leon et al., 2009), (Beduneau et al., 2009), (Yang et al., 2011), (Zhao et al., 2012) décrit les additifs utilisés dans la fabrication des enrobés comme étant des produits permettant d'améliorer d'une part l'adhésion entre le bitume et le granulat en condition de service et d'autre part de faciliter le compactage et/ou la maniabilité des enrobés lors de la mise en oeuvre. Le but de cette partie est d'étudier l'effet et le dosage des additifs contenus dans les enrobés sur la sensibilité à l'eau. Pour cela, les enrobés ont été fabriqués suivant le protocole 2 avec les additifs EM, AG1 et AG2. L'effet de la teneur en additif a été étudié sur des enrobés fluxés à 0.5 % et 5 % avec les additifs *EM* et *AG1*.

7.3.3.1 Effet des additifs sur la sensibilité à l'eau

Les différents enrobés confectionnés selon le protocole 2 pour cette étude sont dénommés E5, EA₁(EM), EA₃(AG1) et EA₇(AG2). Les résultats obtenus conformément à la norme EN – 12697 – 12 sont présentés sur la figure 7.10. La figure 7.10(a) présente les résultats des résistances à la compression obtenus. L'analyse des résultats de sensibilité à l'eau figure 7.10(b) montre que l'enrobé E5 confectionné dans les mêmes conditions et sans additif est le moins compact ce qui conduit à une valeur de r/R plus basse que celles des enrobés additivés. Toutes les formules étudiées dans cette partie présentent des résultats de sensibilité à l'eau supérieure à la valeur recommandée par la norme ($r/R=0.7$ pour une Grave Bitume 0/14). Cependant, les différences obtenues sur les différents enrobés additivés ne sont pas significatives au regard de la dispersion des résultats représentés, que ce soient les résistances à la compression ou le rapport r/R . C'est pour cela que pour l'étude qui sera menée dans le paragraphe suivant nous allons augmenter la teneur en additifs afin de déceler d'éventuelles différences.

7.3.3.2 Effet du dosage en additifs sur la sensibilité à l'eau

Pour étudier l'effet du dosage des additifs, nous avons augmenté à 5 % le dosage en additifs dans les enrobés EA₂(EM) et EA₄(AG1). Le taux de 5 % est très important par rapport aux dosages habituels qui n'excèdent pas en général 1.5 %. Cependant, cette augmentation du dosage permet très rapidement de savoir ces additifs modifient ou pas les propriétés. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux des enrobés EA₁(EM) et EA₃(AG1) contenant dosage en additifs de 0.5 %. Les résultats présentés sur les figures 7.11(a) et 7.11(b), montrent :

- une diminution d'au moins 50 % des résistances à la compression (r et R),

Performances thermomécaniques de matériaux bitumineux tièdes

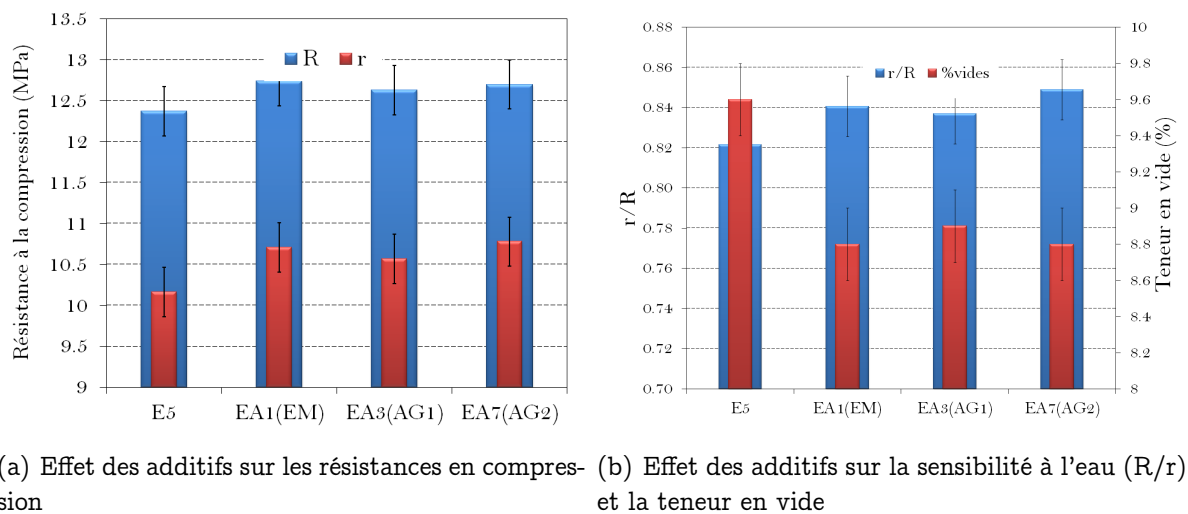


Figure 7.10 – Effet des additifs sur la sensibilité à l'eau

- une meilleure compactabilité (faible teneur en vide),
- une amélioration de l'insensibilité à l'eau. Cela montre que à ce dosage, ces additifs ont un effet sur la rhéologie du bitume et sur celle l'enrobé.

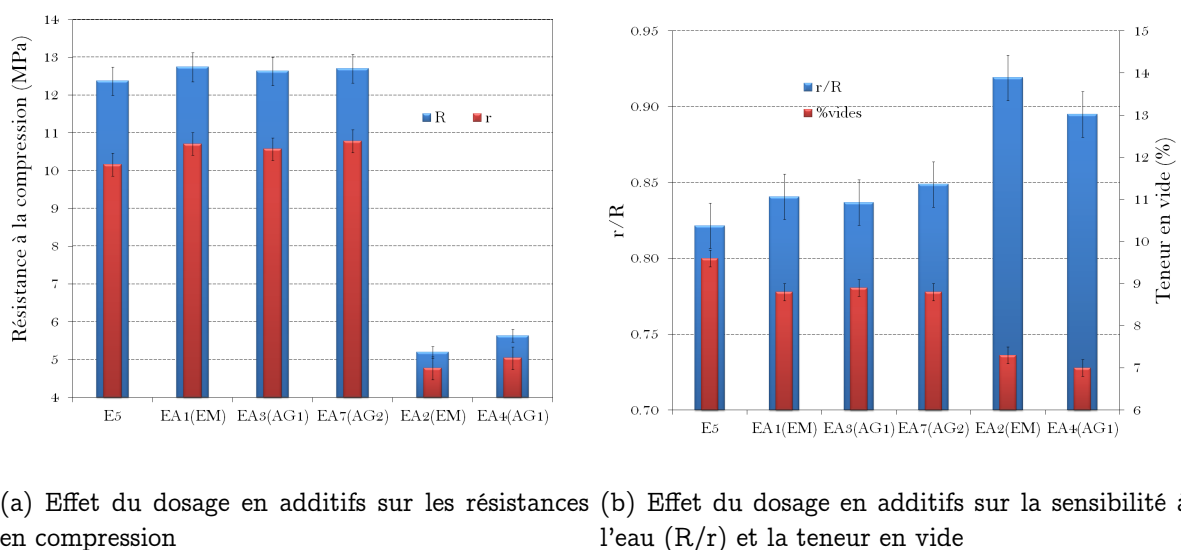


Figure 7.11 – Effet du dosage en additifs sur la sensibilité à l'eau

7.3.3.3 Effet de l'additif AG2 sur la sensibilité à l'eau

Pour terminer l'étude des effets des additifs sur la sensibilité à l'eau des enrobés, nous avons étudié l'effet de l'additif AG2 sur des enrobés fabriqués à 130 °C et 110 °C selon le protocole 1_b. La littérature (Gonzalez-Leon et al., 2009) indique que cet additif n'affecte pas la rhéologie des liants mais modifie les contacts granulaires par un effet de lubrification

qui facilite la mise oeuvre de l'enrobé (entre 90 °C et 130 °C) et améliore la sensibilité à l'eau des enrobés. Les figures 7.12(a) et 7.12(b) représentent les résultats obtenus avec cet additif (AG2 dosé à 0.5 %) pour des enrobés fabriqués à 130 °C EA₆(AG2) et 110 °C EA₅(AG2) comparés avec des enrobés de références E3 et E2 sans additif. On constate une diminution de la teneur en vide des éprouvettes confectionnées avec cet additif en comparaison avec les enrobés fabriqués dans les mêmes conditions sans additif. Cette diminution de la teneur en vide conduit à un rapport r/R plus élevé et donc une faible sensibilité à l'eau.

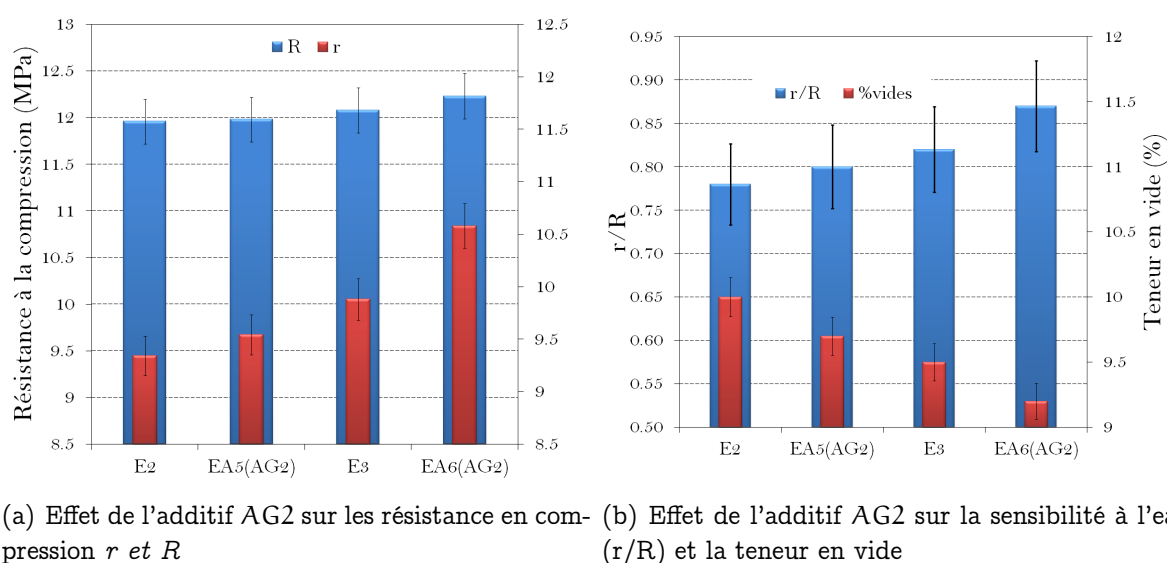


Figure 7.12 – Effet de l'additif AG2 sur la sensibilité à l'eau

L'étude de la sensibilité à l'eau a montré qu'une réduction de la température de fabrication des enrobés conduit à des difficultés de compactage entrainant une sensibilité à l'eau plus importante. Pour étudier l'effet de la température de fabrication sur la qualité de l'interface bitume/granulat nous avons étudié la sensibilité à l'eau d'éprouvettes de mêmes compacités. Dans ce cas d'isocompacité, nous avons constaté que la réduction de la température de fabrication conduit à une sensibilité à l'eau légèrement plus élevée alors que la résistance des éprouvettes non-immersées est inchangée. Cette différence pourrait être imputable à la différence de qualité d'enrobage. L'ajout d'additif dans les procédés tièdes s'est révélé intéressant pour réduire la teneur en vide et améliorer la sensibilité à l'eau des éprouvettes. À l'instar de la sensibilité à l'eau, il existe d'autres paramètres pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux bitumineux. Leur détermination constitue un intérêt majeur pour la bonne tenue mécanique des chaussées même si la qualité du collage n'impacte pas nécessairement ces propriétés mécaniques. Dans les parties suivantes, nous étudierons deux de ces propriétés :

le module et la résistance à la fatigue.

7.4 Analyse des résultats de module complexe

7.4.1 Effet de la température de fabrication sur le module complexe

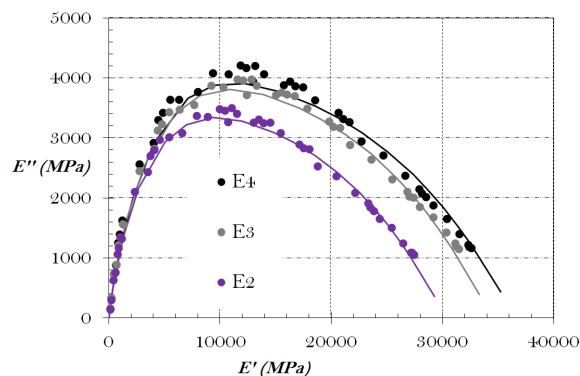
Dans cette partie, nous allons étudier l'effet de la température de fabrication sur le module complexe pour deux teneurs en liant. Un premier constitué des formules E6 (160°C) et E7 (95°C) contenant une teneur en bitume de 3.8 % et le deuxième lot regroupant les enrobés E2 (110°C), E3 (130°C) et E4 (160°C) contenant une teneur en bitume de 4.8 %. Les teneurs en vide des éprouvettes trapézoïdales obtenues après compactage et découpage ont été mesurées et sont présentées dans le tableau 7.3.

	E6	E7	E2	E3	E4
Teneur en vide	6.4 %	10.8 %	6.6 %	4.7 %	4.1 %

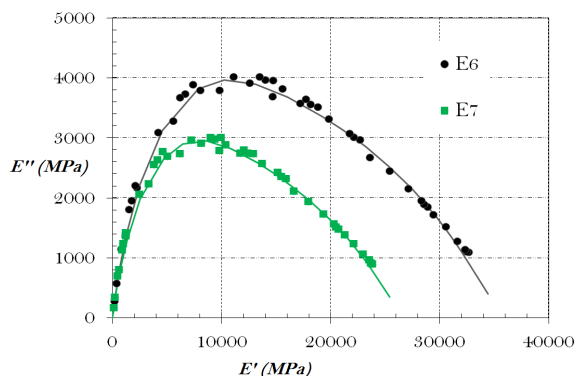
Tableau 7.3 – Teneur en vide d'éprouvettes

À même énergie de compactage, on constate un écart de compacité de 4.4 % entre les formules E6 et E7 respectivement fabriquées à 160°C et à 95°C. Cela est dû à la faible maniabilité des enrobés fabriqués à 95°C qui sont plus difficiles à compacter conduisant à un squelette granulaire moins serré que celui fabriqué à 160°C. Le même constat peut être fait sur les formules E2, E3 et E4 fabriqué respectivement à 110°C, 130°C et 160°C. Les figures 7.13(a) et 7.13(b) présentent les effets de la température sur les représentations Cole-Cole des modules complexes expérimentaux (points sur les courbes) ainsi que ceux obtenus à partir du modèle de Huet-Sayegh (trait continu) dont les paramètres sont données dans le tableau 7.6 pour les deux teneurs en liant d'enrobés (3.8 % et 4.8 %). Pour une valeur du module élastique E1, on constate une diminution du module de perte lorsque la température de fabrication diminue. Ce qui signifie une baisse du module de rigidité du matériau. Les résultats obtenus sur les évolutions des angles de phase en fonction de la rigidité sont présentés sur les figures 7.13(c) et 7.13(d). A même valeur de module, on constate une diminution de l'angle de phase lorsque la température de fabrication diminue. Ce qui signifie une baisse du caractère visqueux du matériau.

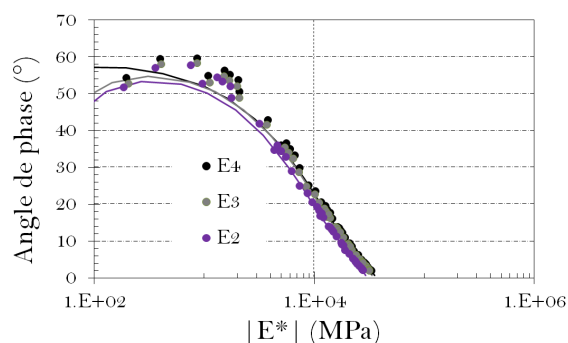
Les paramètres du modèle de Huet et Sayegh utilisés sont regroupés dans le tableau. 7.6. Les figures 7.14(a) et 7.14(b) présentent les courbes maitresses du module complexe des



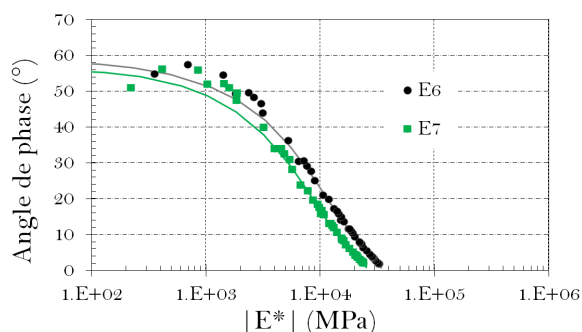
(a) Effet de la température sur les courbes Cole-Cole à 4.8 % de dosage en bitume



(b) Effet de la température sur les courbes Cole-Cole à 3.8 % de dosage en bitume



(c) Effet de la température sur les courbes de Black à 4.8 % de dosage en bitume



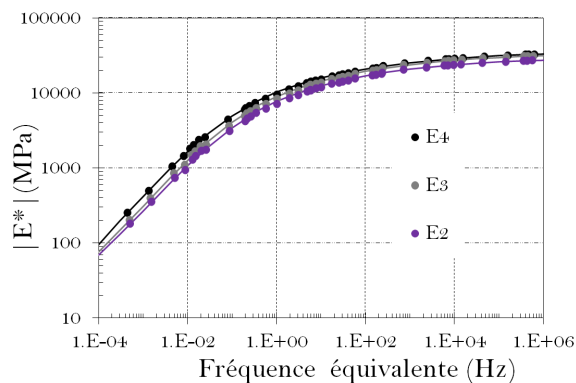
(d) Effet de la température sur les courbes de Black à 3.8 % de dosage en bitume

Figure 7.13 – Effet de la température de fabrication sur le module complexe et sur l'angle de phase

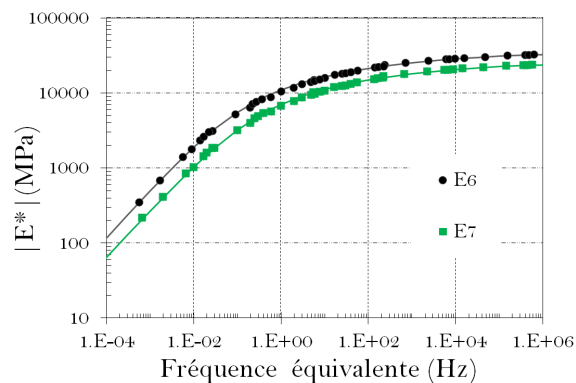
formules étudiées et les figures 7.14(c) et 7.14(d) celles des angles de phase. On constate une diminution du module lorsque la température de fabrication diminue dans les deux cas. Cette diminution s'accompagne d'une augmentation de l'angle de phase. Comme dans le cas de l'essai de tenue à l'eau, cette diminution de la rigidité lorsque la température de fabrication décroît peut s'expliquer par l'augmentation de la teneur en vide et par la différence de rhéologie des bitumes ayant subi des niveaux de vieillissement différents en fonction de la température de fabrication.

7.4.2 Effet des additifs sur le module complexe

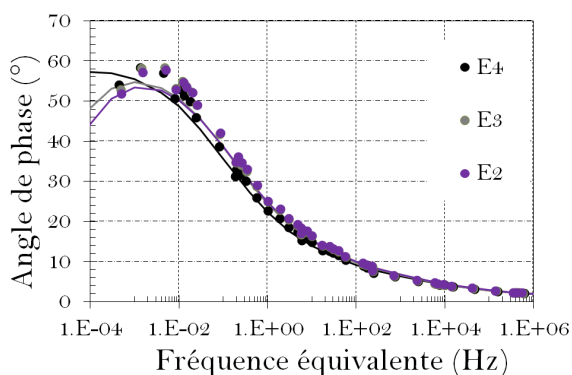
Nous avons ensuite étudié l'effet des additifs (dosés à 0.5 %) sur des enrobés fabriqués dans les mêmes conditions. Les résultats de teneurs en vide des éprouvettes sont regroupés dans le tableau 7.4.



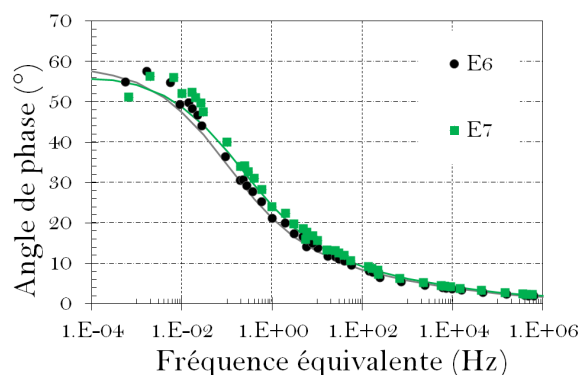
(a) Effet de la température de fabrication sur le module complexe des enrobés contenant 4.8 % de bitume



(b) Effet de la température de fabrication sur le module complexe des enrobés contenant 3.8 % de bitume



(c) Effet de la température de fabrication sur l'angle de phase des enrobés contenant 4.8 % de bitume



(d) Effet de la température de fabrication sur l'angle de phase des enrobés contenant 3.8 % de bitume

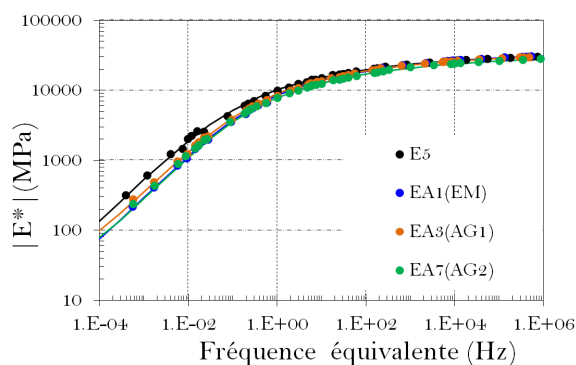
Figure 7.14 – Effet de la température de fabrication sur le module complexe et sur l'angle de phase pour une température de référence de 15°C

	E5	EA ₁ (EM)	EA ₃ (AG1)	EA ₇ (AG2)	EA ₂ (EM)	EA ₄ (AG1)
Teneur en vide	5.0 %	4.1 %	5.5 %	5.6 %	4.1 %	5.1 %

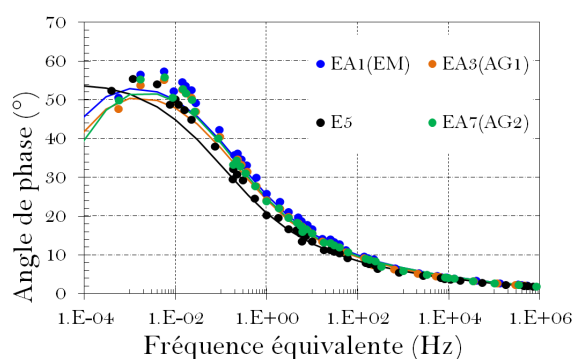
Tableau 7.4 – Teneur en vide des éprouvettes issues des formules étudiées

Les figures 7.15(a) et 7.15(b) montrent les résultats de module complexe et de l'angle de phase obtenu sur un enrobé de référence E5 et sur des enrobés fabriqués à base d'additifs EA₁(EM), EA₃(AG1) et EA₇(AG2). Les résultats montrent des valeurs de module complexe aux basses fréquences plus élevées pour l'enrobé de référence comparées aux différents enrobés tièdes dopés d'additifs. Les enrobés additivés présentent sensiblement le même comportement en module et en angle de phase. Cette diminution du module par rapport à l'enrobé de référence peut s'expliquer par l'état de vieillissement du bitume qui serait plus élevé dans le

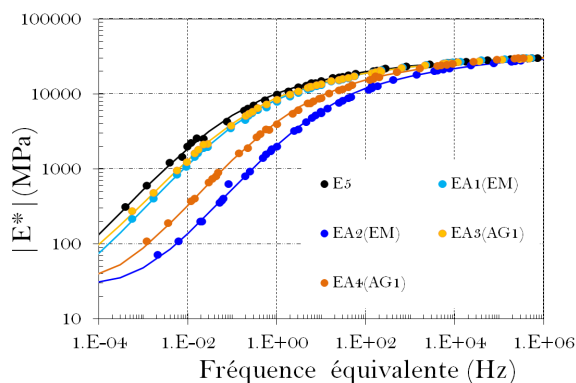
cas de l'enrobé de référence. Les enrobés additivés sont également vieilliss, mais les additifs contribuent à une légère baisse de la rigidité du matériau bitumineux obtenu. Ce vieillissement du liant sera abordé dans le chapitre suivant. Nous nous sommes ensuite intéressés à l'étude des effets d'un fort dosage en additifs (5 %) sur le module. Les figures 7.15(c) et 7.15(d) présentent les résultats en terme de module complexe et d'angle de phase obtenus sur ces enrobés. On constate qu'un dosage à 5 % en additif EM et AG1 conduit à une baisse très importante du module des enrobés et à une augmentation de l'angle de phase. En effet, ces additifs, outre leurs propriétés tensio-actives, contribuent à "ramolir" le bitume comme nous le verrons dans le chapitre 8.



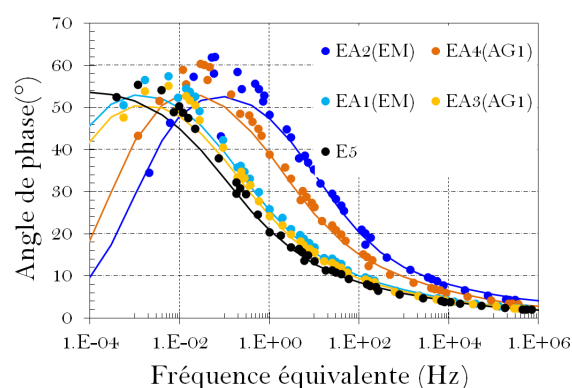
(a) Effet des additifs sur le module complexe



(b) Effet des additifs sur l'angle de phase



(c) Effet des additifs et de leurs dosages sur le module complexe



(d) Effet des additifs et de leurs dosages sur l'angle de phase

Figure 7.15 – Effet des additifs sur le module complexe et sur l'angle de phase

7.4.3 Effet de l'additif AG2 sur le module complexe

Nous nous sommes intéressés à l'effet de l'additif AG2 (dosé à 0.5 %) sur les enrobés tièdes confectionnés à 130 °C et 110 °C sur le module complexe. D'après les travaux de Gonzalez-

Leon et al. (2009), cet additif ne modifie pas la rhéologie des bitumes mais améliore la compactabilité et modifie les propriétés tensio-actives du bitume. Le but de cette étude est de vérifier si cet additif modifie la rhéologie des enrobés et améliore leur(s) compactabilité(s) pour des températures de fabrication de 130 °C et 110 °C pour les formules d'enrobés étudiées ici. Les résultats de teneurs en vide obtenus sur les éprouvettes sont consignés dans le tableau 7.5.

Température de fabrication	110°C		130°C	
Formules	E2	EA ₅ (AG2)	E3	EA ₆ (AG2)
Teneur en vide	6.6 ± 0.8 %	7.47 ± 0.6 %	5.5 ± 0.5 %	3.8 ± 0.4 %

Tableau 7.5 – Teneur en vide des éprouvettes

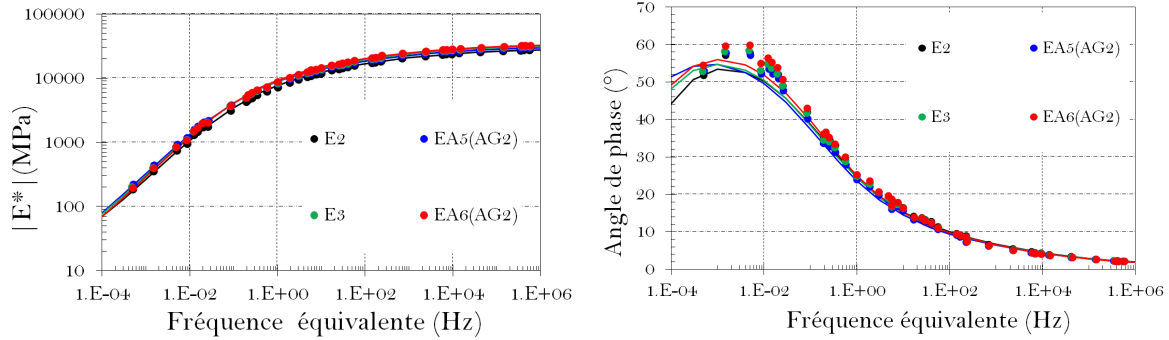
Pour une même énergie de compactage, on constate une augmentation de la teneur en vide lorsque la température de fabrication diminue. Pour les enrobés fabriqués à 130 °C (E3, EA₆(AG2)), la présence de l'additif AG2 augmente la compacité de l'enrobé EA₆(AG2). Compte tenu de la dispersion des teneurs en vide liée à toute la chaîne de fabrication de l'enrobé et de préparation des éprouvettes, et l'hypothèse d'équirépartition statistique des hétérogénéités dans les structures d'éprouvettes faite et qui n'est pas forcément vérifiée, on ne peut conclure à un effet de l'additif sur la compacité du matériau. Nous nous sommes demandés si ces différences de compacité de ces matériaux se traduisaient par des différences de rigidité (module complexe). Les figures 8.5(a), et 8.5(b) présentent les résultats obtenus.

On constate que l'enrobé E2 fabriqué à 110 °C se distingue par des valeurs de modules légèrement plus faibles. Par contre l'enrobé additivé EA₅(AG2), fabriqué à 110 °C, possède des valeurs de module comparables à celles des enrobés fabriqués à 130 °C bien que sa teneur en vide soit plus élevée. Nous n'avons noté aucune différence significative entre les deux enrobés fabriqués à 130 °C avec et sans additif AG2 (à 0.5 %) en terme de module. L'utilisation de cet additif à 110 °C présente donc un intérêt par rapport à son utilisation à des températures de fabrication supérieures à 130 °C.

L'ensemble des paramètres du modèle de Huet-Sayegh obtenus à partir du logiciel Viscoanalyse, pour les différents enrobés bitumineux étudiés sont regroupés dans le tableau. 7.6.

7.4.4 Synthèse des résultats de module complexe

L'étude menée sur les différentes formules d'enrobés a montré une différence dans les résultats de module complexe. Comme l'avons déjà précisé, les teneurs en vide des éprouvettes



(a) Effet de l'additif AG2 sur le module complexe (b) Effet de l'additif AG2 sur l'angle de phase

Figure 7.16 – Effet de l'additif AG2 sur le module complexe et sur l'angle de phase

Formules	E_0	E_∞	k	h	δ	τ
E6	3.4	35614	0.21	0.66	2.0	0.278
E7	7.1	26495	0.20	0.64	1.9	0.137
E2	21.4	30277	0.22	0.68	2.2	0.152
E3	17.9	34432	0.22	0.68	2.2	0.167
E4	16.6	36485	0.22	0.68	2.2	0.245
E5	9.18	33598	0.20	0.63	1.9	0.245
EA ₁ (EM)	19.4	33936	0.21	0.66	2.0	0.121
EA ₂ (EM)	27.5	37841	0.19	0.65	1.9	0.003
EA ₃ (AG1)	30.3	33237	0.21	0.64	1.9	0.138
EA ₄ (AG1)	30.9	35540	0.23	0.68	2.1	0.016
EA ₅ (AG2)	12.3	32612	0.22	0.67	2.1	0.180
EA ₆ (AG2)	16.5	35499	0.23	0.69	2.1	0.159
EA ₇ (AG2)	30.4	30734	0.21	0.67	2.1	0.137

Tableau 7.6 – Paramètres du modèle de Huet-Sayegh utilisés pour le tracé des courbes de module complexe

dépendent du protocole utilisé et de la température de fabrication de l'enrobé. Cette différence de compacité rend difficile la comparaison des résultats de module complexe de différentes formules d'enrobés. L'essai normalisé de module complexe EN 12697-26 permet de comparer les résultats de module complexe d'enrobés de même formulation. Une relation (équation 7.1) proposée par Moutier (1991) permet de ramener à une même compacité des résultats de module complexe à 15°C et 10 Hz, obtenus à différentes compacités.

$$\Delta E^*(\text{MPa}) = \Delta C \times \left(-0.078 + \frac{0.63}{\text{TL}} \right) \times 10^4 \quad (7.1)$$

La démarche permettant d'obtenir cette relation est présentée en annexe 8.3.2.2.

Performances thermomécaniques de matériaux bitumineux tièdes

En utilisant la relation 7.1, nous avons ramené les modules complexes des différents enrobés à des modules complexes équivalents pour une teneur en vide de 5 %. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 7.7 (Somé et al., 2012c).

Formules	Teneur en vide initiale (%)	E*	Teneur en vide cible (%)	E* ($\pm 10^3$ MPa) obtenu	Exigence EN 12697-26 (MPa)
E6	6.4	16050	5	17279	9000
E7	10.8	10770	5	15862	9000
E2	6.6	13888	5	14749	11000
E3	4.7	16002	5	15841	11000
E4	4.1	14522	5	14038	11000
E5	5	14933	5	14933	11000
EA ₁ (EM)	4.1	13199	5	12715	11000
EA ₂ (EM)	4.1	5623	5	5139	11000
EA ₃ (AG1)	5.5	13567	5	13836	11000
EA ₄ (AG1)	5.1	8897	5	8951	11000
EA ₅ (AG2)	7.5	15364	5	16693	11000
EA ₆ (AG2)	3.8	14522	5	13876	11000
EA ₇ (AG2)	5.6	14321	5	14644	11000

Tableau 7.7 – $|E^*|$ à 15°C et 10 Hz des enrobés estimés à partir de la relation 7.1, pour une teneur en vide de 5 %

Les résultats du tableau 7.7 montrent qu'à l'exception des enrobés EA₂(EM) et EA₄(AG1) qui contiennent un fort taux d'additifs (5 %), toutes les autres formules d'enrobés possèdent des modules complexes à 15°C et 10 Hz supérieures à la valeur requise par la norme EN 12697-26 (présentée dans la dernière colonne du tableau 7.7). Précisons que l'écart type propre à la relation 7.1 est de 1000 MPa. En appliquant ce écart-type aux résultats du tableau 7.7, on note que les écarts observés entre les enrobés E2, E3 et E4 d'une part, et EA₁(EM), EA₃(AG1), EA₅(AG2), EA₆(AG2) et EA₇(AG2) d'autre part sont peu significatifs. Idem pour les enrobés E6 et E7.

7.5 Analyse des résultats de la résistance à la fatigue

Les résultats de la résistance à la fatigue des enrobés bitumineux qui seront présentés dans cette partie ont été obtenus à partir de l'essai de flexion 2-points décrit dans le §1.5 (page 30) du chapitre 1.

7.5.1 Effet de la température de fabrication sur résistance à la fatigue

Pour étudier l'effet de la température de fabrication sur la résistance à la fatigue, nous allons considérer les mêmes lots d'éprouvettes que ceux de l'essai de module complexe. Un premier lot contient des éprouvettes fabriquées à 160°C (E6) et 95°C (E7) avec 3.8 % de bitume, et un deuxième lot contenant des éprouvettes issues de fabrications à 160°C (E4), 130°C (E3) et 110°C (E2) avec 4.8 % de bitume. Les paramètres caractéristiques de la droite de fatigue ($p=-1/b$, a ,...) ainsi que les paramètres de performance au sens de la norme EN 12697-24 (ε_6 , $\Delta\varepsilon_6$, ...) sont présentés dans le tableau 7.8.

Formules	a	p	$\varepsilon_6(\times 10^{-6})$	$\Delta\varepsilon_6(\times 10^{-6})$	Module (MPa)	Teneur en vide
E6	-6.43	-0.156	92	5.8	20232	6.4 %
E7	-2.91	-0.344	66	11	13828	10.8 %
E2	-19.6	-0.16	87	4.7	17315	6.6 %
E3	-14.8	-0.19	101	8.6	20298	5.5 %
E4	-17.45	-0.17	101	5.3	20427	4.1 %

Tableau 7.8 – Effet de la température de fabrication sur les paramètres de la droite de fatigue des enrobés

Les résultats montrent que la réduction de la température de fabrication entre E6 et E7 d'une part et entre E4 et E2 entraîne une diminution de la déformation admissible au bout d'un million de cycles ε_6 . Cette diminution peut avoir plusieurs origines. La première est celle due à l'augmentation de la teneur en vide des éprouvettes lorsque la température de fabrication diminue. Ce qui a pour conséquence de rendre le matériau plus difficile à compacter. Nous pensons que cette forte teneur en vide des éprouvettes peut faciliter la propagation des fissures conduisant à une baisse plus rapide de la rigidité et donc des valeurs de ε_6 plus faibles. Une deuxième cause possible de la diminution de la déformation admissible est la nature (cohésive ou adhésive) des ruptures qui se produisent au cours de la fatigue du matériau. En effet, si la réduction de la température entraîne une baisse de la qualité du collage, on peut imaginer que les ruptures adhésives pourraient être plus importantes aux basses températures de fabrication. Cependant, sur les enrobés que nous avons étudié, aucune rupture adhésive n'a été notée. Une troisième cause possible est la modification des propriétés de fissuration du bitume ou du mastic lorsque la température de fabrication varie.

7.5.2 Effet des additifs sur résistance à la fatigue

Dans cette partie nous avons étudié l'impact des additifs sur la résistance à la fatigue des enrobés. Excepté la formule EA₃(AG1) dans laquelle nous avons obtenu une valeur de ε_6 inférieure aux autres formules avec une dispersion des résultats plus importante, tous les autres résultats présentent de faibles différences dans les valeurs de ε_6 . Contrairement à l'essai de module complexe qui a montré des différences importantes entre les enrobés dopés à 0.5 % et 5 % avec les additifs EM et AG1, les résultats de la résistance en fatigue en flexion 2-points avec les critères d'endommagement définis par la norme EN12697 – 24 ne montrent pas de différence entre ces différentes formules additivées.

Formules	a	p	$\varepsilon_6(\times 10^{-6})$	$\Delta\varepsilon_6(\times 10^{-6})$	Module (MPa)	Teneur en vide
E5	-23.17	-0.14	92	5.8	20232	6.4 %
EA ₁ (EM)	-16.1	-0.18	96	6.3	18511	4.1 %
EA ₃ (AG1)	-19.5	-0.16	83	8.3	18105	5.5 %
EA ₇ (AG2)	-18.8	-0.16	87	12	17689	7.1 %
EA ₂ (EM)	-16.1	-0.18	94	5.3	9696	4.1 %
EA ₄ (AG1)	-12.6	-0.22	94	5.0	14872	5.1 %

Tableau 7.9 – Effet des additifs sur les paramètres de la droite de fatigue des enrobés

7.5.3 Effet de l'additif AG2 sur résistance à la fatigue

L'effet de l'additif AG2 sur la résistance à la fatigue a été étudié et les résultats sont consignés dans le tableau 7.10. Ces résultats ne montrent aucune différence significative due à l'ajout de l'additif AG2 dans la fabrication de l'enrobé à 130°C même si la compactabilité du matériau est nettement meilleure avec la présence de l'additif. De plus la dispersion des résultats liée à l'essai de fatigue ne permet pas de mettre en évidence l'effet de cet additif sur la tenue à la fatigue.

Formules	a	p	$\varepsilon_6(\times 10^{-6})$	$\Delta\varepsilon_6(\times 10^{-6})$	Module (MPa)	Teneur en vide
E2	-19.6	-0.16	87	4.7	17315	6.6 %
EA ₅ (AG2)	-14.2	-0.2	100	6.6	18075	7.3 %
E3	-14.8	-0.19	101	8.6	20298	5.5 %
EA ₆ (AG2)	-8.59	-0.27	97	11	19412	3.8 %

Tableau 7.10 – Effet de l'additif AG2 sur les paramètres de la droite de fatigue des enrobés

7.5.4 Synthèse des résultats de la résistance à la fatigue

Tout comme dans le cas de la comparaison des résultats de module complexe, nous avons utilisé une relation proposée par Moutier (1991) pour ramener les résultats de la résistance à la fatigue à une même compacité. Cette relation s'écrit :

$$\Delta\varepsilon_6(\mu_{\text{def}}) = 3.3 \times \Delta C \quad (7.2)$$

Le détail de la démarche permettant d'obtenir cette relation est présentée en annexe 8.3.2.2.

En utilisant la relation 7.2, nous avons ramené les résultats de ε_6 des différents enrobés à des valeurs de ε_6 équivalentes pour une teneur en vide de 5 %. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 7.11

Formules	Teneur en vide initiale (%)	ε_6	Teneur en vide cible (%)	$\varepsilon_6 \pm 11 \times 10^{-6}$ obtenu	Spécification EN 12697-24 10^{-6}
E6	6.4	92	5	97	80
E7	10.8	66	5	85	80
E2	6.6	87	5	92	100
E3	5.5	101	5	103	100
E4	4.1	101	5	98	100
E5	6.4	92	5	97	100
EA ₁ (EM)	4.1	96	5	93	100
EA ₂ (EM)	4.1	94	5	91	100
EA ₃ (AG1)	5.5	83	5	85	100
EA ₄ (AG1)	5.1	94	5	94	100
EA ₅ (AG2)	7.3	100	5	108	100
EA ₆ (AG2)	3.8	97	5	93	100
EA ₇ (AG2)	7.1	87	5	94	100

Tableau 7.11 – ε_6 à 10°C et 25 Hz de différents enrobés estimés à partir de la relation 7.2, pour une teneur en vide de 5 %

L'écart-type de la relation 7.2 est de 11×10^{-6} .

Les résultats obtenus sur les enrobés EA₁(EM), EA₂(EM), EA₃(AG1), EA₄(AG1), EA₆(AG2) et EA₇(AG2) sont statistiquement légèrement inférieurs à la valeur requise par la norme EN 12697-24 donnée dans la dernière colonne du tableau 7.11. Cependant ces écarts par rapport à la norme sont très faibles si l'on tient compte de l'écart type sur (11×10^{-6}) obtenu sur les résultats.

Conclusion du chapitre 7

Dans ce chapitre nous avons étudié dans un premier temps l'effet de la réduction de la température de fabrication sur la sensibilité à l'eau des enrobés. La première conséquence de la réduction de la température de fabrication est l'augmentation de la teneur en vide des éprouvettes dont l'effet sur la sensibilité à l'eau peut masquer les défauts de collage liés à la réduction de la température de fabrication. Nous avons décidé d'étudier les effets de l'eau aux interfaces entre des échantillons de mêmes compacités tout en réduisant la température de fabrication des enrobés. Cette étude a montré que la réduction de la température de fabrication augmente la sensibilité à l'eau qui dépend de la qualité du collage bitume/granulat au moment de la fabrication et aussi de la modification possible des propriétés rhéologiques du bitume lorsqu'il est soumis aux agressions de l'eau.

Dans la deuxième partie de cette étude, nous avons mis en évidence l'effet de la réduction de la température de fabrication sur le module complexe. Cette propriété est importante lorsqu'on dimensionne des chaussées même si l'effet de la qualité du collage bitume/granulat sur cette propriété ne soit pas très bien connu. Les résultats ont montré que la réduction de la température de fabrication s'accompagne d'une diminution du module de l'enrobé due à l'augmentation de la teneur en vide et/ou à la diminution du module même du bitume en fonction de la température de fabrication. L'effet des additifs sur les enrobés a été également étudié. L'utilisation d'additifs à 0.5 % conduit à une faible diminution de la sensibilité à l'eau et du module complexe aux basses fréquences (ou hautes températures) et une forte diminution de ces deux propriétés pour un dosage à 5 %.

La dernière partie de cette étude a porté sur l'évaluation de la résistance à la fatigue d'enrobés fabriqués à différentes températures avec ou sans additif. On a constaté qu'une diminution de la température de fabrication conduit à des déformations admissibles plus faibles au bout d'un million de cycle.

Dans les études menées sur les enrobés, on a vu que la compacité joue un rôle très important sur les résultats et peut, dans certains cas, masquer les effets liés à la modification de la rhéologie des bitumes en fonction de la température de fabrication ou des additifs utilisés. L'objectif du prochain chapitre est d'étudier la rhéologie des bitumes extraits des différents enrobés étudiés pour pouvoir conclure si la baisse du module des enrobés est due à la baisse du module des bitumes en fonction de la température de fabrication ou à l'utilisation des additifs.

Chapitre 8

Étude de la rhéologie des liants bitumineux extraits

La fabrication des enrobés entraîne une modification des propriétés du bitume liée au vieillissement par oxydation et à la perte de certains composés volatiles. Cela se traduit généralement par un durcissement du bitume entraînant une augmentation de son module et par conséquent celui de l'enrobé. De plus, pour les enrobés incorporant des additifs nous avons constaté une forte réduction de la rigidité pour le dosage à 5 %. Des études menées par Olard and Di Benedetto (2003) ont déjà montré le lien qui existe entre les propriétés du liant et celles de l'enrobé. Une différence des performances mécaniques des enrobés pourrait s'expliquer par une différence du comportement des liants qui les composent. Nous allons, dans cette partie, étudier les propriétés des bitumes extraits des enrobés étudiés dans le chapitre précédent. En plus des tests conventionnels de caractérisation des propriétés du bitume, nous allons étudier l'évolution de leurs modules complexe et de leurs viscosités.

8.1 Procédure d'extraction des bitumes

Les bitumes utilisés pour cette étude sont obtenus à partir des enrobés étudiés par un processus d'extraction. L'opération d'extraction consiste à immerger un enrobé dans un solvant (solution de trichloroéthylène) puis à agiter le mélange pour dissoudre le bitume dans celui-ci. Les granulats sont ensuite filtrés et la solution obtenue (mélange bitume et trichloroéthylène) est distillée. La température de vaporisation du trichloroéthylène se situe autour de 87 °C ce qui permet de le séparer du bitume dont la température d'ébullition est supérieure à 250

°C. Le bitume récupéré est alors utilisé pour l'étude des propriétés conventionnelles et rhéologiques. L'ensemble des bitumes extraits des enrobés étudiés précédemment est présenté dans le tableau 8.1 et la nomenclature suivante (figure 8.1) a été adoptée pour les désigner. Les essais réalisés sont présentés le tableau 8.2.

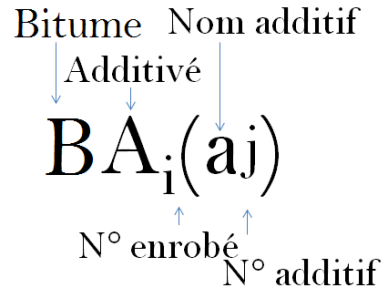


Figure 8.1 – Notation des bitumes issus des formules d'enrobés étudiés

Désignation	Extrait de l'enrobé	additifs	Temp. granulat	sables humides du mélange	Protocole
B_0	Bit. original				
B_2	E_2		110°C		1 _a
B_3	E_3		130°C		1 _a
B_4	E_4		160°C		1 _a
B_5	E_5		150°C	25 % sable+1.5 % eau	2
$BA_1(EM)$	$EA_1(EM)$	0.5 % EM	150°C	25 % sable+1.5 % eau	2
$BA_2(EM)$	$EA_2(EM)$	5 % EM	150°C	25 % sable+1.5 % eau	2
$BA_3(AG1)$	$EA_3(AG1)$	0.5 % AG1	150°C	25 % sable+1.5 % eau	2
$BA_4(AG1)$	$EA_4(AG1)$	5 % AG1	150°C	25 % sable+1.5 % eau	2
$BA_5(AG2)$	$EA_5(AG2)$	0.5 % AG2	110°C		1 _b
$BA_6(AG2)$	$EA_6(AG2)$	0.5 % AG2	130°C		1 _b
$BA_7(AG2)$	$EA_7(AG2)$	0.5 % AG2	150°C	25 % sable+1.5 % eau	2

Tableau 8.1 – Bitumes issus des différentes formules d'enrobés étudiés

8.2 Propriétés conventionnelles des bitumes

8.2.1 Essai de consistance et de ramollissement

Ces deux essais conventionnels sont couramment utilisés pour caractériser les bitumes : la mesure de la pénétrabilité d'une aiguille dans un échantillon de bitume à 25 °C (EN – 1426)

Étude de la rhéologie des liants bitumineux

Essais réalisés → Formule ↓	Pénétrabilité	TBA	Module complexe	Viscosité
B ₀	+	+	+	+
B ₂	+	+	+	+
B ₃	+	+	+	+
B ₄	+	+	+	+
B ₅	+	+	+	+
BA ₁ (EM)	+	+	+	+
BA ₂ (EM)	+	+	+	+
BA ₃ (AG1)	+	+	+	+
BA ₄ (AG1)	+	+	+	+
BA ₅ (AG2)	+	+	+	+
BA ₆ (AG2)	+	+	+	+
BA ₇ (AG2)	+	+	+	+

Tableau 8.2 – Essais réalisés sur les bitumes

(figure 8.2(a)) et la détermination de la température de ramollissement à la laquelle une bille d'acier s'enfonce à travers un anneau de bitume (EN – 1427) (figure 8.2(b)). Pour un bitume pur, les résultats de ces essais permettent de définir le grade de celui-ci. Ainsi, pour un bitume 10/20, la pénétrabilité de l'aiguille est comprise entre 10 et 20 dixièmes de mm alors qu'elle est comprise entre 50 et 70 dixièmes de mm pour un bitume 50/70. Plusieurs relations proposées dans la littérature (Farcas, 1998) permettent de relier ces deux propriétés et de décrire leurs évolutions en fonction de la température.

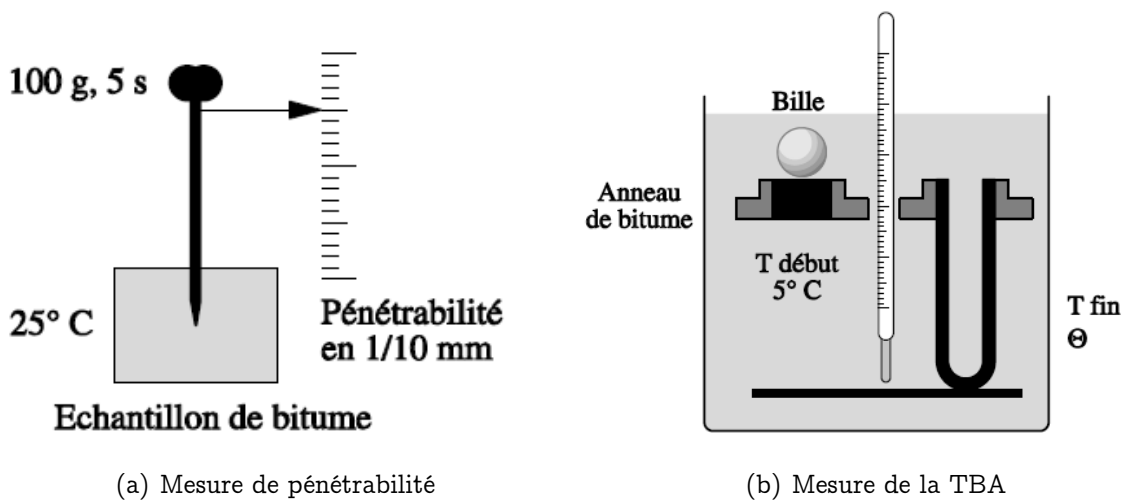


Figure 8.2 – Méthode de mesure de la consistance

L'essai de pénétrabilité caractérise la consistance du bitume. Une faible valeur de péné-

trabilité indique une grande consistance du bitume. Les études montrent qu'un bitume vieilli (par exemple celui issu d'extraction d'enrobé) est plus consistant que le bitume neuf d'origine. Cette augmentation de la consistance s'explique par le départ de fractions volatiles du bitume et par une densification de l'environnement stérique des molécules dû à la capture des atomes d'oxygène au cours de l'oxydation. Ce phénomène est d'autant plus important que le bitume est étalé en film mince autour des granulats au cours de la fabrication de l'enrobé. Il varie en fonction du temps de malaxage et de la température de fabrication. Le deuxième paramètre de classification des bitumes est la température de ramollissement bille anneau (TBA) qui caractérise de manière indirecte la susceptibilité thermique du matériau. De nombreuses expériences ont permis de constater que la TBA augmente lorsque la consistance du bitume augmente (faibles valeurs de pénétrabilité).

8.2.2 Analyse des résultats de pénétrabilité et température de ramollissement

Les résultats de pénétrabilité et de la TBA (Température bille anneau) sont présentés sur la figure 8.3. Les effets de la température de fabrication (figure 8.3(a)) et ceux des additifs (figures 8.3(b), 8.3(c), 8.3(d)) sont analysés.

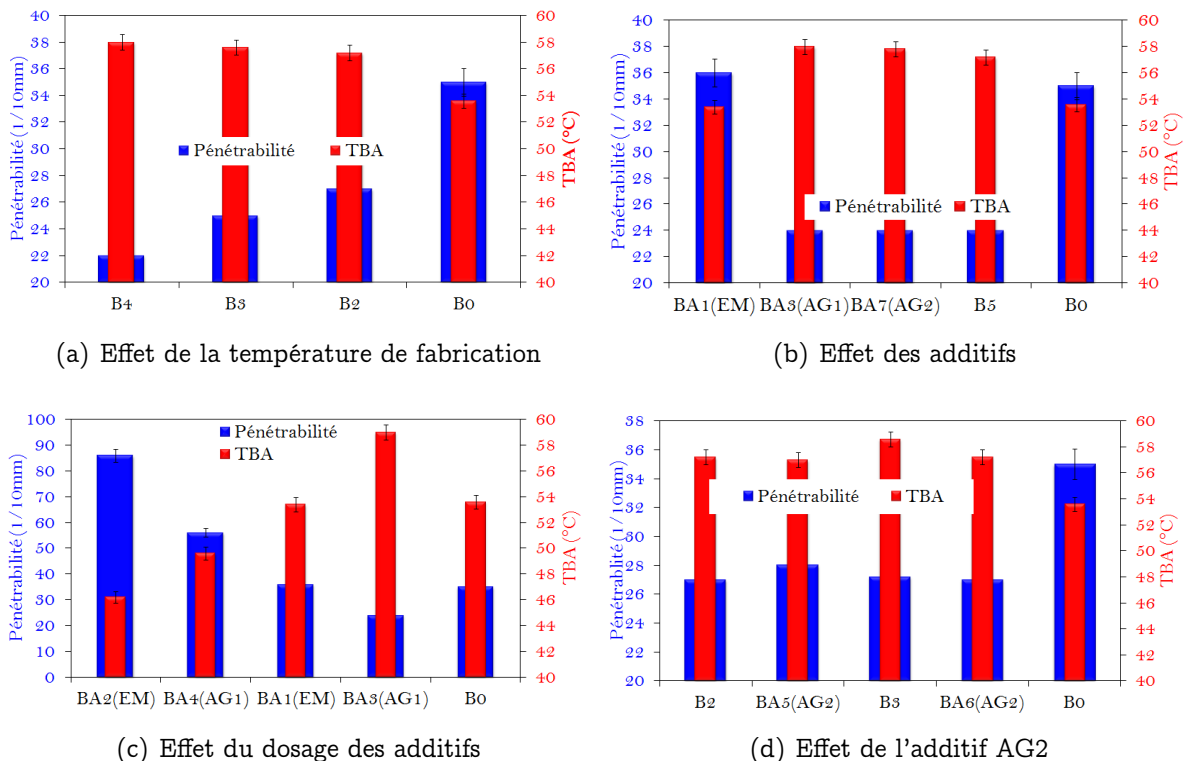


Figure 8.3 – Effet de la température et des additifs

8.2.2.1 Effet de la température de fabrication

La figure 8.3(a) présente les résultats obtenus sur des bitumes extraits d'enrobés fabriqués à 160 °C (B4), 130 °C (B3), 110 °C (B2) et un bitume neuf (B0). On note une diminution de la pénétrabilité des bitumes extraits lorsque la température de fabrication augmente et à l'inverse une faible augmentation de la TBA. Cela confirme les conclusions de la littérature ((Such, 2007)) selon lesquelles l'augmentation de la température de fabrication entraîne un vieillissement plus important qui se traduit par une consistance plus importante. Plusieurs études confirment cette évolution. Pour les bitumes B4, B3 et B2, la diminution de pénétrabilité est respectivement de l'ordre de 20 %, 15 % et 9 % par rapport au bitume neuf.

8.2.2.2 Effet des additifs et de leurs dosages

Considérons tout d'abord la figure 8.3(b) qui représente l'évolution du grade (pénétrabilité) et de la TBA des bitumes issus de procédé tièdes (Protocole 2, paragraphe 7.2, 4 minutes de malaxage de l'enrobé) en fonction des additifs utilisés à 0.5 %. À l'exception de l'additif EM du bitume BA1(EM) qui présente des propriétés quasi-identique au bitume d'origine, tous les autres bitumes présentent des grades plus faibles et des températures de ramollissement plus élevées, comparés au bitume d'origine. Ce qui signifie qu'à l'exception de BA1(EM), tous les autres présentent des phénomènes de vieillissement. En ce qui concerne le bitume BA1(EM), cette absence de phénomène de vieillissement est dû probablement à l'effet de l'additif EM utilisé puisque le bitume B5 extrait de l'enrobé E5 élaboré dans les mêmes conditions sans additif présente un vieillissement. Cet additif, comme nous le verrons sur les résultats de module complexe et de viscosité, modifie les propriétés du bitume en le rendant plus fluide.

Intéressons nous maintenant aux trois bitumes BA3(AG1), BA7(AG2) et B5. L'analyse de la figure 8.3(b) montre que ces bitumes présentent des effets de vieillissement caractérisés par une diminution du grade (pénétrabilité) et une augmentation de la température bille anneau (TBA) par rapport au bitume d'origine. Cependant, nous n'observons aucune différence significative entre ces bitumes (BA3(AG1), BA7(AG2) et B5). Pour un dosage de 0.5 % nous n'avons pas constaté d'effet liés aux additifs AG1 et AG2.

La figure 8.3(c) présente les résultats obtenus pour deux dosages (0.5 % pour BA1(EM), BA3(AG1), et 5 % pour BA2(EM), BA3(AG1)) des additifs EM et AG1. AG2 étant décrit comme un additif qui ne modifie pas les propriétés du bitume autre que la mouillabilité. Les résultats montrent une très forte baisse de la consistance du bitume pour un dosage à 5 %. À

5 %, ces additifs (EM et AG1) annulent tous les effets de vieillissement liés à la fabrication de l'enrobé.

Pour terminer, nous avons étudié l'effet de l'additif AG2 sur les bitumes BA5(AG2) et BA6(AG2) extraits d'enrobés respectivement à 110°C et à 130°C et comparé avec les bitumes B2 et B3 issus des mêmes conditions mais sans additifs. Les résultats (figure 8.3(d)) montrent de faibles différences entre les bitumes additivés (BA5(AG2) et BA6(AG2)) et les non additivés (B2 et B3) pouvant être attribuées à la chaîne de fabrication des enrobés jusqu'à la préparation des échantillons pour l'essai et à la dispersion des résultats de mesure. Néanmoins ces résultats montrent une différence par rapport au bitume d'origine non vieilli.

D'autres indicateurs tels que le calcul des indices sulfoxydes $S = O$ et carbonyles $C = O$, par des mesures de spectroscopie infrarouge, pour caractériser le vieillissement du bitume sont souvent utilisés dans la littérature (Pieri, 1994), (Mouillet, 1998). Le principe de la méthode IRTF (Infra Rouge à Transformée de Fourier) ainsi que les spectres des bitumes additivés, du bitume d'origine et des additifs sont fournies en annexe 8.3.2.2. Cette méthode s'est révélée inadaptée pour notre étude car les effets de vieillissement du bitume (formation de nouvelles liaisons $C = O$ et $S = O$) sont confondus avec les pics d'absorption trop importants des additifs.

Pour affiner l'étude sur ces extraits nous allons étudier leurs modules complexes car contrairement aux essais conventionnels qui sont réalisés à une seule température, le module complexe est étudié sur une gamme de température plus vaste. De plus, dans cet essai, l'effet de la fréquence de sollicitation est pris en compte pour décrire le comportement.

8.3 Propriétés rhéologiques des bitumes extraits

Les bitumes sont des matériaux viscoélastiques. Compte tenu de leurs propriétés viscoélastiques, leurs comportements dépendent de la température ou de la fréquence de sollicitation lors d'un essai mécanique. Di Benedetto and Corté (2005a) ont proposé une représentation des grandes classes de comportement des liant bitumineux basée sur la température T et l'amplitude des déformations $|\epsilon|$ (figure 8.4). On y distingue :

- les domaines fragiles et ductiles, où la résistance à la traction σ_p peut être mesurée ;
- la rupture fragile, qui peut être caractérisée par la ténacité K_c ou l'énergie de rupture G_c ;

- le comportement élastique linéaire, caractérisée par les modules E et G ;
- le domaine viscoélastique linéaire, caractérisée par E^* et G^* ;
- le comportement purement visqueux Newtonien, caractérisé par la viscosité η ;
- pour des déformations de l'ordre de quelques pourcents (%), le domaine où le comportement est fortement non linéaire.

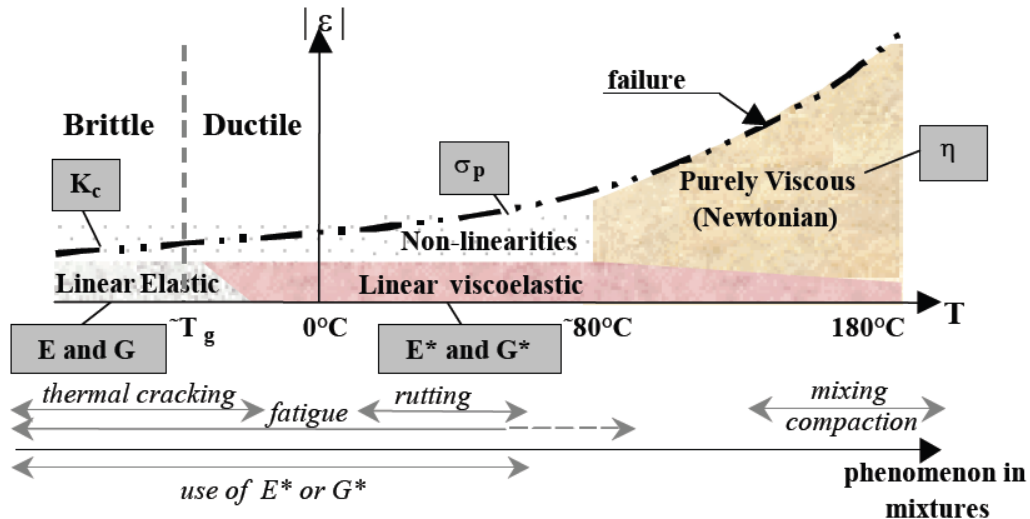
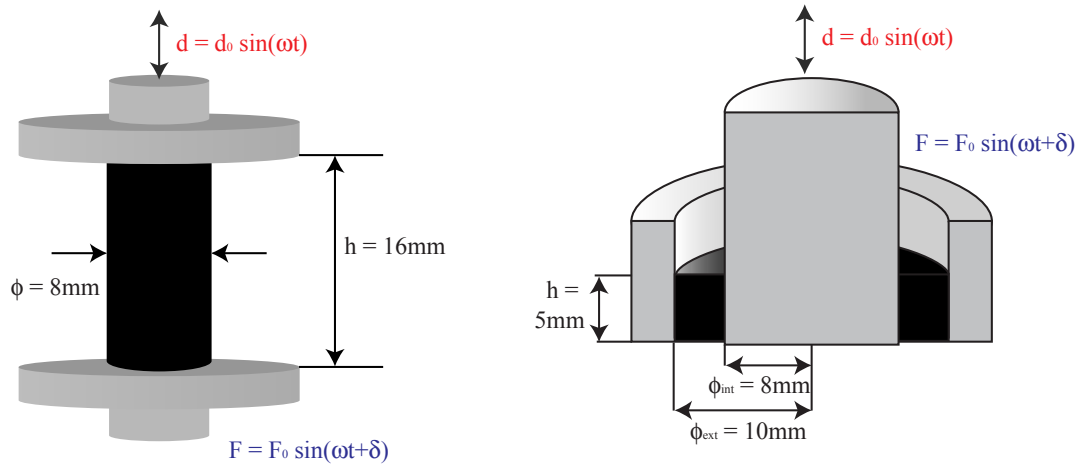


Figure 8.4 – Classes de comportement des bitumes en fonction de $|\epsilon|$ et T

8.3.1 Module complexe des bitumes extraits

Pour mesurer le module complexe des bitumes dans une large gamme de température (positive et négative), on utilise deux types d'essais (traction/compression et cisaillement). Chaque essai est adapté à une géométrie particulière d'éprouvette. L'essai normalisé préconise de solliciter le bitume pour des fréquences comprises entre 10^{-3} Hz et 250 Hz pour ces types de sollicitations (figure 8.5) :

- traction/compression pour les faibles températures. L'éprouvette est un cylindre de bitume de hauteur $h = 16$ mm et de diamètre $\phi = 8$ mm ;
- cisaillement annulaire pour les températures supérieures. L'échantillon est un cylindre creux de bitume adhérent à deux cylindres coaxiaux. L'essai consiste à solliciter le matériau en exerçant un mouvement axial et sinusoïdal d'un des deux cylindres alors que l'autre est fixé à un capteur d'effort.



(a) Essai de traction-compression pour basse température ($T \leq 20^\circ\text{C}$) (b) Essai de cisaillement annulaire pour haute température ($20^\circ\text{C} \leq T \leq 70^\circ\text{C}$)

Figure 8.5 – Essais de mesure du module complexe des liants bitumineux

8.3.1.1 Effet de la température de fabrication sur le module complexe

Tout comme l'augmentation de la consistance, la fabrication des enrobés bitumineux une augmentation de sa rigidité du bitume. Pour vérifier cela, nous avons étudié le module complexe des bitumes extraits des enrobés fabriqués à 110°C (B2), 130°C (B3) et 160°C (B4). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 8.6. Ces résultats ont été modélisés à l'aide du modèle 2S2P1D (Olard, 2003). Les paramètres du modèle pour l'ensemble des liants étudiés sont regroupés dans le tableau 8.3 de la partie 8.3.1.3.

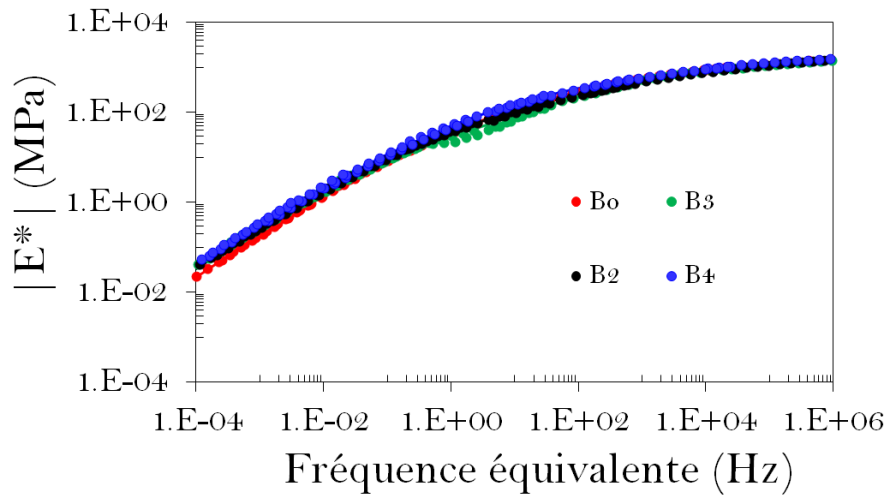


Figure 8.6 – Effet de la température de fabrication de l'enrobé sur le module des bitumes extraits

On note une légère augmentation du module complexe aux basses fréquences des bitumes B2, B3 et B4 comparés au bitume d'origine B0. Ce qui confirme bien l'augmentation de la rigidité du bitume suite à la fabrication de l'enrobé. De plus, le bitume B4 présente un module légèrement plus élevé comparé aux bitumes B2 et B3 qui traduit aussi l'augmentation de la rigidité lorsque la température de fabrication augmente.

8.3.1.2 Effet des additifs sur le module complexe

Ce paragraphe est dédié à l'étude des effets des additifs *EM AG1* et *AG2* sur le module complexe des bitumes extraits. Ces additifs sont dosés à hauteur de 0.5 % de la teneur en bitume lors de la fabrication de l'enrobé. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 8.7. Un échantillon témoin *B0* fabriqué suivant le même protocole mais sans additif sert de référence.

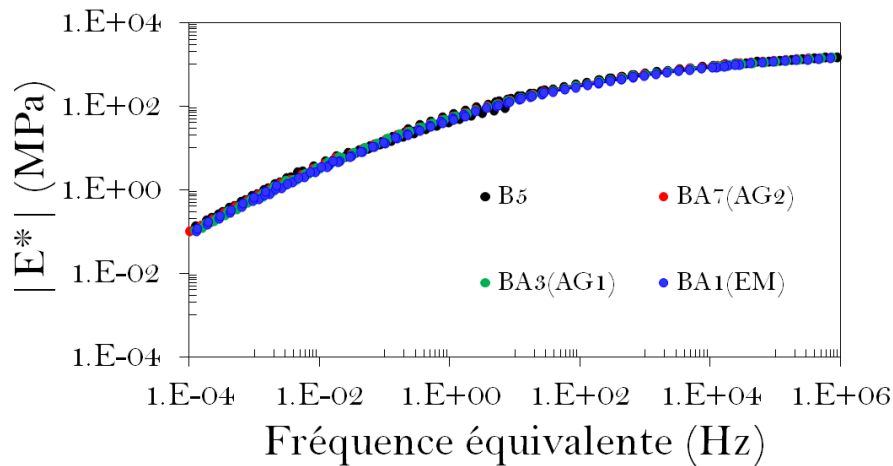


Figure 8.7 – Effet des additifs sur le module complexe des liants extraits

Les résultats de la figure 8.7 ne montrent aucune différence entre les modules complexes des bitumes extraits des enrobés contenant les additifs *EM AG1*, *AG2* et le bitume de référence issus de l'enrobé ne contenant aucun additif. Les résultats similaires obtenus avec ces additifs, comparés à ceux du bitume de référence pourraient s'expliquer par la faible teneur en additif 0.5 %. Afin de savoir si les additifs *EM* et *AG1* modifient ou non la rhéologie du bitume, nous avons étudié les modules complexes des bitumes BA2(EM) et BA4(AG1) contenant 5 % d'additifs EM et AG1. Les courbes maîtresses obtenues sont représentées sur la figure 8.8. Ces résultats montrent qu'un dosage de 5 % de ces additifs entraîne une réduction significative de la rigidité des bitumes. Ceci explique en partie la diminution du

module complexe des enrobés dans lesquels ces bitumes sont extraits. Les études de Gonzalez-Leon et al. (2009) sur l'additif *AG2* ont montré que cet additif ne modifie pas la rhéologie du bitume mais plutôt les propriétés adhésives du bitume.

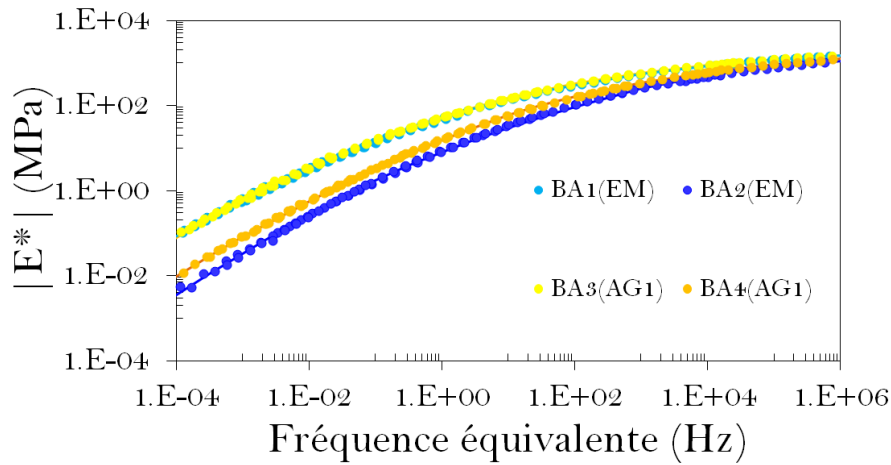


Figure 8.8 – Effet du dosage des additifs sur le module complexe

Une étude a été réalisée huit mois plus tard sur le bitume BA2(EM) qui contient 5 % d'additif EM et qui présentait les plus faibles valeurs de module. Nous avons constaté une augmentation considérable de son module et une baisse de l'angle de phase représentés sur les figures 8.9(a) et 8.9(b). Nous n'avons pas pu réaliser la même étude sur un bitume témoin afin de conclure si cette évolution des propriétés est due seulement à l'additif ou si les propriétés du bitume ont elles aussi évolué. Cependant, cela met en évidence une évolution des propriétés de ce bitume additivé et probablement celle de l'enrobé.

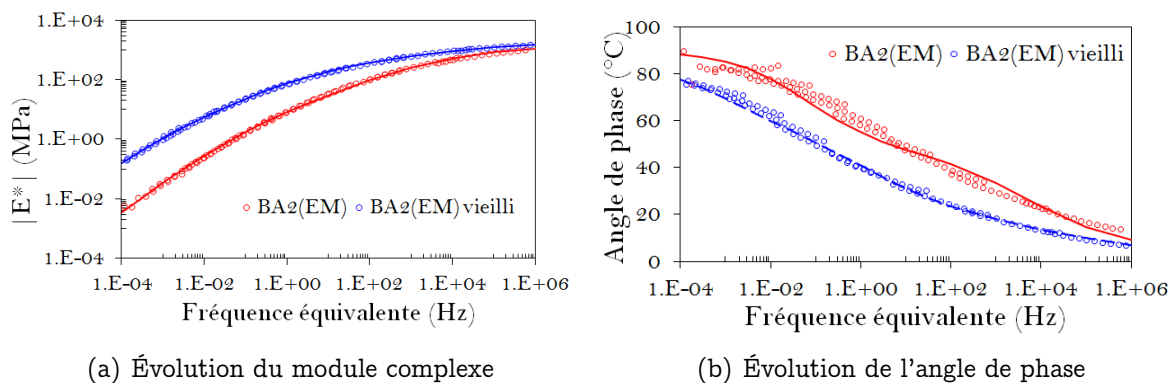


Figure 8.9 – Effet du vieillissement d'un bitume additivé BA2(EM) avec le temps (8 mois)

8.3.1.3 Effet de l'additif AG2 sur le module complexe

Pour terminer cette partie de l'étude dédiée au module complexe des liants bitumineux, nous avons étudié l'effet du dosage à 0.5 % de l'additifs AG2 sur des bitumes extraits d'enrobés fabriqués à 130 °C et 110 °C. Les résultats obtenus (figure 8.10) montrent une augmentation sensible de la rigidité du bitume *BA6(AG2)* extrait de l'enrobé fabriqué à 130 °C avec l'additif. Cependant, les bitumes extraits des enrobés à 130 °C et 110 °C sans additif ainsi que celui fabriqué à 110 °C avec *AG2* ne montrent pas de différence significative.

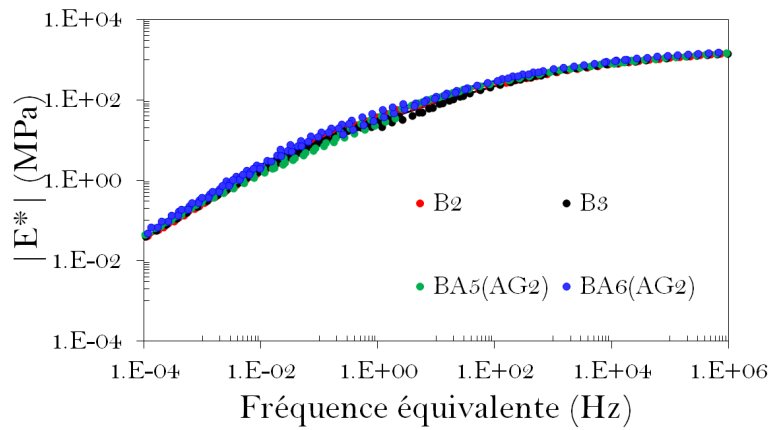


Figure 8.10 – Module complexe du bitume extrait contenant l'additif AG2 dosé à 0.5 %

L'ensemble des paramètres du modèle 2S2P1D obtenus à partir du Logiciel Viscoanalyse, pour les différents liants bitumineux étudiés sont regroupés dans le tableau 8.3.

8.3.2 Viscosité des bitumes extraits

8.3.2.1 Effet de la température de fabrication de l'enrobé sur la viscosité des bitumes extraits

La figure 8.11 présente l'évolution de la viscosité des bitumes extraits en fonction de la température de fabrication de l'enrobé. Les bitumes B2, B3 et B4 sont issus des enrobés E2, E3 et E4 fabriqué respectivement à 110 °C, 130 °C et 160 °C. B0 est le bitume neuf qui sert de référence. Les résultats montrent une augmentation de la viscosité lorsque la température de fabrication augmente, ce que nous n'avons pas réussi à bien mettre en évidence par les essais de module complexe. Ce qui, du reste, est cohérent compte tenu des effets de vieillissement déjà expliqués.

Étude de la rhéologie des liants bitumineux

Formules	E_0	E_∞	k	h	δ	τ	β
B0	2×10^{-8}	2240	0.24	0.60	2.91	3×10^{-4}	55
B2	7×10^{-4}	2206	0.25	0.62	4.00	4×10^{-4}	75
B3	4×10^{-3}	2169	0.23	0.55	2.32	9×10^{-5}	339
B4	6×10^{-4}	2171	0.26	0.66	4.11	1×10^{-3}	30
B5	2×10^{-3}	2277	0.23	0.59	3.02	5×10^{-4}	216
BA ₁ (EM)	1×10^{-3}	2139	0.26	0.63	4.10	8×10^{-4}	108
BA ₂ (EM)	7×10^{-14}	2000	0.17	0.53	1.41	7×10^{-6}	398
BA ₂ (EM) vieilli	2×10^{-3}	2184	0.24	0.61	4.23	2×10^{-3}	101
BA ₃ (AG1)	3×10^{-3}	2217	0.25	0.61	3.81	7×10^{-4}	100
BA ₄ (AG1)	9×10^{-10}	2605	0.24	0.65	4.70	9×10^{-6}	79
BA ₅ (AG2)	1×10^{-4}	2266	0.25	0.65	3.72	4×10^{-4}	90
BA ₆ (AG2)	3×10^{-3}	2215	0.23	0.55	2.20	2×10^{-4}	198
BA ₇ (AG2)	9×10^{-4}	2267	0.25	0.62	4.03	8×10^{-4}	108

Tableau 8.3 – Récapitulatif des paramètres du modèle 2S2P1D utilisés pour la modélisation du comportement rhéologique des bitumes étudiés

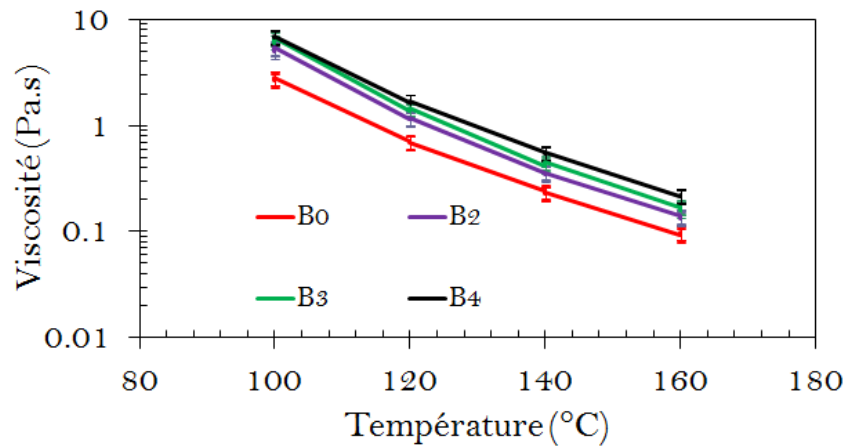


Figure 8.11 – Viscosités des bitumes en fonction de la température

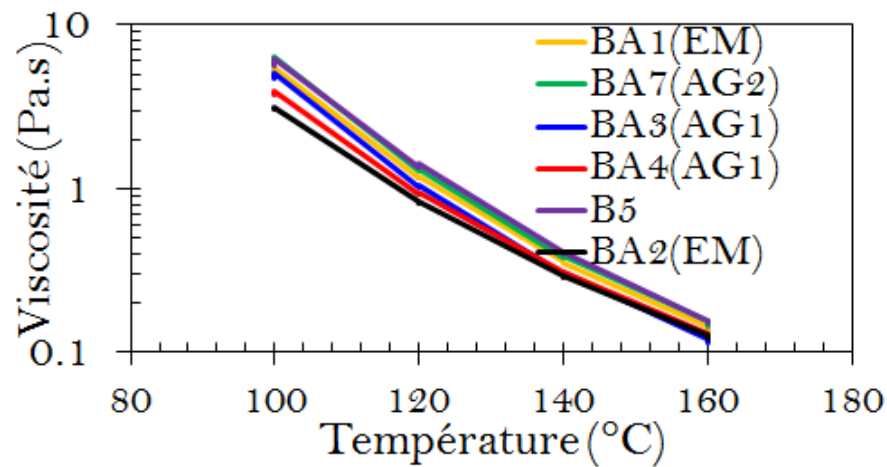
8.3.2.2 Effet des additifs sur la viscosité des bitumes extraits

En ce qui concerne l'effet des additifs et de leurs dosages sur la viscosité, on remarque sur la figure 8.12(a) que :

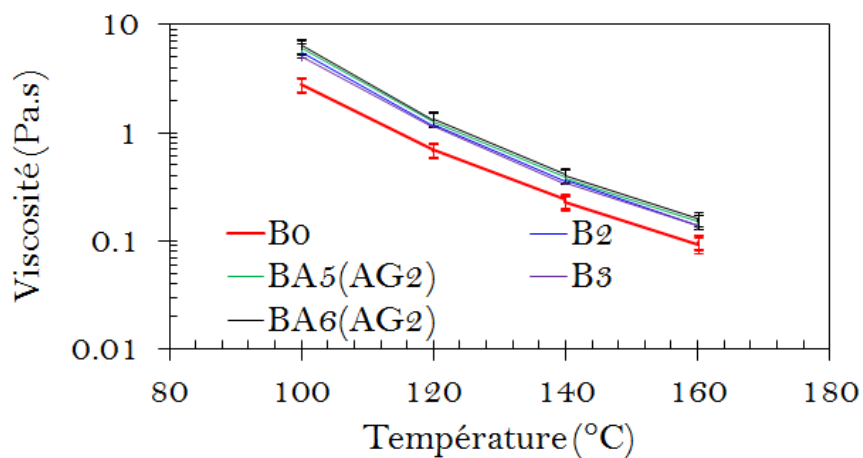
- Les deux bitumes BA1(EM) et BA3(AG1) présentent des valeurs de viscosité plus faibles par rapport au bitume B5 ne contenant aucun additif. Ce qui montre bien que à 0.5 %, ces additifs modifient la viscosité du bitume. Cela justifie que leurs dosages à 5 % dans les bitumes BA2(EM) et BA4(AG1) modifient considérablement la viscosité des

bitumes.

- L'évolution de la viscosité du bitume BA7(AG2) en fonction de la température est quasiment identique à celle du bitume B5 sans additif. Le même constat peut être fait sur les résultats de la figure 8.12(b) où l'utilisation de l'additif AG2 dans des bitumes issus d'enrobés fabriqué à 110 °C et à 130 °C ne modifie pas la viscosité par rapport aux bitumes extraits d'enrobés fabriqués dans les mêmes conditions sans additif.



(a) Effet des additifs sur la viscosité des bitumes extraits



(b) Effet de l'additif AG2 sur la viscosité des bitumes extraits

Figure 8.12 – Effet des additifs et de leurs dosages sur la viscosité des bitumes extraits

Conclusion du chapitre 8

Dans ce chapitre nous avons montré que les propriétés conventionnelles et le comportement mécanique des bitumes évoluent au cours de la fabrication des enrobés. Pour mener cette étude, les bitumes ont été extraits des enrobés étudiés dans le chapitre précédent. Nous avons aussi étudié l'effet des additifs utilisés dans les procédés tièdes sur les propriétés des bitumes. Nous avons montré qu'un fort dosage en additif AG1 ou EM entraîne une baisse très significative des propriétés du bitume.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de ce travail a porté sur l'étude du comportement thermomécanique des enrobés bitumineux tièdes et de l'interface bitume-granulat. C'est dans ce but que nous avons étudié la qualité du collage bitume/granulat ainsi que quelques performances mécaniques d'enrobés tièdes. Certaines de ces performances telle que la sensibilité à l'eau permettent de mettre en évidence l'effet de la qualité du collage dans les enrobés tièdes. Les autres performances mécaniques fournissent des informations sur le comportement (module) de ces enrobés et pour le dimensionnement des structures de chaussée. Plusieurs perspectives peuvent être ouvertes au terme de cette étude pour affiner d'avantage la compréhension du comportement des enrobés tièdes ou améliorer les méthodes d'évaluation des performances mécaniques.

Conclusion générale

Estimation de la qualité du collage bitume-granulat

Notre étude a porté sur l'estimation de la qualité du collage bitume-granulat par une approche thermique d'identification de la résistance thermique de contact (RTC). Ce travail repose sur le fait qu'au cours de la fabrication des enrobés bitumeux tièdes, le bitume chaud est mis en contact avec des granulats tièdes. Cela entraîne un refroidissement du bitume en particulier lors du contact avec le granulat. Compte tenu de la rugosité des granulats et du refroidissement du bitume, de l'air peut être piégé dans ces rugosités. Cela a pour conséquence, en plus des phénomènes de constriction thermique, l'apparition d'une résistance de contact. On comprend alors que la RTC sera corrélée à cette épaisseur de lame d'air. Cette RTC peut être considérée comme un indicateur de l'état du collage du bitume sur le granulat. C'est cette propriété que nous avons étudiée finement au moyen d'une approche thermique.

Conclusion générale et perspectives

Pour cela nous avons adapté un dispositif existant, qui, à l'origine permettait de mettre en contact un cylindre métallique froid avec des polymères fondus à haute température, à notre étude. Nous avons mis en place un système de fixation du granulat sur le système existant, et modifié le système de chauffage permettant de chauffer le granulat à 150 °C. Cela nous a permis de faire varier la température du granulat de 30 °C à 150 °C et celle du bitume de 80 °C à 160 °C au cours de l'étude (avec la température du bitume toujours différentes de celle du granulat). Le granulat a été carotté au sein d'un bloc provenant de carrière, sa rugosité a été caractérisée au profilomètre laser, puis il a été instrumenté par des thermocouples permettant d'enregistrer l'évolution des températures au cours de l'essai.

La densité de flux, la RTC et les températures de surfaces à l'interface bitume-granulat, ont été estimées. Dans ce but, nous avons testé et comparé préalablement différentes méthodes de résolution de problème inverse de conduction thermique (méthodes de Beck et méthode de Raynaud et Bransier). La méthode d'estimation directe de la résistance de Beck, qui donne les résultats les moins bruités a été utilisée pour estimer la résistance thermique de contact à l'interface bitume-granulat.

Pour fournir tous les propriétés des matériaux nécessaires au modèle, nous avons effectué des essais de caractérisation des matériaux. Les paramètres estimés ont été les conductivités, les chaleurs spécifiques et les volumes spécifiques des matériaux.

Les résultats de la RTC ont montré qu'une augmentation de la température du granulat ou du bitume entraîne une diminution de la résistance et donc un meilleur collage du bitume sur le granulat. Ces résultats ont également montré une augmentation de la résistance au cours du temps que nous avons interprétée par des phénomènes de micro-retraits entre le bitume et le granulat entraînant une augmentation de l'épaisseur de la lame d'air piégée dans les rugosités et donc de la résistance à l'interface. Nous nous sommes servis d'un modèle prédictif existant pour fournir une estimation de cette épaisseur équivalente de lame d'air en fonction la résistance obtenue pour différentes températures de chauffage du granulat et du bitume. En plus de la texture (rugosités) du granulat qui influent sur les résultats de la résistance, il y a la mouillabilité de celle-ci par le bitume ainsi que la viscosité du bitume. Des mesures de tensions superficielles réalisées sur le bitume ont montré que celle-ci diminue avec la température favorisant ainsi le mouillage du granulat par le bitume aux températures élevées. Ce qui influe directement sur la RTC. Il en est de même de la viscosité qui diminue

Conclusion générale et perspectives

avec la température et permet de ce fait une meilleure pénétration du bitume dans les rugosités des granulats, ce qui conditionne l'évolution de la RTC au cours du temps. À la lumière des résultats obtenus et exposés dans les chapitres 5 et 6, on a noté que la RTC dépend de la rugosité, de la tension superficielle et de la viscosité du bitume, de la tension superficielle du bitume ainsi que la pression de contact bitume-granat.

Pour terminer cette étude thermique sur la qualité du collage, nous avons étudié l'effet de certains additifs utilisés dans les procédés d'enrobés tièdes. Ces additifs modifient la tension superficielle du bitume pour favoriser son adhésion au granulat. À l'exception de l'additif AG2, les deux autres (EM et AG1) modifient la viscosité des bitumes. Ceci a été confirmé par les mesures de viscosité que nous avons effectuées dans le chapitre 8. Ces additifs ont été dosés à hauteur de 0.5 % dans les bitumes. Les propriétés thermophysiques de ces bitumes additivés ont été déterminées, puis ces bitumes ont été utilisés pour la mesure de la résistance thermique de contact. Les résultats obtenus ont montré une légère diminution de la résistance de contact avec l'additif EM qui est par ailleurs celui qui abaisse le plus la viscosité et la tension superficielle des bitumes. Les résultats de RTC obtenus avec les additifs AG1 et AG2 sont légèrement plus faibles aux premiers instants du contact, puis deviennent similaires au bout de 30 s.

Nous avons étudié l'évolution des énergies d'adhésion et de tensions interfaciales entre le bitume et le granulat pour différents types de granulats (gneiss, diorite, calcaire blanc et calcaire noir) même si dans les mesures de RTC, l'étude n'a été menée que sur un seul type de granulat (gneiss). Pour chaque type de granulat nous avons noté une augmentation des tensions infaciales et inversement une baisse de l'énergie d'adhésion bitume-granat en fonction de la température. Cette augmentation de la tension interfaciale bitume-granat en fonction de la température signifie qu'il faut plus d'énergie si on souhaite créer deux surfaces (une surface bitume et une surface substrat) différentes.

Sensibilité à l'eau des enrobés : lien avec la RTC

Après avoir mené cette étude thermique qui a montré une diminution de la résistance thermique de contact lorsque la température d'un des constituants au moins augmente, en balayant une large gamme de température qui inclue les températures de chauffage des granulats dans les procédés tièdes, nous avons étudié les performances mécaniques et la tenue à l'eau de quelques formules d'enrobés. Le but de cette étude est de pouvoir conclure si une

Conclusion générale et perspectives

baisse de la qualité de collage due à la réduction de la température de chauffage des constituants au moment de la fabrication de l'enrobé peut engendrer une dégradation de l'interface bitume-granulat de l'enrobé en condition de service. Dans le chapitre 1, nous avons présenté différentes méthodes de caractérisation de cette interface. Parmi ceux-ci, l'essai de tenu à l'eau par mesure de la résistance en compression simple est décrit comme un essai qui permet d'évaluer la durabilité du collage bitume granulat. Nous avons utilisé cet essai pour évaluer la qualité du collage des enrobés.

Nous avons fabriqué deux plaques d'enrobés l'une à 160 °C (E4) et l'autre à 110 °C (E2) que nous avons surcompacté de façon à avoir des teneurs en vide des éprouvettes qui soient quasiment identiques dans les deux enrobés. Des éprouvettes ont été carottées de ces deux plaques et leurs teneurs en vide ont été mesurées au banc de rayonnement gamma. Pour chaque éprouvette de E2 de compacité C_i , nous avons sélectionné dans l'enrobé E4 une éprouvette ayant exactement les mêmes compacités C_i . Ce choix permet de s'affranchir des effets liés à la compacité, lors de la comparaison des résultats. Les résultats du test (cf. chapitre 7) mené sur éprouvettes de mêmes compacités ont montré que les éprouvettes immergées présentent une résistance à la compression plus faibles que les éprouvettes conservées à l'air pendant la même durée (2 semaines). Cela montre que pour des éprouvettes de mêmes compacités, celles issues d'enrobés fabriqués à 110 °C sont moins résistantes aux effets de l'eau comparées à celles issues d'enrobés fabriqués à 160 °C. Cette différence s'explique certainement par la différence de la qualité du collage au moment de la fabrication, mise en évidence par les mesures de RTC.

À la suite de cette étude, nous nous sommes attachés à étudier l'effet de la réduction de la température de fabrication sur trois enrobés fabriqués respectivement à 160 °C, 130 °C et 110 °C selon la norme EN – 12697 – 14 (connu aussi sous le nom d'essai Duriez). Les résultats ont montré une sensibilité plus importante lorsque la température de fabrication diminue. Cependant, contrairement à l'étude précédente dans laquelle les éprouvettes avaient les mêmes compacités, ici l'étude est réalisée selon la norme EN – 12697 – 14 ce qui ne garantit pas d'obtenir des éprouvettes de mêmes compacités. Nous avons noté une augmentation de la teneur en vide lorsque la température de fabrication diminue. L'augmentation de la sensibilité à l'eau lorsque la température de fabrication diminue est donc attribuable d'une part à la qualité du collage et d'autre part à l'augmentation de la teneur en vide des éprouvettes fabriquées à températures plus basses.

Conclusion générale et perspectives

Nous avons ensuite étudié les effets des additifs EM, AG1 et AG2 sur la sensibilité à l'eau des enrobés élaborés dans les mêmes conditions sans aucun additif. Pour un dosage à 0.5 % de ces additifs, nous avons constaté une meilleure compactabilité des enrobés qui se traduit par des teneurs en vide plus faibles comparées à la référence non additivée. Une fois de plus, cette diminution de teneur en vide des éprouvettes couplée aux effets des additifs a permis d'avoir une amélioration de la sensibilité à l'eau. Pour comprendre d'avantage l'effet des additifs EM et AG1 (modificateurs de viscosité) sur cette tenue à l'eau, nous avons augmenté la teneur en additif des bitumes à 5 %, soit dix fois plus que le dosage précédent. Les résultats montrent une réduction de moitié des résistances à la compression des éprouvettes sèches et immergées. Cela s'accompagne cependant d'une réduction significative de la teneur en vide des éprouvettes (comparée au dosage à 0.5 %). L'effet du fort dosage en additif combiné à l'effet de la réduction de la teneur en vide a permis d'obtenir une sensibilité à l'eau moindre même si les résistances en compression sont très faibles (≈ 5 MPa).

À partir de ces résultats, nous avons pu noter que l'utilisation d'additifs améliore le compactage des matériaux (à même énergie de compactage). Cependant, étant donné que ces études ont été menées conformément à la norme EN – 12697 – 14, la différence de compacités due à l'utilisation d'additifs par rapport à la référence, ne permet pas conclure sur l'amélioration ou pas de ces additifs de la qualité du collage bitume sur le granulat visé par cet essai.

Étude des performances mécaniques

À la suite de cette étude portée sur l'estimation de la qualité du collage par méthode thermique et l'étude de la sensibilité à l'eau, nous nous sommes intéressés aux performances mécaniques des enrobés : module complexe et résistance à la fatigue. L'effet de la qualité du collage sur ces performances n'est pas bien compris à notre connaissance. Cependant, la connaissance de ces performances est tout aussi importante que la durabilité étudiée et est nécessaire pour la formulation des enrobés et pour le dimensionnement des chaussées, en particulier pour les enrobés tièdes qui représentent des procédés nouveaux. C'est ce qui a justifié leurs études dans le cadre de ce travail. Treize enrobés bitumineux ont été fabriqués à partir d'une même formulation granulaire. Sur les différentes formules nous avons étudié l'effet de la réduction de température de fabrication, l'effet des additifs et de leurs dosages.

L'effet de la température de fabrication sur le module complexe a été étudié sur deux

Conclusion générale et perspectives

teneurs en liant : 3.8 % (pour deux températures 160 °C et 95 °C) et 4.8 % (pour des températures de 160 °C, 130 °C et 110 °C). Les résultats obtenus ont montré une diminution du module complexe lorsque la température de fabrication diminue qui s'explique en partie par une augmentation de la teneur en vide des éprouvettes. La représentation Cole-Cole du module complexe est celle qui a permis de bien visualiser ces différences. Enfin, le comportement de ces enrobés a été modélisé par le modèle rhéologique de Huet-Sayegh.

L'effet des additifs EM AG1 et AG2 sur le module complexe a été étudié pour des teneurs de 0.5 % et 5 % (pour EM et AG1) (protocole 2 de fabrication d'enrobé). Les résultats ont montré une légère diminution de la teneur en vide des éprouvettes avec l'additif EM comparé à la référence sans additif. Les courbes maîtresses de module complexe déterminées à 15°C montrent une très légère diminution de la rigidité des enrobés contenant les additifs (EM et AG1 à 0.5 %) par rapport à la référence. Cela est en partie lié à la modification des propriétés du bitume par les additifs (EM et AG1) (chapitre 8). Ces écarts restent cependant faibles compte tenu de la dispersion des résultats d'essais, de la répétabilité de toute la chaîne de fabrication des plaques d'enrobés jusqu'à la préparation des éprouvettes. Précisons aussi que l'hypothèse d'équirépartition statistique des hétérogénéités dans une même structure d'éprouvette et entre éprouvettes n'est pas forcément vérifiée.

Nous avons ensuite étudié l'effet du fort taux de dosage en additifs EM et AG1. Tout comme les résistances en compression mesurées lors de l'étude de la sensibilité à l'eau, les enrobés additivés à 5 % ont de très faibles valeurs de module complexe. Si à 0.5 % leurs effets sur le module sont peu significatifs, à 5 %, on arrive à confirmer qu'ils modifient considérablement les propriétés des enrobés.

L'étude menée avec l'additif AG2 sur des enrobés fabriqués à 110°C et 130°C comparés à des enrobés de référence élaborés dans les mêmes conditions, a montré qu'à 130°C, aucun effet de cet additif n'a été constaté. À 110°C, une très légère augmentation du module a été constaté avec l'utilisation de cet additif. Le modèle de Huet-Sayegh a été utilisé une fois de plus pour modéliser l'évolution de module complexe de l'ensemble des enrobés additivés avec une assez bonne précision.

En ce qui concerne la résistance à la fatigue, treize enrobés ont été étudiées conformément à la norme EN—12697—24. Les déformations admissibles à 10^6 cycles (ε_6) obtenues diminuent

Conclusion générale et perspectives

fortement lorsque la température de fabrication diminue de 160°C à 95°C (pour une teneur en bitume de 3.8 %). Cela a été attribué en partie aux fortes teneurs en vide et à la qualité du collage pour le mélange fabriqué à 95°C dans lequel les propagations des fissures pourraient être facilitées par la présence de plus de vide. La même étude a été menée sur des enrobés fabriqués à 160°C, 130°C et 110°C avec 4.8 % de bitume. Les résultats montrent une légère diminution de la valeur de ε_6 pour celui fabriqué à 110°C qui contient par ailleurs plus de vide que les deux autres. Aucune différence significative n'a été notée entre ceux fabriqués à 130°C et 160°C. Les résultats obtenus avec des enrobés additivés à 0.5 % ne montrent aucune différence compte tenu de la dispersion des résultats du ε_6 . Contrairement à l'essai de module complexe, et à l'essai de tenue à l'eau, le fort dosage à 5 % en additifs EM et AG1 n'affecte pas les valeurs de la déformation admissible ε_6 . Pour clore cette partie, nous avons étudié l'effet de l'additif AG2 sur des enrobés à 130°C et 110°C. Cette étude a montré que les matériaux fabriqués à 130°C avec ou sans l'additif AG2 et celui fabriqué à 110°C avec l'additif AG2 ont les mêmes valeurs de ε_6 . Seul l'enrobé fabriqué à 110°C sans additif présente un ε_6 plus faible malgré la dispersion de mesures. À cette température de fabrication, il vaut mieux additiver le bitume.

Dans cette étude sur les performances mécaniques nous avons remarqué que :

- la diminution de la température de fabrication diminue la résistance à la fatigue et légèrement le module,
- l'utilisation d'additifs modifie le module en fonction de leur dosage mais ne modifie pas les performances de fatigue.

La modification de ces performances, comme nous l'avons mentionné tout au long du document est en partie due à la teneur en vide des éprouvettes d'enrobés mais aussi aux propriétés du bitume lié à son état de vieillissement induit par la fabrication de l'enrobé et à l'utilisation d'additifs. Pour comprendre la contribution des bitumes dans les différences de performances des enrobés, nous avons extrait les bitumes des différents mélanges et nous avons étudié leurs propriétés rhéologiques et de consistance puis nous les avons comparé à celles du bitume d'origine. Douze bitumes ont été extraits des enrobés pour cette étude qui a fait l'objet du chapitre 8 du document.

Conclusion générale et perspectives

De cette étude sur les propriétés des bitumes, on en retient que les essais conventionnels (pénétrabilité et température de ramollissement) permettent de mettre en évidence l'effet de la température de fabrication de l'enrobé sur les propriétés du bitume extrait. Les enrobés fabriqués à plus hautes températures ont vu la consistance de leur bitume augmenter. Ce qui s'est traduit par des valeurs de pénétrabilité plus faibles et des températures de ramollissement plus élevées. L'étude de ces propriétés sur les bitumes additivés à 0.5 % a montré qu'à ce taux de dosage, l'additif EM diminue la consistance du bitume contrairement aux additifs AG1 et AG2 qui ne présentent aucun effet par rapport au bitume de référence extrait d'enrobé non additivé. Cependant, pour les fort taux de dosage (5 %) des additifs EM et AG1, nous avons constaté une baisse très importante de la consistance des bitumes extraits au point d'effacer tout effet de vieillissement par rapport au bitume d'origine.

Outre les propriétés conventionnelles, les propriétés rhéologiques (module complexe, viscosité) de ces bitumes extraits ont été étudiées. En ce qui concerne l'effet de la température de fabrication sur le module complexe des bitumes extraits, l'essai n'a pas permis de mettre clairement en évidence cet effet. Idem pour les bitumes additivés à 0.5 % extraits comparés au bitume de référence sans additif extrait. Par contre, le dosage à 5 % des additifs EM et AG1 a montré une baisse très importante de rigidité des bitumes extraits.

Les résultats de mesures de viscosité en température des bitumes extraits ont permis de montrer une augmentation de la viscosité des bitumes lorsque la température de fabrication de l'enrobé augmente. Ce qui confirme les effets de vieillissement.

L'étude menée avec les additifs a montré qu'à l'exception de l'additif AG2, les deux autres abaissent légèrement la viscosité des bitumes à 0.5 % et significativement à 5 %. Ce qui justifie aussi la baisse de la résistance de contact obtenu avec l'additif EM. Cependant avec l'additif AG1 nous n'avons pas constaté cette diminution de la résistance.

En résumé l'étude de la résistance thermique de contact a montré qu'une réduction de la température du bitume ou du granulat entraîne une baisse de la qualité de collage. Ceci a été confirmé par l'essai mécanique de durabilité qui caractérise la dégradation de l'interface bitume-granulat sous effet de l'eau. L'essai de module complexe est discriminant pour étudier l'effet de la température de fabrication mais beaucoup moins pour l'étude des effets des additifs à faible dosage. Les essais conventionnels de caractérisation des propriétés des bitumes

conviennent bien pour l'étude des vieillissement des bitumes extraits. À l'exception de l'additif AG2 les deux autres modifient la viscosité des bitumes. La modification des propriétés tensio-actives des bitumes par ces additifs a bien été constatée par les mesures de tension superficielle.

Perspectives

Au terme de cette étude, quelques perspectives s'ouvrent pour la poursuite de ce travail.

Poursuite des travaux sur la RTC et la mouillabilité

Au cours de l'étude de la résistance thermique de contact, la pression de consigne imposée à la sortie du manomètre était de 0.5 MPa et supposée constante. Cependant cette pression n'est pas nécessairement égale à la pression réelle appliquée sur l'échantillon de bitume. Pour une étude ultérieure, il est souhaitable d'équiper le dispositif d'un capteur de pression qui permettra de connaître la pression réellement appliquée sur les échantillons ainsi que son évolution au cours de l'essai.

De plus, le travail sur la qualité du collage a été menée sur un seul type de granulat. Il serait aussi intéressant d'évaluer l'influence de la nature minéralogique et de la texture de surface sur les résultats obtenus.

Nous avons aussi mené l'étude sur l'influence des additifs sur la RTC pour un granulat et un bitume chauffés respectivement à 150 °C et 160 °C. Pour ces températures élevées, les additifs ont probablement peu d'influence sur la RTC. Il serait intéressant d'étudier leurs effets pour une température de granulat plus faible. Cela permettrait peut-être de montrer que l'utilisation des additifs se justifie pour des températures tièdes (110 °C) de granulat. On pourra aussi compléter cette étude en testant une mise en contact entre un granulat avec du mastic bitumineux, ou adapter le dispositif pour étudier la RTC lors de la mise en contact d'un granulat avec de la mousse de bitume. Ceci parce que certains procédés de fabrication d'enrobé semi-tiède utilisent des techniques de moussage du bitume.

Concernant les études sur la mouillabilité, il est connu que les différentes théories existant dans la littérature conduisent à des résultats différents (énergie de surface, énergie d'adhé-

sion). Nous avons utilisé la méthode d'Owens-Wendt qui décompose les composantes de la tension superficielle en partie polaire et dispersive quelque soit le matériau. Des études complémentaires peuvent être menées afin de choisir la théorie la plus adaptée pour l'estimation des énergies d'adhésion et tension interfaciale bitume-granulat pour chaque type de granulat en fonction de ses propriétés (acide, basique, neutre,...). On peut aussi étendre l'étude sur la mouillabilité en substituant le bitume par du mastic afin d'étudier la mouillabilité du substrat de granulat par un mastic.

Concernant les additifs, nous avons évalué leurs effets sur les propriétés du bitume. Une étude chimique doit être menée afin de mieux comprendre l'origine de cette modification des propriétés (conductivité, chaleur spécifique, volume spécifique et tension superficielle) et les mécanismes d'action des additifs sur le bitume.

Il faudrait finaliser le calcul de la RTC à partir d'un modèle prenant en compte la tension superficielle du granulat et du bitume présenté dans le paragraphe 6.7.

Enfin, on pourrait étudier les propriétés de démouillage à l'interface bitume-granulat en présence d'eau. Cette étude pourrait reliée avec les essais usuels de sensibilité à l'eau des enrobés.

Perspectives des essais mécaniques

Pour l'étude du module complexe d'enrobés bitumineux, nous avons utilisé des éprouvettes de forme trapézoïdale. Ces éprouvettes ont été soumises à une sollicitation sinusoïdale en flexion 2-points. Ce type d'essai est non homogène. Cela signifie que les contraintes ne sont pas identiques en tout point de l'éprouvette. Il serait intéressant d'utiliser des essais homogènes afin de limiter d'éventuels effets d'inhomogénéité dans les éprouvettes pouvant influencer la dispersion des résultats d'essais. Pour réaliser des études comparatives entre différentes formules tièdes, il est nécessaire de repenser le mode ou la procédure de compactage afin d'obtenir des éprouvettes de très faibles dispersions sur les teneurs en vide.

Le modèle classique non homogène de caractérisation du comportement à la fatigue des enrobés bitumineux en laboratoire par l'essai de flexion 2-points sous une fréquence de 25 Hz conduit à des résultats (ϵ_6 , p , a ,...) dispersés. Dans ce modèle la durée de vie est exprimée en fonction d'une seule variable qui est le niveau de déformation supporté par le matériau. De très récentes études tendent à montrer que le modèle classique peut être enrichi en rajoutant à la loi linéaire de fatigue $\log N_f = a + \frac{1}{b} \log \epsilon$ en plus des paramètres caractérisant l'intensité du chargement (ϵ ou $\log \epsilon$), des paramètres caractérisant la durée du chargement, des paramètres caractérisant la forme du signal (sinusoïdale, triangle, carré) et des paramètres

Conclusion générale et perspectives

caractérisant le comportement du matériau (nombre de cycle, énergie stockée ou dissipée, cinétique d'endommagement). Une réflexion pourrait être menée en vue d'affiner la loi de fatigue classique prenant mieux en compte la dispersion des résultats de fatigue en flexion 2-points.

Enfin, en ce qui concerne les matériaux, en plus d'un travail fondamental sur les additifs, il serait judicieux d'étudier leurs effets sur l'évolution des propriétés des bitumes et des enrobés dans le temps.

Bibliographie

- A. G. M. L. A. Degiovanni, G. Sinicki. Un modèle de résistance de contact en régime permanent. *Revue Générale de Thermique*, 267 :161–175, 1984.
- C. M. A. Degiovanni. Résistance thermique de contact en régime permanent, influence de la géométrie du contact. *Revue Générale de Thermique*, 334 :557–564, 1989.
- O. Alifanov, E. Artyukhin, and S. Rumyantsev. Extreme methods of solving ill-posed problems and theirs applications to inverse heat transfer problems. In *Begell House*, New York, 1995.
- T. Aschenbrener, R. McGennis, and R. Terrel. Comparison of several moisture susceptibility test to pavements of known field performance. Technical Report Volume 64, Proceedings of The Association Of Asphalt Paving Technologists, Portland Oregon, March 27-29 1995.
- P. O. B. Snaith, S.D. Pobert. Thermal resistance in pressed contacts. *Apply Energy*, 22 : 31–84, 1986.
- H. Baaj. *Comportement à la fatigue des matériaux granulaires traités aux liants hydrocarbonés*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2002.
- M. Bahrami. *Modeling of thermal joint resistance for sphere-flat contacts in a vacuum*. Phd, University of Waterloo Canada, 2004.
- M. Bahrami, J. Culham, and M. Yovanovich. Review of thermal joint resistance models for non-conforming rough surfaces in a vacuum. In *ASME Summer Heat Transfer Conference*, pages 411–431, New York, 2003.
- M. Bahrami, J. Culham, M. Yovanovich, and G. Schneider. Thermal contact resistance of nonconforming rough surfaces Part 2 : Thermal model. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, Vol. 18 N° 2 :218–227, April-June 2004.

BIBLIOGRAPHIE

- A. Banerjee and A. D. J. Prozzi. The effect of long-term aging on the rheology of warm mix asphalt binders. *Fuel*, Vol. 97 :603–611, 2012.
- J. Bardon. *Contribution à l'étude du transfert de chaleur au contact de deux matériaux*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 1965.
- J.-P. Bardon. Introduction à l'étude des résistances thermiques de contact. *Revue Générale de Thermique*, 125 :429–447, 1972.
- J.-P. Bardon. Heat transfer at solid-solid interface : basic phenomenons, recents works. In *in Proceedings Eurotherms*, volume n°4, pages 40–74, 1988.
- J. Bari and M. Witczak. Development of a new revised version of the witczak e* predictive model for hot mix asphalt mixtures. *Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists*, Vol. 75 :381–423, 2006.
- J. Beck, B. Blackwell, R. S. Charles, and J. Clair. *Inverse Heat Conduction : Ill-posed problems*. Wiley Interscience, 1985.
- E. Beduneau, V. Gaudefroy, F. Olard, and C. De La Roche. Enrobés chauds et semi-tièdes EBT : évaluation performancielle d'une grave-bitume. *Revue Générale des Routes*, N° 874 :67–75, 2009.
- A. Bhasin, D. N. Little, K. L. Vasconcelos, and E. Masad. Use of surface free energy to identify moisture sensitivity of materials for asphalt mixes. In *Transportation Research Board*, January 2007.
- A. Bianchi, Y. Fautrelle, and J. Etay. *Transferts Thermiques*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes Première Edition, 2004.
- D. Bodin. *Modèle d'endommagement cyclique : Application à la fatigue des enrobés bitumineux*. Thèse de doctorat, ECN et Université de Nantes, 2002.
- B. Bourouga, V. Goizet, and J. Bardon. Les aspects théoriques régissant l'instrumentation d'un capteur thermique pariétal à faible inertie. *International Journal of Thermal Science*, 39 :96–109, 2000.
- B. Bourouga, V. Goizet, and J.-P. Bardon. Predictive model of dynamic thermal contact resistance adapted to the workpiece-die interface during hot forging process. *International Journal of heat and mass transfer*, 46 :565–576, 2003.

BIBLIOGRAPHIE

- A. S. Boutonnet. *Étude de la résistance thermique de contact à l'interface de solides déformables en frottement : Application aux procédés de forgeage*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1998.
- F. Bowden and D. Tabor. *Lubrication of solids*. Oxford at the Clarendon Press, 1950.
- D. Burmister. Theory of stresses displacements in layered systems and application to design of airport runways. *Proceedings, H.R.B.*, vol.23 :126–149, 1943.
- F. Canestrari, F. Cardone, A. Graziani, F. Santagata, and H. Bahia. Adhesive and cohesive properties of asphalt-aggregate systems subjected to moisture damage. *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, Volume 11 Special Issue :11–32, 2010.
- H. Carslaw and J. Jaeger. Conduction of heat in solids. *Oxford 2nd Clarendon Press*, pages 214–217, 1959.
- E. Casteneda. *Contribution de méthodes non destructives à l'évaluation de l'effet de l'eau sur les enrobés bitumineux*. Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2004.
- F. C. Cavalcanti. *Caractérisation thermique de produits de l'état liquide à l'état solide*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2006.
- T. Cetinkale and M. Fishenden. Thermal conductance of metal surfaces in contact. *Proceedings of General Disc on Heat Transfer. Institute of Mechanical Engineers, London*, pages 271–275, 1951.
- E. Chailleux, G. Ramond, C. Such, and C. De La Roche. A mathematical-based master-curve construction method applied to complex modulus of bituminous materials. *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, pages 75–92, 2006.
- P. Combette and I. Ernoult. *Physique des polymères : II. Propriétés*, volume I. Hermann, 2005.
- P. Combette and I. Ernoult. *Physique des polymères : I. Structure, fabrication, emploi*, volume II. Hermann, 2006.
- M. Cooper, B. Mikic, and M. Yovanovich. Thermal contact conductance. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 12(3) :279–300, 1969.
- A. Cornet and F. Hlawka. *Propriétés et comportement des matériaux : du microscopique au macroscopique*. ellipses, 2003.

BIBLIOGRAPHIE

- C. Curtis, K. Ensley, and J. Epps. Fundamental properties of asphalt aggregate interactions including adhesion and absorption. Strategic highway research program, National Research Council, Washington, 1993.
- L. F. C.V. Madhusudana. Contact heat transfer-the last decade. *AIAA. Journal*, 24 :510–523, 1986.
- P. De Gennes, F. Brochard-Wyart, and D. Quéré. *Gouttes, bulles, perles et ondes*. Editions Belin, 2002.
- C. De La Roche. *Contribution à l'étude du comportement thermomécanique des enrobés bitumineux : Détermination des caractéristiques thermophysiques, mise au point d'un essai triaxial de révolution à température variable*. Mémoire de recherche pour l'obtention du diplôme d'Études approfondies (dea), Ecole National des Travaux Publics de l'État, 1990.
- C. De La Roche. *Module de rigidité et comportement en fatigue des enrobés bitumineux : Expérimentation et nouvelles perspectives d'analyse*. Thèse de doctorat, Centrale Paris, 1996.
- D. Delaunay. Thermique de la mise en forme des composites thermoplastiques : leur caractérisation, et l'exemple de la thermique de l'injection. In *Colloque matériaux composites*, Airbus, 2010.
- J. Delorme, C. De La Roche, and L. Wendling. *Manuel LPC d'aide à la formulation des enrobés*. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 2007.
- J. DeVaal, M. Yovanovich, and K. Negus.
- H. Di Benedetto and J. Corté. *Matériaux routiers bitumineux 1 : constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges bitumineux*, volume 1. Hermès Lavoisier, 2005a.
- H. Di Benedetto and J. Corté. *Matériaux routiers bitumineux 2 : constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges bitumineux*, volume 2. Hermès Lavoisier, 2005b.
- H. Di Benedetto, F. Olard, C. Sauzeat, and B. Delaporte. Linear viscoelastic behavior of bituminous materials : from binders to mixes. *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, vol 5 Special Issue :163–202, 2004.

BIBLIOGRAPHIE

- T. H. Doan. *Contribution à l'étude du comportement à la fatigue des bétons bitumineux*. Thèse de doctorat, Université de Paris, 1970.
- M. Durand, A. Mouret, V. Molinier, T. Féron, and J. Aubry. Bitumen fluxing properties of a new class of sustainable solvents : The isosorbide di-alkyl ethers. *Fuel*, 89 :2729–2734, 2010.
- M. Duriez. *Traité de matériaux de construction*, volume Tome II. éditions Dunod, 1950.
- F. Farcas. *Étude d'une méthode de simulation du vieillissement des bitumes sur route*. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1998.
- J. D. Ferry. *Viscoelasticity properties of polymers*. John Wiley and Sons, Inc., 1er Edition, 1961.
- L. Fox. Computation of loaded stresses in a three layer elastic system. *Institution of civil Engineers*, 1951.
- L. Francken. Module complexe des mélanges bitumineux. *Bulletin de Liaison du Laboratoire des Ponts et Chaussées*, Spécial V :181–198, décembre 1977.
- I. Gelfand and S. Fomin. *Calculus of variations*. Prentice-Hall Inc. New York, 1963.
- J. Gonzalez-Leon, P. Caujolle, and G. Barreto. Warm mix asphalts with chemical additives : Properties and advantages. In *Enviroad*, 2009.
- L. Grampe, J. A. G. Leon, and G. Barreto. Enrobés tièdes par additivation chimique : Essais industriels et études en laboratoire. *Revue Générale des Routes*, N° 866 :44–50, Avril-Mai 2008.
- J. A. Greenwood and J. B. P. Williamsson. Contact of nominally flat surfaces. *Proc. Roy. Soc.*, A 295 :300–319, 1966.
- E. Guillot. *Étude expérimentale des transferts de chaleur à une interface pièce-outil de coupe*. Thèse de doctorat, Université de Nantes École polytechnique, 2009.
- A. Hamasaiid, G. Dour, T. Loulou, and M. Dargusch. A model for the evaluation of the thermal conductance at the casting-die interfaces in high pressure die casting. *International Journal of Heat of Thermal Sciences*, 49 :365–372, 2010.

BIBLIOGRAPHIE

- A. Hamasaiid, M. Dargusch, T. Loulou, and G. Dour. A predictive model for the thermal contact resistance at liquid-solid interfaces : Analytical developments and validation. *International Journal of Heat of Thermal Sciences*, 50 :1445–1459, 2011.
- H. Hardee and W. Green. Thermal conductivity in small air gaps at very low pressures. *Sc-Tm-68-309 Sandia Laboratory, Albuquerque, NM*, 1968.
- T. Hisakado and T. Tsukizoe. Effects of distribution of surface slopes and flow pressures of contact asperities on contact between solid surfaces. *Wear*, Vol. 30 :213–227, 1974.
- A. Hogg. Equilibrium of a thin plate, symmetrically loaded, resting on an elastic foundation of infinite depth. *Philosophical Magazine*, vol.25 :576–582, 1938.
- R. Holm. Electric contact-theory and application. *Springer-Verlag*, 4th Ed. :11–16, 1967.
- F. Homsy. *Endommagement des chaussées bitumineuses sous chargements multi-essieux*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de l'Université de Nantes, 2011.
- C. Huet. étude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbonés. *Annales des Ponts et Chaussées*, Numéro 65-6 :71–79, 1965.
- C. Huet. *Étude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux bitumineux*. Thèse de docteur-ingénieur, Université de Paris, 1963.
- G. Hurley and B. Prowell. Evaluation of sasobit for use in warm mix asphalt. National center for asphalt technology report 05-06, Auburn University, No. 277 Technology Parkway Auburn, Al 36830, June 2005a.
- G. Hurley and B. Prowell. Evaluation of aspha-min for use in warm mix asphalt. National center for asphalt technology report 05-06, Auburn University, June 2005b.
- G. Hurley and B. Prowell. Evaluation of evotherm for use in warm mix asphalt. National center for asphalt technology report 06-02, Auburn University, June 2006.
- I. Ishai and J. Craus. Effect the filler on the aggregate-bitumen adhesion properties in bituminous mixtures. Technical Report Volume 46, Proceedings Of The Association Of Asphalt Paving Technologists, San Antonio Texas, February 21,22 And 23 1977.
- Y. Jarny. Inverse problem and regularized solution. *Université d'été METTI 5*, June 2011.

BIBLIOGRAPHIE

- Y. Jarny, M. Ozisik, and J. Bardon. A general optimization method using adjoint equation for solving multidimensional inverse heat conduction. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 34-11 :2911–2919, 1991.
- Jeuffroy and Bachelez. Essai d'explication méthodique des expériences WASHO. *Revue Générale des Routes*, N° 308 :51, Septembre 1957.
- D. Johnson and R. Freeman. Rehabilitation techniques for stripped asphalt pavements. Technical Report FHWA/MT-002-003/8123, Western Transportation Institute, Bozeman, Montana, 2002.
- E. Kennard. Kinetic theory of gases. *McGraw-Hill*, pages 311–327, 1938.
- P. Khandal. Moisture susceptibility of HMA mixes : Identification of problem and recommended solutions. National center for asphalt technology report, Auburn University Alabama, Technology Parkway Auburn, 92-1, 1992.
- B. Kiggundu and F. Robberts. Stripping in hma mixtures : State-of-the art and critical review of test methods. Technical report, National Center For Asphalt Technology, 1988.
- D. Kwok, L. Cheung, C. Park, and A. Neumann. Study of the surface tension of polymer melts using axisymmetric drop shape analysis. *Polymer Engineering and Science.*, 38(5) : 757–764, 1998.
- LCPC-Setra. Conception et dimensionnement des structures de chaussée. Guide technique, 1994.
- LCPC-Setra. Catalogue des structures types de chaussées neuves. Guide technique, 1998.
- P. Le Bot. *Comportement thermique des semi-cristallins injectés : Application à la prédiction des retraits*. Thèse de doctorat, Université de Nantes, 1998.
- Y. Lefevre. *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*. Thèse de doctorat, ENPC Paris, 2001.
- D. Lesueur. The colloidal structure of bitumen : Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. *Advances in Colloid and Interface Science*, 145 : 42–82, 2009.

BIBLIOGRAPHIE

- F. Llewellyn-Jones. The physics of electrical contacts. *Oxford University Press*, pages 13–15, 1957.
- T. Loulou. *Étude expérimentale de l'évolution des conditions thermiques de contact lors de la solidification d'un métal tombant sur une paroi métallique refroidie*. Thèse de doctorat, Centrale Nantes, 1995.
- X. Lu and P. Redelius. Effet of bitumen wax on asphalt mixture performance. *Construction and building materials*, 21 :1961–1970, 2007.
- B. B. M. M. G. Cooper and M. M. Yovanovich. Thermal contact conductance. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, Vol. 12 :279–300, 1968.
- C. Madhusudana. *Thermal Contact Conductance*. Springer, 1995.
- J. Mandel. Sur les corps viscoélastiques à comportement linéaire. Technical Report 241, Compte rendu de l'accadémie des sciences, 1955.
- G. Mason. *Adhesion and cohesion in asphalt aggregate systems*. Phd thesis, Texas A and M University Austin, 1997.
- H. Massé. *Couplage thermomécanique lors de la solidification de matériaux polymères*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2000.
- H. Massé, E. Arquis, D. Delaunay, S. Quillet, and P. L. Bot. Heat transfer with mechanically driven thermal contact resistance at the polymer-mold interface in injection molding of polymers. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 47 :2015–2027, 2004.
- J.-F. Masson and G. Polomark. Bitumen microstructure by modulated differential scanning calorimetry. *Thermochimica acta*, N° 374 :105–114, February 2001.
- M. Mazé, F. Delfosse, S. F. Dumont, E. Crews, and C. Giorgi. Développement en Europe du procédé Tempera / Evotherm dat. *Revue Générale des Routes*, N° 874 :50–55, Mars 2009.
- E. Mezger. Loi de variation de la tension superficielle avec la température. *Journal de Physique Radium*, 7(10) :303–309, 1946.
- B. Mikic and W. Rohsenow. Thermal contact resistance. Mech. Eng. Depart Report No. DSR 74542-41, MIT, Cambridge, MA, 1966.

BIBLIOGRAPHIE

- L. Mingyuan, X. Mingjin, M. Yu, and A. Alfred. Interfacial film properties of asphaltenes and resins. *Fuel*, 81 :1847–1853, 2002.
- W. Mogawer, A. Austerman, and H. Bahia. Evaluating the effect of warm-mix asphalt technologies on moisture characteristics of asphalt binders and mixtures. *Transportation Research Record*, N° : 2209-07 :52–60, 2011.
- R. Moraes, R. Velasquez, and H. Bahia. Measuring the effect of moisture on asphalt-aggregate bond with the bitumen bond strength test. *Transportation Research Record*, N° : 2209-09 :70–81, 2011.
- J. Moreira and N. Demarquette. Influence of temperature, molecular weight, and molecular weight dispersity on the surface tension of PS, PP and PE.I. Experimental. *Journal of Applied Polymer Science*, 82(8) :1907–1920, 2001.
- V. Mouillet. *Spectroscopies des liants routiers : nouvelles approches macroscopique et microscopique*. Thèse de doctorat, Université de droit, d'économie et des sciences d'Aix Marseille III, 1998.
- F. Moutier. étude statistique de l'effet de la composition des enrobés bitumineux sur leur comportement en fatigue et leur module complexe. *Bulletin de Liaison du Laboratoire des Ponts et Chaussées*, Numéro 172 :71–79, mars-avril 1991.
- J. D. Muller. *Étude des changements de phase de polymère dans le procédé de rotomoulage : coalescence et cristallisation couplées à la thermique du procédé*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2008.
- P. Nayak. Random process model of rough surfaces. *Journal of Lubrication Technology*, pages 398–407, 1971.
- K. J. Negus, M. M. Yovanovich, and J. C. Thompson. Constriction resistance of circular contacts on coated surfaces : Effect of boundary conditions. *J. Thermophysics*, Vol. 2 N° 2 :67–75, Novembre 1988.
- K. Nishino and K. Torii. Thermal contact conductance of wavy metal surfaces under arbitrary ambient pressure. In *Proc 11th International Heat Transfer Conference Paper N° 15C-118*, Institution of Chemical Engineers, Rugby, UK, 1994.

BIBLIOGRAPHIE

- F. Olard. *Comportement thermo-mécanique des enrobés bitumineux à basses températures : Relation entre les propriétés du liant et celles de l'enrobé*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2003.
- F. Olard and H. Di Benedetto. General 2S2P1D model and relation between the linear viscoelastic behaviors of bituminous binders and mixes. *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, vol 5 Special Issue :185–224, 2003.
- C. Pan. *Analysis of bituminous mixtures stripping-rutting potential*. Phd thesis, Purdue University West Lafayette, 1992.
- H. Papazian. *The response of linear viscoelastic material in the frequency domain*. Doctoral dissertation, Ohio State University, 1961.
- N. Pieri. *Étude du vieillissement simulé et in situ des bitumes routiers par IRTF et fluorescence UV en excitation-emission synchrones*. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille III, 1994.
- K. Pister and C. Monosmith. Analysis of viscoelastic flexible pavements. *H.R.B. Bul.*, Numéro 269 :1–15, 1960.
- H. Plancher, S. Dorrence, and J. Petersen. Identification of chemical types in asphalts strongly adsorbed at the asphalt-aggregate interface and their relative displacement by water. Technical Report Volume 46, Proceedings of the association of asphalt paving technologists, San Antonio Texas, February 21-23 1977.
- P. Pötschke, J. Pionteck, and H. Stutz. Surface tension, interfacial tension, and morphology in blends of thermoplastic polyurethanes and polyolefins. Part I. surface tension of melts of TPU model substances and polyolefins. *Polymer*, 43(25) :6965–6972, 2002.
- G. Ramond. L'adhésivité aspects statique et dynamique. Technical Report Numéro spécial V, Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées, Paris, Décembre 1977.
- M. Raynaud. Problème inverse de conduction de la chaleur. *Techniques de l'Ingénieur*, BE 8 265 :1–17, 1998.
- M. Raynaud and J. Bransier. A new finite-difference method for the nonlinear inverse heat conduction problem. *Numerical Heat conduction*, part. B N° 9 :27–42, 1986.

BIBLIOGRAPHIE

- M. Rides, J. Morikawa, L. Halldahl, B. Hay, H. Lobo, A. Dawson, and C. Allen. Intercomparison of thermal conductivity and thermal diffusivity methods for plastics. *Polymer Testing*, 28 :480–489, March 2009.
- F. Robbe Valloire. Statistical analysis of asperities on a rough surface. *WEAR*, 249 :401–408, February 2001.
- A. Romier., M. Audeon, J. David, Y. Martineau, and F. Olard. Low-energy asphalt (LEA) with the performance of hot-mix asphalt. In *communication in Transportation Research Record Annual Meeting*, 2006.
- P. E. Rouse. A theory of linear viscoelastic properties of dilute solutions of coiling polymers. *J. of Chem. Phys*, Vol. 21 numero 7 :1272–1280, Juillet 1965.
- J. Salgon, F. Robbe Valloire, J. Blouet, and J. Bransier. A mechanical and geometrical approach to thermal contact resistance. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 40 :1121–1129, April 1996.
- J. Salgon, O. Quemener, M. Belghali, and J. Bransier. Résistance thermique de contact statique. évaluation expérimentale des performances d’un modèle à deux résistances issu d’une description probabiliste des déformations de l’interface. *Revue Générale de Thermique*, 37 :284–294, Janvier 1998.
- K. Sanokawa. Heat transfer between metallic surfaces. *Bull JSME*, 11 :253–293, 1968.
- L. Santucci. Moisture sensitivity of asphalt pavements. Technical report, Pavement Research Center UC Berkeley, Institute of Transportation Studies, 2003.
- G. Sayegh. *Contribution à l’étude des propriétés viscoélastiques des bitumes purs et des bétons bitumineux*. Thèse de doctorat, Université de Paris, 1965.
- R. Schmidt and P. Graf. The effect of water on the resilient modulus of asphalt treated mixes. Technical Report Volume 41, Proceedings Of The Association Of Asphalt Paving Technologists, Cleveland Ohio, February 14,15 And 16 2003.
- J. Scott, J. Schellenkens, W. Vonk, and P. Wilson. étude des mécanismes d’adhésion et de désenrobage des bitumes routiers. Technical Report Numéro spécial V, Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées, Paris, Décembre 1977.
- Shell. *The Shell bitumen industrial handbook*, volume Fifth Edition. Shell bitumen, 1995.

BIBLIOGRAPHIE

- Shell. *Shell bitumen handbook*, volume Fifth Edition. Cambridge University Press, 2003.
- H. Silva, J. Oliveira, and E. Peralta. Evaluation of the rheological behaviour of warm mix asphalt (wma) modified binders. In *7th International RILEM symposium ATCBM09 on Advanced Testing and Characterization of bituminous materials*, pages 661–673, 27-29 May, Rhodes, Greece 2009.
- S. C. Somé, V. Gaudefroy, and D. Delaunay. Méthode thermique d'évaluation de la qualité du collage bitume sur granulat par mesure de la résistance thermique de contact dans les conditions de fabrication d'enrobé bitumineux. In *Congrès Français de Mécanique*, Besançon, 2011.
- S. C. Somé, V. Gaudefroy, and D. Delaunay. Estimation of bonding quality between bitumen and aggregate under asphalt mixture manufacturing condition by thermal contact resistance measurement. *International Journal of heat and mass transfer*, 55 issues 23-24 : 6854–6863, November 2012a.
- S. C. Somé, V. Gaudefroy, and D. Delaunay. Use of inverse method for bonding quality assessment between bitumen and aggregates under asphalt mixes manufacturing conditions. In *ASME-ESDA Conference*, Nantes, 2012b.
- S. C. Somé, V. Gaudefroy, and D. Delaunay. Warm mix asphalt : mechanical performance assessment and bonding quality measurement by thermal contact resistance. In *Eurasphalt-Eurobitume*, Istanbul, 2012c.
- C. Such. *Caractéristiques des liants bitumineux et performances des enrobés : Recherche de corrélations*. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées CR 48, ISSN 1160-9761, 2007.
- R. Terrel and S. Ai-Swailmi. Water sensitivity of asphalt aggregate mixes : test selection. Technical report, National Research Council, Strategic Highway Research Program, Washington, 1990.
- L. Thomas and S. Loyalka. Determination of thermal accommodation coefficients of inert gases on a surface of vitreous UO_2 at 35°C. *Nuclear Technology*, 59 :63–69, 1982.
- D. Tunnicliff and R. Root. Antistripping additives in asphalt concrete state-of-the-art 1981. Technical Report Volume 51, Proceedings Of The Association Of Asphalt Paving Technologists, Kansas city Missouri, February 1982.

BIBLIOGRAPHIE

- A. Ullman, R. Acharya, and D. Olander. Thermal accommodation coefficients of inert gases on stainless steel and UO_2 . *Journal of Nuclear Materials*, 51 :277–279, 1974.
- K. Vasconcelos, A. Bhasin, and D. Little. Influence of reduced production temperatures on the adhesive properties of aggregates and laboratory performance of fine aggregate-asphalt mixtures. *International Journal of Road materials and Pavements Design*, Volume 11 :47–64, 2010.
- R. Vickerman and R. Harris. The thermal conductivity and temp jump distance of gas mixtures. *American Nuclear Society*, Winter Meeting, 1975.
- J. D. Visscher, F. Vervaecke, A. Vanelstraete, H. Soenen, T. Tanghe, and P. Redelius. Asphalt production at reduced temperature using zeolites and the impact on asphalt performance. *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, N° 1 vol 11 :65–81, January-March 2010.
- N. Wasiuddin, N. Saltibus, and L. Mohammad. Novel moisture-conditioning method for adhesive failure of hot- and warm-mix asphalt binders. *Transportation Research Record*, N° : 2208-14 :108–117, 2011.
- H. Westergaard. Stresses in concrete pavements computed by theoretical analysis. *Public roads*, vol.7 number 2 :25–35, 1926.
- S. Yang, J. Lee, S. Hwang, S. Kwon, and C. Beak. Development of warm-mix asphalt additive and evaluation of its performance. In *Transportation Research Board*, January 2011.
- J. Zaniewski. Investigation of moisture sensitivity of hot mix asphalt concrete. Asphalt technology program, Department of Civil and Environmental Engineering, Morgantown, West Virginia 26506, May 2002.
- S. Zhao, B. Huang, X. Shu, X. Jia, and M. Woods. Laboratory performance evaluation of warm mix asphalt containing high percentages of RAP. In *Transportation Research Board*, January 2012.

BIBLIOGRAPHIE

Annexe A : Composantes de l'énergie de surface d'un matériau

Nous ne considérerons que les composantes de l'énergie de surface selon ma méthode d'Owens-Wendt. C'est-à-dire que la l'énergie est vue comme la somme de sa composante dispersive et de sa composante polaire (équation 1).

$$\gamma_s = \gamma_s^D + \gamma_s^P \quad (1)$$

Composantes dispersives : Description des forces intermoléculaires

Le postulat de l'existence d'une force d'interaction au sein d'une paire d'atomes fut d'abord soumis par Van der Waals pour expliquer la différence du comportement d'un gaz réel par rapport à la loi des gaz parfaits (équation 2)

$$P\bar{V} = RT \quad (2)$$

Avec P : la pression

$\bar{V}$: le volume molaire

T : la température absolue du gaz, K

R : la constante des gaz parfaits

Van der Waals a montré que cette loi des gaz parfaits ne s'applique pas aux gaz réels ou aux liquides à cause des forces interatomiques ou intermoléculaires. Ces forces moléculaires non-covalentes et non-électrostatiques sont appelées forces de Van der Waals. Ces forces sont toujours présentes et ont différentes origines : les interactions dipôle permanent-dipôle permanent décrites par Keesom, les interactions dipôle permanent-dipôle induit décrites par Debye et les interactions dipôle induit-dipôle induit décrites par London.

Annexe A : Composantes de l'énergie de surface d'un matériau

Forces de Keesom : Keesom a suggéré que deux molécules avec des moments dipolaires permanents s'orientent de telle façon à s'attirer entre elles. L'énergie d'interaction qui en résulte est la suivante :

$$U_{\text{keesom}} = \frac{\mu^1 \mu^2}{3 (4\pi\epsilon_0)^2 k T d^6} \quad (3)$$

Avec	$U(\text{J})$	l'énergie potentielle
	μ^1 et μ^2 (C.m)	moments dipolaires
	ϵ_0 ($8.85 \times 10^{-12} \text{ C}^2.\text{J}^{-1}.\text{m}^{-1}$)	permittivité du vide
	k ($1.381 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$)	constante de Boltzman
	T (K)	Température absolue
	d (m)	distance entre les molécules

Forces de Debye : Selon Debye, la polarité des molécules est la cause des forces intermoléculaires. Il a montré qu'une molécule possédant un moment dipolaire permanent pouvait polariser une molécule neutre présent à son voisinage. L'interaction entre le champ électrique de ces deux différents dipôles donne naissance à une force d'interaction. L'énergie d'interaction peut être calculée de la façon suivante :

$$U_{\text{Debye}} = \frac{\alpha \mu^2}{(4\pi\epsilon_0)^2 d^6} \quad (4)$$

Avec α ($\text{C}^2.\text{J}^2.\text{m}^{-1}$) la polarité

Forces de Debye : L'existence d'une attraction entre une paire de molécules neutres a été proposée par London en 1930. London a ainsi montré que l'énergie d'interaction dispersive entre deux atomes ou molécules est obtenue en utilisant l'équation suivante :

$$U_{\text{London}} = \frac{3\alpha \mu^2 \nu}{(4\pi\epsilon_0)^2 d^6} \quad (5)$$

où h ($6.626 \times 10^{-24} \text{ J.s}$) la constante de Planck

ν la fréquence d'oscillation électronique

Ces trois énergies d'interaction s'exercent à courte portée ($\approx d^{-6} \text{ m}$).

Ces différentes forces d'interaction interviennent dans le calcul des énergies d'adhésion.

Composantes polaires : Description des forces intermoléculaires

Les composantes polaires de l'énergie de surface sont dues aux liaisons hydrogènes et aux interactions Acide-Base décrit par Lewis.

Les liaisons hydrogènes sont dues à des échanges d'électrons ($O^{-\delta} - H^{+\delta} - O^{-\delta} = ; = N^{-\delta} - H^{+\delta} - N^{-\delta} = ;$ par exemple). Ce sont des liaisons de type électrostatique (interaction dipôle-dipôle) mais avec une énergie d'interaction environ 10 fois supérieure à celle de Van der Waals.

Les interactions acide-Base sont dues aux échanges d'atomes d'hydrogène. L'énergie de la liaison $A - H$ est d'autant plus élevée que la molécule est non polaire.

Annexe B : Généralités sur les modèles rhéologiques

Le comportement des matériaux viscoélastiques linéaires peut être décrit par de nombreuses relations. Parmi celles-ci, il est possible de distinguer les relations exprimant le lien entre la contrainte σ et la déformation ε dans le domaine temporel :

$$\varepsilon(t) = \int_0^t J(t - \xi) \dot{\sigma}(\xi) d\xi \quad (6)$$

$$\sigma(t) = \int_0^t R(t - \xi) \dot{\varepsilon}(\xi) d\xi \quad (7)$$

et dans le domaine fréquentiel :

$$\varepsilon^*(\omega) = F^*(\omega) \cdot \sigma^*(\omega) \quad (8)$$

$$\sigma^*(\omega) = E^*(\omega) \cdot \varepsilon^*(\omega) \quad (9)$$

où :

- $J(t - \xi)$ et $E^*(\omega)$ sont les fonctions de retard et de module complexe dans le domaine temporel et fréquentiel ;
- $R(t - \xi)$ et $F^*(\omega)$ sont les fonctions de relaxation et de complaisance complexe dans les mêmes domaines.

Le comportement de nombreux matériaux viscoélastiques linéaires peut être décrit à l'aide de modèles analogiques dont les fonctions de fluage et de relaxation sont connues.

Modèles mécaniques analogiques simples

Ces modèles sont fondés sur 3 éléments simples : le ressort, l'amortisseur linéaire et l'amortisseur parabolique.

Ressort



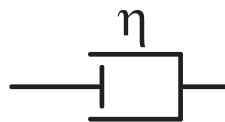
$$\sigma(t) = E\varepsilon(t)$$

<i>Dans le domaine fréquentiel</i>	$E^*(\omega) = E$
	$F^*(\omega) = \frac{1}{E}$

<i>Dans le domaine temporel</i>	$R(t) = E.H(t)$
	$J(t) = \frac{H(t)}{E}$

où $H(t)$ est la fonction unité de Heavyside.

Amortisseur linéaire



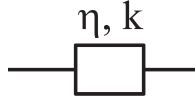
$$\sigma(t) = \eta \dot{\varepsilon}(t)$$

<i>Dans le domaine fréquentiel</i>	$E^*(\omega) = i\omega\eta$
	$F^*(\omega) = \frac{1}{i\omega\eta}$

<i>Dans le domaine temporel</i>	$R(t) = \eta.\delta$
	$J(t) = \frac{t}{\eta}$

où δ est une impulsion de Dirac au sens des distributions.

Amortisseur parabolique



<i>Dans le domaine fréquentiel</i>	$E^*(\omega) = (i\omega\eta)^k$
	$F^*(\omega) = \frac{1}{(i\omega\eta)^k}$

<i>Dans le domaine temporel</i>	$R(t) = \frac{\left(\frac{t}{\eta}\right)^{-k}}{\Gamma(1-k)}$
	$J(t) = \frac{\left(\frac{t}{\eta}\right)^k}{\Gamma(k+1)}$

où Γ est une fonction d'Euler de deuxième espèce.

Modèles mécaniques analogiques composés

Principe de combinaison des éléments

Il est possible de décrire des comportements plus complexes par des associations en série ou en parallèle à partir de ces 3 éléments simples.

Les fonctions de fluage et de relaxation dans le domaine fréquentiel sont reliées par les règles suivantes :

$$E^* = \frac{1}{F^*} \quad (10)$$

Dans le cas d'un montage série des éléments :

$$F^* = \Sigma F_i^* \quad (11)$$

Et dans le cas d'un montage en parallèle :

$$E^* = \Sigma E_i^* \quad (12)$$

Nous présentons ici les associations les plus courantes de ces éléments.

Modèle de Maxwell

Le *modèle de Maxwell* est l'association en série d'un ressort avec un amortisseur linéaire. Il permet de mieux décrire le comportement des fluides.



$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} + \frac{\sigma(t)}{\eta}$$

Temps de relaxation

$$\tau = \frac{\eta}{E}$$

Dans le domaine fréquentiel

$$E^*(\omega) = E \frac{i\omega\tau}{1+i\omega\tau}$$

$$F^*(\omega) = \frac{1}{E} \left(1 - \frac{1}{1+i\omega\tau} \right)$$

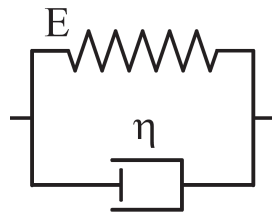
Dans le domaine temporel

$$R(t) = E e^{-\frac{t}{\tau}}$$

$$J(t) = \frac{1}{E} + \frac{t}{\eta}$$

Modèle de Kelvin-Voigt

L'association en parallèle d'un ressort avec un amortisseur linéaire est appelée *modèle de Kelvin-Voigt* et permet de traduire le comportement des solides.



$$\sigma(t) = E\varepsilon(t) + \eta\dot{\varepsilon}(t)$$

Temps de relaxation

$$\tau = \frac{\eta}{E}$$

Dans le domaine fréquentiel

$$E^*(\omega) = E + i\omega\eta$$

$$F^*(\omega) = \frac{1}{E + i\omega\eta}$$

Dans le domaine temporel

$$R(t) = E + \eta\delta$$

$$J(t) = \frac{1}{E} \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right)$$

où δ est une impulsion de Dirac au sens des distributions.

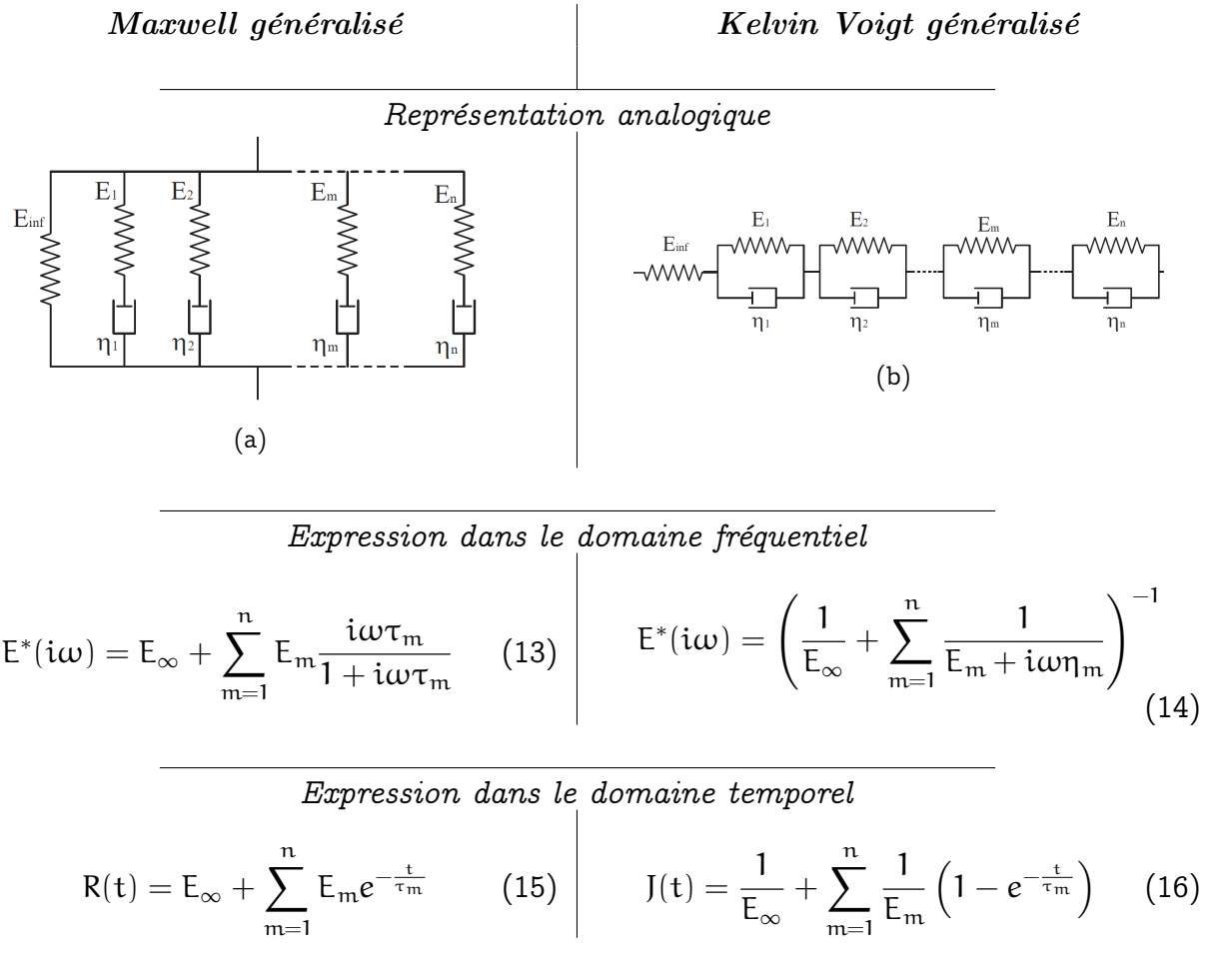


Figure 13 – Caractéristiques des modèles analogiques généralisés $\left(\tau_m = \frac{\eta_m}{E_m}\right)$

Annexe C : Correction de la compacité sur le module et sur la fatigue

À partir d'analyse statistique sur des résultats pluriannuels de module complexe et de résistance à la fatigue, (Moutier, 1991) a proposé une relation empirique permettant de prédire l'évolution de ces paramètres en fonction de la teneur en bitume et de la compacité. La première régression (équation 17a) obtenue pour le module complexe à 15°C et 10Hz et la deuxième régression (équation 17b) donne le module du module complexe pour 10°C et une fréquence de 25Hz :

$$E^*(15C, 10Hz)(MPa) = \left(-3.36 + 1.79TL - 0.184TL^2 + \left(\Delta C(-0.078 + \frac{0.63}{TL}) \right) \right) 10^4 \quad (17a)$$

$$E^*(10C, 25Hz)(MPa) = \left(-4.49 + 2.33TL - 0.228TL^2 + \left(\Delta C(-0.059 + \frac{0.6}{TL}) \right) \right) 10^4 \quad (17b)$$

L'intervalle de confiance pour $\alpha = 95 \%$ conduit à un écart type de 1000 MPa.

Pour l'estimation de la déformation admissible pour l'obtention d'une durée de vie moyenne de 10^6 cycles (ε_6) la relation suivante a été proposée pour une température de 10 °C et une fréquence de 25 Hz.

$$\varepsilon_6 = (-125 + 72TL - 4.85TL^2 + 3.3\Delta C) \cdot 10^{-6} \quad (18)$$

L'intervalle de confiance pour $\alpha = 95 \%$ correspond à un écart type de $8 \cdot 10^{-6}$.

- TL est la teneur en bitume pondérale pour des granulats de masse volumique 2.85. Une correction doit être faite si la masse volumique des granulats est différente de 2.85.

- ΔC est l'écart de compacité mesurant la différence entre la compacité obtenue ou espérée par le matériau sur chantier (C) et celle obtenue avec un compacteur de plaques pour le compactage "moyen" (C_m) ou avec la presse à cisaillement giratoire pour 80 girations (C_{80}) :

Annexe C : Correction de la compacité sur le module et sur la fatigue

$$\Delta C = C - C_m, \Delta C = C - C_{80}$$

À partir de l'équation 17a on peut déduire une relation permettant de ramener à une même compacité différents résultats issus d'éprouvettes de compacités différentes. Cette relation est donnée par l'équation 19 valide pour des modules déterminés à 15°C et 10Hz.

$$\Delta E^*(\text{MPa}) = \Delta C \times \left(-0.078 + \frac{0.63}{\Pi} \right) \times 10^4 \quad (19)$$

Un raisonnement analogue permet de déterminer la valeur du ε_6 pour une même compacité à partir de résultats issus d'éprouvettes de compacités différentes. La relation de correction de la compacité obtenue à partir de l'équation 18 est :

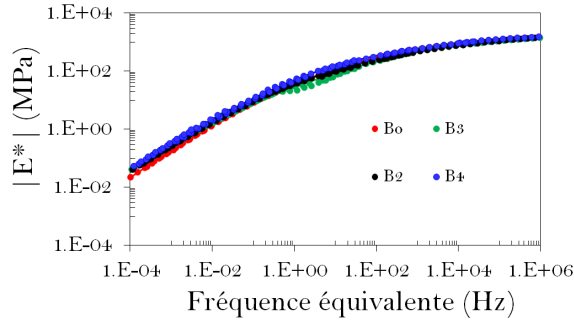
$$\Delta \varepsilon_6 = 3.3 \Delta C \quad (20)$$

Les relations 19 et 18 ont été utilisées pour ramener les résultats de module complexe et de résistance à la fatigue à une même compacité de 5 % (tableau 7.7 et tableau 7.11).

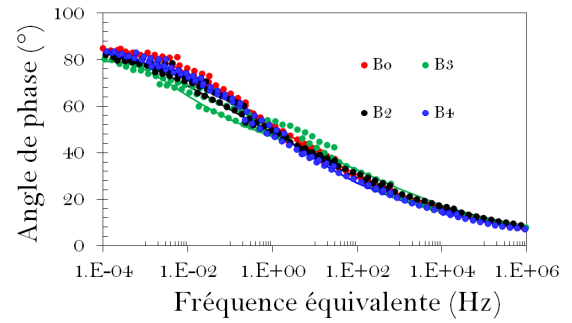
Annexe D : Modules complexes et angles de phase des bitumes extraits

Dans cette partie nous reprenons les résultats de module complexe des liant bitumineux auxquels nous associons les angles de phase correspondant. Le modèle 2S2P1D a été utilisé pour modéliser le comportement des bitumes.

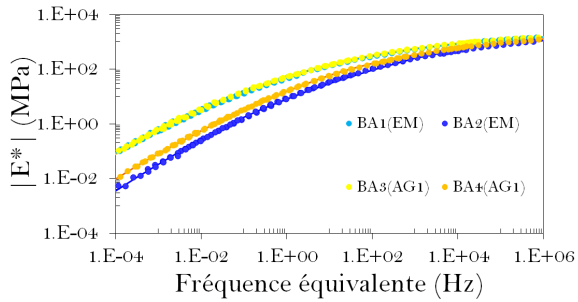
Annexe D : Modules complexes et angles de phase des bitumes extraits



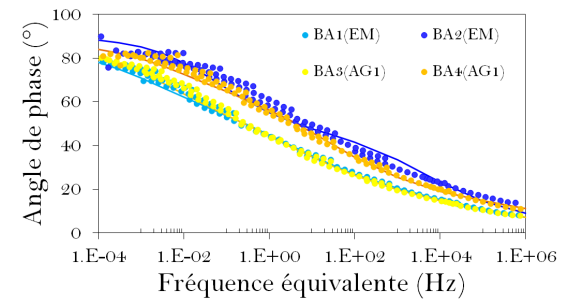
(a) Effet de la température de fabrication sur le module complexe



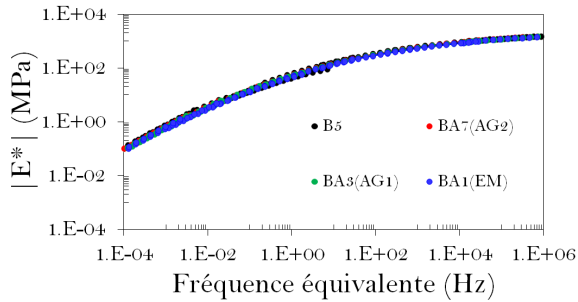
(b) Effet de la température de fabrication sur l'angle de phase



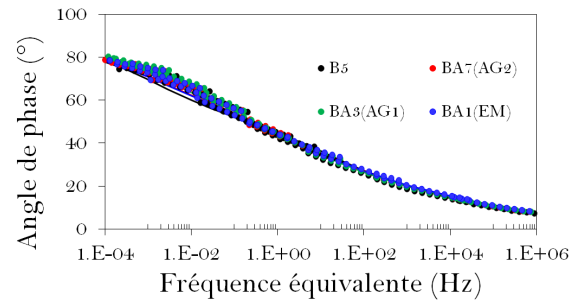
(c) Effet du dosage des additifs sur le module complexe



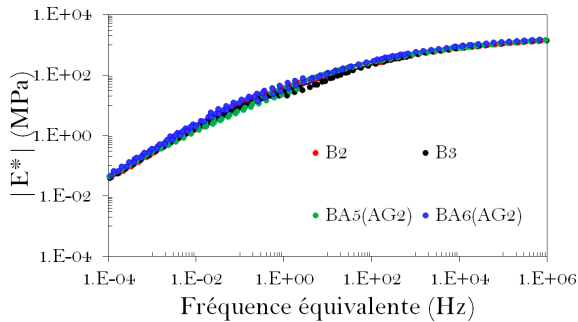
(d) Effet du dosage des additifs sur l'angle de phase



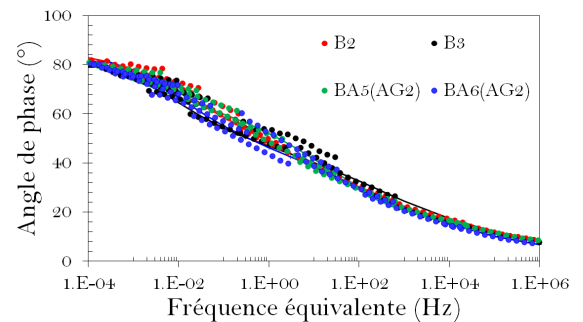
(e) Effet des additifs sur le module complexe



(f) Effet des additifs sur l'angle de phase



(g) Effet de l'additif AG2 sur le module complexe



(h) Effet de l'additif AG2 sur l'angle de phase

Figure 14 – Effet de la température et des additifs sur le module complexe et sur l'angle de phase

Annexe E : Récapitulatif des procédés

Le tableau 4 résume pour quelques techniques de fabrication les températures des constituants lors de leur injection dans le mélange au cours du malaxage et l'ordre dans lequel ceux-ci sont injectés. Quelques références bibliographiques permettant d'obtenir plus de détails sur ces procédés ont été associées aux procédés.

Enrobés	Dénominations	Dosage en additif	Séquençage
Enrobé à chaud	Enrobé à chaud		$G_{160}+S_{160}+B_{170}$
Enrobés tièdes	Cecabase RT	0.3 % à 0.5 %	$G_{130}+S_{130}+B_{170}+A_{ceca}$
	Sasobit	2.5 %	$G_{130}+S_{130}+B_{170}+A_{sasobit}$
	Leadcap	1.5 %	$G_{130}+S_{130}+B_{160}+A_{Leadcap}$
	Aspha-min	0.3 % à 0.6 %	$G_{150}+S_{150}+A_{zeolithe}+B_{170}$
	Evotherm DAT		$G_{130}+S_{130}+(A_{170}+B_{170})_{mousse}$
	WAM FOAM, 3E-DM		$G_{125}+S_{125}+(B_{170})_{mou}+(B_{175})_{mousse}$
	3E-DB		$G_{125}+S_{125}+(B_{170})_{mou}+(B_{175})_{dur}$
Enrobés semi-tièdes	LEA 1	0.5 %	$G_{140}+B_{170}+A_{Oleoflux}+Sh_{15}$
	LEA 2	0.5 %	$G_{140}+Sh_{15}+W_{15}+B_{170}+A_{Oleoflux}$
	LEA 3	0.5 %	$(G+Sh)_{100}+W_{15}+B_{170}+A_{Oleoflux}$
	LT Asphalt		$(G+Sh)_{90}+B_{170}+W_{15}$

Tableau 4 – Températures des constituants et séquençage de différents enrobés

Annexe F : Spectres infrarouges du bitume et des additifs

L'utilisation de l'IRTF en mode réflexion est devenue une pratique courante pour quantifier les espèces chimiques présente dans le bitume. Cette technique consiste à étaler une certaine quantité de bitume en film mince (quelques micromètres) sur une lame de KBr. Un spectre entre 4000 et 400 cm^{-1} est enregistré avec 64 accumulation afin d'augmenter le rapport signal sur bruit. Le bruit de fond de la lame propre de KBr (background) ainsi que la vapeur d'eau qui absorbe entre 3500- 3200 cm^{-1} et 1700-1500 cm^{-1} et le dioxyde de carbone absorbant à 2200 cm^{-1} , sont soustrait du spectre de l'échantillon.

Le spectre de bitume comportent plusieurs bandes d'absorption caractéristiques (figure 15).

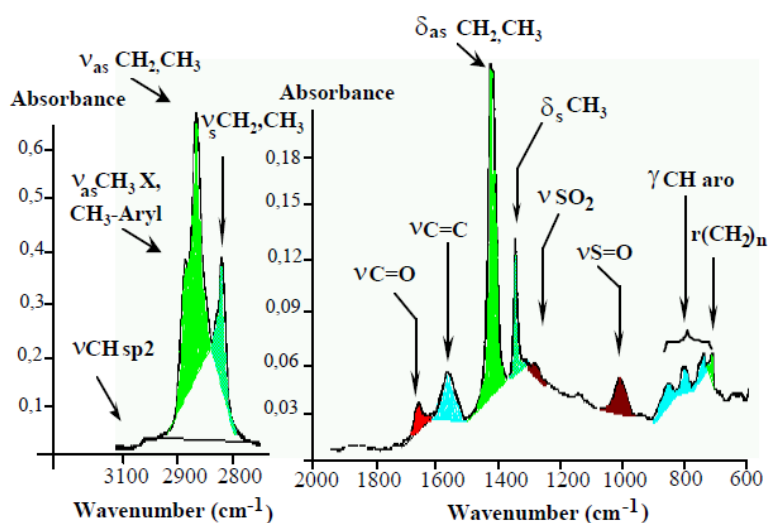


Figure 15 – Spectre IRTF d'un bitume entre 4000 et 400 cm^{-1} d'après (Pieri, 1994)

La position, le nombre et l'intensité des bandes renseignent sur la nature et la concentration des groupements fonctionnels (OH, C=O, etc...) et structuraux (CH₂, CH₃, C = C, etc...) présents au sein de l'échantillon analysé.

Annexe F : Spectres infrarouges du bitume et des additifs

Le vieillissement du bitume au cours de la fabrication des enrobés bitumineux se traduit généralement par une oxydation du bitume (création de liaisons $C = O$ et $S = O$). La création de nouvelles liaisons $C = O$ et $S = O$ entraîne une augmentation des aires $\nu C = O$ et $\nu S = O$ représentées sur la figure 15. La mesure de cette augmentation d'aires permet de caractériser le vieillissement du bitume. Des méthodes ont été développées dans la littérature pour estimer le vieillissement du bitume (Pieri, 1994), (Mouillet, 1998). Cependant, ces méthodes ne sont pas très adaptées à l'étude du vieillissement des bitumes additivés.

La figure 16 présente les spectres IRTF de quelques bitumes additivés extraits des enrobés étudiés.

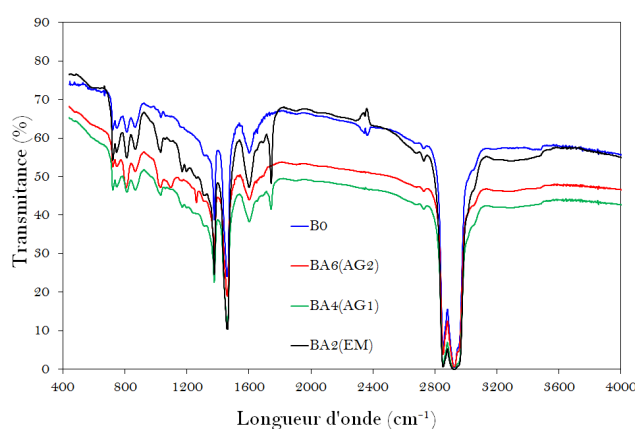


Figure 16 – Spectre IRTF de quelques bitumes extraits

La figure 17 présente les spectres IRTF du bitume d'origine et ceux des additifs utilisés pour doper le bitume.

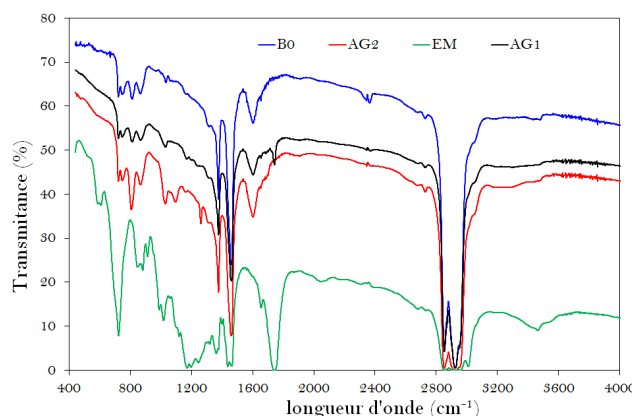


Figure 17 – Spectre IRTF du bitume d'origine et des additifs purs

Annexe G : Plan du dispositif de mesure de la RTC

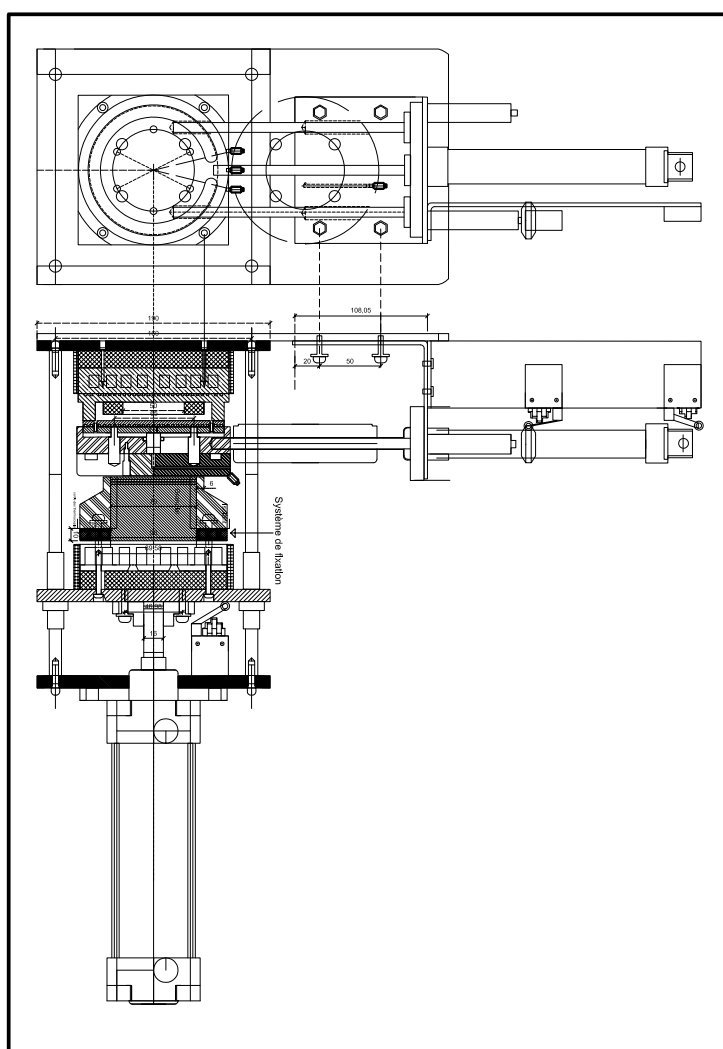


Figure 18 – Plan du dipositif lagardère

Resumé

La compréhension du comportement thermomécanique des matériaux bitumineux et la durabilité de l'interface bitume-granulat sont des facteurs clés pour prédire l'endommagement des chaussées. Dans ce cadre, cette thèse s'attache à évaluer la qualité du collage entre le bitume et le granulat par une méthode thermique originale dans les conditions de fabrication d'enrobés bitumineux tièdes. Elle vise ensuite à étudier l'influence de la qualité de collage sur leurs performances mécaniques. Dans le chapitre 1, les différentes techniques de caractérisation mécanique des performances mécaniques et de l'interface bitume-granulat y sont présentées. Il s'agit essentiellement d'essais permettant d'évaluer le désenrobage bitume-granulat sous l'action de l'eau. Les chapitres 2 et 3 fournissent une description des mécanismes de transferts thermiques qui s'opèrent lors de la mise contact de deux milieux de températures différentes. Les bases théoriques sont présentées pour permettre de formuler et de résoudre le problème de conduction inverse résultant de la mise en contact du bitume et du granulat en vue d'estimer la résistance thermique de contact (RTC). La description du protocole expérimental pour déterminer la RTC ainsi que l'étude des propriétés thermophysiques et de mouillabilité des matériaux font l'objet des chapitres 4 et 5. La RTC est utilisée comme indicateur de la qualité du collage bitume-granulat et les résultats obtenus sont présentés et interprétés dans le chapitre 6. Les chapitres 7 et 8 présentent des résultats complémentaires de performances mécaniques des enrobés et des liants bitumineux, étudiés dans les Chapitres précédents et utilisés pour la formulation d'enrobés ou le dimensionnement de chaussées.

Mots clés : Résistance thermique de contact, méthodes inverses, propriétés thermophysiques, mouillabilité, adhésion, performances mécaniques, rhéologie, bitume.

Abstract

The thermomechanical behavior of bituminous materials and the durability of the asphalt-aggregate interface are key factors to predict pavement damage. This thesis attempts to assess the bonding quality between the bitumen and the aggregate by a original thermal method in the warm asphalt mix manufacturing conditions. It also aims to study the influence of the bonding quality on their mechanical performance. In chapter 1, various techniques of mechanical performances and bitumen-aggregate interface characterization are presented. These are essentially test for assessing the bitumen-aggregate stripping under water action. Chapters 2 and 3 provide a description of heat transfer mechanisms that occur when two bodies with different temperatures are put into contact. The theoretical background which allows to formulate and to solve the inverse heat conduction problem (IHCP) to assess the thermal contact resistance (TCR) resulting from the contact between the bitumen and the aggregate are presented. The description of the experimental procedure to determine the TCR and the study of thermophysical properties and wettability of materials are given in chapters 4 and 5. The TCR is used as bitumen and aggregate bonding quality indicator and the results are presented and interpreted in chapter 6. Chapters 7 and 8 show additional mechanical performance results of asphalt mixes and bituminous binders, studied in the previous Chapters and used for the asphalt mixture formulation or for pavement design.