



N°d'ordre NNT : 2020LYSET013

THÈSE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON
opérée au sein du
**Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (UMR
5513)**
à
l'École Nationale des Travaux Publics de l'Etat

École Doctorale 162
Mécanique, Énergétique, Génie civil et Acoustique

Spécialité / discipline de doctorat :
Génie civil

Soutenue publiquement le 23/10/2020, par :
Gabriel OROZCO

**Relation entre les performances
thermomécaniques des liants et des
enrobés bitumineux avec prise en
compte de l'adhésion liant-granulat**

Devant le jury composé de :

Mme. MADEO Angela, Pr., INSA Lyon
M. MASAD Eyad, Pr., Texas A&M University at Qatar
M. CARTER Alan, Pr., ETS Montréal
M. POUGET Simon, Dr., Eiffage Route
M. DI BENEDETTO Hervé, Pr., ENTPE
M. SAUZEAT Cédric, HDR, ENTPE

Présidente
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Directeur de thèse
Directeur de thèse

Introduction

L'enrobé bitumineux est le matériau le plus utilisé pour la construction des couches de surface et de base des structures de chaussées dans les pays industrialisés. Ce matériau composite lié (un mélange de bitume et de granulat) a pour but d'assurer la répartition des efforts aux couches de chaussées inférieures. De nos jours, la caractérisation des performances de ces enrobés bitumineux *in vitro* est un outil essentiel pour pouvoir assurer un bon comportement *in situ* et une conception optimisée des routes. Le développement et la normalisation des essais thermomécaniques sur les matériaux bitumineux à partir d'une approche plus fondamentale (i.e. reposant moins sur des essais purement empiriques) sont toujours en progrès depuis ces soixante dernières années. Nombre de développements actuels tentent d'établir comment les performances thermomécaniques des enrobés (ouvrabilité, rigidité, résistance à la fatigue, résistance à l'orniérage...) émergent des éléments suivants : propriétés du bitume, propriétés des granulats, paramètres volumétriques du mélange (e.g. courbe granulométrique) et propriétés de l'interface liant-granulat. L'approche rationnelle nécessite de faire varier un ou plusieurs paramètres de manière isolée en fixant les autres. Cet exercice peut s'avérer difficile et nécessite d'innover méthodologiquement, particulièrement en ce qui concerne l'étude du rôle primordial de l'interface liant-granulat; en effet, la résistance aux efforts et la durabilité des chaussées est en premier lieu déterminée par le fort pouvoir liant du bitume qui maintient la cohésion du squelette granulaire dans le temps. Mais comment tester cette interface liant-granulat ? Comment modifier l'adhésion bitume-granulat dans l'enrobé sans changer la nature des constituants ? Au final, l'identification des mécanismes et paramètres clés sous-jacents qui déterminent les performances des enrobés est l'un des principaux sujets de recherche dans le domaine des matériaux routiers, puisqu'elle permettrait d'établir des outils prédictifs utiles à la conception des routes, optimisant les coûts et l'utilisation de ressources.

Cette thèse s'inscrit principalement dans ce vaste sujet de recherche. La problématique est d'identifier les facteurs responsables de trois performances thermomécaniques clés des enrobés : le comportement viscoélastique linéaire (VEL), la résistance à la fatigue, et dans une moindre mesure la sensibilité à l'eau. Deux objectifs sont à distinguer :

1. Premier Objectif : Comprendre l'influence des propriétés du liant et de la nature des granulats sur les enrobés. Dans cette optique, l'étude de la relation entre les performances thermomécaniques des enrobés et de celles de leurs bitumes, à l'aide d'essais rhéologiques classiques et avancés, tient une place centrale dans ce travail de thèse.
2. Second Objectif : Développer des techniques de caractérisation de l'interface liant-granulat pour ensuite évaluer son rôle dans les performances thermomécaniques des enrobés bitumineux.

Le manuscrit comporte huit chapitres. Suivant le chapitre d'introduction, le Chapitre 2 propose un état de l'art sur les matériaux bitumineux dans la construction routière, ainsi que la caractérisation de leur comportement thermomécanique et de l'adhésion liant-granulat. Le Chapitre 3 répertorie l'ensemble du matériel expérimental et des matériaux utilisés dans cette thèse. Quatre campagnes expérimentales distinctes sont développées dans les Chapitres 4 à 7. Bien que souvent reliées entre elles, chaque campagne possède ses propres objectifs, plans d'expérience et conclusions. La Campagne I étudie l'influence du bitume et des granulats sur les performances thermomécaniques (VEL, fatigue et sensibilité à l'eau) de l'enrobé bitumineux. La Campagne II compare les comportements VEL et lors de boucles de fatigue avec périodes de repos du bitume et d'un mastic bitumineux à base de billes de verre. Un nouvel essai rhéologique de caractérisation d'interface sur film mince de bitume est conçu, développé, et testé pour la première fois dans la Campagne III. La Campagne IV se concentre

sur l'adhésion bitume-granat en évaluant l'influence de la fonctionnalisation de surface (à l'aide de silanes) des granulats sur les performances des mastics et des enrobés bitumineux. Globalement, les Campagnes I et II sont construites pour répondre au premier objectif de la thèse, tandis que les Campagnes III et IV sont dédiées au second objectif. Enfin, le chapitre 8 rappelle les conclusions majeures des quatre campagnes et propose plusieurs perspectives de recherche.

Campagne I

La Campagne I étudie l'influence séparée du bitume et des granulats sur les performances thermomécaniques de l'enrobé bitumineux sur la base des normes européennes : Le module de rigidité à 15°C/10Hz (NF EN 12697-26), la résistance à la fatigue (NF EN 12697-24) et la sensibilité à l'eau par l'*Indirect Tensile Stress Ratio*, ITSr (NF EN 12697-12).

Un premier plan d'expérience factoriel complet est élaboré pour trois paramètres liés au bitume (à nature de granulat et courbe granulométrique fixe) : l'origine du bitume (2 bitumes 50/70 différents, notés B et S), la modification aux polymères (pur ou 3%SBS), la teneur en liant (4,8% ou 5,8%). Les résultats montrent que seules l'origine du bitume et la teneur en liant influencent la rigidité de l'enrobé, sans effet croisé. La résistance en fatigue, évaluée avec le paramètre ε_6 , est d'abord influencée fortement par la nature du bitume (+/-30 μ def), puis la modification aux polymères (+20 μ def de pur à modifié), et dans une moindre mesure par la teneur en liant (+11 μ def de 4,8% à 5,8%). La sensibilité à l'eau varie avec l'origine du bitume et diminue avec la modification aux polymères, malgré de forts effets croisés.

Un second plan d'expérience fait varier la nature des granulats, pour seulement deux bitumes donnés, à teneur en liant et courbe granulométrique fixe. Cinq sources pétrographiques différentes sont employées : microgranite, granite, basalte, calcaire, béton concassé. La nature des granulats joue fortement sur la rigidité de l'enrobé, parfois plus que les paramètres liés au bitume. Cependant, les résultats en fatigue ne sont pas trop impactés par le type de granulat, malgré d'importants effets croisés avec le type de bitume choisi. La sensibilité à l'eau est sensiblement modifiée par le choix de la source pétrographique, avec également d'importants effets croisés.

Les performances en fatigue des quatre bitumes issus de l'étude paramétrique sont établies au *Dynamic Shear Rheometer* (DSR). La chute initiale de module pendant la phase 1 de la fatigue est analysée, et apparaît proportionnelle à l'énergie dissipée par écoulement visqueux. Trois critères de rupture sont sélectionnés, menant à des résultats très similaires. Ces derniers concluent à des durées de vie nettement différentes d'un bitume à l'autre ; en particulier, la modification aux polymères augmente γ_6 de 89% et 63%, respectivement pour les bitumes B et S. Une augmentation de rigidité pendant la phase 2 de fatigue à basse amplitude est observée systématiquement, probablement due à un effet stérique suite à un refroidissement rapide du matériau 30 minutes avant l'essai. L'effet de ce phénomène sur le module complexe du bitume correspond à une augmentation relative de 9 à 13%, encore observable après 18h de repos à température constante.

La comparaison des performances en fatigue des enrobés et de leurs bitumes respectifs fait apparaître une loi puissance $\frac{1}{2}$ entre γ_6 et ε_6 , avec des effets croisés importants selon la nature des granulats. L'amélioration conjointe de la résistance en fatigue pour le bitume et l'enrobé grâce à la modification aux polymères, ce qui contredit des résultats exploratoires précédents issus de la littérature. Les coefficients b des droites de Wöhler des bitumes vont de -0,3 à -0,35, tandis que ceux des enrobés sont plus proches de -0,2.

Campagne II

La Campagne II étudie les comportements dans le domaine VEL et lors de boucles de fatigue avec des périodes de repos (*Load and Rest Periods*, LRP) des liants bitumineux. Quatre bitumes de la Campagne I (bitumes B et S, purs ou modifiés aux polymères) et un mastic modèle composé en volume de 60% de bitume B pur et 40% de billes de verre ($D = 40$ à $70\mu\text{m}$) sont testés. La caractérisation VEL des liants est effectuée à l'aide d'essais de module de cisaillement complexe (G^*) sur *Dynamic Shear Rheometer* (DSR) et *Annular Shear Rheometer* (ASR). Les essais LRP sont menés uniquement sur ASR. Les boucles de fatigue sont faites à $10^\circ\text{C}/10\text{Hz}$ à amplitude de déformation constante. La récupération du module du liant est suivie pendant des périodes de repos particulièrement longues (jusqu'à 5 jours), et la température à l'intérieur de l'éprouvette est mesurée en permanence à l'aide de quatre thermocouples.

Concernant les résultats de la caractérisation VEL des bitumes, l'unification des résultats d'essais obtenus sur ASR et DSR permet de corriger la sous-estimation systématique du module asymptotique G_0 que donne le DSR seul. Le principe d'équivalence temps-température (PSTT) est validé pour tous les bitumes, et les coefficients de translation sont modélisés à l'aide de l'équation William-Landel-Ferry (WLF). La modification aux polymères ne joue pas sur les paramètres WLF. De plus, le modèle *2 Springs, 2 Parabolic Elements, 1 Dashpot* (2S2P1D) développé à l'ENTPE est choisi pour simuler le comportement VEL des bitumes. Le modèle est globalement très fidèle, mais manque de précision pour les bitumes modifiés à basse fréquence équivalente. Par ailleurs, ces bitumes modifiés présentent un module asymptotique G_{00} non nul quand la fréquence équivalente tend vers 0, contrairement aux bitumes purs qui ont tendance à devenir purement visqueux. Le mastic composé de 40% de billes de verre présente les mêmes coefficients de translation et paramètres WLF que le bitume constituant. Le mastic et son bitume partagent quatre des sept constantes du modèle 2S2P1D (k, h, δ, β). Les modules asymptotiques G_{00}, G_0 , et la constante liée à la température τ_0 diffèrent. Le mastic hérite donc en partie des propriétés VEL de son bitume.

Deux essais LRP sont effectués pour chaque liant, à haute (*high amplitude*, HA) et basse amplitude (*low amplitude*, LA) de fatigue. La chute de moitié du module initial observé durant la première boucle de fatigue « L1 » est systématiquement récupérée après 5 jours de repos. Un saut de nonlinéarité est observé entre le module initial, mesure à très petite amplitude dans le domaine VEL et le module équivalent complexe aux premiers cycles de fatigue. Une augmentation de température du liant due à l'auto-échauffement par dissipation visqueuse est observé, allant jusqu'à $+3,5^\circ\text{C}$ (HA). Un essai de balayage d'amplitude de distorsion (*Strain Amplitude Sweep*, SAS), préliminaire à chaque essai LRP, quantifie les effets de la nonlinéarité sur le module équivalent. Ces effets représentent une baisse d'au plus 5% de norme de module et une augmentation d'au plus 2° d'angle de phase pour les bitumes, et semblent plus importants pour les mastics. L'influence de l'amplitude de déformation sur la norme et l'angle de phase du module équivalent est bien modélisée en première approximation par des fonctions paraboliques. Grâce à ces fonctions, un modèle de module équivalent corrigé des effets de nonlinéarité est proposé pour l'analyse des essais LRP. De la même manière, grâce au modèle 2S2P1D et à la mesure de la température à l'intérieure de l'éprouvette, un modèle de module corrigé des effets d'auto-échauffement est élaboré. Le module corrigé des effets de température et de nonlinéarité permet d'identifier quatre phases pour une boucle de fatigue puis repos :

1. Diminution de $|G^*|$ et augmentation de φ , rapidement au début des boucles de fatigue (environ 1000 cycles). Phénomène apparent à de la déstructuration thixotropique.
2. Lente diminution de $|G^*|$ à angle de phase constant durant toute la période de fatigue (entre 10^5 et 10^6 cycles). Phénomène associé à de l'endommagement par microfissuration.

3. Récupération de $|G^*|$ et diminution de φ , rapidement au début des périodes de repos (1 à 20min). Phénomène apparent à de la restructuration thixotropique.
4. Lente récupération de $|G^*|$ à angle de phase constant (5 jours). Phénomène associé à l'auto-réparation (*healing*).

Les effets de la thixotropie et des autres phénomènes réversibles (auto-échauffement et nonlinéarité) sur le module augmentent avec l'amplitude de sollicitation. L'analyse des chutes de module corrigé en fonction du nombre de cycles cumulés montre que l'endommagement est souvent linéaire. De plus, après la première boucle de fatigue et de repos, l'intégrité du matériau, ici prise comme sa résistance à l'endommagement, n'est jamais complètement récupérée, même si le module initial l'est. De ce fait, le taux d'endommagement semble dépendre de l'histoire de sollicitation du matériau (incluant les périodes de repos) et non de la mesure de son module à un moment donné.

Campagne III

La Campagne III présente le développement d'un nouvel essai d'interface sur film mince de bitume piégé entre deux cylindres de pierre, de sa conception jusqu'aux premiers résultats expérimentaux. Un système de deux paires d'extensomètres, dont les longueurs de jauges sont courtes et longues, permet la mesure des déformations axiales moyennes dans la pierre et le film.

La fabrication des éprouvettes est détaillée. L'épaisseur du film mince est comprise entre 100 et 300 μm , pour un diamètre maximal de 8cm. L'homogénéité de l'épaisseur du film est garantie par un polissage fin des cylindres et par des clinquants de précision servant d'écarteurs.

Une solution analytique des déformations et contraintes dans les deux phases (roche et bitume) est proposée, dans un cas homogène qui néglige les effets de bord à la périphérie du film. Les déformations axiales du film sont dues à deux facteurs : la traction/compression œdométrique du bitume et la déformation radiale imposée par la pierre.

Pour vérifier la validité de la solution analytique, une simulation aux éléments finis de l'essai sur film mince est réalisée sur le logiciel Comsol[®]. L'hypothèse d'homogénéité des contraintes et déformations est vérifiée pour un jeu de paramètres matériau réaliste pour le bitume et la pierre. Le système de paires d'extensomètres à la périphérie des cylindres de roche est également simulé, permettant de calculer le module apparent du film. A partir de ce modèle, une étude paramétrique de l'influence du rapport épaisseur/diamètre (e/D), du module d'Young et du coefficient de Poisson du film de bitume sur le module apparent est menée pour comparer ce dernier au module théorique prédit par la solution analytique. Pour un ratio e/D inférieur à 1/250, la prédiction est très fidèle pour un grand choix de module et de coefficient de Poisson.

La caractérisation VEL du film mince est réalisée à l'aide d'un essai de module complexe, cantonné à de haute température (de 30 à 50°C) à cause de limites en contrainte de traction et de la fragilité de la pierre. Le principe de superposition temps-température est valide pour le module axial apparent du film mince, bien que les coefficients de translation semblent différents de ceux obtenus en cisaillement (Campagne II). Les déformations apparentes dans la pierre étant négligeables par rapport à celles du film, le bitume peut être considéré comme en conditions œdométriques, et le module apparent équivaut au module œdométrique $E^*_{\text{œdo}}$ du bitume. Plusieurs ordres de grandeur séparent $|E^*_{\text{œdo}}|$ et $|G^*|$, indiquant l'incompressibilité du bitume, en particulier aux basses fréquences équivalentes. Le coefficient de Poisson est en effet compris entre 0,498 et 0,49998. La géométrie de l'essai sur film mince permet d'évaluer le comportement du bitume en milieu confiné, sans un montage triaxial conventionnel possédant une pression de confinement latérale. Cependant, certains problèmes

expérimentaux restent inexpliqués. De plus, la plage des conditions expérimentales doit être étendue (température, amplitude de sollicitation...), en particulier à basse température à l'aide de casque métallique remplaçant les cylindres de roche pour la caractérisation VEL du film mince de bitume. La répétabilité doit aussi être étudiée.

Campagne IV

La Campagne IV se concentre sur l'adhésion bitume-granulat en évaluant l'influence de la fonctionnalisation de surface des granulats sur les performances des mastics et des enrobés bitumineux.

Une procédure de silanisation de surface (i.e. fonctionnalisation à l'aide de silanes) pour les agrégats routiers et les substrats de verre est développée à l'aide d'une solution hydro-alcoolique. Deux silanes sont utilisés : une dope d'adhésion lipophile à longue chaîne carbonée et une sape d'adhésion à courte chaîne fluorée.

L'analyse de surface des substrats traités aux silanes est réalisée grâce à la spectroscopie photoélectronique par rayons X (*X-ray Photoelectron spectroscopy, XPS*). L'analyse XPS révèle la présence des molécules de silane en surface et valide le fonctionnement de la procédure de silanisation. Les propriétés physicochimiques sont évaluées par la méthode d'angle de contact. Les résultats démontrent l'effet de la silanisation ; D'un point de vue qualitatif, les deux silanes améliorent l'hydrophobicité et le sape d'adhésion diminue l'affinité bitume-granulat. Cependant, l'approche quantitative envisagée par la théorie des énergies de surface ne permet pas de prédictions fiables, par manque de résultats expérimentaux.

L'influence du traitement aux silanes des granulats sur le comportement thermomécanique des mastics avec des billes de verre est étudiée. Le comportement VEL est évalué par l'essai de cisaillement annulaire à l'ASR. Les mastics traités et témoin suivent le PSTT et partagent les mêmes coefficients de translation. Le modèle 2S2P1D fonctionne bien pour tous les mastics. Ces derniers partagent plusieurs constantes du modèle (au moins h , k et β) héritées du bitume constituant. Globalement, le traitement aux silanes ne semble pas modifier le comportement VEL des mastics. En parallèle, des essais de boucles de fatigue avec temps de repos (LRP) sont réalisés. L'essai LRP se révèle trop complexe pour déceler l'influence de la modification de surface des billes de verres sur la fatigue des mastics.

L'influence du traitement aux silanes des granulats sur le comportement thermomécanique de l'enrobé bitumineux est étudiée. Le comportement VEL est évalué par l'essai de module complexe sur éprouvette cylindrique en traction-compression (TC). Les différents enrobés respectent le PSTT et partagent les mêmes coefficients de translation. Le modèle 2S2P1D fonctionne bien pour tous les enrobés. Ces derniers partagent plusieurs quatre constantes du modèle (h , k , δ et β). La modification de surface n'influence pas le comportement VEL, excepté concernant un léger décalage de la constante τ_0 .

La résistance à la fatigue des enrobés modifiés et témoins est mesurée à l'aune de deux essais de fatigue : en flexion 2 points à 10°C/25Hz (*2-Point Bending, 2PB*) issu de la norme européenne et en traction-compression d'éprouvette cylindrique à 10°C/10Hz (TC). De plus, à l'instar de la Campagne I, le module de rigidité à 15°C/10Hz (2PB) et l'ITSR des mêmes enrobés sont comparés pour évaluer le rôle de l'adhésion bitume-granulat sur des performances clés. La procédure de silanisation sans silane (i.e. en utilisant la solution hydro-alcoolique mère) améliore la résistance à la fatigue (+10 $\mu\text{m}/\text{m}$ sur ε_6). L'ajout de dope d'adhésion améliore encore les performances (+20 $\mu\text{m}/\text{m}$), tandis que la sape d'adhésion limite le gain (seulement +5 $\mu\text{m}/\text{m}$), toujours par rapport à l'enrobé témoin non traité. En

ce qui concerne la rigidité, la procédure de silanisation avec ou sans silane diminue légèrement le module. Enfin, les résultats d'essais de sensibilité à l'eau montrent que la présence de silanes hydrophobes à l'interface bitume-granulat provoque une hausse de l'ITSR et que la solution hydro-alcoolique seule ne modifie rien.

Cette Campagne IV prouve la possibilité de modifier l'interface bitume-granulat sans modifier les matériaux constituant l'enrobé ni les paramètres de mélange. L'adhésion bitume-granulat joue un rôle significatif sur les résistances à la fatigue et à l'eau, tout en n'ayant que peu d'impact sur la rigidité.

Perspectives

Plusieurs perspectives se présentent suite aux quatre campagnes :

- La relation entre les courbes de Wöhler des enrobés et de leurs bitumes constituants doit être plus étudiée, puisque γ_6 du bitume apparaît comme un paramètre prédictif fort de ϵ_6 de l'enrobé.
- Le comportement des liants bitumineux lors de boucles de fatigue avec temps de repos a montré que la résistance à la fatigue (représenté par le taux d'endommagement par cycle à amplitude fixe) dépendait de l'histoire complète de chargement et de repos plutôt que la mesure ponctuelle de la rigidité, ce qui suggère que les microfissures ne cicatrisent pas complètement. L'observation de ces fissures à l'aide de techniques rhéo-optiques constituerait un grand bond pour la compréhension du processus d'endommagement pendant la fatigue. La géométrie du film mince pourrait être avantageuse dans cette optique.
- Une autre approche pour détecter un changement de microstructure d'un liant pendant des sollicitations et des phases de repos pourrait être le suivi d'autres propriétés physiques que le module de rigidité, par exemple la constante diélectrique. L'ASR ou/et la géométrie du film mince pourrait être employée pour tester cette approche.
- L'essai sur film mince devrait être exploité pour réaliser des caractérisations VEO oedométriques sur de plus grandes plages d'expérience, à l'aide de casque métalliques plus résistants que les cylindres de roches. En combinant ces résultats avec des essais de cisaillement, il serait possible de déterminer le coefficient de Poisson de liants avec grande précision.
- La silanisation des agrégats routiers pourrait être grandement optimisée, et pourrait dévoiler encore plus l'importance de l'adhésion bitume-granulat sur les performances thermomécaniques des enrobés. La différence entre la procédure de silanisation actuelle et une version simplifiée, applicable industriellement, qui consiste à simplement mélanger les dopes dans le bitume chaud, doit aussi être étudiée.
- Les substrats traités aux silanes devraient être employés dans les essais d'arrachement.