



HAL
open science

Contribution à la compréhension du mûrissement des mélanges granulaires à l'émulsion de bitume

Amélie Thiriet

► **To cite this version:**

Amélie Thiriet. Contribution à la compréhension du mûrissement des mélanges granulaires à l'émulsion de bitume. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. École centrale de Nantes, 2021. Français. NNT : 2021ECDN0040 . tel-03648196

HAL Id: tel-03648196

<https://theses.hal.science/tel-03648196v1>

Submitted on 21 Apr 2022

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.

THESE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES

ÉCOLE DOCTORALE N° 602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : Génie des Matériaux

Par

Amélie THIRIET

Contribution à la compréhension du mûrissement des mélanges granulaires à l'émulsion de bitume

Thèse présentée et soutenue à Bouguenais, le 25 novembre 2021

Unité de recherche : Département Matériaux et Structures (MAST), Université Gustave Eiffel, Campus de Nantes

Rapporteurs avant soutenance :

Virginie MOUILLET
Guillaume OVARLEZ

Directrice de recherche, CEREMA, Aix en Provence
Directeur de recherche CNRS, Université de Bordeaux, Pessac

Composition du Jury :

Président :

Frédéric GRONDIN

Professeur des universités, Ecole Centrale de Nantes

Examineurs :

Brice DELAPORTE

Ingénieur de recherche, Routes de France, Paris

Christophe PETIT

Professeur des universités, Université de Limoges, Egletons

Dir. de thèse :

Vincent GAUDEFROY

Directeur de recherche, Université Gustave Eiffel, Bouguenais

Co-dir. de thèse :

Emmanuel CHAILLEUX

Directeur de recherche, Université Gustave Eiffel; Bouguenais

Invité

Jean-Michel PIAU

Ingénieur de recherche, Université Gustave Eiffel, Bouguenais

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Vincent Gaudefroy et Emmanuel Chailleux, mon équipe encadrante, pour leurs conseils éclairés, les discussions enrichissantes que nous avons pu avoir (même quand nous n'étions pas d'accord !), et leur suivi tout au long de la thèse.

Jean-Michel Piau, pour tout le temps qu'il m'a consacré, ses précieux conseils, toutes les choses qu'il m'a apprises et son soutien sans faille durant ces 3 ans.

Ensuite, on dit souvent que le sujet sur lequel on travaille ne fait pas tout dans l'appréciation qu'on en a, et que l'ambiance y joue pour beaucoup. Alors merci aux équipes de LAMES et MIT pour leur soutien indéfectible. Et en particulier, merci à Jean-Luc pour les journées qu'on a passées à faire des essais œdométriques, à Armelle pour son soutien, merci à Nadège, Stéphane, Jérôme, Emile, pour les discussions au café ou dans les labos et tous les moments de rires, à Cédric, Olivier et Jean-Philippe pour leur aide tout au long de la thèse.

Merci aux collègues hors Duriez dont j'ai pu croiser la route. Merci à Anthony, pour les discussions qu'on ne voit pas passer. Merci à Erwann, pour le temps qu'il a passé à lyophiliser mes échantillons et pour nos discussions à Bouguer. Merci à Thierry, Stéphane, Gilles et Yvan du manège, une équipe en or et avec qui j'ai hâte de continuer l'aventure.

Merci à Léa, qui a travaillé sur la mouillabilité. Tu as été une super stagiaire et tout le travail que tu as fourni nous a beaucoup appris.

Merci aux doctorants et post-doctorants que j'ai pu côtoyer durant ces 3 ans, Rodrigo, Ibishola (Bibiche !), Octavio, Justine, Domenico, (I)Brahim, Fanny, Mildrède, Paulina, Mario, et tous les autres que je n'ai pas cités. Merci à Marion pour son aide sur les essais œdométriques et les moments qu'on a partagés à distance. Merci à Talita, ma coloc' de bureau, pour les cours de cuisine (pao de queijo forever), les paniers de légumes, les discussions autour d'un thé, les moments où on avait toutes les deux besoin d'évacuer. La thèse a été plus sympa à tes côtés.

Je tiens aussi à remercier les personnes qui n'étaient pas dans ma vie chaque jour, mais qui ont néanmoins permis à la rendre plus jolie. Merci à Catherine et Laurent pour votre présence (à distance ou non !). Catherine, nos balades dans Nantes et nos soirées au resto étaient à chaque fois une petite bulle de chaleur et de confort et j'aurai adoré qu'on puisse continuer. Laurent, sans ton soutien et ta motivation pendant le stage de fin d'études, et même avant, je n'en serai pas là aujourd'hui. Merci à Anne-Saucisse pour réussir à me faire rire et pour sa bienveillance malgré la distance, à Thomas pour les moments passés ensemble (pays de Bitche indépendant !), à Jeanne pour les romans qu'on s'écrit, à Fifine, que je vois moins maintenant que je suis à Nantes, mais avec qui j'ai toujours ce lien si particulier.

Merci à Nathalie, Zélia et Claude, qui m'ont soutenue à la minute où ils ont su dans quoi je m'embarquais.

Merci à Jarvis, pour ses ronronnements et ses câlins dans les moments compliqués.

Merci à Matthieu, qui m'épaule, me maintient à flot et me nourrit (il est à quoi le sandwich ?) depuis pas mal de temps maintenant. *Mif muf.*

Finalement, merci à ceux qui ont été là, à ceux qui sont toujours là, et à ceux qui ne sont plus là.

Contenu du mémoire

Introduction.....	4
Chapitre 1 : Synthèse bibliographique.....	12
Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes.....	56
Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain.....	98
Chapitre 4 : Etude du mûrissement des GE à partir des résultats d'essais œdométriques.....	148
Chapitre 5 : Evaluation de la cinétique de mouillage liant-granulat.....	178
Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement.....	200
Conclusion générale.....	226
Annexes.....	234

Introduction générale

Nous devons avoir de la persévérance et surtout de la confiance en nous-mêmes. J'ai appris que la voie du progrès n'était ni rapide ni facile. Rien dans la vie n'est à craindre, tout doit être compris.

Marie Curie

Contexte

Avec plus d'1,1 million de kilomètres de réseau routier réparti sur tout son territoire, la France consomme d'énormes quantités d'enrobé bitumineux chaque année pour l'entretien et le renforcement des routes (plus de 36 000 kt pour la production en 2019 (Routes de France 2020)). Ce besoin ne tendant pas à diminuer malgré le contrecoup de 2011 à 2015 issu de la crise financière de 2008 aux Etats-Unis (Figure 1) et les ressources en pétrole s'amenuisant, il est nécessaire d'aller vers une démarche plus écologique et réfléchiée concernant la consommation de ressources non renouvelables telles que le bitume et les granulats qui composent les produits routiers.



Figure 1 : Evolution de la production des enrobés bitumineux en France de 2011 à 2019 (Routes de France 2020).

De nos jours, le réchauffement climatique et l'épuisement des ressources nous encourage à diminuer l'impact environnemental de la fabrication des enrobés et de leur mise en œuvre sur les chaussées. Une convention d'engagement volontaire (CEV) associant les entreprises de terrassement et de la construction routière avec le ministère de l'écologie, a été signée dans ce but en 2009 (« CEV nationale : le bilan environnemental 2019 est paru ! » s. d.; « Convention d'engagement volontaire des acteurs de conception, réalisation et maintenance des infrastructures routières, voirie et espace public urbain » 2009). L'un des engagements de cette convention vise à réduire les émissions de gaz à effet de serre (GES) et la consommation d'énergie. En effet la production d'enrobés à chaud contribue à ces émissions de GES en raison notamment de la consommation de combustibles nécessaires à la chauffe des granulats. Les émissions de GES liées à la combustion au niveau des brûleurs des usines d'enrobés étaient évaluées à 12,7 kg de CO₂ équivalent/tonne d'enrobé en 2019 (Routes de France 2020).

Au-delà des émissions de GES liées à la fabrication des enrobés, le bitume émet à haute température des fumées pouvant contenir une multitude de substances, dont certaines peuvent être dangereuses. Parmi elles, des HAPs (Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques) dont certaines sont classifiées par le CIRC (Centre International de Recherche sur le Cancer) comme possiblement cancérigène (« Bitume. Effets sur la santé - Risques - INRS » s. d.). Elles sont cependant produites à de faibles concentrations, largement inférieures aux valeurs limites d'exposition professionnelles (VLEP, quand elles existent). Plusieurs études ont par ailleurs montré que l'exposition aux fumées de bitume augmente les risques d'irritation respiratoire (« Evaluation des risques sanitaires liés à l'utilisation professionnelle des produits bitumineux et de leurs additifs » 2013).

Par rapport aux techniques « à chaud », l'utilisation des enrobés à l'émulsion permet de réduire les impacts environnementaux et les risques d'exposition aux fumées de bitume. Ils sont en effet fabriqués sans chauffe de la phase granulaire ce qui diminue fortement l'énergie consommée ainsi que les émissions de GES liées à la combustion. Par exemple, Goyer *et al.* (Goyer et al. 2012) ont montré que l'énergie consommée et les émissions de gaz à effet de serre sont presque divisées par deux pour des enrobés à froid (grave-émulsion) par rapport à des enrobés à chaud (Figure 2). De plus cette technique

Introduction générale

permet le recyclage à fort taux (jusqu'à 100%) d'agrégats d'enrobés (issus de la déconstruction de routes). Une utilisation plus large de ces produits pourrait être avantageuse d'un point de vue environnemental. En effet, la part des enrobés fabriqués à froid en France reste encore très faible (environ 4% de la production française d'enrobés bitumineux) (Routes de France 2020).

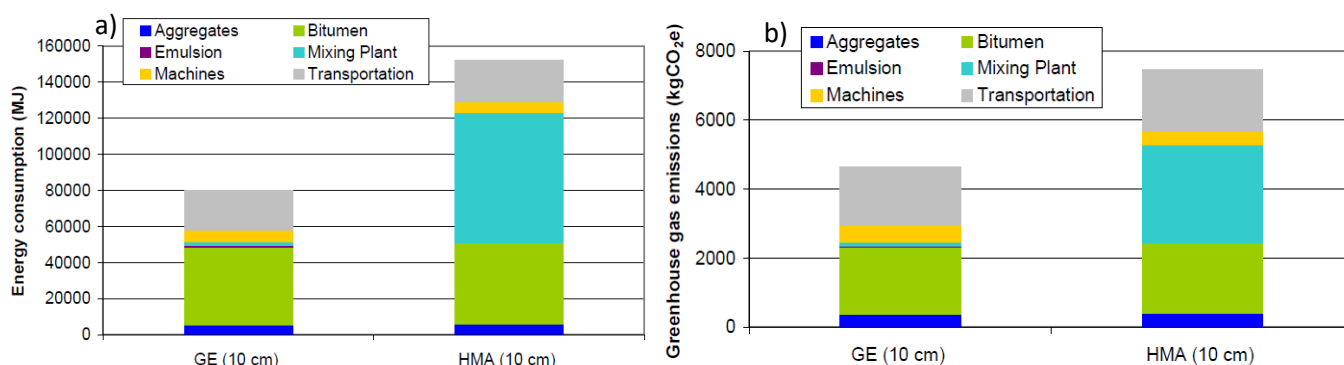


Figure 2 : a) Consommation d'énergie et b) Emission de gaz à effet de serre, pour grave-émulsion « à froid » et grave bitume « à chaud » (Goyer et al. 2012).

Parmi les matériaux « à froid », le matériau choisi pour ce travail de thèse est la grave-émulsion (GE). La grave-émulsion est un enrobé à l'émulsion normalisé (NF P98-121, NF EN 13108-31) composé d'un mélange d'une émulsion de bitume et de granulats (pouvant être recyclés). L'émulsion est elle-même un mélange de phase aqueuse (eau, acide, tensioactif) et d'une phase hydrocarbonée (bitume) de type huile dans eau.

Le matériau GE est utilisé en couche de surface pour la réparation de chaussée et en couche structurante de base. Le manque de connaissance sur ce type de matériau freine leur utilisation plus large.

Un des enjeux de la thèse est de pouvoir comparer aisément les résultats d'essais en laboratoire aux résultats obtenus sur chantier, pour mieux prédire le comportement de l'enrobé dans le temps. Sur chantier les propriétés du matériau évoluent très lentement (2 à 3 ans pour arriver à la fin du mûrissement (Serfass et al. 2018)) d'où le besoin d'accélérer ce mûrissement en laboratoire. De manière générale en laboratoire, pour vieillir un enrobé bitumineux, il faut agir principalement sur la teneur en oxygène, la température ou encore la pression environnante sous laquelle il est soumis (exemple de l'essai PAV, NF EN 14769). Cependant, les essais sur enrobés à l'émulsion se heurtent à des « verrous technologiques » en laboratoire, et les vieillissements obtenus n'atteignent pas des vieillissements aussi importants que sur chantier. Il est pour le moment impossible de caler le vieillissement accéléré en laboratoire au vieillissement *in situ*. D'ailleurs ces matériaux sont extrêmement tributaires des conditions météorologiques (importance de prendre en compte la période de l'année et le lieu du chantier) et de mise en œuvre, ce qui rend d'autant plus difficile la prévision de leur comportement.

Problématique

Contrairement à un enrobé à chaud, le comportement mécanique d'une grave-émulsion évolue au cours du temps dans une phase appelée le mûrissement. Dans ce travail de thèse, le mûrissement est un phénomène multifactoriel de rigidification du matériau au cours du temps dû à une évolution de sa

Introduction générale

structure (pertes en eau, Figure 4, ou évolution des contacts liant-granulat - qui est *a priori* en partie corrélée avec les pertes en eau -) et/ou au vieillissement de ses différents constituants (par exemple, vieillissement du liant par oxydation) (Figure 3). Les parts de l'évolution de la structuration et du vieillissement restent cependant à déterminer.

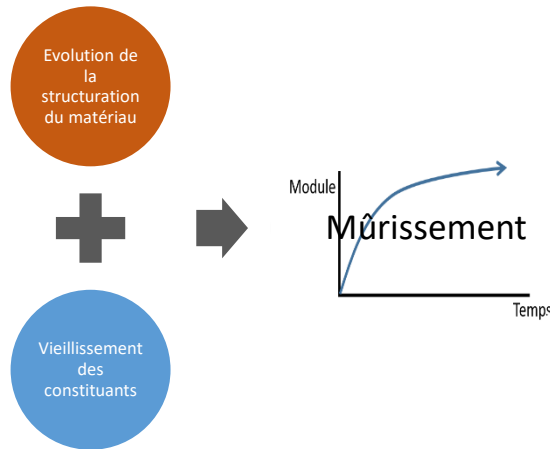


Figure 3 : Causes du mûrissement.

En anglais, le mûrissement est appelé « curing », qui est aussi utilisé pour définir la polymérisation.

Dans la littérature, aucune équipe scientifique n'ayant *a priori* défini d'âge exact du matériau illustrant la fin du « jeune âge » de la GE, la limitation choisie ici sera de quelques mois (jusqu'à 1 an). Il est nécessaire de noter qu'une structure en GE peut continuer de mûrir même une fois le jeune âge dépassé ; certains articles font état d'une rigidification toujours active quelques années après sa mise en œuvre sur route (Wendling et al. 2013; Béghin et al. 2012; Serfass et al. 2004; Delfosse et al. 2018).

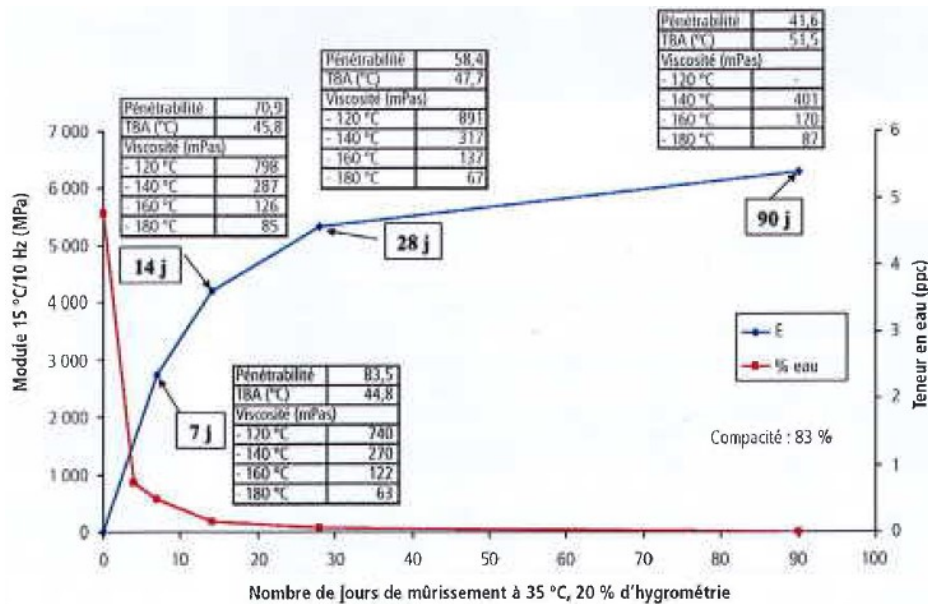


Figure 4 : Corrélation partielle de l'augmentation du module avec la teneur en eau pendant le mûrissement (Serfass et al. 2010).

Leur évolution longue, peu connue et très dépendante de phénomènes externes ainsi que le besoin de les dimensionner constituent des verrous scientifiques à lever pour favoriser le recours à ces produits à froid. Pour y répondre, deux axes de recherche doivent être menés :

Introduction générale

- Déterminer une loi de comportement réversible (sans prise en compte des endommagements, en restant donc dans le domaine des petites déformations) pour calcul de structure sous trafic,
- Déterminer un critère de durabilité de la structure avec GE (en prenant en compte la GE seule, le sol, autre, ...) en fonction des grandeurs calculées (pour la loi de comportement réversible vue dans l'axe précédent) et du trafic projeté.

Trois ans de thèse ne suffisent pas à balayer entièrement ces deux axes, c'est pourquoi les travaux de thèse exposés dans ce mémoire s'inscrivent dans le 1^{er} volet et font suite aux travaux de thèse de (Lambert 2018).

Objectifs

L'objectif principal est ici de contribuer au développement d'une méthode de dimensionnement pour chaussée avec grave-émulsion structurante. Pour cela, les travaux présentés ci-après tenteront de répondre à trois sous-objectifs :

- Comprendre les mécanismes physico-chimiques qui conduisent au mûrissement,
- Identifier une grandeur liée au mûrissement,
- Prédire l'évolution du comportement mécanique de la grave-émulsion pour des conditions environnementales données (température, hygrométrie).

Démarche

Les travaux de thèse sont articulés autour des 5 points suivants :

- Evaluer l'évolution dans le temps du comportement mécanique de grave-émulsion au cours de la succession de deux saisons simulées de 60j chacune en enceinte climatique : une chaude et sèche (35 °C et 20 %HR) et une froide et humide (10 °C et 80 %HR). La rigidité des mélanges a été mesurée à partir d'éprouvettes cylindriques à l'aide d'essais œdométriques.
- Etudier les propriétés physico-chimiques du liant extrait du mélange en fonction du temps. Les degrés d'oxydation et la rhéologie des liants ont été étudiés et mis en parallèle avec le comportement du mélange granulaire.
- Investiguer l'évolution potentielle des contacts entre le liant et le granulat au cours du temps et déterminer le temps d'étalement du liant sur le granulat. Un système simplifié composé d'une goutte de bitume pur déposée sur une lame de verre a été utilisé dans différentes conditions de température.
- Etablir une fonction de mûrissement (du mélange granulaire) à partir des données expérimentales issues des essais œdométriques.
- Initier la corrélation du comportement des mélanges entre laboratoire et chantier réel avec la réalisation d'un démonstrateur de 50m de long intégrant différentes structures routières à base de GE, et qui seront sollicitées mécaniquement par un simulateur de trafic (machine FABAC).

Ces 5 points sont regroupés en trois approches Figure 5 : une approche expérimentale en laboratoire, une approche théorique et une approche sur démonstrateur. Pour bien comprendre les mécanismes entrant en jeu dans le mûrissement d'une GE et obtenir des données les plus complètes possibles il est important ici d'examiner le matériau à différentes échelles (liant, contacts liant-granulat, mélange et structure échelle 1) (Figure 6).

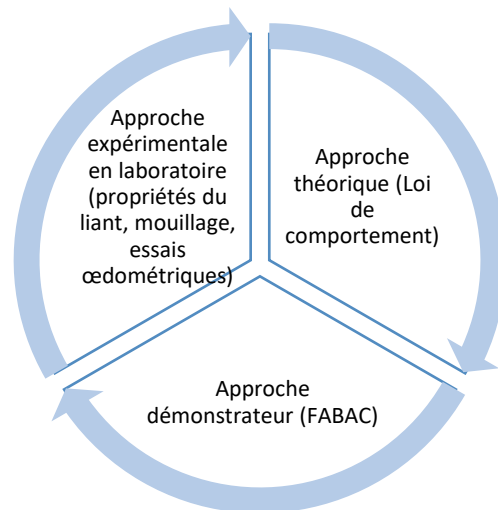


Figure 5 : Trois approches utilisées pour répondre au sujet de thèse.

	<p>Mélange GE (éprouvettes cylindriques, structure échelle 1)</p>	<ul style="list-style-type: none"> •Essais oedométriques (Chapitre 3) •Loi de comportement (Chapitre 4) •FWD, FABAC (Chapitre 3)
	<p>Contacts liant-granulat</p>	<ul style="list-style-type: none"> •Mouillabilité (Chapitre 5) •Viscosité du bitume (Chapitre 5)
	<p>Liant</p>	<ul style="list-style-type: none"> •Rhéologie (Chapitre 6) •Oxydation (Chapitre 6)

Figure 6 : Schématisation du sujet de thèse.

Ce mémoire de thèse est articulé autour de 6 chapitres. Le premier Chapitre est focalisé sur la synthèse de données bibliographiques nécessaires à la bonne lecture du manuscrit. Ensuite le Chapitre 2 détaille les protocoles d'essais utilisés ainsi que le déroulement des campagnes d'essais. Le Chapitre 3 présente les résultats des essais mécaniques à partir des mélanges étudiés. Le Chapitre 4 énonce une loi de mûrissement du matériau grave-émulsion avec le temps et la température. Le Chapitre 5 expose l'influence de l'eau dans l'évolution des contacts liant-granulat. Finalement le Chapitre 6 décrit les évolutions physico-chimiques des liants issus des enrobés étudiés. Une conclusion générale est donnée à la fin du mémoire.

Introduction générale

Conventions utilisées dans le mémoire

Dans ce mémoire, les conventions de suivantes seront adoptées :

Signes :

- Les contraintes de compression et les déformations en contraction seront comptées positivement,
- Les déplacements axiaux des éprouvettes seront comptés positivement en contraction.

Amplitudes :

- Par convention, le terme « amplitude » utilisé pour décrire les niveaux de force appliqués au cours des essais œdométriques désignera l'amplitude « crête-crête » du signal sinusoïdal appliqué,
- Par contre, ce même terme appliqué aux contraintes/déformations en essais œdométriques reprendra son sens usuel d'amplitude d'un signal sinusoïdal.

Références

- Béghin, A., L. Wendling, X. Carbonneau, C. d. L. Roche, F. Delfosse, V. Gaudefroy, L. Odie, J-M. Piau, et J-P. Triquigneaux. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Mûrissement et évolution temporelle des propriétés de l'enrobé et des caractéristiques de liant ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 902.
- « Bitume. Effets sur la santé - Risques - INRS ». s. d. Consulté le 25 février 2021.
<https://www.inrs.fr/risques/bitume/effets-sante.html>.
- « CEV nationale : le bilan environnemental 2019 est paru ! » s. d. Consulté le 25 février 2021.
http://www.cstp77.fr/index.php?option=com_content&view=article&id=274:cev-nationale-le-bilan-environnemental-2019-est-paru&catid=145:demarche-soe-cev-77&Itemid=624.
- « Convention d'engagement volontaire des acteurs de conception, réalisation et maintenance des infrastructures routières, voirie et espace public urbain ». 2009.
- Delfosse, F., A. Béghin, A. Belkahia, V. Gaudefroy, C. Gueit, et L. Odie. 2018. « Comportement et étude des graves-émulsion, corrélation entre le comportement en place sur la RD 26 et le laboratoire ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 954.
- « Evaluation des risques sanitaires liés à l'utilisation professionnelle des produits bitumineux et de leurs additifs ». 2013. Rapport d'expertise collective. Anses.
- Goyer, S., M. Dauvergne, L. Wendling, V. Gaudefroy, et C. Ropert. 2012. « Environmental data of cold mix using emulsified bitumen for a better selection of road materials ». In , 1-12.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Routes de France. 2020. « Bilan environnemental: rapport annuel 2019 ».
- Serfass, J-P., X. Carbonneau, F. Delfosse, et J-P. Triquigneaux. 2010. « Comportement et évaluation de graves-émulsion ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 889.
- Serfass, J-P., C. d. L. Roche, S. Goyer, C. Gueit, L. Wendling, A. Béghin, A. Belkahia, et al. 2018. « Comportement et étude des graves-émulsion, bilan de la coopération public-privé: acquis et suites à donner ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 954.
- Serfass, J-P., J-E. Poirier, J-P. Henrat, et X. Carbonneau. 2004. « Influence of curing on cold mix mechanical performance ». *Materials and Structures* 37: 365-68.

Introduction générale

Wending, L., D. Guedon, J-C. Fabre, M. Liffraud, L. Odie, R. Gritti, A. Millien, et al. 2013. « Séminaire de clôture de l'Opération de Recherche du LCPC "OPTIMIRR" et de la collaboration RST-USIRF Graves-émulsion", Direction Générale de l'Aviation Civile ».

Table des illustrations

Figure 1 : Evolution de la production des enrobés bitumineux en France de 2011 à 2019 (Routes de France 2020).....	5
Figure 2 : a) Consommation d'énergie et b) Emission de gaz à effet de serre, pour grave-émulsion « à froid » et grave bitume « à chaud » (Goyer et al. 2012).	6
Figure 3 : Causes du mûrissement.....	7
Figure 4 : Corrélation partielle de l'augmentation du module avec la teneur en eau pendant le mûrissement (Serfass et al. 2010).	7
Figure 5 : Trois approches utilisées pour répondre au sujet de thèse.	9
Figure 6 : Schématisation du sujet de thèse.	9

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Vaincre les ténèbres par la science.
Proverbe belge

Contenu

Introduction.....	16
I. Composition des enrobés à l'émulsion de bitume.....	16
I.1. Composition d'une émulsion	16
I.1.1. L'eau	17
I.1.2. Le bitume.....	17
I.1.3. Les additifs.....	18
I.2. Influence du granulat sur la rupture de l'émulsion.....	19
II. Propriétés rhéologiques du bitume et des émulsions de bitume.....	21
II.1. Viscosité.....	21
II.1.1. Viscosité du bitume	21
II.1.2. Viscosité des émulsions.....	21
II.2. Module complexe.....	22
II.2.1. Module complexe du bitume	23
II.2.2. Module complexe des émulsions de bitume	23
III. Evolution des graves-émulsion à la rupture et au très jeune âge.....	24
III.1. Rupture de l'émulsion	24
III.2. Mûrissement	25
IV. Paramètres principaux influençant le mûrissement des graves-émulsion	26
IV.1. La formulation.....	26
IV.1.1. L'eau	26
IV.1.2. La teneur en vides	30
IV.2. Les conditions climatiques	31
IV.2.1. Sur le terrain : météorologie.....	31
IV.2.2. En laboratoire : température et hygrométrie	32
V. Mécanismes impliqués dans le mûrissement du mélange bitumineux	34
V.1. Evolution de la rhéologie du liant	35
V.2. Degré d'oxydation du liant.....	37
V.3. Fraction cristallisable dans le liant	39
VI. Procédures de mûrissement en laboratoire	40
VII. Comparaisons laboratoire-chantier	41
VIII. Eléments pour la modélisation du comportement des enrobés à froid : module de rigidité, aspects évolutifs.....	43
VIII.1. Modélisations en liaison avec le comportement des grave-émulsions (sans ajouts).....	43
VIII.2. Loi de comportement contraintes – déformations de (Lambert et al. 2018; Lambert 2018)	43
VIII.3. Module complexe	44

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

VIII.4. Principe d'équivalence temps-température	45
VIII.5. Loi de Williams, Landel, Ferry	45
VIII.3.3. Modèle de Huet et Sayegh.....	45
Bilan.....	46
Références.....	49
Table des illustrations.....	51
Liste des tableaux.....	54

Introduction

L'utilisation plus large des enrobés « à froid » peut contribuer à réduire la consommation énergétique pendant la mise en œuvre de chaussées routières. En particulier le produit routier appelé « grave-émulsion » (GE), composé d'émulsion de bitume mélangée avec des granulats pouvant être utilisé en couche de base structurante et comme matériau de reprofilage, est une réponse adaptée aux enjeux de la transition énergétique et au changement climatique, et est étudié dans cet écrit. La spécificité des mélanges routiers élaborés à froid est la présence d'eau dans l'émulsion et qui confère à la GE une bonne maniabilité lors de la mise en œuvre –d'où le chauffage non nécessaire- cependant cela induit en partie une rigidification du matériau lente dans le temps et difficilement prévisible : le mûrissement.

Dans cette partie bibliographique, la composition de base d'un enrobé à l'émulsion ainsi que les propriétés rhéologiques des émulsions et des bitumes sont détaillées. Les différentes étapes et mécanismes entrant en jeu dans le mûrissement sont expliqués. Une ouverture sur la modélisation des enrobés à froid est donnée. Finalement une conclusion est établie sur les données acquises.

Il est important de noter qu'ici et dans toute la suite de cet écrit, les émulsions mises en avant sont de type cationique, les émulsions anioniques étant très peu utilisées en France et en Europe (Cyna, Ossola, et al. 2006). De plus la discussion se cantonnera aux enrobés à froid « simples ». Cela n'inclut pas dans cette bibliographie les enrobés avec mousse de bitume, ni ceux avec ajouts d'autres matériaux issus du bâtiment (ciment, chaux) ou de haut-fourneau (laitier) ou encore de matériaux recyclés. La littérature contient pléthore de données concernant les enrobés à froid comportant ces matériaux. Cependant ils influencent beaucoup les propriétés des mélanges, qui ne sont donc plus comparables à celles de graves-émulsion de base. Le cas échéant, des comparaisons entre ces données bibliographiques et les résultats obtenus sont faites dans les chapitres suivants du mémoire.

I. Composition des enrobés à l'émulsion de bitume

I.1. Composition d'une émulsion

Un enrobé à l'émulsion résulte du mélange d'un liant (émulsion, Figure 1) et de granulats. L'émulsion est principalement constituée :

- d'eau, appelée la phase dispersante, autour de 30 à 40%,
- de bitume, dérivé du pétrole, la phase dispersée, autour de 60 à 70%,
- d'additifs (émulsifiants, acide, fluxants, ...).

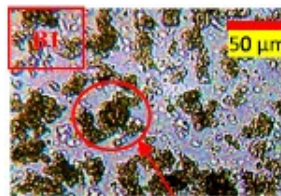


Figure 1 : Microstructure d'une émulsion de type bitume dans eau (Alade et al. 2016).

La fabrication de l'émulsion s'effectue généralement avec du bitume chauffé à une température comprise entre 140/150 °C selon son grade et avec une phase aqueuse chauffée à 50 °C, avec pour règle empirique de ne pas dépasser 200 °C en somme de ces deux températures (Cyna, Ossola, et al. 2006) (si l'émulsion dépasse 95 °C, elle risque de mousser). Lors du mélange de l'émulsion, la phase aqueuse est préparée en premier. Le bitume est ensuite cisailé en gouttelettes dans un moulin colloïdal et introduit à la phase aqueuse.

1.1.1. L'eau

Une grave-émulsion contient autour de 6% en eau. Elle est apportée par l'émulsion et l'eau d'ajout pour atteindre une teneur en eau du mélange optimale. Elle est nécessaire au départ pour la fabrication de l'émulsion, permet la répartition du liant dans le mélange et facilite la mise en place et le compactage du matériau. Ensuite elle s'avère néfaste car elle retarde la montée en cohésion et contribue à la fragilité au jeune âge. La diminution de la teneur en eau dans le mélange s'effectue par séchage ou drainage par gravité lors du mûrissement et impacte les propriétés mécaniques de l'enrobé (Serfass 2002) rendant difficile la prédiction de son comportement mécanique en place.

1.1.2. Le bitume

La teneur en bitume dans une grave-émulsion est en général d'environ 4.3%. Les bitumes utilisés en France pour créer des émulsions sont les bitumes de grade dit « mous » (généralement de grade 70/100 ou 160/220). Ce liant est hydrophobe, il n'est pas miscible avec l'eau.

Le bitume est un produit issu du raffinage du pétrole composé principalement de carbone (82-88 wt%), d'hydrogène (8-11 wt%), de soufre, oxygène et azote (en quantités plus faibles) et de traces d'éléments métalliques. Les constituants qui le composent sont des maltènes, des asphaltènes, des saturés, des aromatiques et des résines (Corté et Di Benedetto 2004a).

Les asphaltènes ont une forte incidence sur le comportement du bitume : l'augmentation de leur concentration durcit le bitume et augmente sa viscosité. De plus, plus la masse moléculaire des saturés, des aromatiques et des résines est élevée, plus le bitume est visqueux (Corté et Di Benedetto 2004a).

Outre la composition, la température et l'état de vieillissement d'un bitume influent sur son comportement rhéologique. Son comportement est thermo-dépendant : à basse température un bitume sera solide voire fragile, ductile visco-élastique à température moyenne et liquide visqueux à haute température (Figure 2) (Corté et Di Benedetto 2004a). La température influence aussi la microstructure du bitume (Figure 3) (Poulikakos et al. 2016). Plus de détails sur la rhéologie du bitume avec la température sont donnés en partie II.

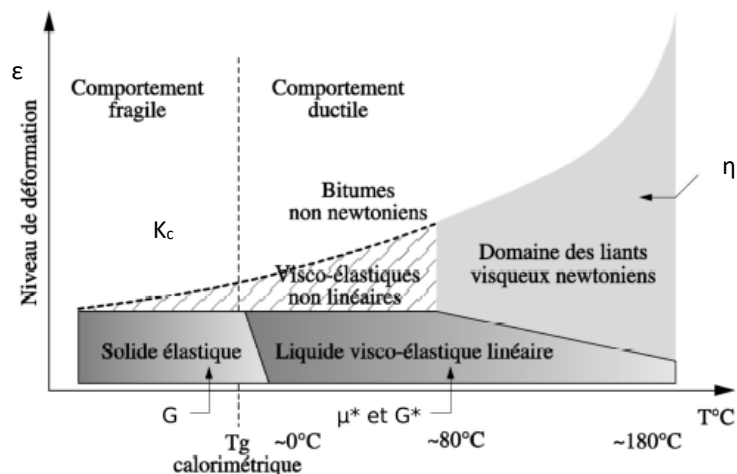


Figure 2 : Influence de la température sur le comportement du bitume (Corté et Di Benedetto 2004a).

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

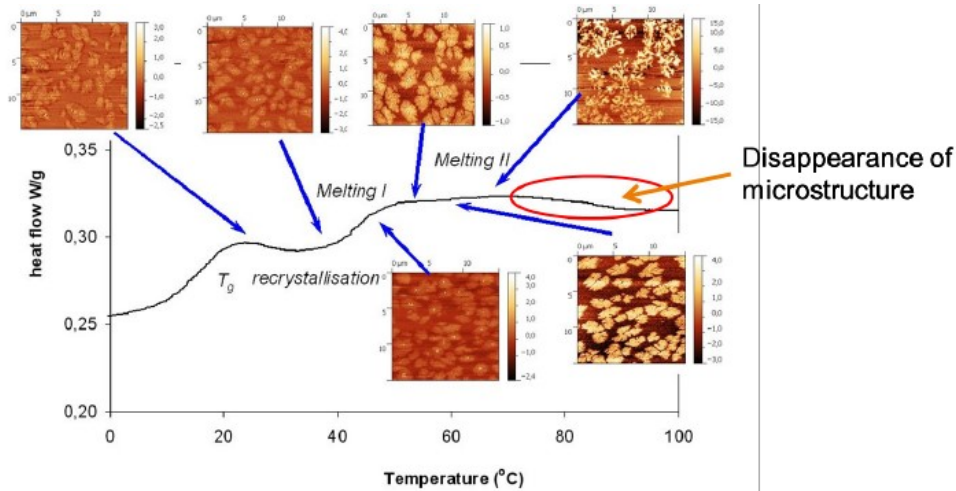


Figure 3 : Evolution de la microstructure d'un bitume avec la température (Fischer, Dillingh, et Hermse 2014; Poulikakos et al. 2016).

Le vieillissement d'un bitume est quantifié par son augmentation de viscosité. Il est en majeure partie causé par l'oxygène de l'air, l'élévation de la température et la perte ou le gain de certaines espèces chimiques dans sa composition (Corté et Di Benedetto 2004a). La Figure 4 donne une idée des évolutions de composition au cours du temps. Par exemple, le bitume vieillit très rapidement au moment du mélange d'un enrobé à chaud (à cause de son chauffage) et sa composition en asphaltènes et résines augmente. Les indices d'oxydations (CO et SO) sont aussi beaucoup utilisés pour traduire le vieillissement d'un liant. L'oxydation du bitume avec le temps est détaillée en partie V.2.

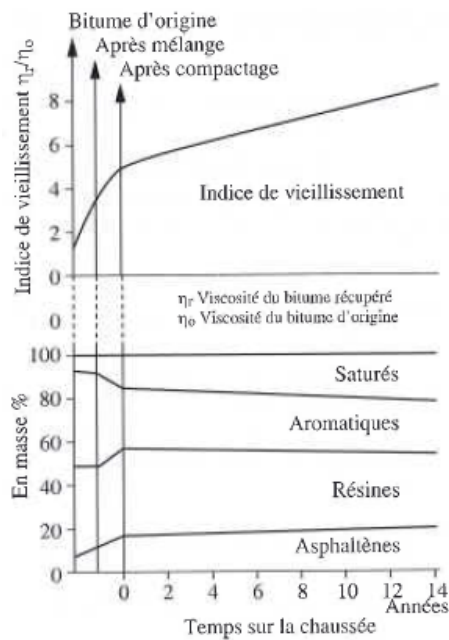


Figure 4 : Evolution de l'indice de vieillissement et de la composition du bitume en fonction de son temps sur chaussée (Corté et Di Benedetto 2004a).

1.1.3. Les additifs

Les additifs sont en général des fluxants, des émulsifiants ou encore de l'acide (Cyna, Ossola, et al. 2006). Les fluxants permettent de réduire la viscosité du bitume et les émulsifiants (le plus souvent des composé aminés) permettent la stabilité des globules de bitume dans l'eau, limitant le phénomène

de coalescence qui conduit à la rupture de l'émulsion. L'acide est nécessaire pour protoner les émulsifiants cationiques et conférer aux globules de bitume une charge positive permettant leur répulsion à courte distance. Les émulsifiants et l'acide mélangés à l'eau forment la phase aqueuse. Ce travail étant centré sur les émulsions cationiques, les émulsifiants utilisées sont des tensioactifs cationiques. Ils sont composés de deux parties : une tête hydrophile et une queue hydrophobe (Figure 5-a). Une fois dans l'eau et mélangés à l'acide, les têtes (de forme RNH_2) se ionisent en milieu acide en RNH_3^+ selon l'équation 1. Cette structure permet la formation de globules de bitumes (Figure 5-b) grâce à la répulsion électrostatique entre les gouttes.

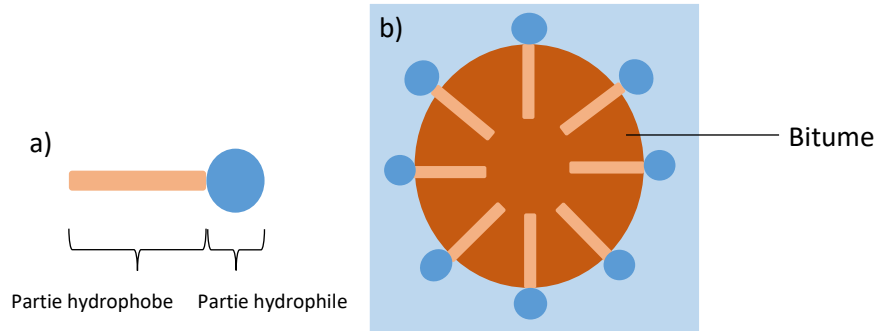
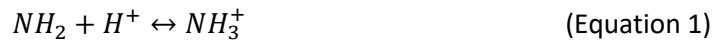


Figure 5 : a) Représentation schématique d'un tensioactif, b) Placement des tensioactifs aux interfaces bitume/eau permettant la formation d'émulsions de bitume stables.



1.2. Influence du granulat sur la rupture de l'émulsion

Après l'enrobage, certains types de granulats peuvent induire un vieillissement du bitume dû à l'absorption de certaines espèces chimiques du bitume par le granulat (Corté et Di Benedetto 2004a). Le granulat peut aussi entraîner un changement dans le pH de l'émulsion et ainsi entraîner la rupture de l'émulsion. En effet, Ziyani (Ziyani 2013) et Scott et al. (Scott et al. 1977) ont mis en évidence une remontée de pH plus ou moins importante en fonction du type et de la surface spécifique de granulat testé après immersion dans l'eau, dans l'acide ou en émulsion (Figure 6).

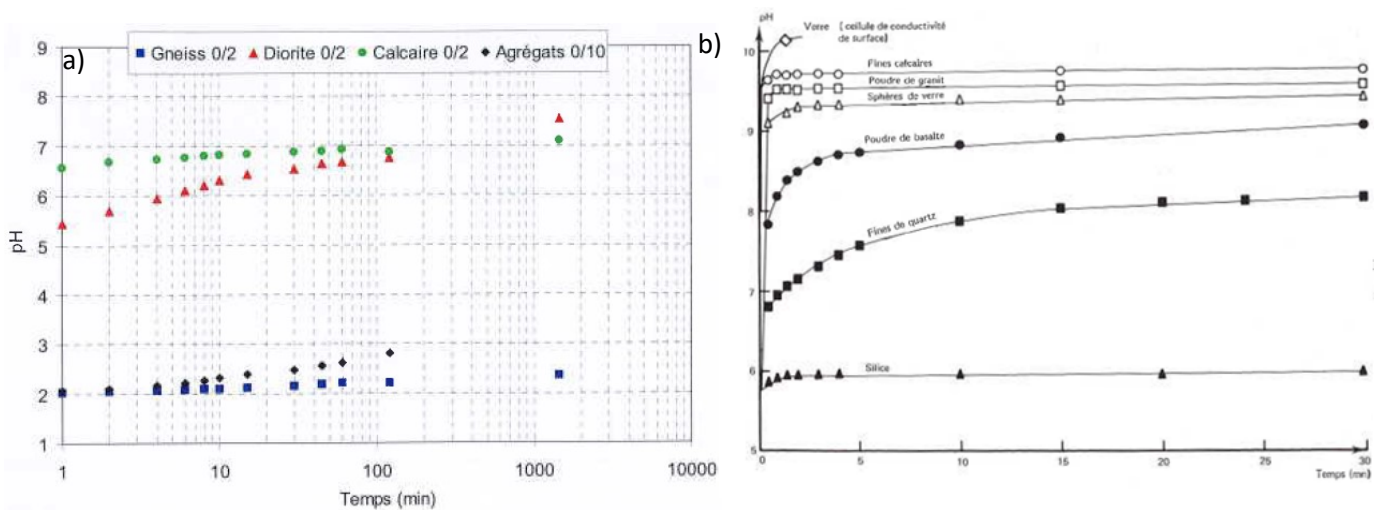


Figure 6 : Remontées de pH a) pour Ziyani en solution acide (Ziyani 2013), b) pour Scott et al. dans l'eau (Scott et al. 1977).

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Tout d'abord, cette remontée de pH n'altère pas considérablement la surface des granulats, et ne modifie donc pas l'enrobage mais elle dépend de la taille des particules (Figure 7) où elle évolue inversement avec la taille des particules.

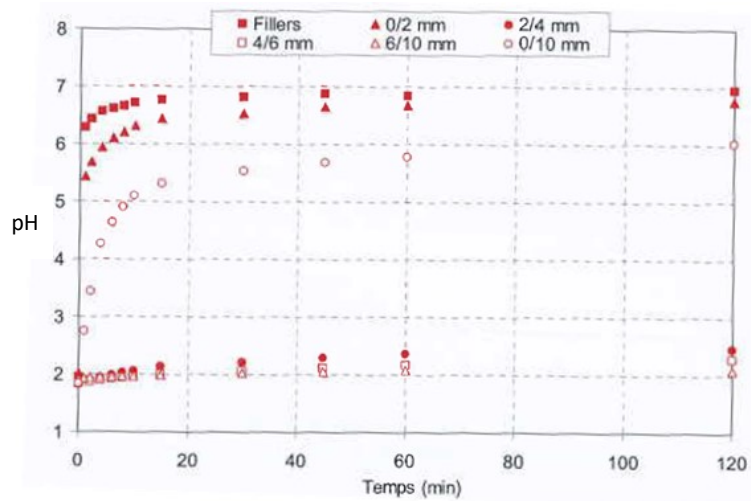


Figure 7 : Evolution du pH en solution acide avec granulats de diorite en fonction du temps pour différentes surfaces spécifiques de granulats (Ziyani 2013).

Aussi l'indice IREC, qui permet de quantifier la vitesse de rupture de l'émulsion, diminue avec l'augmentation de la surface spécifique du granulat (et donc avec la diminution de la taille du granulat), d'après la Figure 8-a. La rupture est donc plus rapide pour des particules plus fines et cette réaction peut être corrélée avec la remontée de pH (Ziyani 2013).

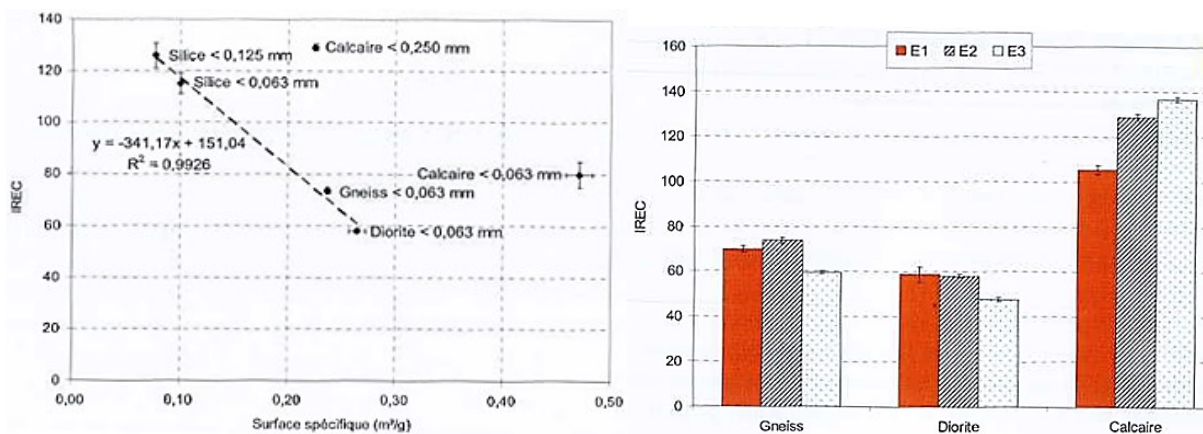


Figure 8 : a) IREC en fonction de la surface spécifique des granulats (Ziyani 2013), b) IREC pour les 3 granulats pour 3 émulsions testées (Ziyani 2013).

Finalement, l'indice IREC dépend du type de granulat (Figure 8-b). Dans cet exemple, les différences de valeurs d'IREC peuvent être expliquées par les différences de charges de surface. En effet elles sont négatives pour le gneiss et la diorite, et positive pour le calcaire. L'émulsifiant, qui est cationique, est attiré par les charges négatives, et donc par le gneiss ou la diorite ; l'émulsion s'appauvrit donc en émulsifiant, la rupture de l'émulsion est alors plus rapide, l'indice IREC est finalement plus bas.

II. Propriétés rhéologiques du bitume et des émulsions de bitume

Le comportement du bitume et des émulsions de bitumes dépend de la température, mais aussi du grade du bitume ou de la teneur en bitume dans l'émulsion.

II.1. Viscosité

II.1.1. Viscosité du bitume

La viscosité du bitume diminue avec l'augmentation de la température (Figure 9). En fonction du taux de cisaillement, deux domaines sont visibles (Corté et Di Benedetto 2004a) :

- un domaine Newtonien à petits taux, où la viscosité est stable,
- un domaine non linéaire, où la viscosité décroît avec l'augmentation du taux de cisaillement.

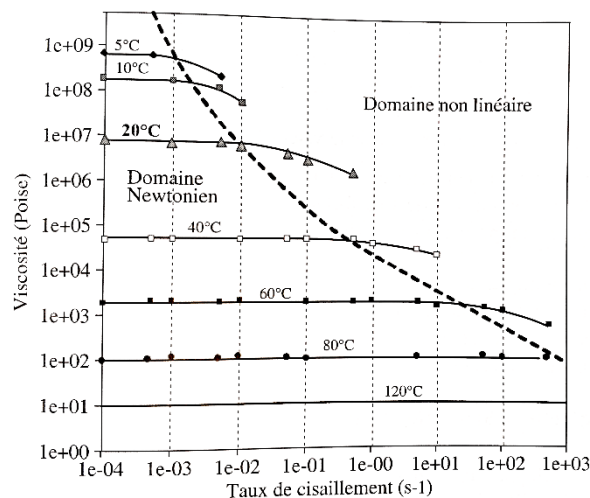


Figure 9 : Viscosité en fonction du taux de cisaillement pour différentes températures (Marvillet 1978).

II.1.2. Viscosité des émulsions

Plusieurs données ont déjà été répertoriées concernant la viscosité des émulsions bitume-eau. La Figure 10 (Alade et al. 2016) montre la viscosité de différentes émulsions de bitume en fonction de la température. La partie gauche met en avant les émulsions « bitume dans eau ». La viscosité augmente avec l'augmentation de concentration en bitume (la courbe équivalente aux enrobés à l'émulsion pouvant être située entre les teneurs 55 et 70% présentées ici) et diminue avec la température.

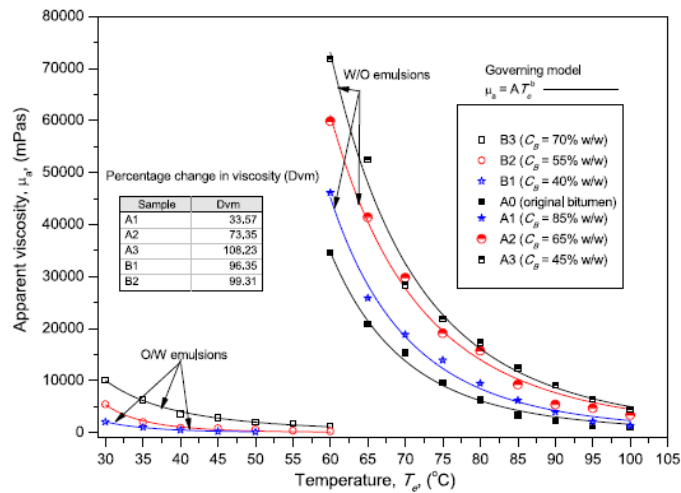


Figure 10 : Viscosité en fonction de la température pour différentes concentrations en bitume, à taux de cisaillement de 0.14 s-1 (Alade et al. 2016).

Alade et al. (Alade et al. 2016) ont aussi mesuré et calculé théoriquement les viscosités de différentes émulsions en fonction du taux de cisaillement. La Figure 11-a met en évidence les résultats obtenus pour une émulsion « bitume dans eau » pour plusieurs températures à une concentration en bitume de 40% et indique que la viscosité diminue avec le taux de cisaillement.

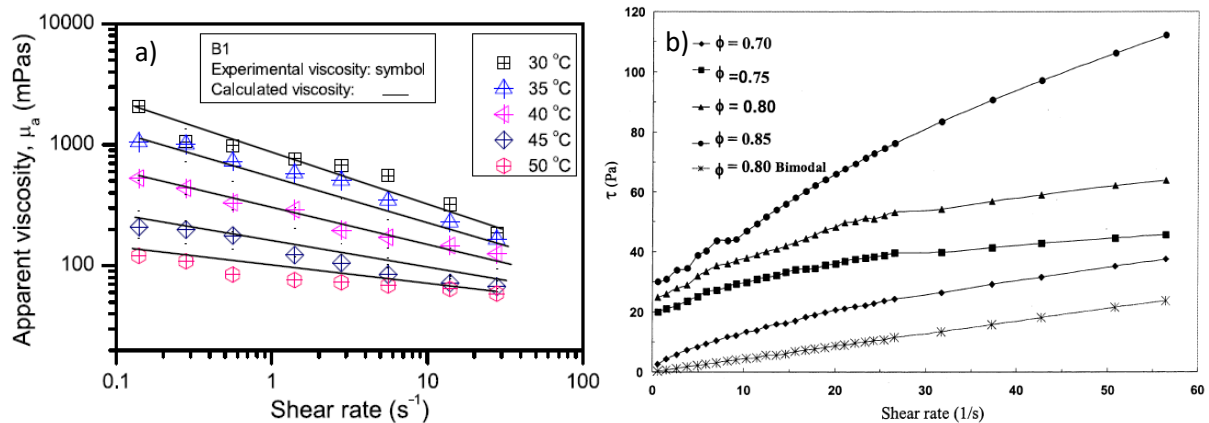


Figure 11 : a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement, pour une concentration en bitume de 40% (Alade et al. 2016), b) Contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, pour différentes concentrations de bitume dans l'émulsion (Romero et al. 2002).

Romero et al. (Romero et al. 2002) ont quant à eux montré que la contrainte de cisaillement augmente avec le taux de cisaillement et diminue avec l'augmentation de concentration en bitume (ϕ étant la fraction volumique en bitume, la plus proche de celle des enrobés à l'émulsion étant celle à 0.70) (Figure 11-b).

II.2. Module complexe

En rhéologie le module complexe est souvent assimilé au module de cisaillement complexe noté G^* . Il est représenté par :

$$G^* = |G^*|e^{i\delta} \tag{Equation 2}$$

Ou encore

$$G^* = G' + iG'' \quad (\text{Equation 3})$$

Avec $|G^*|$ la norme du module de cisaillement complexe, δ l'angle de phase, G' la composante élastique de G^* (aussi appelé module de stockage) et G'' la composante visqueuse de G^* (aussi appelé module de perte). Ces données sont souvent mesurées grâce à un DSR (Dynamic Shear Rheometer), qui met en jeu le cisaillement du matériau entre deux géométries (par exemple plan-plan ou cône-plan).

II.2.1. Module complexe du bitume

La Figure 12 présente la norme de $|G^*|$ en fonction de la fréquence, pour différentes températures, d'un bitume 50/70. Le module augmente avec la diminution de la température, et avec l'augmentation de la fréquence.

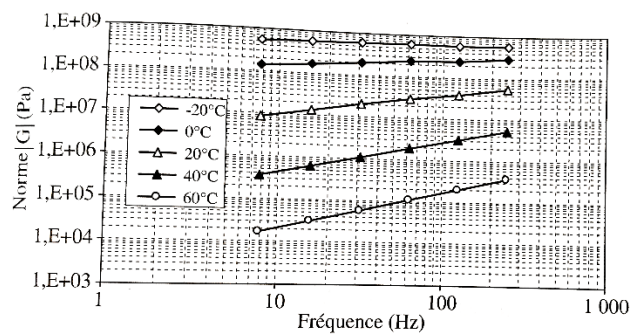


Figure 12 : Norme du module de cisaillement en fonction de la fréquence pour différentes températures (Corté et Di Benedetto 2004a).

II.2.2. Module complexe des émulsions de bitume

Romero *et al.* (Romero et al. 2002) ont mesuré le module complexe en fonction de la fréquence pour différentes émulsions de bitume (ϕ étant la fraction volumique en bitume) (Figure 13). Le module augmente avec la concentration en bitume et avec la fréquence, ce qui montre une rigidification du matériau aux fréquences plus élevées.

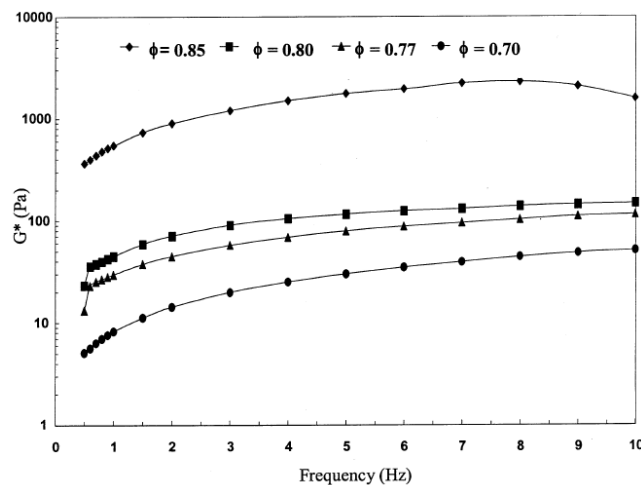


Figure 13 : Module complexe d'émulsions en fonction de la fréquence pour différentes concentrations en bitume, essai réalisé à 30 °C (Romero et al. 2002).

III. Evolution des graves-émulsion à la rupture et au très jeune âge

III.1. Rupture de l'émulsion

Après l'enrobage, l'émulsion dans l'enrobé passe par différentes étapes internes (Malot et Heritier 2002) avant d'obtenir sa microstructure finale (Figure 14), qui lui confère ses propriétés mécaniques optimales. Avec le temps, les globules de bitume tendent à s'agglomérer, c'est l'hétérofloculation. Elle est réversible, une simple agitation de l'émulsion permet de redisperser les globules de bitume. Lors de la coalescence, les billes rapprochées fusionnent de manière irréversible et l'émulsion se déstabilise. A noter que ces étapes ne sont pas successives : dans la réalité, à partir de l'enrobage du granulat par l'émulsion, elles se chevauchent (attention, pour un même groupe de globules, la coalescence ne peut pas avoir lieu sans hétérofloculation).



Figure 14 : Etapes par lesquelles passe une émulsion de bitume pendant et après l'enrobage.

L'hétérofloculation et la coalescence traduisent la rupture de l'émulsion (due par exemple au séchage progressif de l'émulsion ou à une remontée de pH) et permettent l'adhésion du bitume au granulat. La stabilité de l'émulsion est régie par différents paramètres comme par exemple (Cyna, Ossola, et al. 2006):

- Le pH : la vitesse de rupture augmente avec le pH (l'évolution du pH après enrobage a été détaillée en I.2.),
- La teneur en émulsifiant : la stabilité est mauvaise et la vitesse de rupture est élevée pour une teneur en émulsifiant faible,
- La granularité des globules de bitume (Lombardi et Harnois 2019).

La Figure 15 (Boucard 2016) montre les évolutions de G' , G'' et de l'angle de phase pendant la rupture d'une émulsion de bitume au cours de sa déstabilisation dans un rhéomètre après ajout d'un agent provoquant une remontée de pH.

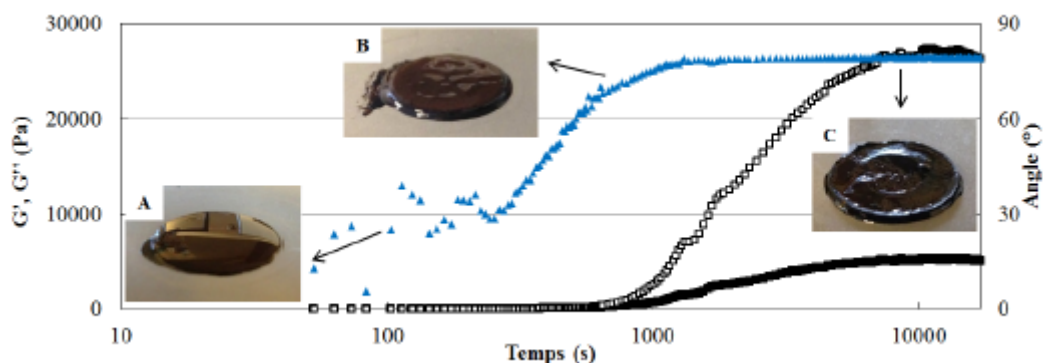


Figure 15 : Evolution de G' (formes pleines), G'' (formes vides) et de l'angle de phase (triangles). La rupture est induite par la présence de 0,07 mol/L de NaOH. L'image A décrit l'aspect de l'échantillon dans le rhéomètre à 30°, B à 68° et C à 78°. L'essai est réalisé avec une émulsion de bitume 160/220 à 58wt% en phase dispersée à 25 °C et 1 Hz (Boucard 2016).

En tout début de rupture l'échantillon garde le comportement d'un liquide. Ensuite les modules élastique (G') et visqueux (G'') augmentent petit à petit avec le temps en passant par un crossover puis finissent par se stabiliser : le comportement du matériau se rapproche de celui du bitume pur. Les valeurs finales de ces modules sont proches mais inférieures à celles du bitume pur car une partie de l'eau est restée dans l'échantillon. L'angle de phase augmente et se stabilise autour de la valeur d'angle de phase du bitume pur à la même température (ici environ 78°). Cette augmentation peut être expliquée par la coalescence et la création d'un réseau tridimensionnel de gouttes de bitume qui se compacte et conduit progressivement à l'exsudation de l'eau. Ces différentes étapes jouent une part importante dans l'adhésion bitume/granulat (

Figure 16).

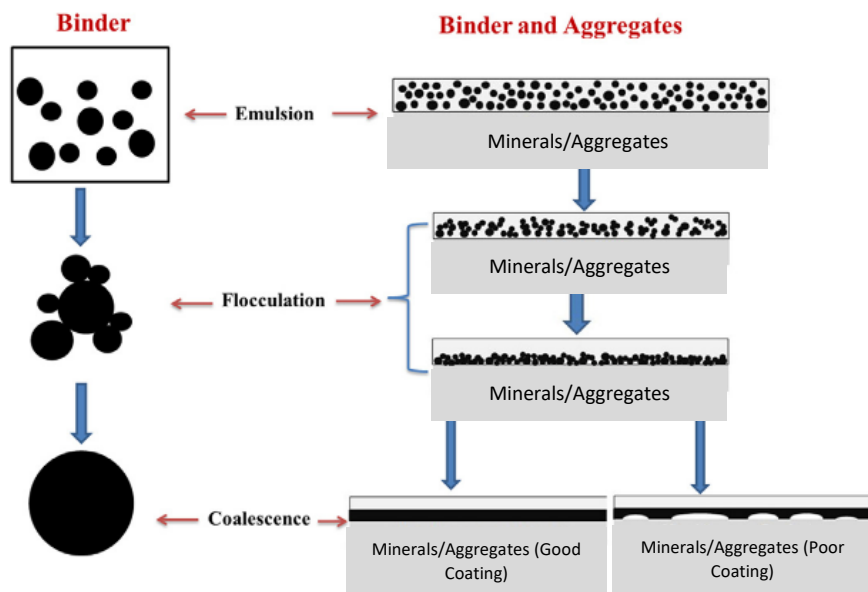


Figure 16 : Etapes de la rupture de l'émulsion et leur impact possible sur l'enrobage (Khan, Redelius, et Kringos 2016)

III.2. Mûrissement

La rupture de l'émulsion est concomitante avec le début du mûrissement : les propriétés et donc les performances mécaniques de l'enrobé évoluent dans le temps. Comme spécifié dans l'introduction générale, les temps élevés et variables de mûrissement *in situ* (plusieurs mois) amènent le besoin de savoir faire mûrir un enrobé à l'émulsion rapidement en laboratoire et de façon représentative de celle du terrain. Ceci permettrait ainsi de l'étudier et d'avoir des résultats dans une période relativement courte.

Le mûrissement dépend principalement de la température, de l'hygrométrie, du taux d'oxygène (voir partie IV.) mais aussi de la pression atmosphérique, notamment pour le mûrissement en laboratoire (vieillessement du liant en PAV). Des études (Serfass et al. 2004) ont déjà montré l'impact de la température sur le mûrissement : inexistant à 5°C , très lent à 18°C et plus rapide avec apparition de fissures à 50°C .

Il faut d'ailleurs noter que la présence d'eau seule n'explique pas entièrement le comportement évolutif du matériau (Serfass et al. 2010a) puisque ses propriétés continuent d'évoluer après le départ de l'eau (Figure 17).

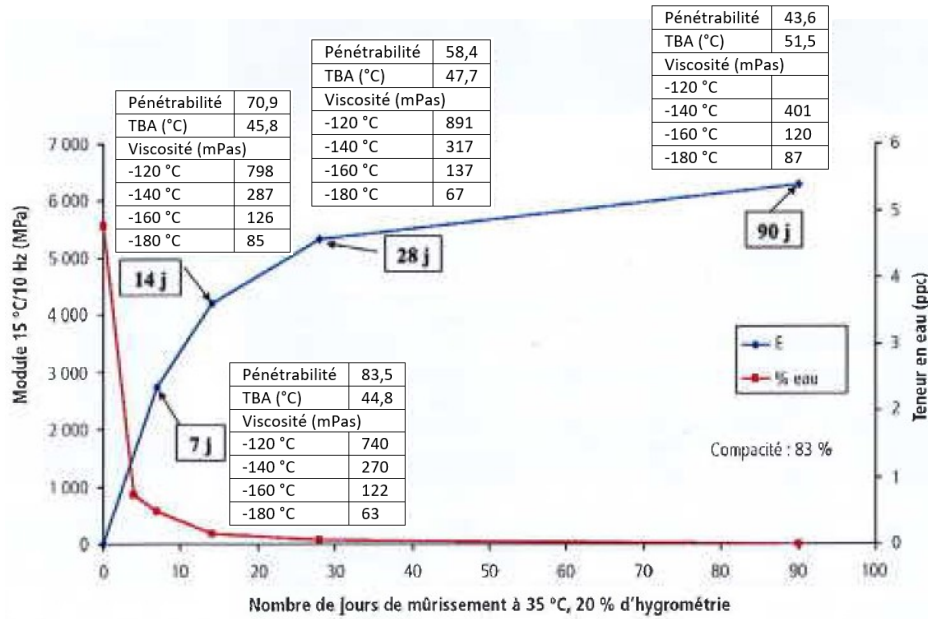


Figure 17 : Caractéristiques de l'enrobé et du liant en fonction du nombre de jours de mûrissement (Serfass et al. 2010a). Essais en compression sinusoidale diamétrale.

Les propriétés mécaniques et rhéologiques d'un enrobé à l'émulsion sont extrêmement dépendantes de l'âge du matériau et donc des conditions de mûrissement puisque, comme expliqué plus haut, elles évoluent et s'améliorent en partie avec le départ de l'eau. Le mûrissement est opéré avec les conditions météorologiques du chantier *in situ*, ou en laboratoire dans le but d'être accéléré. Aujourd'hui, la procédure de laboratoire utilisée en France fixe des conditions à 35 °C et 20 %HR pendant 14 jours. Cette procédure accélérée est représentative d'un mûrissement sur site de 1 à 2 ans (CEREMA 2020), même si il est très difficile de faire mûrir en laboratoire autant qu'*in situ*.

IV. Paramètres principaux influençant le mûrissement des graves-émulsion

IV.1. La formulation

La rigidité des enrobés à l'émulsion est très dépendants de leur composition. Différentes équipes ont montré que les teneurs en eau et en vides influencent le matériau de manière significative.

IV.1.1. L'eau

L'eau en particulier pourrait avoir une part non négligeable dans l'évolution des contacts liant-granulat et donc le mûrissement.

En effet à cause du non chauffage du liant à l'enrobage, la présence d'eau confère à la GE un comportement inédit du point de vue des enrobés bitumineux. Le bitume peut plus ou moins adhérer au granulat à cause de l'eau déjà présente à la surface du granulat (au jeune âge et pendant le mûrissement, en temps pluvieux, etc...).

L'adhésion du bitume sur le granulat peut être étudiée et quantifiée en laboratoire par le mouillage entre le bitume et le granulat (Corté et Di Benedetto 2004a). Après déposition d'une goutte de bitume sur une surface plane de granulat, l'angle de contact θ formé par la goutte sur la surface (Figure 18)

traduit d'un plus ou moins bon mouillage et donc d'une plus ou moins bonne adhésion bitume/granulat. Un angle proche de 0° montre une adhésion forte tandis qu'un angle élevé met en évidence une adhésion faible et donc le risque d'un mauvais enrobage ou d'un démoillage aisé.

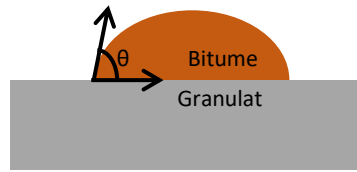


Figure 18 : Schéma de mesure de l'angle de contact du bitume sur une surface minérale (goutte posée).

Thermodynamiquement et hors présence d'eau, l'équilibre entre l'air, une goutte liquide (ici le bitume) et un solide lisse et poli (ici le granulat) est donné par l'équation de Young (« Angle de contact » 2020) :

$$0 = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} - \gamma_{LV} \cos \theta \quad (\text{Equation 4})$$

Avec γ_{SV} la tension superficielle de l'interface solide-vapeur (c'est-à-dire granulat-air), γ_{SL} la tension superficielle solide-liquide, γ_{LV} la tension superficielle liquide-vapeur (ici bitume-air) et θ l'angle de contact à l'équilibre.

Peut en être déduite la loi de Young-Dupré (« Loi de Young-Dupré » 2020):

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (\text{Equation 5})$$

(Corté et Di Benedetto 2004a) ont aussi donné :

$$\cos \theta_{SL} = -1 + \frac{2}{\sigma_L} \sqrt{\sigma_S^d \sigma_L^d} \quad (\text{Equation 6})$$

Avec, θ_{SL} l'angle de contact entre le liquide (bitume) et le solide (granulat), σ_L la tension superficielle du liquide (bitume), σ_S^d et σ_L^d respectivement les composantes dispersives de l'énergie de surface du solide (granulat) et du liquide (bitume).

Lorsque la goutte est trop grosse pour ne prendre en compte que les tensions de surfaces (effet de gravité non négligé), l'angle de contact dépend aussi de la viscosité du bitume et donc de la température environnante (Figure 19) (Khan, Redelius, et Kringos 2016).

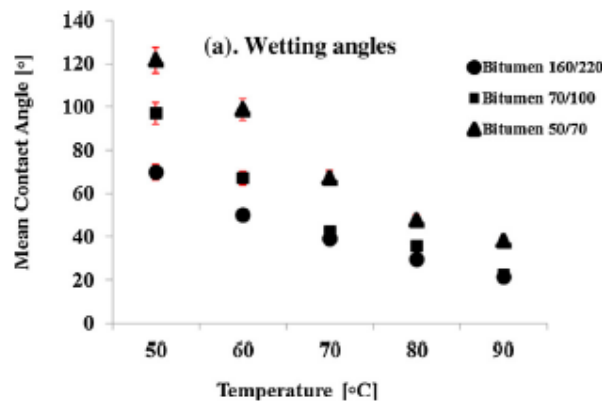


Figure 19 : Angle de contact à l'air en fonction de la température pour différents grades de bitumes déposée sur une lame de verre (Khan, Redelius, et Kringos 2016).



Figure 20 : a) Mouillage sans eau b) Exemple de mouillage avec les mêmes bitume et granulat en présence d'eau.

En pratique, la présence d'eau influence énormément ce mouillage, qui peut passer d'une bonne qualité (angle de contact proche de 0°) à l'air, à un risque de désenrobage à l'eau (Figure 20). Grâce aux travaux de Daïan (Daïan 2013), qui a étudié la thermodynamique des milieux poreux, il est possible d'assimiler le granulat (solide), l'eau ou la phase aqueuse (fluide mouillant) et le bitume (fluide non mouillant) à un milieu poreux (Figure 21).

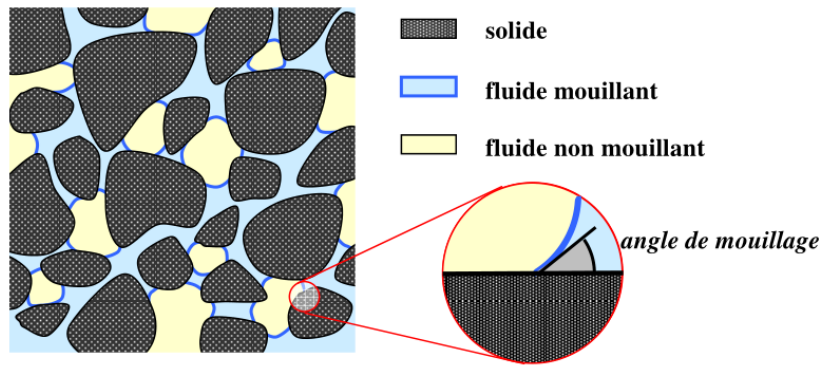


Figure 21 : Un espace poreux comportant deux phases fluides (Daïan 2013).

Dans ce cas, l'angle de contact peut être retrouvé par l'équation (Corté et Di Benedetto 2004a):

$$\sigma_{SE} = \sigma_{SL} + \sigma_{LE} \cos \theta_{SLE} \quad (\text{Equation 7})$$

Avec σ_{SE} la tension interfaciale solide/eau, σ_{SL} la tension interfaciale solide/liquide, σ_{LE} la tension interfaciale liquide/eau, θ_{SLE} l'angle de contact au point triple solide/liquide/eau.

Outre l'angle de contact, la qualité du mouillage peut être appréhendée par la vitesse de démouillage U , qui dépend de l'angle de contact et de la tension interfaciale liquide/eau mais aussi de la viscosité η du bitume (Corté et Di Benedetto 2004a):

$$U = 2^{-\frac{3}{2}} \theta_{SLE}^3 \frac{\sigma_{LE}}{\eta} \quad (\text{Equation 8})$$

La viscosité étant directement reliée à la température, une température élevée favorisera la vitesse de démouillage.

La cinétique de démouillage est associée à une constante de temps τ qui dépend de la viscosité du bitume (η) à T_e la température d'immersion, de la tension interfaciale bitume/eau (γ_{BE}) et de la surface initiale de la goutte de bitume anhydre $S(0)$ (Cantot 2019):

$$\tau = f\left(\frac{\eta \sqrt{S(0)}}{\gamma_{BE}}\right) \quad (\text{Equation 9})$$

La cinétique de démouillage dépend aussi du volume de la goutte de bitume (Figure 22) : le démouillage est plus lent quand le volume de la goutte augmente.

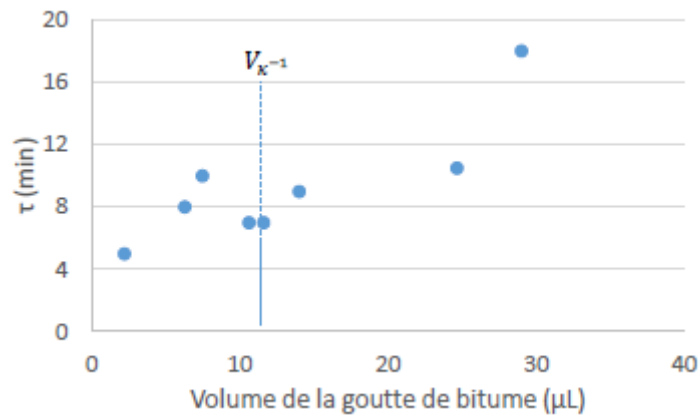


Figure 22 : Lien entre τ et le volume de la goutte de bitume déposée (Cantot 2019).

Pour Cantot (Cantot 2019), la température de l'eau a aussi un impact sur le démouillage. Les figures Figure 23-a et Figure 23-b montrent d'une part que le temps caractéristique τ diminue avec l'augmentation de la température (Figure 23-a) ; et d'autre part que le démouillage (représenté par une surface résiduelle de la goutte de bitume SRe) dépend de la température et du type de granulat utilisé (Figure 23-b).

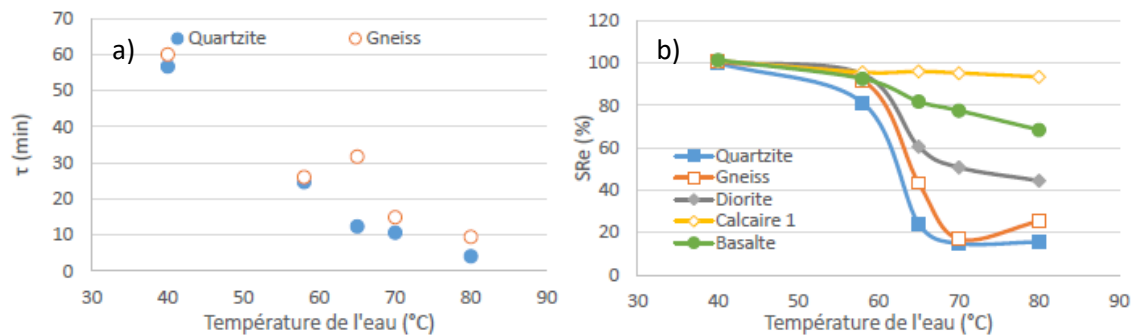


Figure 23 : a) temps associé à la cinétique de démouillage en fonction de la température de l'eau, b) SRe en fonction de la température de l'eau et du type de granulat (Cantot 2019).

Il est à noter que, d'après Ziyani (Ziyani 2013) qui a procédé à des essais de mouillabilité hors eau avec émulsions, la rugosité du substrat abaisse l'angle de mouillage, probablement à cause de la pénétration de l'émulsion dans les cavités de la surface par imprégnation et qu'un plateau et souvent remarqué au sommet des gouttes dû à l'évaporation de l'eau (Figure 24).

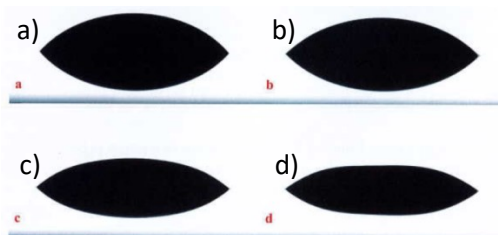


Figure 24 : Profils de mouillage à a) $t=0$ s, b) $t=35$ s, c) $t=350$ s, d) $t=600$ s (Ziyani 2013).

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

De plus pour des essais sur gneiss, diorite, calcaire et quartzite poli ou scié, les angles de mouillages sont compris entre 20° et 48°, ce qui montre un bon mouillage pour tous les types de granulats testés (Tableau 1).

Tableau 1 : Valeurs des angles de contacts pour différents types de granulats (Ziyani 2013).

	Gneiss		Diorite		Calcaire		Quartzite	
	Poli	Scié	Poli	Scié	Poli	Scié	Poli	Scié
E1	46,5 ± 2,4	39,0 ± 3,5	46,2 ± 2,1	40,9 ± 3,3	47,2 ± 6,5	32,3 ± 2,4	29,5 ± 4,0	36,6 ± 5,1
E2	45,0 ± 5,1	30,4 ± 2,0	47,7 ± 2,7	34,4 ± 3,9	29,6 ± 0,8	19,6 ± 2,8	28,7 ± 4,6	38,1 ± 3,4
E3	40,1 ± 0,9	35,0 ± 2,3	44,2 ± 1,5	43,2 ± 3,5	20,4 ± 2,5	33,4 ± 3,3	40,0 ± 2,7	42,3 ± 2,9

Il est important de noter que la teneur en eau a une influence non négligeable sur l'impact de la réponse en comportement du matériau lors du mûrissement. En effet Serfass *et al.* (Serfass et al. 2004) ont montré qu'au-delà de 2.5% en eau, la température de mûrissement a très peu d'effet sur le module de rigidité (Figure 25).

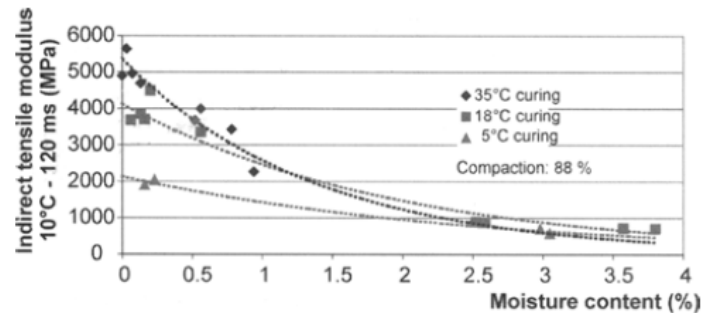


Figure 25 : Module en fonction du pourcentage en eau (Serfass et al. 2004). Essais en traction indirecte sur éprouvettes cylindriques.

IV.1.2. La teneur en vides

Tout d'abord, comparativement aux enrobés à chaud, les enrobés à froid comportent des vides de taille réduite (entre 1 et 15 850 μm^2 en majorité pour les enrobés à froid et majoritairement de 100 000 à 630 960 μm^2 pour les enrobés à chaud) (Serfass et al. 2010b) (Figure 26 et Figure 27).

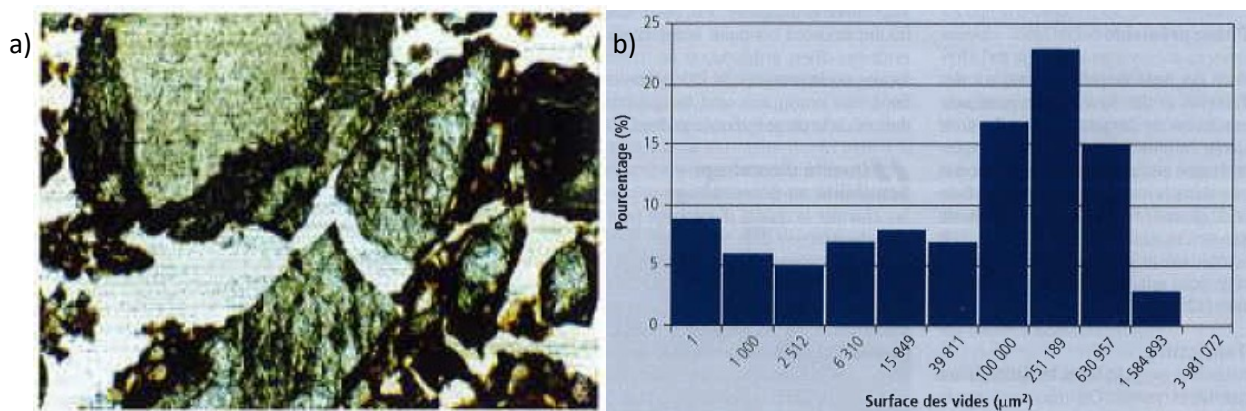


Figure 26 : a) Lame mince d'un béton bitumineux à chaud, b) Pourcentage des vides d'un béton bitumineux à chaud (Serfass et al. 2010b).

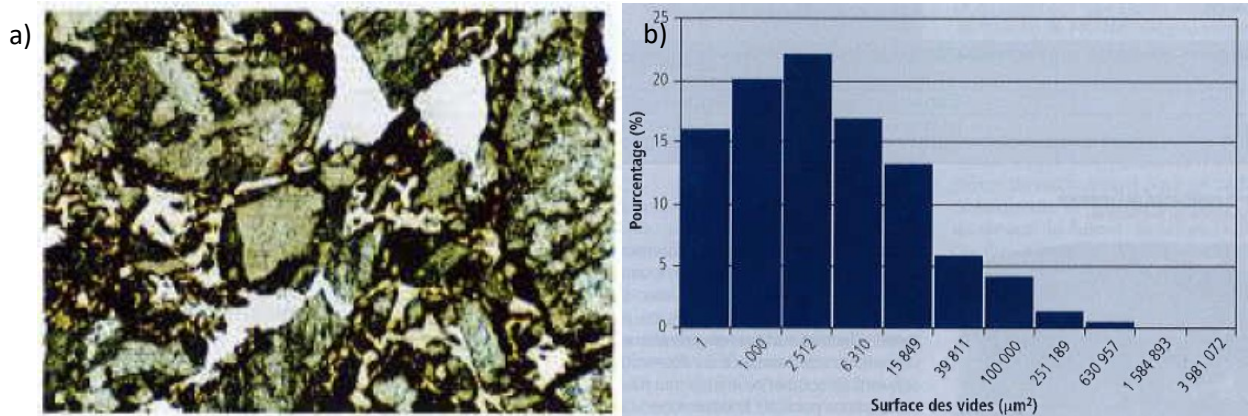


Figure 27 : a) Lame mince d'un béton bitumineux à froid, b) Pourcentage des vides d'un béton bitumineux à froid (Serfass et al. 2010b).

Delfosse *et al.* (Delfosse et al. 2018) (Figure 28-a) a pu comparer des éprouvettes mûries à 35 °C et 20% d'humidité avec différents pourcentages de vides pour des échantillons prélevés sur chantier. Les résultats obtenus montrent qu'un pourcentage de vide moins important augmente le module de rigidité du mélange. Par exemple, le module atteint au bout de 80 jours pour un enrobé à 15.6% en vides est d'environ 3000 MPa, alors qu'il est d'environ 2000 MPa pour un enrobé à 21.4% en vides.

Cette tendance est confirmée par Serfass *et al.* (Serfass et al. 2004) (Figure 28-b).

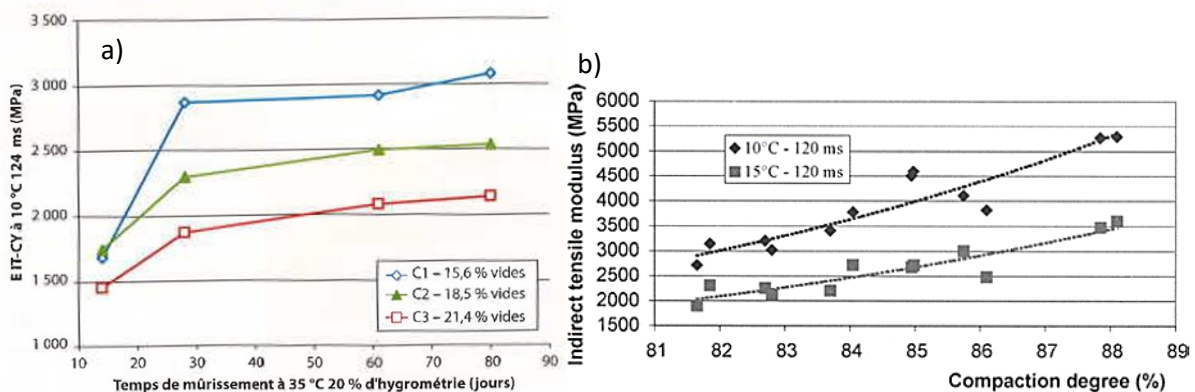


Figure 28 : a) Modules de rigidités obtenus en laboratoire (Delfosse et al. 2018). Essais de module en compression diamétrale à 10 °C 124 ms sur éprouvettes de diamètre 120 mm et 70 mm de hauteur, b) Module en fonction du degré de compaction, d'après Serfass et al. (Serfass et al. 2004). Essais en traction indirecte sur éprouvettes cylindriques.

IV.2. Les conditions climatiques

Comme exprimé dans la problématique en introduction générale, la présence d'eau sous forme d'émulsion permet une bonne maniabilité pour la mise en œuvre sans chauffer, mais la rigidification une fois l'émulsion rompue peut être lente selon la formulation de l'émulsion et la nature des granulats utilisés ; et elle dépend des conditions extérieures qui vont influencer sur le départ de l'eau par séchage.

IV.2.1. Sur le terrain : météorologie

La Figure 29 montre l'influence saisonnière sur le module de rigidité d'une GE sur chantier issu de rétro-calculs effectués à partir de mesures de bassins de déflexion (obtenus par Falling Weight Deflectometer). Après la période « été » le module augmente significativement alors qu'il stagne voire diminue après la saison « hiver ». Il peut être intéressant de se demander ici si cette particularité saisonnière n'est pas liée au sol plutôt qu'à l'effet des conditions météorologiques sur le mélange.

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Serfass (Serfass et al. 2010a) a aussi montré que l'évolution chantier d'une grave-émulsion est plutôt liée au nombre d'étés qu'elle subit, les périodes froides ne semblant pas avoir d'incidence sur le matériau.

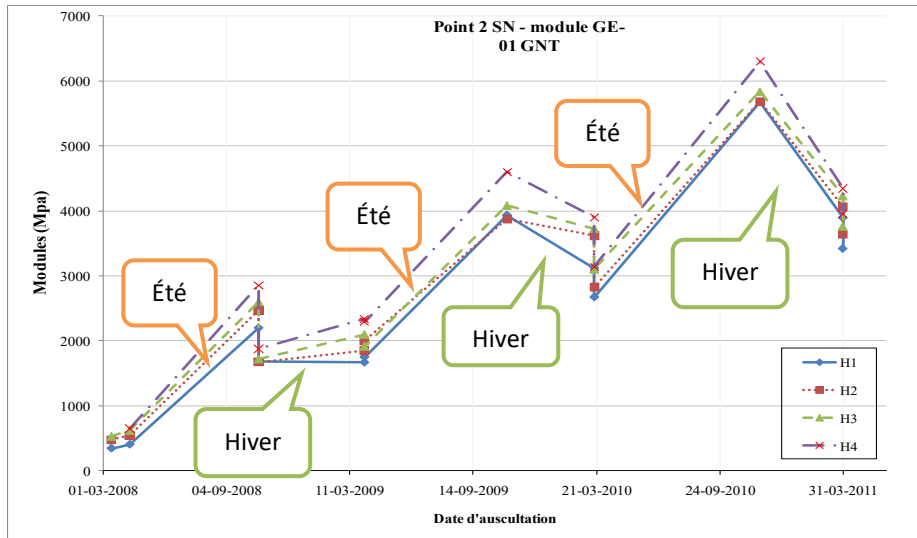


Figure 29 : Module de rigidité en fonction de la période de l'année (Wendling et al. 2013).

L'équipe de Doyle *et al.* (Doyle et al. 2013) a pu calculer des modules de rigidités théoriques sur une période de 20 ans (de 1990, 1999 et 2009) à Dublin après un mois (Figure 30-a). De forts écarts de modules sont observés en fonction des saisons (en plein hiver il atteint environ 600 MPa et en été environ 1000 MPa). Ils ont aussi appliqué les mêmes calculs à différentes zones du globe et ont pu tracer la Figure 30-b, qui montre que dans les zones plus chaudes, le module de rigidité augmente plus rapidement.

Le comportement mécanique des mélanges à froid est donc fortement lié aux conditions de température au cours de leur mûrissement et de leur vie.

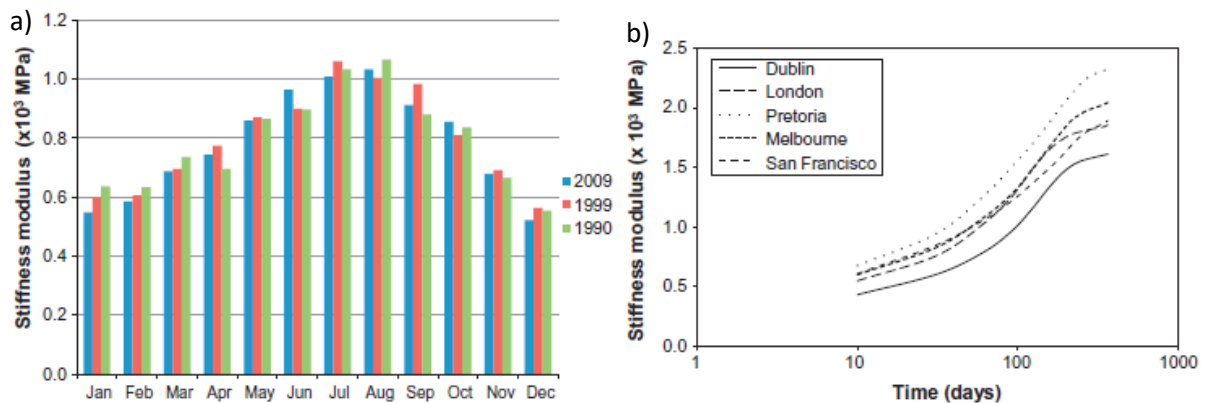


Figure 30 : a) Module de rigidité en fonction de la période de l'année au bout d'un mois (Doyle et al. 2013), b) Module de rigidité en fonction du temps, pour différentes zones géographiques (Doyle et al. 2013).

IV.2.2. En laboratoire : température et hygrométrie

En laboratoire il semble être plus aisé d'étudier le comportement des mélanges car les conditions extérieures peuvent être contrôlées.

Lambert (Lambert 2018) a effectué des essais de module œdométrique à différents temps de mûrissement, sur un mélange granulat 0/14 et émulsion 60/40 et pour différentes conditions de mûrissement (température de 15 à 35 °C et hygrométrie de 20 à 70 %HR). La Figure 31 présente les résultats de module œdométrique obtenus avec des essais réalisés à 20 °C, 10 Hz et 9 kN.

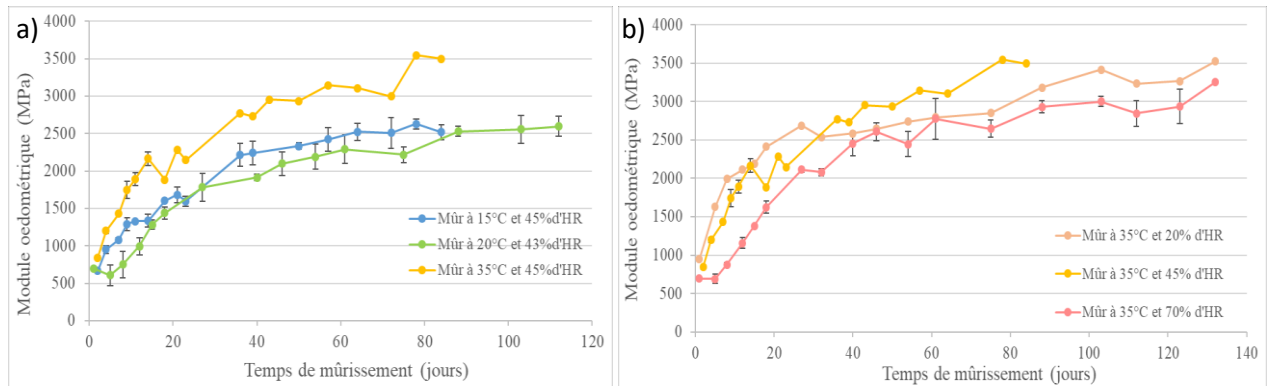


Figure 31 : Module œdométrique en fonction du temps de mûrissement, a) pour différentes températures de mûrissement, b) pour différentes hygrométries (Lambert 2018). Eprouvettes cylindriques de diamètre 120 mm et hauteur 60 mm.

La méthode de mesure du module œdométrique utilisée dans la thèse est très semblable à celle mise en place par (Lambert 2018; Lambert et al. 2018). Les détails de la méthode utilisée dans la thèse sont donnés en Chapitre 2.

Le module œdométrique augmente avec la température et le temps de mûrissement (Figure 31-a), plus rapidement aux temps courts puis tend à se stabiliser. Il est important de noter que la valeur finale du module et donc les propriétés mécaniques finales du matériau sont largement influencées par la température de mûrissement : un mûrissement à 15 °C conduira aux temps longs à des performances moindres (ici 2500 MPa) par rapport à celles d'un matériau mûri à une température plus élevée (ici 35 °C maximum et 3500 MPa). Concernant l'hygrométrie (Figure 31-b), elle semble freiner le gain de rigidité mais pas la valeur finale durant la période de mûrissement étudiée (environ 120 jours).

Doyle *et al.* (Doyle et al. 2013) ont mesuré le module de rigidité d'échantillons mûris à 20, 40 et 60 °C (Figure 32) et ont aussi montré que ce module augmente avec la température de mûrissement. Un mûrissement à 40 °C doublant environ les valeurs de modules (3000 MPa au bout de 100 jours) par rapport à un mûrissement à 20 °C (environ 1500 MPa en 100 jours).

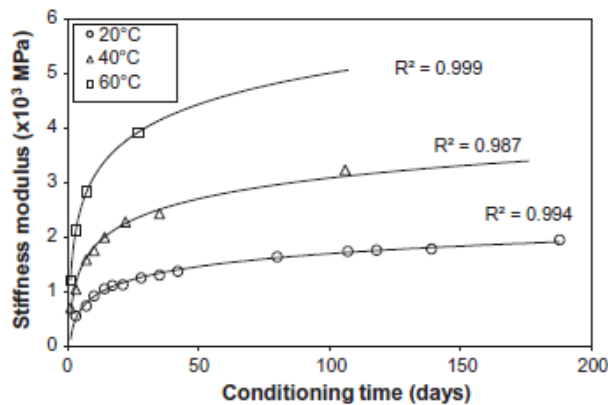


Figure 32 : Module de rigidité en fonction du temps pour différentes températures de conditionnement (Doyle et al. 2013). Essais de traction indirecte sur éprouvettes de diamètre 150 mm, à 20 °C.

La température d'essai influence aussi les résultats. Lambert (Lambert 2018) a montré qu'elle influence le module œdométrique (Figure 33). Le module diminue avec l'augmentation de la température d'essai. De plus au jeune âge (premiers jours) il est très peu influencé car le comportement du matériau se rapproche d'une grave non traitée. Il est de plus en plus impacté au fur et à mesure du mûrissement, ce qui traduit l'augmentation de l'influence du liant dans le matériau.

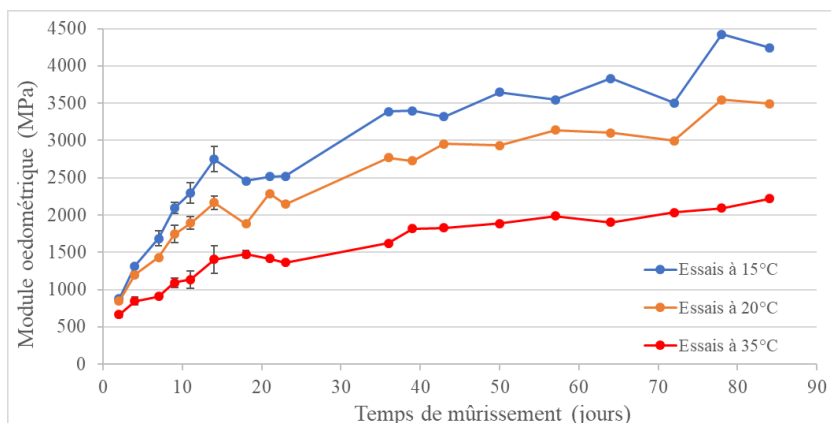


Figure 33 : Module œdométrique en fonction du temps de mûrissement pour différentes températures d'essais, mûri à 35 °C et 45% HR (Lambert 2018). Essais à 10 Hz et 9 kN sur éprouvettes cylindriques 120x60 mm.

Finalement, ces études montrent que d'un chantier ou d'un laboratoire à l'autre, les modules de rigidité obtenus au bout d'une même période seront probablement différents, à cause de différents paramètres comme la formulation du mélange (sa teneur en eau initiale, son pourcentage de vide), la période de l'année à laquelle le chantier est mis en œuvre, ou encore la zone géographique du chantier. Il faudra alors prendre tous ces paramètres en compte pour être en mesure de prévoir le comportement d'une GE.

Aucune investigation n'a, à la connaissance des différents acteurs de ce projet de thèse, été faite sur l'influence de la succession de saisons différentes sur le mûrissement des grave-émulsions « simple » (c'est-à-dire sans composés supplémentaires comme des recyclés ou du ciment) et leurs performances optimales. C'est un des axes sur lesquels se penchent ces travaux.

V. Mécanismes impliqués dans le mûrissement du mélange bitumineux

De nombreux mécanismes entrent certainement en jeu dans le mûrissement d'un mélange de GE. Ces mécanismes sont néanmoins très peu connus, compliqués à étudier et la littérature s'est en majorité penchée sur l'évolution du liant au cours du mûrissement. En effet, les équipes ayant étudié les mécanismes régissant l'évolution du comportement de la grave-émulsion en ont extrait le liant pour caractériser le mûrissement. De manière générale, le liant est extrait de l'enrobé grâce à un solvant (souvent chloré), qui est ensuite séparé du liant par distillation. La procédure complète utilisée pour ce travail de thèse est détaillée en Chapitre 2.

Le mûrissement d'une GE à l'échelle du liant se traduit par une évolution des propriétés rhéologiques du mélange qui se traduit par une rigidification et une oxydation du liant. Ces signes correspondent à un vieillissement du liant.

V.1. Evolution de la rhéologie du liant

Le module complexe d'un bitume réagit à son type de vieillissement. Poulikakos *et al.* (Poulikakos et al. 2016) ont pu montrer que le module d'un bitume non vieilli est moins élevé que celui d'un bitume vieilli en laboratoire à 123 ou 163 °C pendant 75 min (RTFOT, NF EN 12607-1) d'une part et vieillis après RTFOT sous une pression de 2.1 MPa et à haute température (PAV, NF EN 14769) d'autre part, et que plus la température de vieillissement choisie est élevée, plus le module, et donc la rigidité, sont élevés (Figure 34-a).

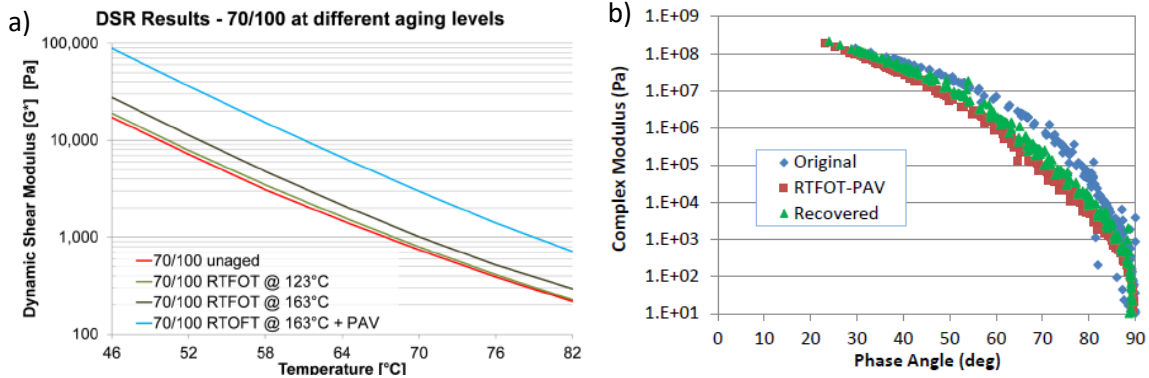


Figure 34 : Module complexe d'un bitume 70/100 pour différents types de vieillissement en laboratoire (Poulikakos et al. 2016).

De plus, la même équipe (Poulikakos et al. 2016) a tracé le diagramme de Black de bitumes « non traité », après RTFOT+PAV et récupéré sur le terrain après 4 ans (enrobé à chaud) (Figure 34-b).

A même module complexe, l'angle de phase diminue avec le vieillissement, ce qui montre un gain d'élasticité. Le fait que l'angle soit plus faible pour l'essai RTFOT+PAV montre que les essais réalisés en laboratoire sont plus sévères que les conditions réelles sur le terrain. L'équipe note cependant que l'enrobé prélevé sur le terrain est plus dense que les autres (donc moins vieilli à cœur), ce qui peut fausser les résultats.

Ces deux évolutions –augmentation du module complexe et diminution de l'angle- peuvent être résumées sur l'espace de Black. En effet, le chemin A (« Path A ») sur la Figure 35 exprime un durcissement du matériau (Gauthier et al. 2010).

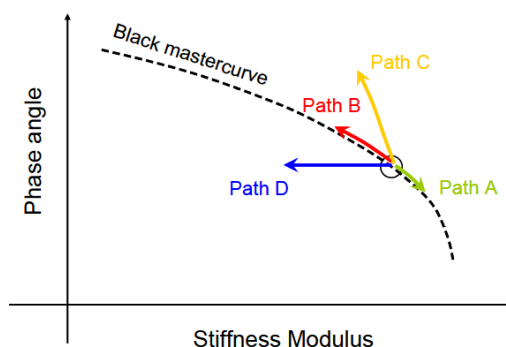


Figure 35 : schématisation des modifications du module complexe dans l'espace de Black (Gauthier et al. 2010).

Dans l'espace de Cole-Cole (Figure 36) il a aussi été montré que la courbe de Cole-Cole « s'écrase » (à un même module G' , module G'' plus faible pour le liant vieilli que pour un le liant non vieilli) avec le vieillissement du bitume (Ferrotti et al. 2018).

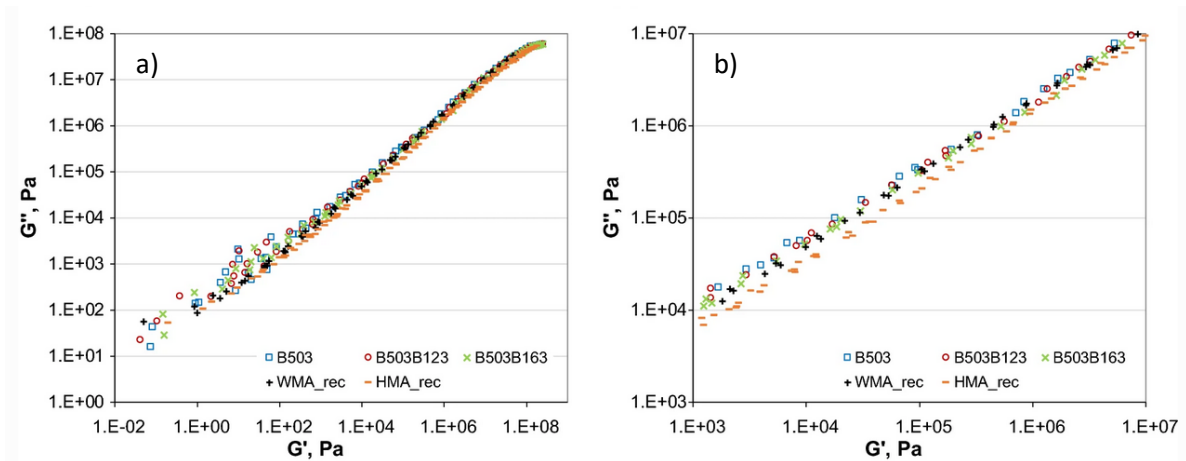


Figure 36 : Comparaison des courbes de Cole-Cole de liants vieillis en laboratoires et de liants extraits d'enrobés tièdes et à chaud (Ferrotti et al. 2018). A) Courbe de Cole-Cole, b) Zoom sur la courbe de Cole-Cole. B503 bitume de base, B503B123 bitume vieilli par RTFOT à 163 °C puis 123 °C, B503B163 bitume vieilli par RTFOT à 163 °C, WMA_rec bitume extrait d'un échantillon d'enrobé tiède après refroidissement de l'enrobé, HMA_rec bitume extrait d'un échantillon d'enrobé à chaud après refroidissement de l'enrobé.

Une augmentation du module du liant (presque 10 MPa) a aussi été observée sur des liants extraits d'une GE chantier (Figure 37) (Serfass et al. 2017).

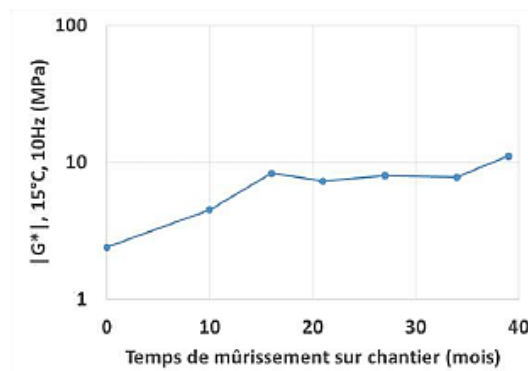


Figure 37 : Module de cisaillement de liants extrait de GE chantier en fonction du temps de mûrissement (Serfass et al. 2017).

La rigidification du liant avec le temps peut aussi être illustrée avec l'évolution du module de cisaillement en fonction de la fréquence (Figure 38).

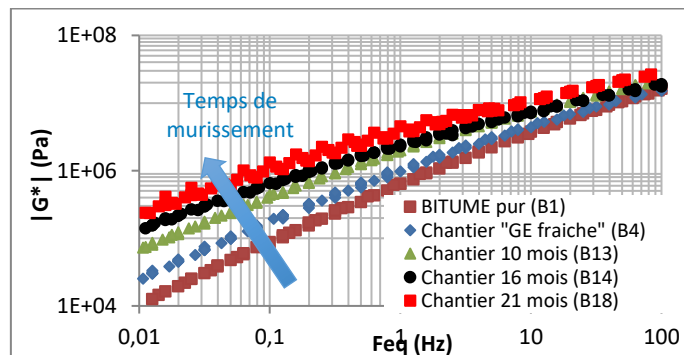


Figure 38 : Rigidification du liant extrait de GE à différents temps de mûrissement, module de cisaillement en fonction de la fréquence (« Des infrastructures indispensables, innovantes et engagées pour la transition énergétique » 14-15 juin).

Béghin *et al.* (Béghin et al. 2012) ont comparé les pénétrabilités et TBA obtenues de bitumes extraits d'échantillons *in situ* de GE et au cours du mûrissement en laboratoire sous 35 °C et 20% d'humidité (Figure 39).

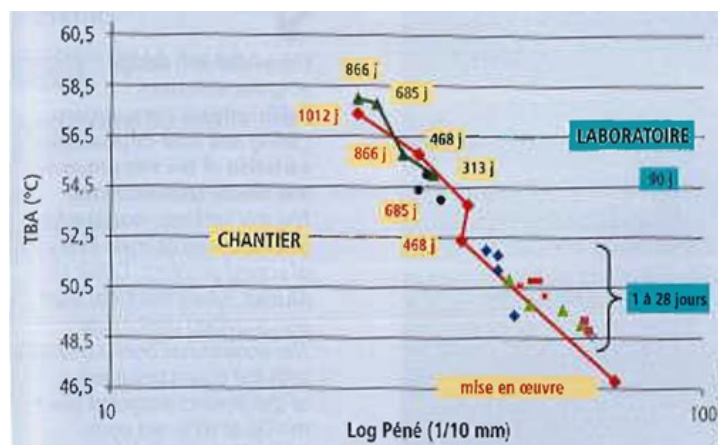


Figure 39 : TBA en fonction du logarithme de la pénétrabilité pour des échantillons issus du chantier et du laboratoire (Béghin et al. 2012).

La pénétrabilité diminue et la TBA augmente avec le temps, ce qui montre une rigidification du liant. Il est de plus observé une équivalence laboratoire-chantier et, par exemple, un mûrissement d'environ 28 jours en laboratoire correspond à 468 jours sur chantier pour cette expérimentation.

Triquigneaux *et al.* (Triquigneaux et al. 2012) ont effectué des essais de pénétrabilité et TBA pour différentes méthodes de mûrissement sur une GE comportant un bitume de grade 70/100:

- Un mûrissement normalisé à 18 °C et 50% d'humidité relative (HR) pendant 14 jours,
- Un mûrissement accéléré à 35 °C et 20% HR pendant 14 jours,
- Un mûrissement accéléré à 35 °C et 20% HR pendant 7 jours puis à 50 °C pendant 7 jours supplémentaires.

Concernant les liants, en sachant que le liant non mûri possède une pénétrabilité à 25 °C de 83 1/10^e mm et une température Bille et Anneau (TBA) de 46 °C (classe de 70/100), le liant issu du mûrissement normalisé conserve la même classe que celle de départ (pénétrabilité de environ 77 1/10^e mm et température bille et anneau de environ 47 °C). Celui issu du mûrissement accéléré en 14 jours à 35 °C et 20 %HR a considérablement évolué jusqu'à obtenir un grade 35/50 (pénétrabilité de 44 1/10^e mm et température bille et anneau de 54 °C). Finalement celui mûri en 7 à 35 °C puis 7 jours à 50 °C a une incidence semblable au mûrissement accéléré de 14 jours à 35 °C et 20 %HR (pénétrabilité de 41 1/10^e mm et température bille et anneau de 54.6 °C).

En comparaison, la même équipe a extrait les liants d'échantillons obtenus *in situ* au bout de différentes périodes. En retenant la température bille et anneau qui est facilement reproductible comme indicateur, le liant issu de matériau *in situ* correspond à un grade 35/50 au bout de 10 mois (55 °C) et le conserve jusqu'à 29 mois (58 °C).

V.2. Degré d'oxydation du liant

Les paramètres les plus faciles à étudier et les plus répandus pour évaluer le degré d'oxydation d'un bitume sont les indices CO et SO. Ils représentent la création de liaisons carbonyles (C=O) et sulfoxydes (S=O) dans le bitume avec le temps et sont mesurés par infra-rouge (IRTF). Le calcul de ces indices pour la thèse est expliqué en Chapitre 2 (partie I.2.2.).

Lamontagne *et al.* (Lamontagne et al. 2001) ont étudié ces indices sur des bitumes et des liants extraits à partir de trois enrobés à chaud (référéncés E, S et T), Figure 40.

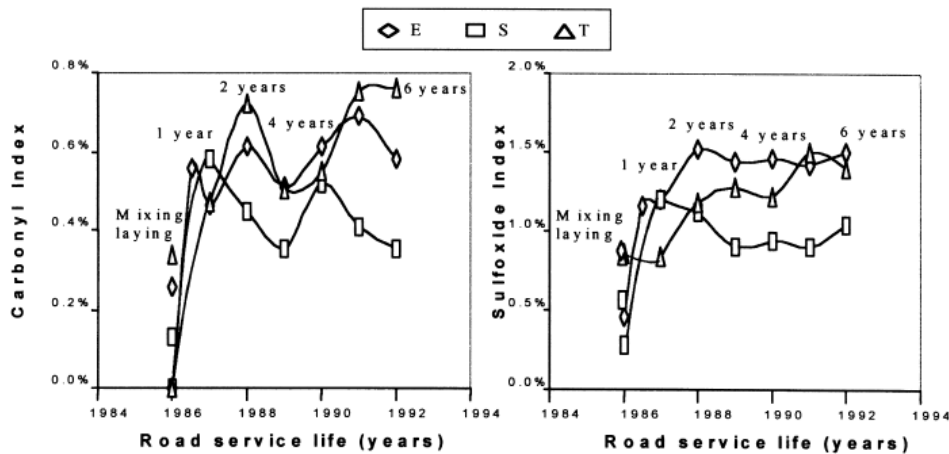


Figure 40 : Evolution des indices d'oxydation de bitumes en fonction du temps (Lamontagne et al. 2001).

Il est montré ici que les deux indices augmentent avec le temps de service de la chaussée. L'indice Sulfoxyde atteint à terme une valeur plus élevée que l'indice Carbonyle. Les deux indices se stabilisent ensuite au bout d'environ 2 ans. Cette différence de cinétique d'évolution est justifiée par le fait que les liaisons sulfoxydes sont créées plus rapidement (plus forte réactivité) que les liaisons carbonyles (« A Review of the Fundamentals of Asphalt Oxidation » 2009).

L'équipe de Poulikakos *et al.* (Poulikakos et al. 2016) a étudié l'incidence des traitements RTFOT et PAV sur les indices C=O et S=O d'un même bitume (Figure 41).

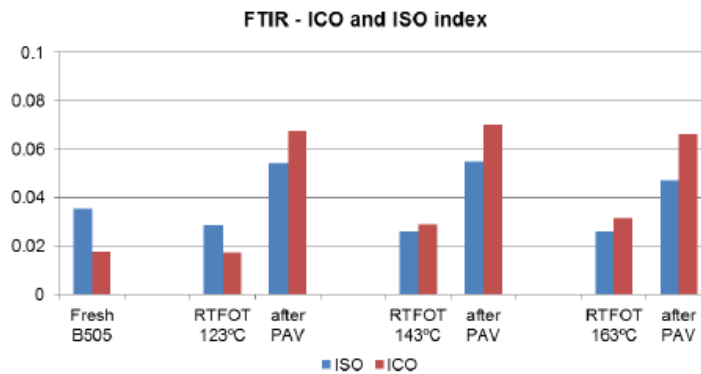


Figure 41 : Indices Carbonyle et Sulfoxyde pour différents vieillissements (Poulikakos et al. 2016).

Le traitement RTFOT a très peu d'influence sur l'oxydation du bitume, les ordres de grandeur des indices sont les mêmes avant et après RTFOT (entre 0.02 et 0.04 pour l'indice SO, et entre 0.01 et 0.03 pour l'indice CO). Cependant, un vieillissement de type PAV a pour conséquence une augmentation des deux indices dans le bitume et ce, qu'il ait auparavant subi un traitement RTFOT ou pas.

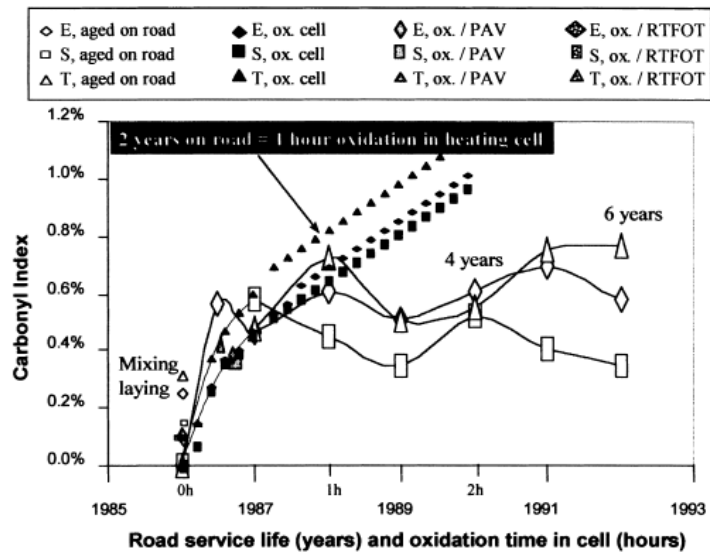


Figure 42 : Indice Carbonyl pour différents types de vieillissements (Lamontagne et al. 2001).

Lamontagne *et al.* (Lamontagne et al. 2001) ont aussi comparé différents types de vieillissement (sur route –toujours enrobé à chaud-, oxydation en cellule chauffée à 163 °C, PAV et RTFOT) et leur impact sur l'indice Carbonyl (Figure 42). Au bout de 2 h, les indices des essais laboratoires en cellule chauffée atteignent environ 1% alors que les essais sur route finissent par se stabiliser à une valeur de 0.8%. Les données finissent par se stabiliser sur chantier, et pas en laboratoire. D'après cet indice, un vieillissement en cellule de 1 h correspond à un vieillissement sur route de 2 ans. Un vieillissement en RTFOT n'induit presque pas de changement et un vieillissement PAV correspond à 25 min en cellule chauffée.

V.3. Fraction cristallisable dans le liant

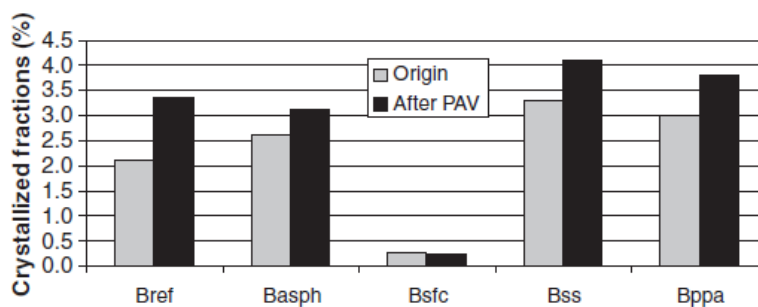


Figure 43 : Fraction cristallisable de bitumes avant et après vieillissement PAV (Le Guern et al. 2010). Bref : bitume standard de référence, Basph : bitume contenant plus d'asphaltes que Bref, Bsfc : bitume avec une fraction cristallisable proche de 0, Bss : bitume semi-soufflé, Bppa : bitume modifié par l'ajout de 1.5% d'acide polyphosphorique.

La fraction cristallisable, teneur en paraffines cristallisables dans le bitume (Lesueur, Planche, et Dumas 2000), peut être mesurée en analyse calorimétrique. Sa proportion est très faible dans le bitume (de l'ordre de quelques pourcents maximum (Chailloux et Hammoum 2014)). La procédure utilisée est détaillée dans le Chapitre 2.

Il a finalement été montré que la teneur en fraction cristallisable augmente avec le vieillissement du bitume sous PAV (Le Guern et al. 2010) (Figure 43).

La littérature scientifique manque encore de données sur l'évolution des différentes caractéristiques de liants extraits d'enrobés mis en œuvre à froid ainsi que sur les autres phénomènes ayant cours dans le matériau pendant le mûrissement. Il serait aussi intéressant de pouvoir comparer plus profondément les comportements du liant et du mélange dans le temps.

VI. Procédures de mûrissement en laboratoire

Plusieurs équipes étudiant les enrobés à froid ont comparé différentes conditions de mûrissement en laboratoire, en tentant de donner des équivalences entre elles.

Kishore Kumar *et al.* (Kishore Kumar et al. 2008) ont quant à eux comparé les modules de rigidité d'échantillons comportant des matériaux recyclés mûris à température ambiante (25-30 °C) et à 60 °C (Figure 44) et ont conclu qu'un matériau mûri à température ambiante pendant 28 jours peut correspondre à un matériau mûri à 60 °C pendant 48 h.

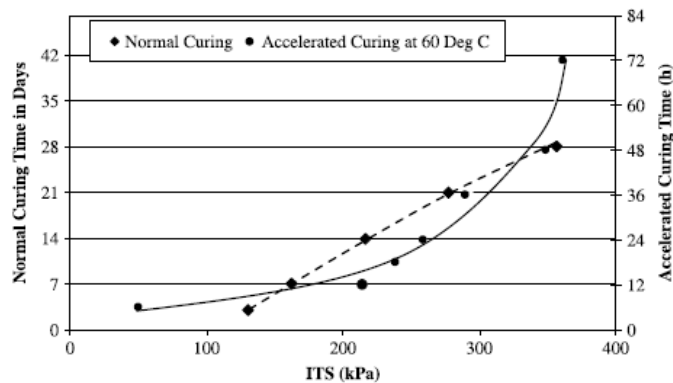


Figure 44 : Comparaison des modules de rigidité pour 2 types de mûrissement (Kishore Kumar et al. 2008). Essais en traction indirecte.

Béghin *et al.* (Béghin et al. 2012) ont aussi comparé le module complexe et l'angle de phase à différentes conditions de mûrissements (35 °C et 20% d'humidité tout le long de l'essai, et 35 °C et 20% d'humidité pendant 7 jours suivi de 50 °C et 20 % d'humidité pendant 7 jours). La Figure 45 présente ces résultats avec le module complexe et l'angle de phase en fonction de l'âge des essais pour les deux mûrissements.

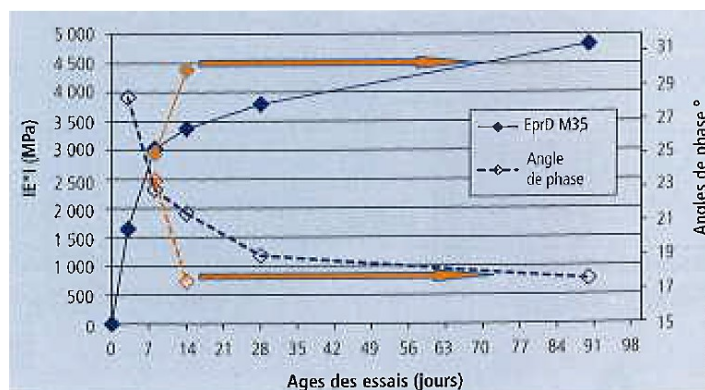


Figure 45 : Angles de phase et modules complexes pour 2 types de mûrissement (Béghin et al. 2012). Module complexe en compression uniaxiale sur éprouvettes cylindriques.

Le module complexe est souvent mis en parallèle avec l'angle de phase, qui donne une idée du déphasage de la réponse en chargement. D'après Carter et Perraton (Carter et Perraton 2002), un

angle de phase proche de 90° traduira un comportement visqueux tandis qu'un angle proche de 0° montrera un comportement élastique.

A 7 jours les comportements sont similaires (points bleus et jaunes à 7 jours, Figure 45) puisque les mûrissements sont similaires. Le mûrissement en deux fois 7 jours engendre, au bout des 14 jours, un module d'environ 4500 MPa et un angle de phase d'environ 18° (courbes jaunes), ce qui correspond à un matériau mûri à 35 °C et 20% d'humidité pendant environ 70 jours (courbes bleues). Les 7 jours de mûrissement à 50 °C augmentent donc plus rapidement la rigidité qu'à 35 °C.

VII. Comparaisons laboratoire-chantier

Pour simplifier l'étude des graves-émulsion, il est nécessaire de pouvoir procéder à des mûrissements en laboratoire et de les relier à des mûrissements *in situ*. Les équipes présentées dans cette partie proposent différentes comparaisons laboratoire-chantier.

Béghin *et al.* (Béghin et al. 2012) a comparé les modules de rigidité d'échantillons mûris en laboratoire et *in situ* (Figure 46) ayant des pourcentages de vide similaires. Les modules obtenus en laboratoire et sur chantier suivent la même tendance : à une trentaine de jours les modules des échantillons laboratoire sont proches des modules des échantillons prélevés sur site à 300 jours voire 1 an (3000 MPa) et ceux des échantillons laboratoire à partir de 90 jours correspondent à ceux des échantillons chantier au 3ème été (environ 850 jours, environ 4500 MPa).

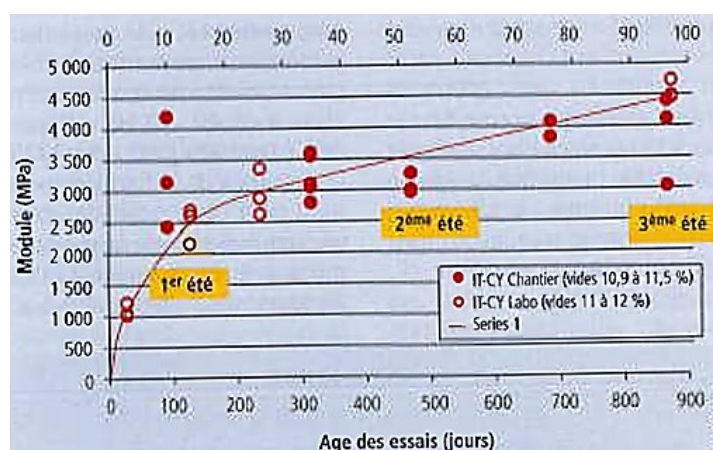


Figure 46 : Comparaison des modules de rigidité laboratoire et chantier (Béghin et al. 2012). Module en traction indirecte sur éprouvettes cylindriques.

Béghin *et al.* (Béghin et al. 2012) ont étudié et comparé les propriétés (dont le module de rigidité) d'une GE d'une part mûrie en laboratoire sous 35 °C, 20% d'humidité pendant 14 jours et *in situ* d'autre part. La Figure 47 présente les données obtenues par l'équipe pour différents essais de modules de rigidité à différents âges du matériau *in situ*, et sur le matériau mûri en laboratoire.

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

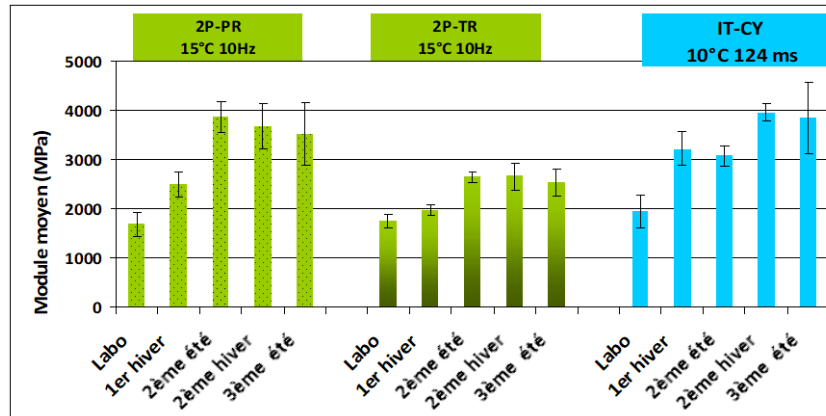


Figure 47 : Modules de rigidité obtenus en laboratoire et sur chantier pour différents types d'essais (2PB-PR flexion 2 points sur éprouvette prismatique, 2PB-TR flexion 2 points sur éprouvette trapézoïdale, IT-CY traction indirecte sur éprouvette cylindrique) (Béghin et al. 2012; Gaudefroy 2015).

Les modules des échantillons récupérés sur chantier tendent à augmenter avec le temps, puis semblent se stabiliser au bout du 2ème été environ. Les modules des échantillons mûris en laboratoire restent plus faibles que ceux obtenus sur chantier. Ceci peut être en partie expliqué par les teneurs en vides, qui restent légèrement plus élevée pour les échantillons laboratoires (16-20%) que pour les échantillons chantier (12-14%) et par les formes des éprouvettes laboratoires, qui comportaient un rapport S/V (surface exposée à l'air/volume) ne favorisant pas le mûrissement. En effet pour un mûrissement optimal, il est nécessaire d'avoir une bonne convection entre l'échantillon et l'air pour aider le séchage et donc une surface exposée à l'air élevée. Plus le rapport S/V est élevé, meilleur sera le mûrissement. Il faut de plus noter que les valeurs obtenues pour les essais de flexion 2 points sur éprouvettes trapézoïdales sont plus faibles que pour les autres essais, cela est expliqué par l'endommagement lors du sciage des éprouvettes.

Pour Serfass et al. (Serfass et al. 2004), un mûrissement à 35 °C et 20% d'humidité relative pendant 14 jours correspond à un mûrissement *in situ* de 1 à 3 ans sous un climat tempéré. Récemment, dans le guide de l'IDRRIM (CEREMA 2020), ce mûrissement a été réévalué équivalent à une période de 1 à 2 étés.

Ensuite, d'après Delfosse et al. (Delfosse et al. 2018), un module d'environ 3000 MPa sur chantier (Figure 48) obtenu au bout de 24 mois correspond à un vieillissement en laboratoire de 28 jours pour un matériau à environ 15% de vide (voir Figure 28-a).

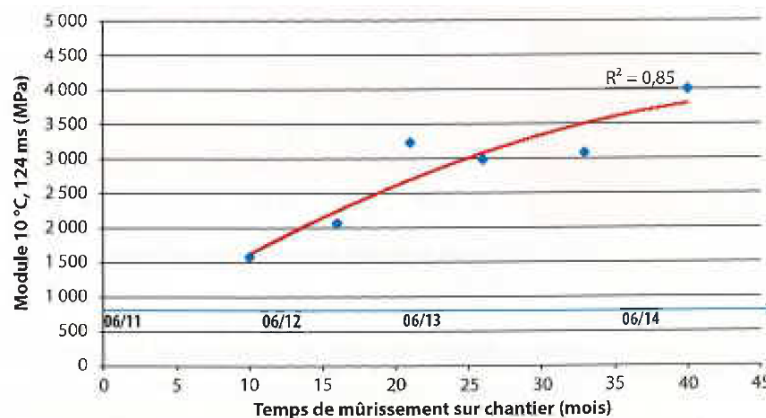


Figure 48 : Module de rigidité obtenu sur chantier (Delfosse et al. 2018). Module en compression diamétrale, éprouvettes cylindriques.

Concernant l'orniérage, Carbonneau *et al.* (Carbonneau *et al.* 2012) ont testé différentes conditions de mûrissement et ont comparé les résultats de GE mûries en laboratoire avec ceux d'une GE mise en place sur route. Une GE mûrie à 18 °C et 50% HR pendant 14 jours comporte des profondeurs d'ornièrerie similaires à une autre mûrie à 35°C et 20% HR pendant 14 jours (à 30 000 cycles, respectivement 6.7, et 6.2-6.5%) avec un pourcentage de vide légèrement meilleur pour le mûrissement à 35 °C (16.4-17.7% contre 19.2% pour le mûrissement à 18°C). Il est important de noter que le matériau du chantier n'a pas subi d'orniérage.

VIII. Éléments pour la modélisation du comportement des enrobés à froid : module de rigidité, aspects évolutifs

VIII.1. Modélisations en liaison avec le comportement des grave-émulsions (sans ajouts)

Le comportement fortement évolutif des enrobés à froid rend leur modélisation plus complexe que celle des enrobés à chaud. Comme relevé par (Lambert 2018), au très jeune âge ils sont plutôt comparables à des matériaux non liés (type graves non traitées). Leur rigidité augmente avec le temps et leur comportement mécanique se rapproche petit à petit de celui des enrobés à chaud.

Relativement peu de travaux portent sur ce sujet dans la littérature, notamment dans le cas des GE « pures » sans ajout de ciment, peu utilisées dans le monde hormis la France.

Plusieurs équipes de recherche ont toutefois émis des modèles contribuant à la prédiction du comportement des enrobés à froid sans ajouts. Peuvent être cités dans les travaux récents :

- Alade *et al.* (Alade *et al.* 2016) concernant la modélisation du comportement rhéologique des émulsions de bitume pour GE
- Lambert *et al.* (Lambert 2018; Lambert *et al.* 2018) pour la relation entre déformations et contraintes dans les enrobés à froid, sur la base d'un modèle assurant un lien continu entre rhéologie de matériau non lié et rhéologie d'enrobés à chaud à travers un paramètre de viscosité évolutif (voir ci-dessous)
- Doyle *et al.* (Doyle *et al.* 2013) pour la prédiction de la maturité des enrobés à froid la détermination du module à partir de celle-ci et d'une relation expérimentale reliant maturité/module ;
- Shanbara *et al.* (Shanbara, Ruddock, et Atherton 2018) pour l'orniérage d'enrobés à froid (sans prise en compte du mûrissement) et d'enrobés à chaud, renforcés par fibres ou non,
- Chehelgo *et al.* (Chehelgo, Gariy, et Shitote 2019) sur la fatigue des enrobés à l'émulsion, à partir de relations semi-empiriques entre la maturité calculée comme dans (Doyle *et al.* 2013) et l'amplitude de déformation dans le matériau ainsi que le nombre de cycles à rupture.

VIII.2. Loi de comportement contraintes – déformations de (Lambert *et al.* 2018; Lambert 2018)

Dans (Lambert *et al.* 2018; Lambert 2018), le comportement réversible des grave-émulsions est décrit comme étant intermédiaire entre l'élasticité non linéaire des matériaux non liés (au très jeune âge) et la viscoélasticité des enrobés à chaud (aux temps plus élevés). Un modèle VENL 1D (viscoélastique non linéaire unidimensionnel) a ainsi été créé, en combinant les modèles de Boyce (élasticité non linéaire) et de Huet (thermo-viscoélasticité). La construction du modèle passe par la décomposition en séries

infinies des modèles de Huet et Boyce et à la « fusion » 2 à 2 des éléments provenant de chaque série. Lambert obtient ainsi un modèle composé d'une série infinie d'éléments à 3 branches, constitués chacun d'un ressort, d'un amortisseur linéaire et d'une butée (Figure 49). Ces deux derniers paramètres sont fonction du « numéro » de l'élément « l », qui est un indice continu à valeurs dans \mathbb{R}^+ . La fonction $\zeta(l)$ donne la viscosité de chaque élément et $b(l)$ son ouverture initiale, ces fonctions pouvant être respectivement dérivées des lois de comportement de Huet et Boyce. La viscosité est considérée comme une fonction de la température « actuelle » du matériau et une fonction du degré de mûrissement du matériau. Ces variations sont modélisées au travers du paramètre évolutif A (cf. Figure 49) en facteur commun de toute la série d'amortisseurs. A est une fonction décroissante réversible de la température actuelle, permettant de rendre compte de la thermo-susceptibilité du matériau. En revanche, elle croît de façon irréversible en fonction de la maturité du matériau. Avec cette croissance de A en fonction du mûrissement la simulation passe progressivement d'un matériau granulaire élastique non linéaire à un matériau thermo-viscoélastique non linéaire.

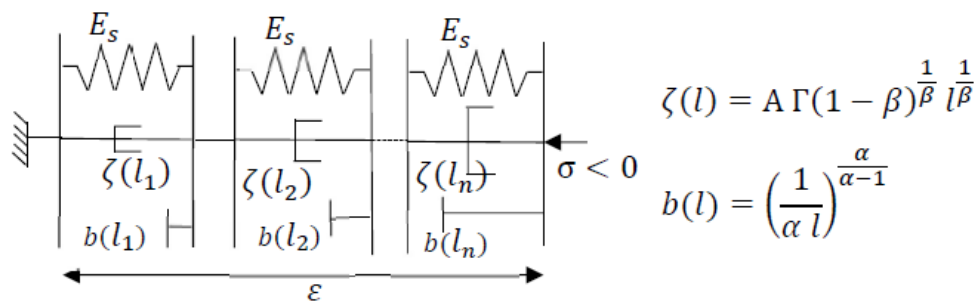


Figure 49 : Schématisation du modèle 1D VENL (Lambert 2018).

Le travail de thèse s'inscrit en partie dans la suite de ce travail, en venant compléter le volet « cinétique de mûrissement » de la modélisation des GE. Les Chapitres 3 et 4 vont ainsi permettre d'étudier la loi d'évolution du mûrissement des GE avec l'historique de température subi par le matériau depuis sa fabrication et mise en œuvre.

VIII.3. Module complexe

Pour l'interprétation des essais mécaniques sur GE réalisés, le travail s'appuiera toutefois sur l'utilisation du module complexe « classique » largement utilisé pour l'étude des matériaux viscoélastiques et notamment pour les enrobés bitumineux. Pour notre objectif fortement axé sur le mûrissement des GE, cette quantité est en effet plus directe et plus simple à manipuler pour l'interprétation des résultats expérimentaux, que le modèle de Lambert.

Pour rappel, le module complexe est obtenu lors de l'application d'une contrainte sinusoïdale $\sigma(t) = \sigma_0 \cos(\omega t)$ sur un matériau viscoélastique linéaire (Corté et Di Benedetto 2004b). La déformation résultante $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \varphi)$ avec φ le déphasage entre la contrainte et la déformation, est en retard par rapport à cette contrainte. Le triplet de valeurs $(\sigma_0, \varepsilon_0, \varphi)$ dépend de ω .

En posant $\sigma(t) = \text{Re}(\sigma^* e^{i\omega t})$ avec $\sigma^* = \sigma_0$ et $\varepsilon(t) = \text{Re}(\varepsilon^* e^{i\omega t})$ avec $\varepsilon^* = \varepsilon_0 e^{-i\varphi}$, le module complexe est donné par :

$$E^*(\omega) = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 e^{-i\varphi}} \quad (\text{Equation 10})$$

Le module complexe peut aussi être décomposé en ses parties réelle et imaginaire :

$$E^* = E' + iE'' \quad (\text{Equation 11})$$

Comme mentionné précédemment à propos du module de cisaillement, E' peut aussi être appelé module de stockage et E'' module de perte.

VIII.4. Principe d'équivalence temps-température

Dans ce mémoire, est également utilisé le principe d'équivalence temps-température (PETT) beaucoup appliqué aux matériaux bitumineux pour décrire leur thermo-susceptibilité. Ce principe restreint la nature de la dépendance $E^*(\omega, T)$ des modules complexes aux deux variables « fréquence » et « température ». Le PETT suppose qu'il est possible de n'utiliser qu'une seule variable réduite r adimensionnelle de la forme $r = \omega a_T(T)$ pour décrire les variations de E^* par rapport à la température (actuelle) et la fréquence (Corté et Di Benedetto 2004b) on a alors :

$$E^*(\omega, T) = E^*(r) = E^*(\omega a_T(T)) \quad (\text{Equation 12})$$

a_T est appelé « coefficient de translation en température », ce terme provenant de la représentation des isothermes $|E^*(\omega, T)|$ en fonction de $\log \omega$; la quantité $\log a_T(T)$ représente alors les translations horizontales nécessaires à la superposition des isothermes dans le plan $(\log \omega, |E^*(\omega, T)|)$ et à la construction de courbes maîtresses.

La fonction a_T est parfois rendue adimensionnelle en posant :

$$r = \omega \tau_0 a_T(T) \quad (\text{Equation 13})$$

où τ_0 est une constante ayant la dimension d'un temps. $a_T(T)$ peut aussi être imposée égale à 1 pour toute valeur donnée de température de référence T_s , en substituant $a_T(T)$ par le ratio $a_T(T)/a_T(T_s)$.

VIII.5. Loi de Williams, Landel, Ferry

La fonction de translation en température du PETT est souvent écrite sous la forme de la loi WLF (Williams, Landel, et Ferry 1955). Elle donne le ratio (équation 14) entre le temps de relaxation à une température T et celui à une température de référence T_s :

$$\log a_T = -C_1 \frac{T-T_s}{C_2+T-T_s} \quad (\text{Equation 14})$$

Les constantes C_1 et C_2 dépendent de la température T_s choisie et du matériau.

T doit être comprise dans l'intervalle $T_s \pm 50$ °C et T_s doit être environ 50 °C supérieure à la température de transition vitreuse.

Un autre mode d'approximation de a_T largement utilisé à l'Université Gustave Eiffel est donné par $a_T(\theta) = e^{(a_0+a_1\theta+a_2\theta^2)}$.

VIII.3.3. Modèle de Huet et Sayegh

Les modèles de Huet (Huet 1963) et de Huet & Sayegh sont très utilisés pour décrire le comportement thermo-viscoélastique des enrobés à chaud. Le modèle de Huet repose sur l'utilisation d'un ressort et de deux amortisseurs paraboliques en série, schématisé sur la Figure 50. Il inclut le PETT. Le module complexe associé est donné par l'équation:

$$E^*(r) = \frac{E_\infty}{1 + \delta(ir)^{-k} + (ir)^{-h}} \quad (\text{Equation 15})$$

avec : $r = \omega \tau(T) = \omega \tau_0 a_T(T)$, $i^2 = -1$.

E_∞ est le module élastique lorsque r tend vers l'infini, k et h sont les deux exposants des amortisseurs paraboliques ($0 < h < k < 1$). δ est un paramètre sans dimension rendant compte du « poids » de l'amortisseur d'exposant k . Cet amortisseur rend compte avec E_∞ du comportement des enrobés du côté des fortes valeurs de module (hautes fréquences ou basses températures); l'amortisseur d'exposant h rend compte du comportement des enrobés du côté des faibles valeurs de module (basses fréquences ou fortes températures).

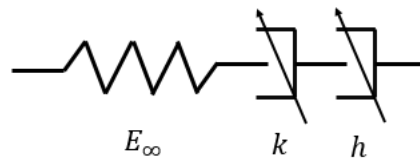


Figure 50 : Schématisation du modèle de Huet.

Pour une meilleure précision aux faibles valeurs de modules, le modèle de Huet et Sayegh (Figure 51) (Sayegh 1965) ajoute au modèle précédent de Huet un ressort E_0 en parallèle. Son équation devient alors :

$$E^*(\omega) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + (i\omega\tau)^{-h} + \delta(i\omega\tau)^{-k}} \quad (\text{Equation 16})$$

avec les mêmes définitions des paramètres que précédemment et E_0 le module élastique du matériau pour r tendant vers 0.

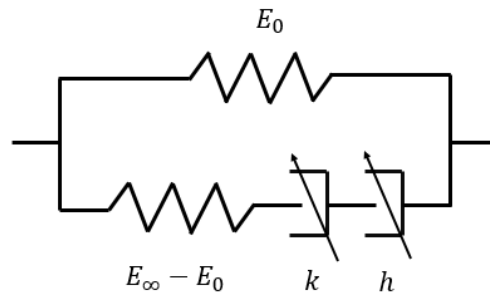


Figure 51 : Schématisation du modèle de Huet et Sayegh.

Bilan

En France et dans le cadre d'une collaboration public-privé, 3 chantiers expérimentaux incorporant de la grave-émulsion (GE) ont été construits et suivis depuis 2006 (Béghin et al. 2012; Carbonneau et al. 2012; Delfosse et al. 2018; Odie et al. 2012; Serfass et al. 2018; Triquigneaux et al. 2012; Wendling, Guedon, et al. 2012; Wendling, Triquigneaux, et al. 2012; Serfass et al. 2017). Ils ont permis :

- D'établir un cadre pour la formulation de mélanges en laboratoire,
- De rapprocher les résultats *in situ* et expérimentaux,
- De mieux cerner les problèmes freinant ce rapprochement,
- De mieux comprendre les évolutions mises en jeu dans les matériaux à l'émulsion,

- De montrer que même plusieurs années après chantier, les portions de routes étaient encore en bon état.

D'autres suivis ont montré qu'après plus de dix ans des portions de routes en matériau à l'émulsion étaient toujours jugées en très bon état ((Redelius, Östlund, et Soenen 2016) et (Day, Lancaster, et McKay 2019) au Royaume-Uni).

L'utilisation de ces produits est encore peu répandue et en majorité pour les voies à faible et moyen trafic ainsi que pour les travaux d'entretien de chaussée. L'aspect évolutif et la disparité de résultats entre essais en laboratoire et relevés chantier freinent l'intérêt des industriels et des collectivités et ralentissent leur expansion sur le marché. Cependant les études et chantiers cités ci-dessus apportent petit à petit les éléments pour mieux comprendre le comportement des enrobés à froid, et encourager leur utilisation.

Malgré le peu de littérature existante, la composition et certaines tendances des enrobés à froid ont pu être dégagées.

Les enrobés à froid, composés d'un mélange entre une émulsion de bitume et un granulat, possèdent des propriétés qui leurs sont propres, et qui évoluent fortement dans le temps, d'abord pendant leur mûrissement puis dans une étape finale où ils s'endommagent. La présence d'eau dans le matériau explique en partie ces évolutions, puisqu'une fois la teneur en eau basse et stabilisée, certaines propriétés changent encore.

La viscosité d'une émulsion augmente avec la concentration en bitume, diminue avec la température et avec le taux de cisaillement. La contrainte de cisaillement, elle, augmente avec le taux de cisaillement et diminue avec la concentration en bitume. Quant au module, il augmente avec la concentration en bitume et avec la fréquence, traduisant une rigidification de l'émulsion aux fréquences les plus élevées.

Le comportement des enrobés à froid est aussi très dépendant de leur formulation. Plus précisément, la maniabilité de ces matériaux diminue avec le temps de mûrissement. Leur module de rigidité est plus élevé à température élevée et plus faible à des teneurs en vide élevées. Ce module est extrêmement dépendant des conditions météorologiques et il faut prendre en compte la zone ainsi que la période de l'année où le chantier est mis en place pour mieux comprendre et prévoir le comportement du matériau. D'ailleurs, la rigidité se stabilise sur chantier au bout d'un certain temps, mais continue d'évoluer en laboratoire pour des temps correspondants. Sur chantier, il a été remarqué qu'une grave-émulsion ne subit pas d'orniérage.

L'eau joue un rôle prépondérant dans l'évolution d'une GE. Son retrait assiste en partie la montée en cohésion de l'enrobé et sa présence peut induire –dans des systèmes simplifiés- une fragilisation des contacts entre le bitume et le granulat. Une exposition prolongée à l'eau conduit d'ailleurs à un désenrobage des granulats comme pour tout mélange bitumineux.

A propos du liant, il durcit et s'oxyde avec le temps. Cette évolution est initiée au jeune âge dès le début du mûrissement. Est observée une diminution de sa pénétrabilité et une augmentation de sa température bille et anneau.

Pour accélérer le mûrissement et pouvoir observer le comportement d'un matériau sur chantier à un âge élevé dans un temps réduit, différentes méthodes de mûrissement ont été étudiées. Le Tableau 2 ci-dessous récapitule les différentes comparaisons de mûrissement trouvées dans la littérature :

Tableau 2 : Récapitulatif des différents types de mûrissement/vieillessement et leurs effets.

Equipe	Type de mûrissement accéléré utilisé	Grandeurs étudiées	Mûrissement laboratoire	Mûrissement correspondant <i>in situ</i>
Béghin <i>et al.</i> (Béghin et al. 2012)	35 °C 20% HR	Module de rigidité et péné&TBA	30 jours → 90 jours →	1 an 3ème été
Kishore Kumar <i>et al.</i> (Kishore Kumar et al. 2008)	60 °C	Module de rigidité	48 heures	28 jours
Delfosse <i>et al.</i> (Delfosse et al. 2018)	35 °C 20% HR	Module de rigidité et pourcentage de vide	28 jours	2 ans

Aussi, la maturité réelle d'un enrobé à froid est difficile à corrélérer avec une maturité obtenue en laboratoire et augmente plus ou moins rapidement en fonction des conditions météorologiques de la zone où l'enrobé est implanté (Figure 52).

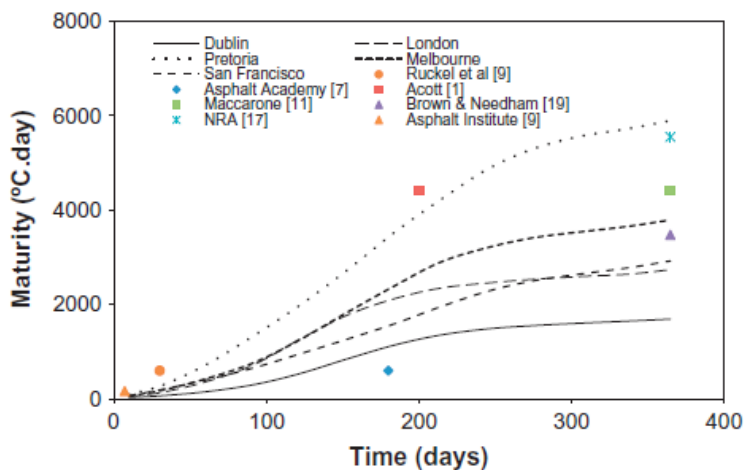


Figure 52 : Maturité pour différents sites, en fonction du temps de mûrissement, pour Doyle et al. (Doyle et al. 2013).

Références

- « A Review of the Fundamentals of Asphalt Oxidation ». 2009. In *Transportation Research Circular*. E-C140. Transportation Research Board of the National Academies.
- Alade, O.S., B. Ademodi, K. Sasaki, Y. Sugai, J. Kumasaka, et A.S. Ogunlaja. 2016. « Development of Models to Predict the Viscosity of a Compressed Nigerian Bitumen and Rheological Property of Its Emulsions ». *Journal of Petroleum Science and Engineering* 145 (septembre): 711-22. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2016.06.040>.
- « Angle de contact ». 2020. In *Wikipédia*. https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Angle_de_contact&oldid=167022074.
- Béghin, A., L. Wendling, X. Carbonneau, C. d. L. Roche, F. Delfosse, V. Gaudefroy, L. Odie, J-M. Piau, et J-P. Triquigneaux. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Mûrissement et évolution temporelle des propriétés de l'enrobé et des caractéristiques de liant ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 902.
- Boucard, L. 2016. « Déstabilisation des émulsions de bitume et évaluation du comportement à l'interface huile/eau ». Thèse de doctorat, Nantes: Université de Nantes.
- Cantot, J. 2019. « Contribution à l'étude de la tenue à l'eau des enrobés : Approche expérimentale multi échelle en laboratoire, d'un système modèle aux mélanges compactés ». Thèse de doctorat, Nantes: Ecole Centrale de Nantes.
- Carbonneau, X., V. Gaudefroy, F. Lubineau, S. Buisson, L. Wendling, et V. Dubois. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Résistance à l'orniérage ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 902.
- Carter, A., et D. Perraton. 2002. « La mesure du module complexe des enrobés bitumineux ». In . Montréal.
- CEREMA. 2020. « Enrobés à l'émulsion fabriqués en usine ».
- Chailleux, E., et F. Hammoum. 2014. « La structure chimique des bitumes pétroliers », n° 385 (mai).
- Chehelgo, Kiplagat, Zachary C. Abiero Gariy, et Stanley Muse Shitote. 2019. « Modeling of Fatigue-Strength Development in Cold-Emulsion Asphalt Mixtures Using Maturity Method ». *Applied Sciences* 9 (13): 2694. <https://doi.org/10.3390/app9132694>.
- Corté, J-F., et H. Di Benedetto. 2004a. « Matériaux routier bitumineux 1 ». In , Hermes Science. 1. Paris.
- . 2004b. « Matériaux routier bitumineux 2 ». In , Hermes Science. 1. Paris.
- Cyna, M., M-F. Ossola, et al. 2006. « Les émulsions de bitume ». In , RGRA. Paris.
- Daïan, J-F. 2013. « Equilibre et transferts en milieux poreux ». In .
- Day, Dennis, Ian Michael Lancaster, et Dougie McKay. 2019. « Emulsion Cold Mix Asphalt in the UK: A Decade of Site and Laboratory Experience ». *Journal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition)* 6 (4): 359-65. <https://doi.org/10.1016/j.jtte.2019.05.002>.
- Delfosse, F., A. Béghin, A. Belkahia, V. Gaudefroy, C. Gueit, et L. Odie. 2018. « Comportement et étude des graves-émulsion, corrélation entre le comportement en place sur la RD 26 et le laboratoire ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 954.
- « Des infrastructures indispensables, innovantes et engagées pour la transition énergétique ». 14-15 juin. Présenté à Congrès de l'IDRRIM, Paris.
- Doyle, Thomas A., Ciaran McNally, Amanda Gibney, et Amir Tabaković. 2013. « Developing Maturity Methods for the Assessment of Cold-Mix Bituminous Materials ». *Construction and Building Materials* 38 (janvier): 524-29. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.09.008>.
- Ferrotti, G., H. Baaj, J. Besamusca, M. Bocci, A. Cannone-Falchetto, J. Grenfell, B. Hofko, L. Porot, L. Poulidakos, et Z. You. 2018. « Comparison between Bitumen Aged in Laboratory and Recovered from HMA and WMA Lab Mixtures ». *Materials and Structures* 51 (6): 150. <https://doi.org/10.1617/s11527-018-1270-4>.
- Fischer, Hartmut R., E.C. Dillingh, et C.G.M. Hermse. 2014. « On the Microstructure of Bituminous Binders ». *Road Materials and Pavement Design* 15 (1): 1-15. <https://doi.org/10.1080/14680629.2013.837838>.

- Gaudefroy, V. 2015. « Bituminous emulsion and recycling: a french overview ». In .
- Gauthier, G., D. Bodin, E. Chailleux, et T. Gallet. 2010. « Non Linearity in Bituminous Materials during Cyclic Tests ». *Road Materials and Pavement Design* 11 (sup1): 379-410. <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690339>.
- Huet, C. 1963. « Etude, par une méthode d'impédance, du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbonés ». Paris: Faculté des Sciences de l'Université de Paris.
- Khan, Abdullah, Per Redelius, et Nicole Kringos. 2016. « Toward a New Experimental Method for Measuring Coalescence in Bitumen Emulsions: A Study of Two Bitumen Droplets ». *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 494 (avril): 228-40. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.01.045>.
- Kishore Kumar, C., D. S. N. V. Amar kumar, M. Amaranatha reddy, et K. Sudhakar Reddy. 2008. « Investigation of Cold-in-Place Recycled Mixes in India ». *International Journal of Pavement Engineering* 9 (4): 265-74. <https://doi.org/10.1080/10298430701551201>.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Lambert, M., J-M. Piau, V. Gaudefroy, A. Millien, F. Dubois, C. Petit, et F. Chaignon. 2018. « Modeling of Cold Mix Asphalt Evolutive Behaviour Based on Nonlinear Viscoelastic Spectral Decomposition ». *Construction and Building Materials* 173 (juin): 403-10. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.207>.
- Lamontagne, J., P. Dumas, V. Mouillet, et J. Kister. 2001. « Comparison by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy of different ageing techniques: application to road bitumens ». *Fuel* 80: 483-88.
- Le Guern, M., E. Chailleux, F. Farcas, S. Dreessen, et I. Mabile. 2010. « Physico-Chemical Analysis of Five Hard Bitumens: Identification of Chemical Species and Molecular Organization before and after Artificial Aging ». *Fuel* 89 (11): 3330-39. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2010.04.035>.
- Lesueur, D., J-P. Planche, et P. Dumas. 2000. « Détermination de la teneur en paraffines des bitumes ». Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées 229.
- « Loi de Young-Dupré ». 2020. In *Wikipédia*. https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Loi_de_Young-Dupr%C3%A9&oldid=178129970.
- Lombardi, B., et S. Harnois. 2019. « Introduction aux émulsions de bitume ». Présenté à Formation: Les émulsions routières de bitume et leurs applications: choisir et mettre en oeuvre une technique, mars.
- Malot, M., et B. Heritier. 2002. « Enrobés à froid, méthodes d'étude et nouveaux produits ». In . Lyon.
- Marvillet, M. J. 1978. « Viscosité et susceptibilité des bitumes ». Symposium RILEM sur la susceptibilité thermique de la consistance des liants hydrocarbonés. Darmstadt.
- Odie, L., F. Delfosse, A. Béghin, C. Naudat, F. L. Cunff, et N. Brau. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: caractérisation de la montée en cohésion des enrobés à froid ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 900.
- Poulikakos, L. D., B. Hofko, L. Porot, X. Lu, H. Fischer, et N. Kringos. 2016. « Impact of temperature on short- and long-term aging of asphalt binders ». In , 1:6-9.
- Redelius, Per, Jenny-Ann Östlund, et Hilde Soenen. 2016. « Field Experience of Cold Mix Asphalt during 15 Years ». *Road Materials and Pavement Design* 17 (1): 223-42. <https://doi.org/10.1080/14680629.2015.1068702>.
- Romero, N., A. Cárdenas, M. Henríquez, et H. Rivas. 2002. « Viscoelastic properties and stability of highly concentrated bitumen in water emulsions ». *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 204: 271-84.
- Sayegh, G. 1965. « Variation des modules de quelques bitumes purs et enrobés bitumineux ». Paris: Faculté des Sciences de l'Université de Paris.
- Scott, J. A. N., J. C. A. Schellekens, W. C. Vonk, et P. N. Wilson. 1977. « Etude des mécanismes d'adhésion et de désenrobage des bitumes routiers ». In *Bitumes et enrobés bitumineux*, Service des publications du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 23-35. Paris.

- Serfass, J-P. 2002. « Enrobés à l'émulsion, particularités et nouvelle méthode d'étude ». In . Lyon.
- Serfass, J-P., A. Béghin, A. Belkahia, F. Delfosse, V. Gaudefroy, S. Goyer, C. Gueit, et al. 2017. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé. Enseignements tirés du chantier expérimental de la RD 26 en Haute-Loire ».
- Serfass, J-P., X. Carbonneau, F. Delfosse, et J-P. Triquigneaux. 2010a. « Comportement et évaluation de graves-émulsion ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 889.
- — —. 2010b. « Comportement et méthodologie ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 887.
- Serfass, J-P., C. d. L. Roche, S. Goyer, C. Gueit, L. Wendling, A. Béghin, A. Belkahia, et al. 2018. « Comportement et étude des graves-émulsion, bilan de la coopération public-privé: acquis et suites à donner ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 954.
- Serfass, J-P., J-E. Poirier, J-P. Henrat, et X. Carbonneau. 2004. « Influence of curing on cold mix mechanical performance ». *Materials and Structures* 37: 365-68.
- Shanbara, Hayder Kamil, Felicite Ruddock, et William Atherton. 2018. « A Viscoplastic Model for Permanent Deformation Prediction of Reinforced Cold Mix Asphalt ». *Construction and Building Materials* 186 (octobre): 287-302.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.07.127>.
- Triquigneaux, J-P., L. Wendling, L. Odie, D. Claudel, et V. Gaudefroy. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Essai Duriez: teneurs en vide, performances mécaniques, sensibilité à l'eau et caractérisation des liants extraits ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 901.
- Wendling, L., D. Guedon, J-C. Fabre, M. Liffraud, L. Odie, R. Gritti, A. Millien, et al. 2013. « Séminaire de clôture de l'Opération de Recherche du LCPC "OPTIMIRR" et de la collaboration RST-USIRF Graves-émulsion", Direction Générale de l'Aviation Civile ».
- Wendling, L., D. Guedon, L. Odie, J-C. Fabre, V. Gaudefroy, J. Siry, J-M. Balay, A. Millien, et C. d. L. Roche. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 899.
- Wendling, L., J-P. Triquigneaux, E. Cregut, S. Ollier, C. Petiteau, D. Claudel, L. Odie, et V. Gaudefroy. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Compactabilité des enrobés à l'émulsion de bitume ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 901.
- Williams, M. L., R. F. Landel, et J. D. Ferry. 1955. « The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids » 77: 3701-7.
- Ziyani, L. 2013. « Etude des phénomènes physico-chimiques à l'interface émulsion de bitume/substrat minéral - Application à la formulation de Béton Bitumeux à l'Emulsion (BBE) ». Thèse de doctorat, Nantes: Ecole Centrale de Nantes.

Table des illustrations

Figure 1 : Microstructure d'une émulsion de type bitume dans eau (Alade et al. 2016).	16
Figure 2 : Influence de la température sur le comportement du bitume (Corté et Di Benedetto 2004a).	17
Figure 3 : Evolution de la microstructure d'un bitume avec la température (Fischer, Dillingh, et Hermse 2014; Poulidakos et al. 2016).	18
Figure 4 : Evolution de l'indice de vieillissement et de la composition du bitume en fonction de son temps sur chaussée (Corté et Di Benedetto 2004a).	18
Figure 5 : a) Représentation schématique d'un tensioactif, b) Placement des tensioactifs aux interfaces bitume/eau permettant la formation d'émulsions de bitume stables.	19

Figure 6 : Remontées de pH a) pour Ziyani en solution acide (Ziyani 2013), b) pour Scott et al. dans l'eau (Scott et al. 1977).	19
Figure 7 : Evolution du pH en solution acide avec granulats de diorite en fonction du temps pour différentes surfaces spécifiques de granulats (Ziyani 2013).	20
Figure 8 : a) IREC en fonction de la surface spécifique des granulats (Ziyani 2013), b) IREC pour les 3 granulats pour 3 émulsions testées (Ziyani 2013).	20
Figure 9 : Viscosité en fonction du taux de cisaillement pour différentes températures (Marvillet 1978).	21
Figure 10 : Viscosité en fonction de la température pour différentes concentrations en bitume, à taux de cisaillement de 0.14 s ⁻¹ (Alade et al. 2016).	22
Figure 11 : a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement, pour une concentration en bitume de 40% (Alade et al. 2016), b) Contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, pour différentes concentrations de bitume dans l'émulsion (Romero et al. 2002).	22
Figure 12 : Norme du module de cisaillement en fonction de la fréquence pour différentes températures (Corté et Di Benedetto 2004a).	23
Figure 13 : Module complexe d'émulsions en fonction de la fréquence pour différentes concentrations en bitume, essai réalisé à 30 °C (Romero et al. 2002).	23
Figure 14 : Etapes par lesquelles passe une émulsion de bitume pendant et après l'enrobage.	24
Figure 15 : Evolution de G' (formes pleines), G'' (formes vides) et de l'angle de phase (triangles). La rupture est induite par la présence de 0,07 mol/L de NaOH. L'image A décrit l'aspect de l'échantillon dans le rhéomètre à 30°, B à 68° et C à 78°. L'essai est réalisé avec une émulsion de bitume 160/220 à 58wt% en phase dispersée à 25 °C et 1 Hz (Boucard 2016).	24
Figure 16 : Etapes de la rupture de l'émulsion et leur impact possible sur l'enrobage (Khan, Redelius, et Kringos 2016)	25
Figure 17 : Caractéristiques de l'enrobé et du liant en fonction du nombre de jours de mûrissement (Serfass et al. 2010a). Essais en compression sinusoïdale diamétrale.	26
Figure 18 : Schéma de mesure de l'angle de contact du bitume sur une surface minérale (goutte posée).	27
Figure 19 : Angle de contact à l'air en fonction de la température pour différents grades de bitumes déposée sur une lame de verre (Khan, Redelius, et Kringos 2016).	27
Figure 20 : a) Mouillage sans eau b) Exemple de mouillage avec les mêmes bitume et granulats en présence d'eau.	28
Figure 21 : Un espace poreux comportant deux phases fluides (Daïan 2013).	28
Figure 22 : Lien entre τ et le volume de la goutte de bitume déposée (Cantot 2019).	29
Figure 23 : a) temps associé à la cinétique de démouillage en fonction de la température de l'eau, b) SRe en fonction de la température de l'eau et du type de granulats (Cantot 2019).	29
Figure 24 : Profils de mouillage à a) t=0 s, b) t=35 s, c) t=350 s, d) t=600 s (Ziyani 2013).	29
Figure 25 : Module en fonction du pourcentage en eau (Serfass et al. 2004). Essais en traction indirecte sur éprouvettes cylindriques.	30
Figure 26 : a) lame mince d'un béton bitumineux à chaud, b) Pourcentage des vides d'un béton bitumineux à chaud (Serfass et al. 2010b).	30
Figure 27 : a) lame mince d'un béton bitumineux à froid, b) Pourcentage des vides d'un béton bitumineux à froid (Serfass et al. 2010b).	31
Figure 28 : a) Modules de rigidités obtenus en laboratoire (Delfosse et al. 2018). Essais de module en compression diamétrale à 10 °C 124 ms sur éprouvettes de diamètre 120 mm et 70 mm de hauteur, b) Module en fonction du degré de compaction, d'après Serfass et al. (Serfass et al. 2004). Essais en traction indirecte sur éprouvettes cylindriques.	31
Figure 29 : Module de rigidité en fonction de la période de l'année (Wendling et al. 2013).	32

Figure 30 : a) Module de rigidité en fonction de la période de l'année au bout d'un mois (Doyle et al. 2013), b) Module de rigidité en fonction du temps, pour différentes zones géographiques (Doyle et al. 2013).	32
Figure 31 : Module œdométrique en fonction du temps de mûrissement, a) pour différentes températures de mûrissement, b) pour différentes hygrométries (Lambert 2018). Eprouvettes cylindriques de diamètre 120 mm et hauteur 60 mm.	33
Figure 32 : Module de rigidité en fonction du temps pour différentes températures de conditionnement (Doyle et al. 2013). Essais de traction indirecte sur éprouvettes de diamètre 150 mm, à 20 °C.	33
Figure 33 : Module œdométrique en fonction du temps de mûrissement pour différentes températures d'essais, mûri à 35 °C et 45% HR (Lambert 2018). Essais à 10 Hz et 9 kN sur éprouvettes cylindriques 120x60 mm.	34
Figure 34 : Module complexe d'un bitume 70/100 pour différents types de vieillissement en laboratoire (Poulikakos et al. 2016).	35
Figure 35 : schématisation des modifications du module complexe dans l'espace de Black (Gauthier et al. 2010).	35
Figure 36 : Comparaison des courbes de Cole-Cole de liants vieillis en laboratoires et de liants extraits d'enrobés tièdes et à chaud (Ferrotti et al. 2018). A) Courbe de Cole-Cole, b) Zoom sur la courbe de Cole-Cole. B503 bitume de base, B503B123 bitume vieilli par RTFOT à 163 °C puis 123 °C, B503B163 bitume vieilli par RTFOT à 163 °C, WMA_rec bitume extrait d'un échantillon d'enrobé tiède après refroidissement de l'enrobé, HMA_rec bitume extrait d'un échantillon d'enrobé à chaud après refroidissement de l'enrobé.	36
Figure 37 : Module de cisaillement de liants extrait de GE chantier en fonction du temps de mûrissement (Serfass et al. 2017).	36
Figure 38 : Rigidification du liant extrait de GE à différents temps de mûrissement, module de cisaillement en fonction de la fréquence (« Des infrastructures indispensables, innovantes et engagées pour la transition énergétique » 14-15 juin).	36
Figure 39 : TBA en fonction du logarithme de la pénétrabilité pour des échantillons issus du chantier et du laboratoire (Béghin et al. 2012).	37
Figure 40 : Evolution des indices d'oxydation de bitumes en fonction du temps (Lamontagne et al. 2001).	38
Figure 41 : Indices Carbonyle et Sulfoxyde pour différents vieillissements (Poulikakos et al. 2016).	38
Figure 42 : Indice Carbonyle pour différents types de vieillissements (Lamontagne et al. 2001).	39
Figure 43 : Fraction cristallisable de bitumes avant et après vieillissement PAV (Le Guern et al. 2010). Bref : bitume standard de référence, Basph : bitume contenant plus d'asphaltènes que Bref, Bsfc : bitume avec une fraction cristallisable proche de 0, Bss : bitume semi-soufflé, Bppa : bitume modifié par l'ajout de 1.5% d'acide polyphosphorique.	39
Figure 44 : Comparaison des modules de rigidité pour 2 types de mûrissement (Kishore Kumar et al. 2008). Essais en traction indirecte.	40
Figure 45 : Angles de phase et modules complexes pour 2 types de mûrissement (Béghin et al. 2012). Module complexe en compression uniaxiale sur éprouvettes cylindriques.	40
Figure 46 : Comparaison des modules de rigidité laboratoire et chantier (Béghin et al. 2012). Module en traction indirecte sur éprouvettes cylindriques.	41
Figure 47 : Modules de rigidité obtenus en laboratoire et sur chantier pour différents types d'essais (2PB-PR flexion 2 points sur éprouvette prismatique, 2PB-TR flexion 2 points sur éprouvette trapézoïdale, IT-CY traction indirecte sur éprouvette cylindrique) (Béghin et al. 2012; Gaudefroy 2015).	42

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

Figure 48 : Module de rigidité obtenu sur chantier (Delfosse et al. 2018). Module en compression diamétrale, éprouvettes cylindriques.	42
Figure 49 : Schématisation du modèle 1D VENL (Lambert 2018).	44
Figure 50 : Schématisation du modèle de Huet.	46
Figure 51 : Schématisation du modèle de Huet et Sayegh.	46
Figure 52 : Maturité pour différents sites, en fonction du temps de mûrissement, pour Doyle et al. (Doyle et al. 2013).	48

Liste des tableaux

Tableau 1 : Valeurs des angles de contacts pour différents types de granulats (Ziyani 2013).	30
Tableau 2 : Récapitulatif des différents types de mûrissement/vieillessement et leurs effets.	48

Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes

Science sans conscience n'est que ruine de l'âme.
Rabelais

Contenu

Introduction.....	60
I. Protocoles expérimentaux	60
I.1. Protocole d'extraction des bitumes	60
I.1.1. Lyophilisation.....	60
I.1.2. Extraction des liants	61
I.2. Essais sur liants extraits.....	63
I.2.1. Propriétés rhéologiques	63
I.2.2. Spectroscopie infra-rouge	64
I.2.3. Analyse calorimétrique différentielle.....	65
I.3. Essais sur éprouvettes de grave-émulsion : essais œdométriques.....	68
I.3.1. Principe de l'essai	68
I.3.2. Conditions de réalisation des essais œdométriques.....	70
I.3.3. Traitement des mesures.....	71
I.3.4. Mesure de la compacité au banc gamma	75
I.4. Mesure de la cinétique de mouillage au tensiomètre à goutte.....	76
I.4.1. Préparation du substrat	76
I.4.2. Préparation des échantillons de bitume	76
I.4.3. Dépôt de la goutte sur le substrat.....	77
I.4.4. Immersion dans l'eau	77
I.4.5. Exploitation de la goutte	78
I.5. Essais sur structure à l'échelle 1.....	79
I.5.1. FWD	79
I.5.2. FABAC	80
I.5.3. Portance à la Dynaplaque.....	81
I.5.4. Mesure de profil en travers.....	82
I.5.5. Radar	82
II. Matériaux et structures étudiés pendant la thèse.....	83
II.1. Campagne de mûrissements A et B.....	83
II.1.1. Justification de la campagne	83
II.1.2. Composition des mélanges	84
II.1.3. Protocoles de mélanges	84
II.1.4. Paramètres de mûrissements utilisés	85
II.1.5. Organisation du plan d'essais.....	86
II.2. Campagne Chantiers	86
II.2.1. Justification de la campagne	86

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

II.2.2. Composition des mélanges	87
II.2.3. Démonstrateur à l'échelle 1	87
II.2.4. Mûrissement laboratoire de mélanges récupérés foisonnés lors des chantiers	92
Bilan	93
Références	94
Table des illustrations	94
Liste des tableaux	96

Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties principales. La première explique les différents protocoles d'essais utilisés : l'extraction des liants des enrobés et leur étude physico-chimique, le suivi mécanique d'éprouvettes et l'analyse de la mouillabilité bitume-granulat. La seconde partie se concentre sur la présentation des différents matériaux étudiés pendant les 3 ans, le choix et le déroulé de chaque campagne.

I. Protocoles expérimentaux

Les essais expérimentaux ont été opérés principalement de quatre manières différentes :

- Essais sur liants extraits,
- Essais sur éprouvettes,
- Essais sur système simplifié,
- Essais sur structures.

Les protocoles de préparation des échantillons et d'essais sont renseignés dans cette 1ère partie ci-dessous.

I.1. Protocole d'extraction des bitumes

Le matériau doit être complètement sec pour que le liant soit extrait. En effet la température d'ébullition de l'eau étant inférieure à celle du solvant utilisé lors de l'extraction (perchloroéthylène, ébullition à pression atmosphérique : 121 °C), elle empêcherait son ébullition et donc la séparation entre le solvant et le liant lors de la phase de distillation. Pour éviter de sécher le liant par chauffage et donc de le vieillir artificiellement, l'utilisation du procédé de lyophilisation apparaît comme une solution adéquate.

I.1.1. Lyophilisation

Les éprouvettes dont le liant doit être extrait sont tout d'abord sorties de leur moule. Le foisonnement facilite l'extraction de l'eau lors de la lyophilisation (appareil utilisé pour la lyophilisation en Figure 1). Le matériau foisonné est ensuite mis au congélateur à -18°C. La congélation est supposée mettre en pause le mûrissement, permettant une plus grande souplesse dans la planification des essais. Elle est aussi nécessaire pour la lyophilisation.



Figure 1 : Lyophilisateur utilisé, Alpha 1-2 LDplus Bioblock-Christ.

L'élimination de l'eau est réalisée par sublimation, c'est-à-dire par passage direct de l'état solide (glace) à l'état gazeux (vapeur d'eau) (voir Figure 2).

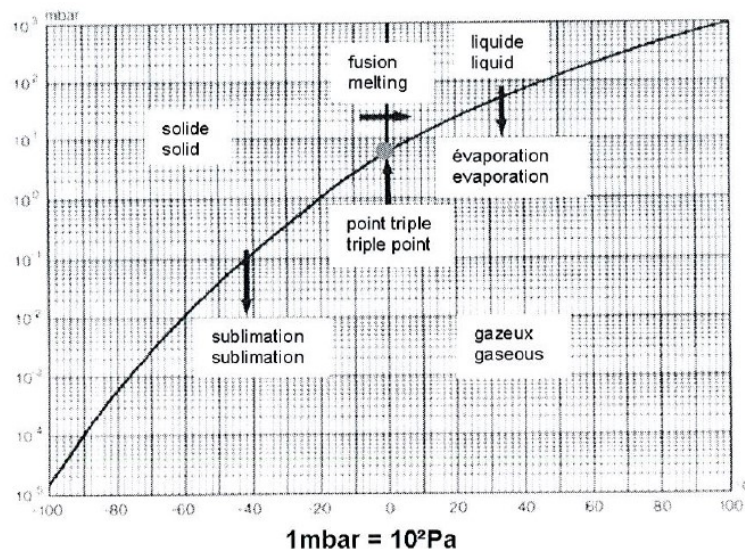


Figure 2 : Diagramme d'équilibre de l'eau (« Manuel d'instructions Lyophilisateur ALPHA 1-2 LDplus. », s. d.).

Il a été vérifié que la lyophilisation n'influence pas les résultats de rhéologie, infra-rouge et calorimétrie, pour les paramètres étudiés. Les résultats de cette étude préliminaire figurent dans le Chapitre 6.

Pour information, les échantillons prévus pour extraction des liants des campagnes « Mûrissement A et B » et « Chantiers » (voir II. Matériaux et structures) ont été pesés avant et après lyophilisation pour en déduire les masses d'eau retirées pendant la lyophilisation. Les résultats en fonction du temps de mûrissement sont présentés en annexe 1.3.

1.1.2. Extraction des liants

Les échantillons sont sortis du congélateur la veille ou au maximum 3 jours avant l'étape d'extraction. Préalablement à l'extraction du liant dans le mélange, ils sont placés au four à micro-onde en « cuisson douce » durant 3 minutes pour rechauffer le liant et permettre un rendement meilleur d'extraction.

Le four à micro-onde est préféré au chauffage en étuve car il permet un temps de chauffe restreint et donc *a priori* un impact moindre sur le liant.

Le liant est ensuite extrait du mélange de type grave-émulsion grâce à un Asphalt Analysator (20-1100 Analyseur de bitume 2005) InfraTest Prüftechnik GmbH qui emploie du tetrachloroéthylène (appelé aussi perchloroéthylène) en guise de solvant (Asphalt Analysator en Figure 3). Tout ce processus suit la norme NF EN 12697-3. Le mélange est placé dans le tambour de lavage de l'appareil. Le mélange est centrifugé grâce à la rotation du tambour qui a pour conséquence une séparation des constituants. Les constituants sont séparés en trois parties distinctes : d'un côté le squelette minéral grossier, ensuite le filler, et finalement le liant et le solvant (« Notice d'utilisation. 20-1100 Analyseur de bitume 2005 », s. d.).

C'est cette dernière phase qui est utilisée ensuite dans une nouvelle étape de centrifugation pour isoler le liant ainsi que le solvant.



Figure 3 : Extracteur Asphalt Analysator.

Le mélange obtenu en sortie d'Asphalt Analysator (mélange de liant et perchloroéthylène) est à nouveau centrifugé en flux continu pour éliminer toute trace de fine puis distillé à l'évaporateur rotatif pour retirer le solvant selon la procédure de distillation présentée à la Figure 4. Il est ensuite chauffé à 160 °C pendant 5 minutes pour le fluidifier et être récupéré dans un contenant métallique.

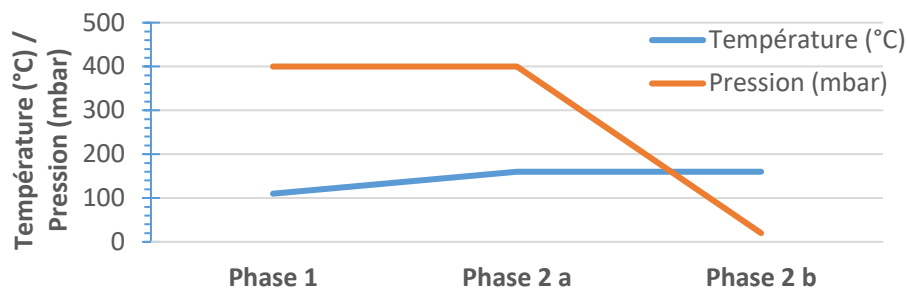


Figure 4 : Processus de distillation. La phase 2 commence quand il n'y a plus de mélange liant-solvant dans le béccher de réserve et qu'il n'y a plus d'évaporation visible du solvant. Elle se termine quand l'ébullition est terminée depuis au moins 30 minutes.

Le liant obtenu est finalement réchauffé une seule fois à 110 °C pendant 30 minutes pour préparer les échantillons à tester en calorimétrie (si besoin) (I.1.5), infra-rouge et rhéologie (I.1.3). En attendant, les échantillons pour rhéologie sont placés au congélateur et ceux destinés à la calorimétrie sont conditionnés à température ambiante. Il a été montré que le conditionnement pendant quelques jours à température ambiante de creusets sertis n'a pas d'influence sur les résultats de calorimétrie (« Essais de comparaisons interlaboratoires 2019. "Bitume". » 2020). Le niveau d'oxydation du liant extrait est caractérisé directement à l'aide d'un spectromètre infra-rouge à transformée de Fourier (I.1.4).

I.2. Essais sur liants extraits

I.2.1. Propriétés rhéologiques

La rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière. Les essais réalisés ici reposent sur l'application d'une contrainte de cisaillement dynamique sinusoïdale (en rotation) sur l'échantillon à tester. Le module de cisaillement est déduit de la division de la contrainte sur la déformation. L'angle de phase est le retard entre le signal de contrainte et celui de déformation. La terminologie de module complexe de cisaillement est ici utilisée car le bitume n'est pas un matériau purement élastique.

La rhéologie permet dans cette étude d'évaluer les évolutions de la norme du module de cisaillement et de l'angle de phase du liant avec le mûrissement. Pour simplifier les notations, dans toute la suite de cet écrit la dénomination « norme du module de cisaillement complexe » sera simplifiée par « module de cisaillement ».

La rhéologie du liant est évaluée grâce à un DSR MCR102 Anton Paar en contrainte imposée. Les mesures sont réalisées en deux phases : un essai dit « à froid » et un essai « à chaud ». Le comportement du liant en température a été étudié par pas de 10 °C avec 15 minutes d'attente pour permettre sa stabilisation avant l'essai et pour chaque température. La vitesse de chauffe est gérée directement par la machine. L'essai de rhéologie dure au total 4 heures.

Les géométries utilisées sont de type plan-plan. L'essai « à froid » est réalisé de -10 à 20 °C avec une géométrie de diamètre 8 mm. La contrainte imposée est de 5000 Pa. Pour l'essai « à chaud », une géométrie de diamètre 25 mm est utilisée de 20 à 80 °C et la contrainte imposée est de 500 Pa. Le recoupement des deux essais sur la température de 20 °C permet de vérifier qu'il n'y a pas de

différence significative entre les deux essais et donc, de contrôler s'il y a eu un éventuel problème pendant l'essai.

L'échantillon est chargé à 60 °C pour permettre un bon contact initial entre la géométrie et l'échantillon. L'entrefer entre la géométrie basse et la géométrie haute est fixé à 1 mm. Au total 16 fréquences entre 0,1 et 100 Hz sont testées.

1.2.2. Spectroscopie infra-rouge

Un des effets du vieillissement du liant est son oxydation par l'oxygène de l'air. L'analyse du niveau d'oxydation du liant permet de quantifier en partie son vieillissement lors du mûrissement de la GE.

L'oxydation du liant est analysée par spectroscopie infra-rouge (FTIR) grâce aux indices carbonyle (CO) et sulfoxyde (SO). L'appareil utilisé est un spectromètre Spectrum Two Perkin Elmer. Un faisceau infra-rouge passe au travers de l'échantillon. En fonction des liaisons moléculaires présentes dans le matériau analysé, une partie de l'énergie du faisceau est absorbée par le matériau. Cette quantité d'énergie absorbée est mesurée en fonction de la longueur d'onde. Peuvent alors en être déduites de nombreuses informations sur, par exemple, la composition de l'échantillon, la conformation des molécules ou encore les interactions intermoléculaires (Servant, Le Bourdon, et Buffeteau 2011). Le spectre obtenu représente la transmittance en fonction de la longueur d'onde.

Le liant à tester est chauffé à 110 °C (comme expliqué en I. 1. b- Extraction des liants) puis étalé en film mince sur des pastilles de KBr. La mesure est réalisée en transmission sur 5 films minces issus du même liant.

La bande d'absorption infrarouge caractéristique des fonctions CO est autour de 1700 cm^{-1} tandis que celle des fonctions SO est autour de 1030 cm^{-1} . La méthode utilisée à l'Université Gustave Eiffel calcule le rapport entre les aires centrées autour de 1700 (pour l'indice CO) et 1030 cm^{-1} (pour l'indice SO) et la somme des aires des groupements éthylène (CH_2 , centrée autour de 1460 cm^{-1}) et méthyle (CH_3 , centrée autour de 1375 cm^{-1}). Ces deux groupements ne sont pas influencés par l'oxydation des liants, c'est pourquoi ils sont utilisés ici. Ce rapport d'aires permet d'obtenir les indices suivants grâce à la méthode LPC n°69 (Laboratoire central des ponts et chaussées (France) 2010) :

$$I_{CO} = \frac{\text{Aire centrée autour de } 1700 \text{ cm}^{-1}}{\text{Aire centrée autour de } 1460 \text{ cm}^{-1} + \text{Aire centrée autour de } 1375 \text{ cm}^{-1}} \quad (\text{Equation 1})$$

$$I_{SO} = \frac{\text{Aire centrée autour de } 1030 \text{ cm}^{-1}}{\text{Aire centrée autour de } 1460 \text{ cm}^{-1} + \text{Aire centrée autour de } 1375 \text{ cm}^{-1}} \quad (\text{Equation 2})$$

Les teneurs en carbonyle et sulfoxyde sont déduites des équations 1 et 2 par l'équation 3.

$$\text{Teneur (\%)} = 100 * \text{Indice} \quad (\text{Equation 3})$$

1.2.3. Analyse calorimétrique différentielle

Il a été vu dans la partie bibliographique que la fraction cristallisable a tendance à augmenter avec le vieillissement du liant. Il est donc judicieux ici d'estimer son évolution. La transition vitreuse est facilement mesurable en calorimétrie, elle est donc aussi évaluée.

La transition vitreuse et la teneur en fraction cristallisable (FC) sont obtenues en calorimétrie différentielle à balayage (DSC) avec un appareil DSC3 Mettler Toledo. L'analyse par calorimétrie repose sur les différences d'échanges de chaleur entre l'échantillon testé de masse de l'ordre de quelques milligrammes et une référence.

Après chauffage du bitume comme expliqué en fin d'1.1.2., une goutte de bitume est déposée dans une coupelle en aluminium puis un couvercle est percé et serti sur la coupelle. Les données sont obtenues de manière générale sur deux échantillons issus du même liant testés séparément. Les mesures sont calculées sur une augmentation de température de 10 °C/min (Figure 5). Le flux d'azote utilisé est de 50 mL/min. La transition vitreuse est déterminée directement grâce au thermogramme (Figure 6) en utilisant le point d'inflexion entre le début et la fin de la transition. La FC est calculée avec l'équation suivante (Lesueur, Planche, et Dumas 2000) :

$$FC = 100 \frac{\Delta H}{\Delta H_m} \quad (\text{Equation 4})$$

ΔH est l'aire du massif de dissolution (en J/g) et ΔH_m est l'enthalpie moyenne de dissolution des fractions cristallisables (200 J/g) (Lesueur, Planche, et Dumas 2000). Le massif de dissolution est déduit de l'aire entre la fin de la transition vitreuse et une température de 95 °C.

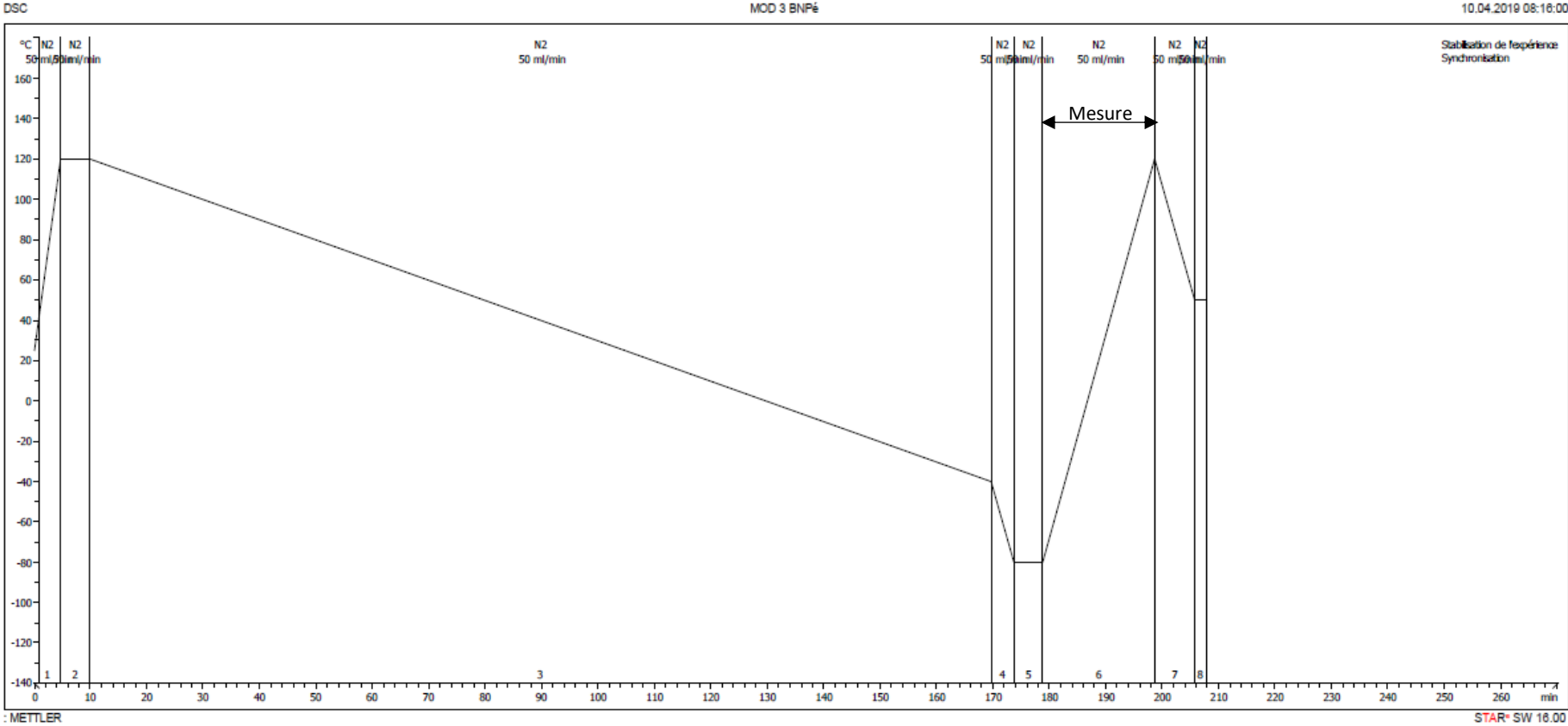


Figure 5 : Histoire thermique imposée à l'échantillon testé.

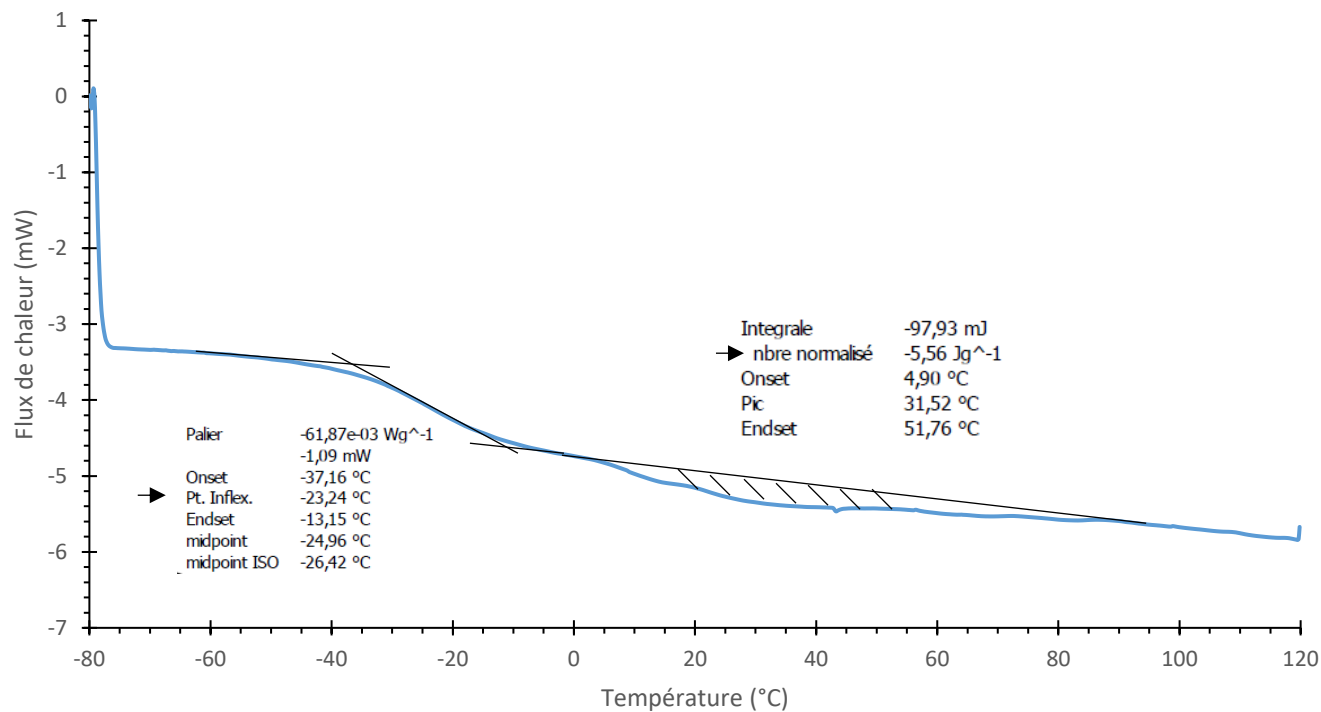


Figure 6 : Exemple de détermination de la transition vitreuse ("Pt. Inflex." à gauche) et de la teneur en fraction cristallisable (à partir de la valeur absolue du "nbre normalisé" à droite).

1.3. Essais sur éprouvettes de grave-émulsion : essais œdométriques

1.3.1. Principe de l'essai

Les essais mécaniques pratiqués sur les enrobés à chaud mettent usuellement à profit le caractère cohésif de ces matériaux dès leur plus jeune âge. Ceci permet à la fois de confectionner sans difficulté majeure des éprouvettes à partir de découpes de plaques d'enrobés bitumineux préalablement compactées et de soumettre celles-ci en cours d'essai, à des états de contrainte ou de déformation comportant des composantes de traction ou d'extension, appliquées de façon directe ou induite (exemple : essai de module complexe en flexion alternée sur éprouvettes trapézoïdales, ou essai en compression diamétrale sur éprouvettes cylindriques induisant des états de traction/extension perpendiculairement à la direction de sollicitation).

En revanche, ces essais ne peuvent être employés pour l'étude des matériaux à froid au jeune âge, du fait de leur manque de cohésion. Il ne serait ni possible de préparer des éprouvettes par sciage de plaques d'enrobés venant d'être fabriquées, ni d'appliquer sans dommages excessifs les modes de sollicitation prévus pour les enrobés à chaud. L'essai œdométrique « vrai » (par opposition à l'essai œdométrique simulé en cellule triaxiale), réalisé avec un moule rigide, est donc une bonne alternative à ces essais pour la GE car l'éprouvette y est confinée et en état de compression dans toutes les directions, sans risque de rupture. C'est de plus un essai simple à réaliser, comparativement aux essais en cellule triaxiale, nécessitant l'application et le contrôle d'une contrainte de confinement. La contrepartie est l'absence d'information sur la valeur de la contrainte horizontale s'appliquant sur l'échantillon en cours d'essai. Mais cette lacune est principalement pénalisante pour la détermination du comportement mécanique (tensoriel) des matériaux ; elle s'avère moins gênante dans le cadre de travaux essentiellement tournés, comme ici, vers l'étude du mûrissement des GE.

Les essais sont ainsi réalisés dans des moules de type « Duriez », empêchant les déformations radiales des échantillons de GE et permettant la mesure de leur module de rigidité en condition de déformation uniaxiale. Les éprouvettes ont un diamètre de 120 mm et une hauteur visée d'environ 61 mm. Cette hauteur est choisie pour avoir un élancement d'éprouvette de 0,5 (Lambert 2018).

L'éprouvette est soumise à une compression cyclique longitudinale contrôlée en force, correspondant à une amplitude de déplacement de l'ordre de 0,2 mm environ pour les conditions de sollicitation les plus élevées.

La compression est assurée grâce à une presse Schenck Prüfraahmen Typ. Le dispositif d'essai développé par Lambert (Lambert 2018) est montré en Figure 7.

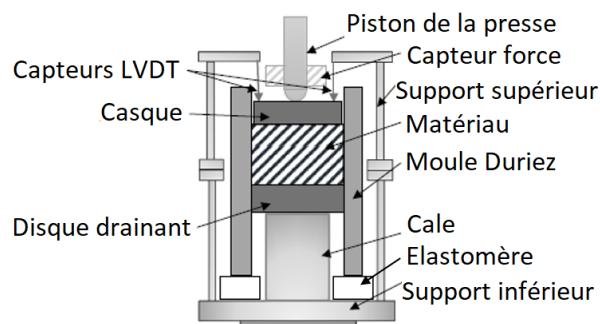


Figure 7 : Montage de l'éprouvette dans le bâti, d'après (Lambert et al. 2018).

Pour mesurer les déplacements, trois capteurs LVDT sont disposés sur le casque, lui-même posé sur l'éprouvette. Ils sont répartis à 120° dans le but de pouvoir moyenner les déplacements et obtenir la

valeur en centre de casque, dans le cas d'éventuelles rotations de ce dernier autour d'un axe horizontal (Figure 8). Le dispositif complet est visible en Figure 9.

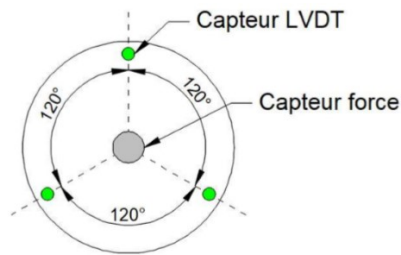


Figure 8 : Disposition des capteurs LVDT sur le montage (Lambert 2018).



Figure 9 : a) Epreuve placée dans le dispositif d'essai (échantillon en haut, cale en bas), b) Disposition des capteurs LVDT sur le casque, c) Montage dans la presse.

La force imposée en fonction du temps peut s'écrire :

$$F(t) = F^0 + \operatorname{Re} \left(\frac{F_k^*}{2} e^{i2\pi f_j t} \right) \quad (\text{Equation 5})$$

avec f_l = fréquence, $\frac{F_k^*}{2}$ = amplitude complexe de force et F^0 = composante de force statique (de signe positif pour une compression). En choisissant $F^0 \geq \left| \frac{F_k^*}{2} \right|$, cette composante permet à $F(t)$ de toujours être compressive tout en ayant des forces d'intensité minimale proche de 0 (quand le piston est au plus haut). Elle induit cependant un léger fluage tout au long de l'essai (tout en restant en petites déformations, Figure 10) qui peut être négligé à l'échelle d'un cycle de sollicitation. Les mesures de force et de déplacement sont échantillonnées au pas de temps $\Delta t_{\text{samp}} = 1/600 \text{ Hz}$, de brève valeur en comparaison des fréquences expérimentales maximales investiguées (10 Hz).

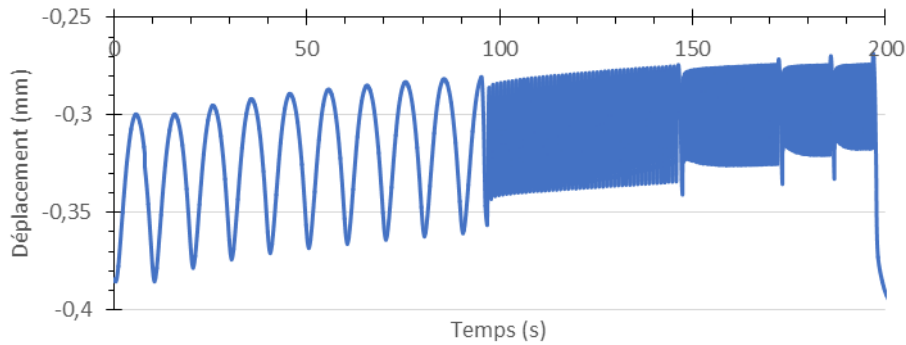


Figure 10 : Exemple de courbe de déplacement mesurée par LVDT en cours d'essai œdométrique. La figure montre les changements de fréquence imposés en cours d'une séquence de chargement (de 0,1 à 10 Hz). Elle met aussi en évidence la composante de fluage résultant de l'état de compression imposé à l'éprouvette en moyenne sur le temps. (essai réalisé à 3 jours de mûrissement sur l'éprouvette 3 du groupe A ; température de l'essai œdométrique = 15 °C, amplitude de force crête-crête= 9.5 kN).

1.3.2. Conditions de réalisation des essais œdométriques

Les essais œdométriques sont exécutés à :

- trois températures ($\theta_1^{oedo}=15$ °C, $\theta_2^{oedo}=25$ °C et $\theta_3^{oedo}=35$ °C) à bien distinguer des températures de mûrissement,
- cinq fréquences (10 cycles à $f_1=0.1$ Hz, 50 cycles à $f_2=1$ Hz, 75 cycles à $f_3=3$ Hz, 75 cycles à $f_4=6$ Hz et 100 cycles à $f_5=10$ Hz),
- et trois amplitudes (crête-crête) de force ($|F_1^*|=2.8$ kN, $|F_2^*|=5.1$ kN et $|F_3^*|=9.5$ kN).

Dans la suite, seront réservés :

- L'indice j de 1 à 3 pour qualifier les valeurs θ_j^{oedo} ,
- L'indice l de 1 à 5 pour qualifier les valeurs f_l ,
- L'indice k de 1 à 3 pour qualifier les valeurs $|F_k^*|$.

Un enchaînement de cycles réalisés à une même fréquence f_j sera qualifié de « séquence d'essai » œdométrique.

Par ailleurs, les essais œdométriques sont aussi caractérisés par les temps t_n^c (comptés en jours) auxquels ils sont effectués par rapport à la date de fabrication des échantillons (voir II. Matériaux et structures étudiés pendant la thèse). L'indice n va de 1 à N (avec N de l'ordre de 11, avec la dernière valeur t_N^c de l'ordre de 60 jours).

L'incidence des variations de température des éprouvettes lors des essais œdométriques est jugée négligeable sur leur mûrissement. Pour obtenir les températures d'essais souhaitées, les éprouvettes à tester sont transférées des enceintes climatiques (notée E_m pour m=mûrissement) où elles sont conservées pour leur mûrissement à long terme vers l'enceinte thermique (notée E_o pour o=œdométrique, qui peut être E_m ou une autre enceinte), utilisée pour la mise en température aux valeurs souhaitées des essais œdométriques.

L'ordre des changements de températures est décidé comme suit : Quand il y a 5 °C de différence entre la température des éprouvettes et la température d'essai voulue (par exemple pour des éprouvettes mûries à 10 °C et testées à 15 °C), les éprouvettes sont placées en étuve E_o à la température d'essai souhaitée pendant une heure au minimum. Quand cette différence est de 10 °C, les éprouvettes sont

placées en étuve E_0 pendant 2 h minimum (Figure 11). Ces minima requis sont tirés des travaux de thèse de Lambert (Lambert 2018).

Par ailleurs pour les éprouvettes en cours de mûrissement à 35 °C, les premiers essais œdométriques réalisés sont ceux programmés à cette même température. Sont ensuite réalisés les essais à 25 °C, puis ceux à 15 °C. Pour les éprouvettes mûries à 10 °C, les essais sont enchainés dans l'ordre inverse, à 15, 25 et 35 °C.

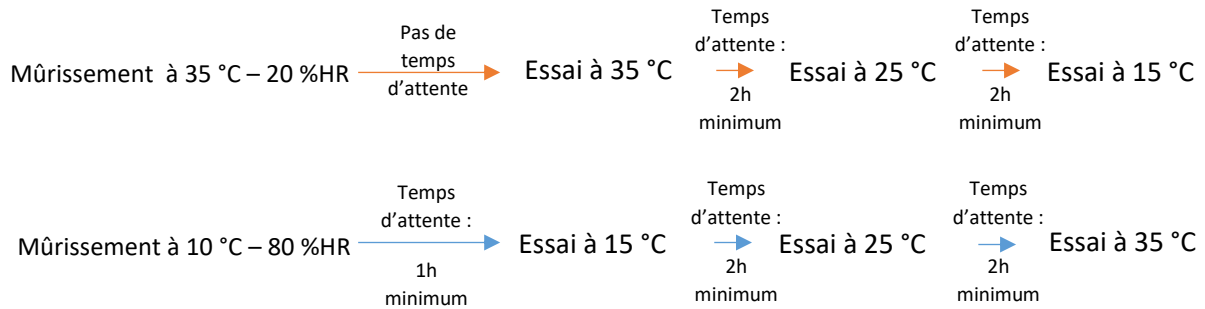


Figure 11 : Schématisation des temps d'attente entre essais œdométriques.

Les bords intérieurs des moules sont huilés avec de l'huile de paraffine avant chaque essai œdométrique pour faciliter le coulissage vertical du casque. Les essais sous presse, à proprement parler, sont réalisés à température ambiante, en un court laps de temps, après sortie des éprouvettes de l'étuve E_0 (environ 15 minutes d'essai par éprouvette pour chaque température testée). Les variations de température des éprouvettes au cours de ces phases sont supposées négligeables.

Après essai œdométrique, les éprouvettes testées sont pesées. Leur hauteur, qui diminue légèrement au cours du mûrissement et en partie également au cours des essais œdométriques (composante non réversible de fluage), est aussi régulièrement mesurée pour suivre les pertes en eau et l'évolution de leur compacité. La hauteur h est déduite sans sortir les éprouvettes de leur moule à l'aide d'une jauge de profondeur, selon la Figure 12.

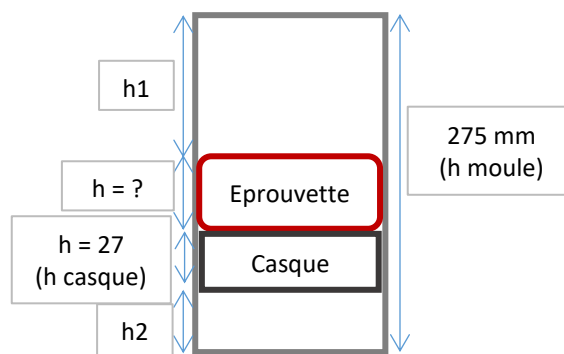


Figure 12 : Mesure de la hauteur des éprouvettes. Celle-ci est calculée par $h=275-27-h1-h2$.

1.3.3. Traitement des mesures

1.3.3.1. Obtention des signaux contrainte et déformation

Les données de sortie des essais œdométriques sont les forces et les déplacements au cours du temps. Il est possible d'en déduire des valeurs de module œdométrique et angle de phase du matériau en

fonction des paramètres d'essais (temps et conditions de mûrissement, température « œdométrique », fréquence, force). Pour cela, les mesures brutes des LVDT et capteur de force sont traitées en passant par différents programmes Visual Basic. La méthodologie est calquée sur celle utilisée par Lambert (Lambert 2018).

En premier, la déformation à vide du bâti d'essai œdométrique étant non nulle et variable avec l'effort appliqué, une correction est apportée aux déplacements mesurés. Le bâti utilisé étant celui développé durant la thèse de Lambert (Lambert 2018), la correction est tirée de son mémoire, à une légère modification près. Lambert utilisait un polynôme de degré 4, fonction de l'intensité de la force, pour ses corrections ; celles-ci sont mises ici sous forme de racine carrée :

$$\Delta V_{corr}(t) = c \sqrt{\frac{F(t)}{F_{ref}}} \quad (\text{Equation 6})$$

avec c (en mm) une constante fixée à 0.01, supposée indépendante des échantillons, des moules, et de l'assemblage du dispositif. F_{ref} est une constante d'adimensionnalisation, prise égale à 1 kN.

Les mesures de force et déplacement sont ainsi traduites en contrainte et déformation par :

$$\sigma(t) = \frac{F(t)}{S} = \frac{F^o + Re\left(\frac{F_k^*}{2} e^{i2\pi f_1 t}\right)}{S} = \sigma^o + Re(\sigma_k^* e^{i2\pi f_1 t}) \quad (\text{Equation 7})$$

$$\varepsilon(t) = \frac{\Delta H_1(t) + \Delta H_2(t) + \Delta H_3(t)}{3H} - \frac{c}{H} \sqrt{\frac{F(t)}{F_{ref}}} \quad (\text{Equation 8})$$

avec S la section de l'échantillon, H sa hauteur de référence (qui peut être supposée constante dans cette division), ΔH_i les déplacements mesurés par les LVDT (considérés petits par rapport à H , et positifs en contraction).

L'objectif est de caractériser l'évolution du comportement mécanique du matériau au cours du temps et en fonction de son degré de mûrissement, à partir des valeurs de rigidité déductibles de ces essais. Il est possible de chercher pour cela à se rapprocher de la notion de « module complexe » E^* utilisée pour caractériser le comportement réversible des matériaux viscoélastiques linéaires sous sollicitation sinusoïdale entretenue. Pour rappel pour un chargement en contrainte uniaxial dans la direction z (les contraintes étant nulles dans les autres directions), E^* est défini en viscoélasticité linéaire comme le ratio :

$$E^* = \frac{\sigma_{zz}^*}{\varepsilon_{zz}^*} \quad (\text{Equation 9})$$

avec :

σ_{zz}^* = amplitude complexe de la contrainte $\sigma(t) = Re(\sigma_{zz}^* e^{i\omega t})$ dans la direction z

ε_{zz}^* = amplitude complexe de la réponse en déformation suivant cette même direction : $\varepsilon(t) = Re(\varepsilon_{zz}^* e^{i\omega t})$.

Dans le cas de nos essais œdométriques, plusieurs biais viennent toutefois s'interposer à l'application directe de cette définition :

- i) le comportement des graves-émulsion n'est pas strictement viscoélastique linéaire, spécialement au jeune âge,

- ii) la sollicitation en contrainte comporte une composante statique en compression : $\sigma(t) = \sigma^{\circ} + Re(\sigma_k^* e^{i2\pi f t})$,
- iii) le matériau est en état de déformation uniaxial et non pas en état de contrainte uniaxial.

Pour l'ensemble de ces raisons, par la suite la quantité $\tilde{E}^{* oedo}$ est définie et utilisée, qui sera qualifiée *in extenso* de « pseudo-module complexe en condition œdométrique ». Les expressions abrégées « module complexe œdométrique » ou « module œdométrique » pourront toutefois être utilisées.

Pour pallier les points i) et ii), l'étude s'appuiera en particulier non pas sur le caractère sinusoïdal de la déformation définie par l'équation (8), mais sur sa quasi-périodicité, lorsque la dérive de déformation due à la compression statique σ° est négligée. Il est alors possible de décomposer la fonction $\varepsilon(t)$ en série de Fourier et de considérer pour valeur ε_{zz}^* l'amplitude complexe de l'harmonique fondamentale $\varepsilon_{zz}^{*(1)}$. Il est conseillé pour ces calculs d'utiliser les mesures du dernier cycle de chacune des séquences de sollicitation effectuées à fréquence fixe, de façon à respecter au mieux l'hypothèse de régime établi (Figure 13).

Pour passer au besoin des conditions œdométriques aux conditions de contrainte uniaxiale ou *vice versa* (point iii), la formule classique déduite de la loi de Hooke entre module d'élasticité œdométrique et module d'Young sera utilisée. Sera ainsi défini le « pseudo-module complexe » \tilde{E}^* comme :

$$\tilde{E}^{* oedo} \approx \tilde{E}^* \frac{(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad \text{(Equation 10)}$$

avec : ν = « pseudo coefficient de Poisson » des graves émulsion, supposé réel ici.

Typiquement pour $\nu = 1/3$, $\tilde{E}^{* oedo} \approx 1.5 \tilde{E}^*$.

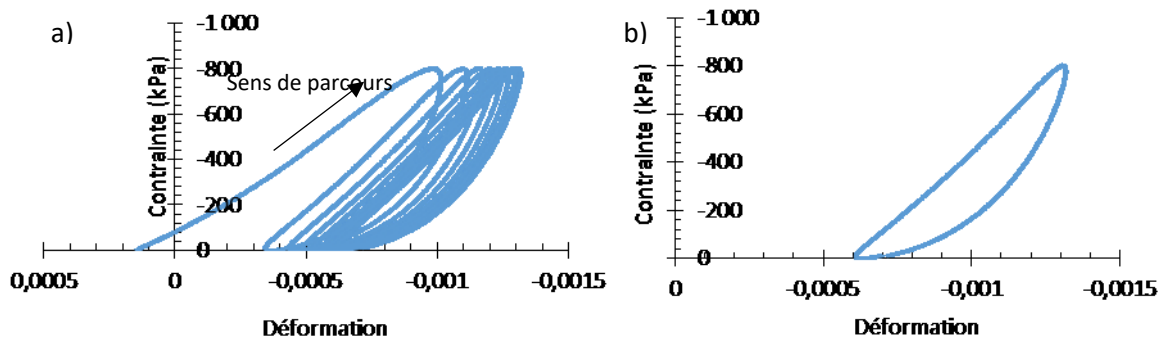


Figure 13 : a) Exemple de succession de cycles contrainte-déformation tirés des cycles force-déplacement lors d'un essai à 25 °C, 10 Hz et 9.5 kN, b) Dernier cycle.

1.3.3.2. Définition et calcul du « pseudo-module complexe » en condition œdométrique

En supposant périodiques les signaux de déformation et de contrainte déduits des équations 7 et 8, leurs décompositions en séries de Fourier s'écrivent :

$$\varepsilon(t) = Re(\sum_{l=0}^{+\infty} \varepsilon^{*(m)} e^{i m \omega_l t}) \quad \text{(Equation 11)}$$

$$\sigma(t) = Re(\sum_{l=0}^{+\infty} \sigma^{*(m)} e^{i m \omega_l t}) = Re(\sigma^{*(0)} + \sigma^{*(1)} e^{i \omega_l t}) \quad \text{(Equation 12)}$$

avec : $\varepsilon^{*(m)}, \sigma^{*(m)}$ = amplitudes complexes des harmoniques n°m données par :

$$\varepsilon^{*(m)} = \frac{2}{T} \oint \varepsilon(t) e^{-i m \omega_l t} dt, \quad \sigma^{*(m)} = \frac{2}{T} \oint \sigma(t) e^{-i m \omega_l t} dt \text{ pour } > 0.$$

A noter que pour ces essais la sommation en m peut être arrêtée à 1 pour la contrainte, sachant que la sollicitation est pilotée en force avec un étroit respect de la consigne donnée par l'équation 5.

Le module œdométrique (ou pseudo-module œdométrique complexe \tilde{E}^*) peut alors être exprimé comme suit en faisant le ratio des premières harmoniques de contrainte et déformation :

$$\tilde{E}^{*oedo} = \frac{\sigma^{*(1)}}{\varepsilon^{*(1)}} \quad (\text{Equation 13})$$

soit, en retenant les valeurs du dernier cycle effectuées à pulsation ω_l :

$$\tilde{E}^{*oedo} = \frac{\int_{t_e - T_l}^{t_e} \sigma(t) e^{-i \omega_l t} dt}{\int_{t_e - T_l}^{t_e} \varepsilon(t) e^{-i \omega_l t} dt} \quad (\text{Equation 14})$$

avec $T_l = 2\pi/\omega_l$ et $t_e =$ instant de mesure, choisi proche, par valeur inférieure, de la fin de la séquence étudiée.

Par discrétisation du calcul des intégrales suivant la méthode des trapèzes, au pas d'échantillonnage des mesures, il est alors obtenu en pratique :

$$\tilde{E}^{*oedo} \approx \frac{\sum_{p=0}^{p=N-1} \sigma(t_e - T_l + p \Delta t_{\text{échantillonnage}}) e^{-i \frac{2\pi p}{N}}}{\sum_{p=0}^{p=N-1} \varepsilon(t_e - T_l + p \Delta t_{\text{échantillonnage}}) e^{-i \frac{2\pi p}{N}}} \quad (\text{Equation 15})$$

avec :

$$N = T_l / \Delta t_{\text{échantillonnage}},$$

$\varepsilon(t_e - T_l + p \Delta t_{\text{échantillonnage}})$, $\sigma(t_e - T_l + p \Delta t_{\text{échantillonnage}}) =$ valeurs de déformation et contrainte, déduites des mesures enregistrées aux temps $t = t_e - T_l + p \Delta t_{\text{échantillonnage}}$ pour $0 \leq p \leq N - 1$

Il peut être noté que les sommations à droite de l'équation 15 éliminent comme souhaité les composantes statiques ou « lentement variables » de contrainte et de déformation compte tenu de la propriété :

$$\sum_{p=0}^{p=N-1} e^{-i \frac{2\pi p}{N}} = 0 \quad (\text{Equation 16})$$

De \tilde{E}^{*oedo} , il peut alors être obtenu comme pour un module complexe usuel, sa norme ou son module $|\tilde{E}^{*oedo}|$ (pris ici au sens mathématique du terme) ainsi que son angle de phase φ .

A noter toutefois que l'angle de phase défini ici ne peut représenter strictement le « déphasage » non constant au cours d'un cycle entre les courbes de déformation et contrainte $\varepsilon(t), \sigma(t)$. A titre d'exemple, la Figure 14 montre les décalages en temps $\Delta t_1, \Delta t_2$ ou en angle $\Delta \varphi_1 = 2\pi \Delta t_1 / T, \Delta \varphi_2 = 2\pi \Delta t_2 / T$ des *extrema* hauts et bas des courbes de force et déplacement. Il peut être remarqué que les valeurs $\Delta \varphi_1, \Delta \varphi_2$ diffèrent sensiblement et que la définition donnée dans cette thèse se situe entre ces deux valeurs.

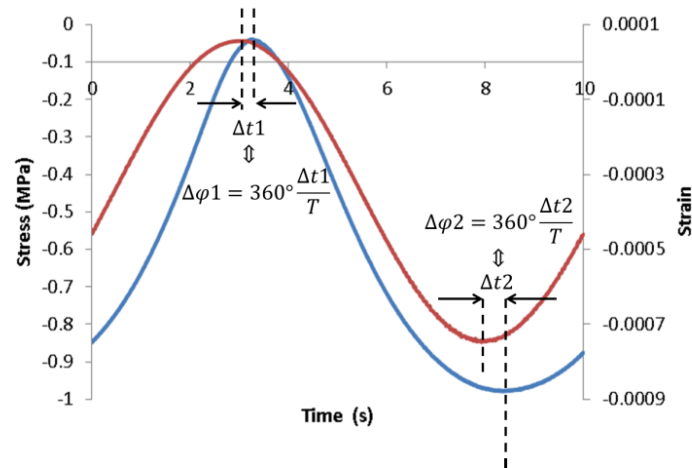


Figure 14 : Illustration des décalages haut et bas des deux signaux de déformation et contrainte. Géométriquement : $\Delta\varphi_1 = 9^\circ$, $\Delta\varphi_2 = 15^\circ$ (en sachant que par calcul il est trouvé 15°).

Pour simplifier les notations, dans la suite du manuscrit la dénomination « norme du pseudo-module œdométrique complexe » sera simplifiée par « pseudo-module œdométrique » ou tout simplement « module œdométrique ».

1.3.4. Mesure de la compacité au banc gamma

En fin de campagne (échantillons secs, pour faciliter les prises de mesures sans facteur correctif), les éprouvettes sont passées au banc gamma vertical MLPC® pour mesurer leur compacité finale, selon la norme EN 12697-7. Cette méthode repose sur l'absorption par le matériau testé des rayons de photons gamma émis par une source de Césium 137. La masse volumique apparente de l'échantillon peut alors être déduite de l'équation 17 qui suit la loi de Lambert (Villain, Thiery, et Roussel 2004) :

$$C = C_0 \exp(-k\mu' \rho_a d) \quad \text{(Equation 17)}$$

Avec C le nombre de photons ayant traversé l'échantillon, C_0 celui de photons incidents, k un coefficient expérimental de correction (ici de 1), μ' le coefficient d'atténuation massique du matériau pour une énergie de 0,662 MeV (ici 0,077), la masse volumique ρ_a et l'épaisseur d (Centre d'études et de construction de prototypes, s. d.).

La teneur en vides exprimée en % est ensuite déduite avec l'équation suivante :

$$\%vides = \left(1 - \frac{\text{Masse volumique apparente}}{\text{Masse volumique réelle de l'enrobé}}\right) * 100 \quad \text{(Equation 18)}$$

Pour remarque, la compacité (%) est égale à la soustraction de 100 par la teneur en vides.

La masse volumique réelle de l'enrobé (Mvre) étant la masse volumique maximale théorique de l'enrobé, c'est-à-dire la masse volumique théorique de l'enrobé sans vide, présentant une compacité égale à 100%.

L'appareil permet d'obtenir la compacité moyenne (ou le pourcentage moyen en vides) sur toute l'éprouvette, mais aussi en fonction de la hauteur. La Figure 15 montre l'ensemble mécanique.

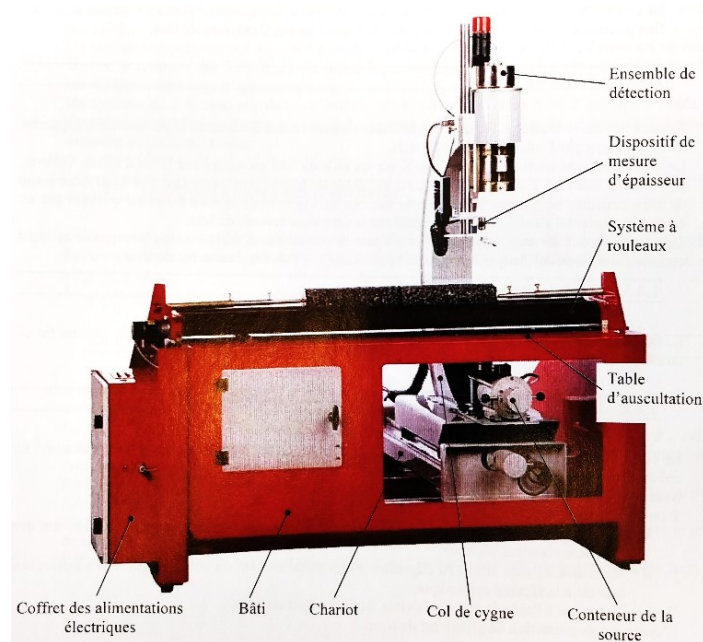


Figure 15 : Ensemble mécanique du banc gamma vertical (Centre d'études et de construction de prototypes, s. d.).

1.4. Mesure de la cinétique de mouillage au tensiomètre à goutte

La partie bibliographique a montré que l'eau a une influence sur le mouillage du bitume sur le granulat. Pour étudier la contribution de cet effet au mûrissement, l'évolution du contact entre du bitume et une lame de verre, en présence d'eau puis à sec, est évaluée. L'angle entre le bitume et la lame de verre est mesuré à l'aide d'un tensiomètre à goutte. Les sections suivantes décrivent les préparations du substrat et des échantillons, les étapes de dépôt et d'immersion de la goutte de bitume ainsi que son exploitation.

1.4.1. Préparation du substrat

Le substrat employé est une lame de microscope en verre (composé fortement siliceux). Pour s'assurer de la propreté de la lame, elle est préalablement nettoyée à l'éthanol puis à l'acétone et finalement rincée à l'eau. En attendant les mesures, les lames sont conditionnées dans une boîte hermétique. Si des poussières sont observées à la surface du substrat, elles sont essuyées avec un coton juste avant essai.

Au minimum 1 heure avant essai, quatre lames sont mises dans la chambre de mesure (voir Figure 16 ci-après) à 40 °C.

Après essai, elles sont plongées dans un produit dégraissant émulsionnable (Emul 520) pendant une journée puis nettoyées selon le protocole détaillé ci-dessus pour être réutilisées.

1.4.2. Préparation des échantillons de bitume

Le bitume est chauffé à 110 °C pendant environ 30 minutes puis coulé dans des moules cylindriques en silastène. En attendant les essais, les moules sont placés au congélateur. Les échantillons cylindriques de bitume obtenus mesurent 9 mm de diamètre et 15 mm de hauteur. Ces dimensions sont nécessaires pour que les échantillons soient placés facilement dans la seringue en laiton du tensiomètre. Un échantillon permet de déposer jusqu'à 4 gouttes sur le substrat.

La pénétrabilité et la température bille/anneau du bitume utilisé sont présentées en annexe 2.

1.4.3. Dépôt de la goutte sur le substrat

L'appareil utilisé est un tensiomètre thermo-régulé DSA100 Kruss (Figure 16). La chambre de mesure, où est installé le substrat est mobile sur 3 axes. La chambre de dosage, où est disposée la seringue, est chauffée à 120 °C pour maintenir le liant en température. La chambre de dosage est équipée d'une vis micrométrique permettant le contrôle du volume de la goutte à déposer. Le volume de goutte doit être aussi faible que possible pour pouvoir négliger l'effet de la gravité dans l'étude de l'étalement de la goutte de bitume sur le substrat. Le profil de la goutte est visualisé en temps réel grâce à la caméra.

Une heure avant essai, la seringue et son aiguille (2 mm de diamètre) sont chauffées en étuve à 120 °C. Afin d'éviter de vieillir prématurément le bitume, l'échantillon est placé dans la seringue 15 minutes avant dépôt. La température est fixée en fonction de la viscosité du bitume. En effet si le bitume est trop fluide il s'échappe de la seringue, et s'il est trop visqueux il est impossible de former une goutte et de la déposer sur le substrat. La température choisie permet un entre-deux : le bitume est assez visqueux pour se maintenir au bout de l'aiguille sous forme de goutte et assez liquide pour pouvoir le déposer sur le substrat. La goutte est finalement déposée sur le substrat.

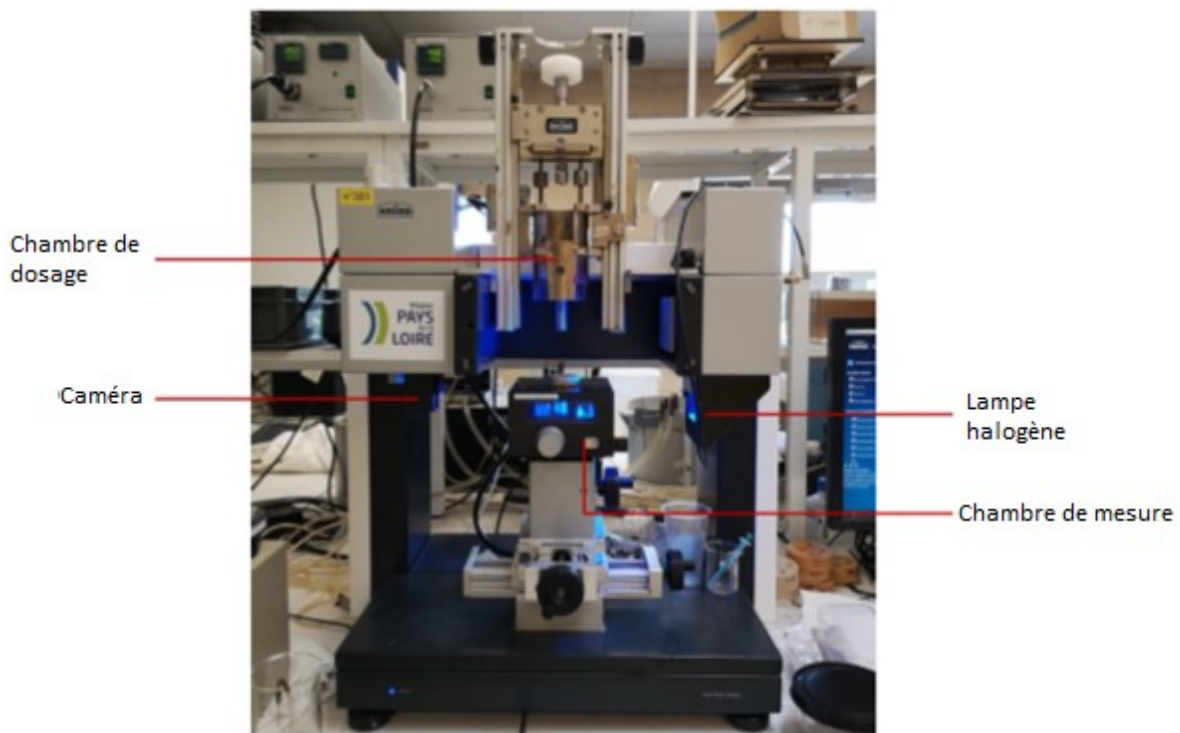


Figure 16 : Tensiomètre à goutte utilisé.

1.4.4. Immersion dans l'eau

Le système goutte-substrat est parfois immergé dans l'eau. L'essai est réalisé dans une cellule de mesure thermo-régulée à double paroi remplie d'eau distillée disposée sur le tensiomètre (Figure 17). La cellule est reliée à un bain thermostaté. L'eau du bain thermostaté circule dans la double paroi de la cellule et permet sa mise en température. Pour les essais, la température est réglée à 70 °C. La température de l'eau distillée dans la cellule est contrôlée avec un thermomètre. L'échantillon goutte

de bitume-lame de verre est placé dans la cellule quand l'eau distillée est arrivée à température (Figure 18).

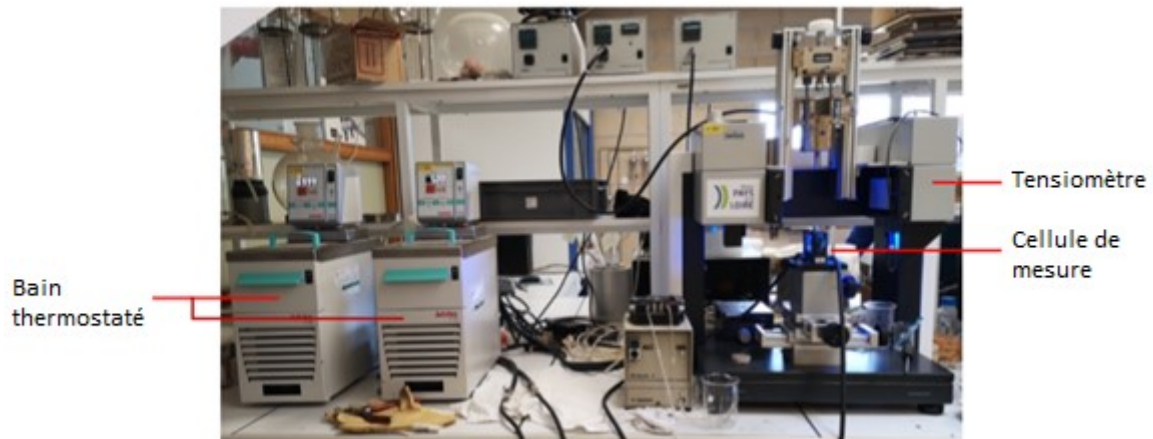


Figure 17 : Dispositif utilisé pour l'immersion de l'échantillon dans l'eau.

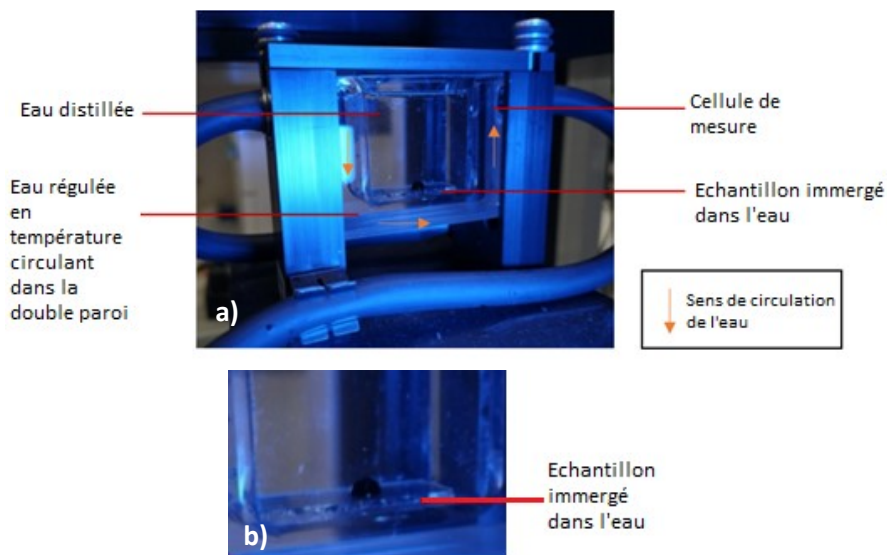


Figure 18 : a) Cellule de mesure thermo-régulée, b) Zoom sur l'échantillon immergé.

1.4.5. Exploitation de la goutte

La forme et les dimensions de la goutte de bitume sur le substrat ont été suivies dans le temps avec l'angle de contact. L'étude est basée principalement sur l'évolution de l'angle de contact à l'interface bitume-granulat.

Les angles de contact et le volume sont observés en direct à travers la caméra du tensiomètre. Au cours du temps, des photographies de la goutte sont prises et le profil obtenu est exploité grâce au logiciel fourni avec l'appareil (DSA Analysis) (Figure 19). Plusieurs modélisations sont proposées pour exploiter ce profil (équation d'un polynôme, cercle, ...). Celle retenue est la méthode dite de la « Tangente 1 ». Elle utilise l'équation d'un polynôme et permet de mesurer deux angles différents de chaque côté de la goutte.

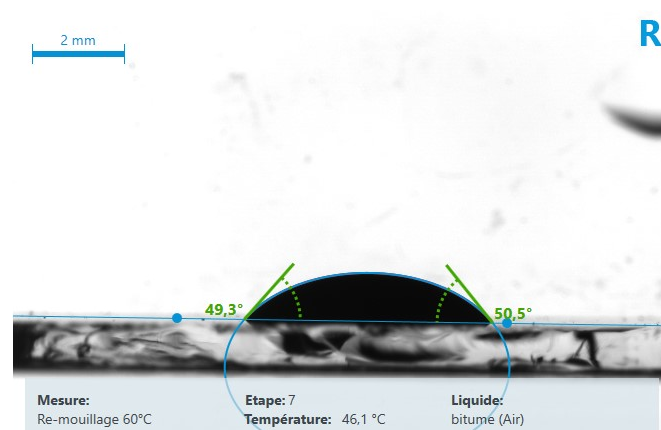


Figure 19 : Exemple de suivi de goutte sur le logiciel.

Après immersion dans l'eau, l'angle de contact est étudié (étape de remouillage à l'air). Le logiciel ne peut pas fonctionner correctement dans un système avec plus de 3 entités car l'eau et le bitume se confondent et apparaissent tous les deux en noir. Pour déterminer précisément le profil de la goutte, l'eau doit être complètement retirée (voir Figure 20).

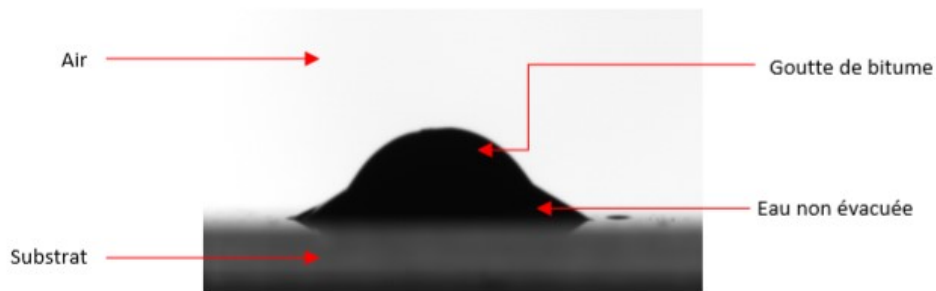


Figure 20 : Présence d'eau autour de la goutte de bitume, le logiciel ne peut pas dissocier les deux liquides.

L'échantillon est finalement refroidi pour figer son état. Pour cela, un second bain thermostaté réglé à 5 °C est utilisé. L'eau distillée dans la cellule est évacuée quand elle a atteint cette température. Elle est retirée à l'aide d'une pipette et le résidu d'eau est enlevé à l'aide d'un flux d'air doux. Le suivi de l'étalement de la goutte de bitume dans l'air est ensuite réalisé en maintenant la température de l'eau dans la double paroi à la température souhaitée.

1.5. Essais sur structure à l'échelle 1

1.5.1. FWD

Le Falling Weight Deflectometer (FWD), appelé aussi déflectomètre à masse tombante, mesure la déflexion sous charge impulsionnelle proche de celle créée par le passage d'une charge roulante (Goyer 2014). La charge est appliquée par une plaque circulaire de 30 cm de diamètre (Figure 21). Trois forces sont appliquées : 40, 50 et 65 kN avec le dispositif utilisé, un HWD de marque Dynatest disponible au CEREMA DTer Ouest. Des géophones situés à différentes distances de la charge mesurent la déflexion dans le temps (voir Tableau 1 pour les distances à la charge). Les maxima de déflexions mesurés par chaque géophone permettent d'obtenir un bassin de déflexion : la déflexion de la chaussée en fonction de la distance à la charge.



Figure 21 : a) Charge du HWD, b) HWD avec géophones visibles.

Tableau 1 : Placement des géophones par rapport à la masse tombante.

Nom du géophone	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8	D9
Distance à la charge (mm)	0	200	300	400	600	900	1200	1800	2100

1.5.2. FABAC

Le FABAC (Figure 22) est un simulateur-accelérateur linéaire de trafic lourd. Il permet d'étudier le fonctionnement et l'endommagement de chaussées sans réduction d'échelle, et plus rapidement que sous sollicitations réelles.



Figure 22 : FABAC équipé de son chariot cavalier Agilifter.

Il mesure 10 m de long, 2,50 m de large et 3 m de haut et pèse 18 tonnes. Quatre jumelages simulent les charges roulantes pouvant appliquer une force de 30 à 75 kN (Figure 23). La longueur circulée est

de 2 m à une vitesse constante pouvant atteindre jusqu'à 7 km/h. Avec ce type d'appareil, environ 300 000 chargements par semaine peuvent être atteints (Baudru et al. 2021). Un jumelage du FABAC est montré en Figure 24.

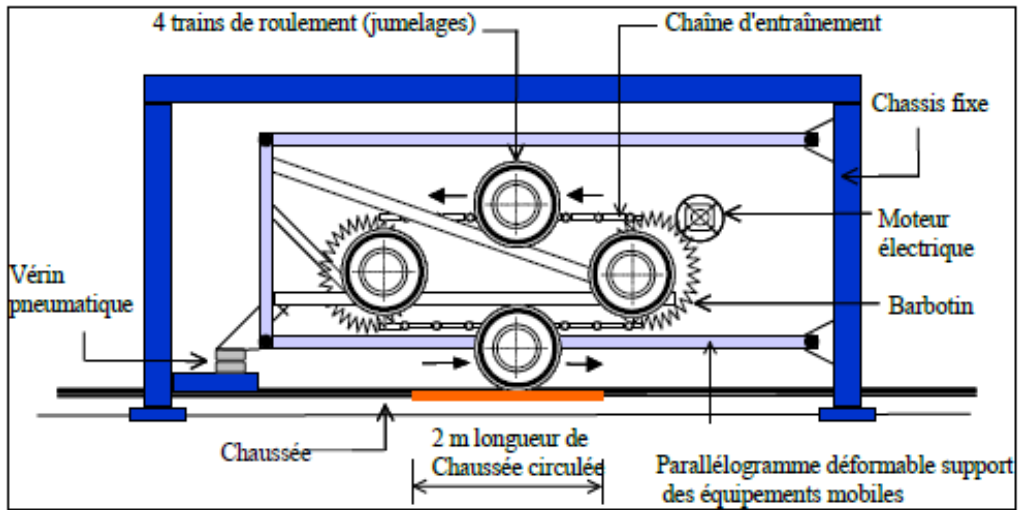


Figure 23 : Schéma de principe de fonctionnement du FABAC (Baudru et al. 2021).

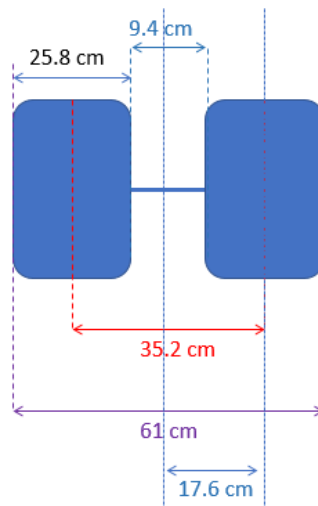


Figure 24 : Jumelage FABAC.

1.5.3. Portance à la Dynaplaque

La portance (module en MPa) des différentes couches constituant la structure est mesurée tout au long des chantiers à l'aide d'un appareil Dynaplaque (matériel mlpc distribué par Vectra). Une masse tombant sur un ressort amortisseur placé sur une plaque de charge crée une sollicitation dynamique sur la plate-forme à ausculter. L'intensité et la fréquence résultantes sont similaires au passage d'un essieu de 13 tonnes roulant à 60 km/h. La déflexion et la force d'impact sur le sol sont mesurées en fonction du temps. Le module de déformation dynamique de la structure est déduit de ces données. L'appareil est monté sur un véhicule léger (IFSTTAR et CEREMA, s. d.). La Figure 25 donne le schéma de l'appareil.

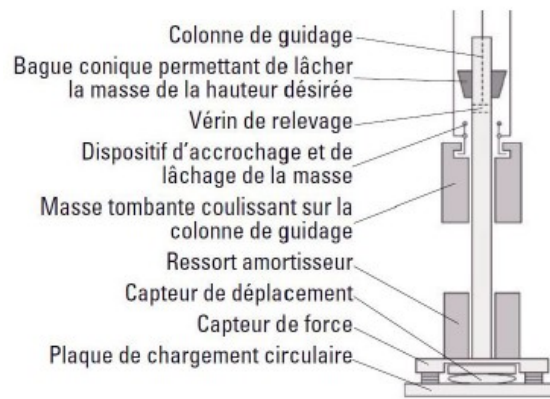


Figure 25 : Appareil Dynaplaque (IFSTTAR et CEREMA, s. d.).

1.5.4. Mesure de profil en travers

La mesure de profil en travers consiste en la mesure de l'évolution du profil en hauteur dans le temps et sur toute la largeur de la chaussée testée. Les hauteurs relatives sont mesurées grâce à un laser se déplaçant sur une poutre métallique placée transversalement au-dessus de la chaussée (Figure 26). Le faisceau laser envoyé par la source est réfléchi par la surface mesurée. Un récepteur mesure le temps entre l'envoi et la réception du faisceau et en déduit la hauteur parcourue. Le tout est relié à un ordinateur pour la récupération des données. Deux repères situés à chaque extrémité de la chaussée permettent en amont de raccorder les données entre elles dans le temps et simplifient la prise de mesure (pas besoin de disposer la poutre à une hauteur fixe et précise). Cette méthode permet d'évaluer un hypothétique orniérage ou déformation de la chaussée après trafic.



Figure 26 : Dispositif de mesure de profil en travers.

1.5.5. Radar

Un radar (aussi appelé GPR ou radar géophysique) a été utilisé sur le démonstrateur à l'échelle 1 (campagne « Chantiers », voir II.2. Campagne Chantiers) pour retrouver les coordonnées exactes des capteurs dans la structure (en positions longitudinales et transversales). Les plans des capteurs sur chaque section sont disponibles en annexe 4.6. Un radar est constitué principalement d'une unité centrale et d'antennes. L'unité centrale permet de paramétrer le système et de stocker les fichiers de

mesures tandis que les antennes, partie active du système, émettent et reçoivent les ondes électromagnétiques (Dérobert et al., s. d.).

Le radar StructureScan Mini GSSI utilisé est équipé d'une roue codeuse pour mesurer les distances. L'appareil est déplacé en ligne droite et l'antenne émet un signal selon un pas de distance choisi. La Figure 27 donne le principe de la mesure et la Figure 28 montre l'appareil utilisé. La fréquence d'acquisition est de l'ordre du GHz.

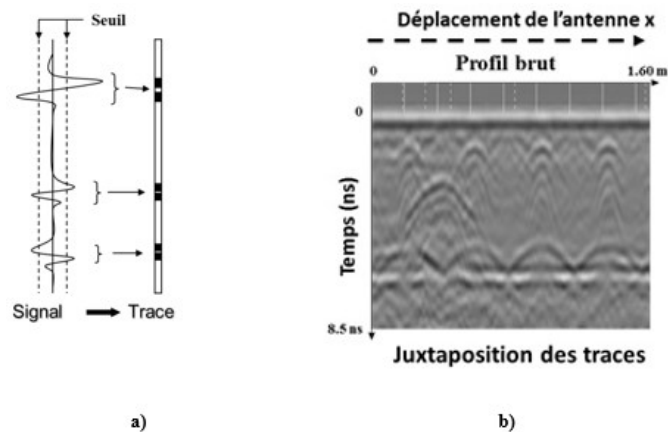


Figure 27 : Principe de la mesure radar (Dérobert et al., s. d.), a) Signal enregistré par l'antenne réceptrice pour une position donnée et seuillage, b) assemblage des signaux seuillés.



Figure 28 : Appareil radar utilisé lors des essais.

II. Matériaux et structures étudiés pendant la thèse

Cette partie est composée de deux sous-parties. La première est centrée sur la campagne d'essai portant seulement sur des matériaux mélangés et mûris en laboratoire. La seconde détaille la mise en place d'un démonstrateur à l'échelle 1, ainsi que l'étude des matériaux qui en sont issus.

II.1. Campagne de mûrissements A et B

II.1.1. Justification de la campagne

La littérature montre que les conditions extérieures ont une influence sur la rigidification de la GE avec le temps (voir Chapitre 1). Cependant très peu d'études ont été menées pour mieux comprendre les mécanismes physico-chimiques entrant en jeu dans l'évolution de la rigidification du mélange. C'est

un des buts de la campagne présentée ici : comparer les évolutions du liant et du mélange, et tenter de faire le lien entre les deux.

De plus la littérature ne comporte –à la connaissance de l'équipe lors de la rédaction de ce mémoire- aucune donnée concernant l'influence de la succession des saisons sur le mûrissement. En effet, l'influence de la saison de mise en œuvre puis des saisons suivantes est mal connue. Plus précisément, une chaussée avec GE structurante construite en hiver aura-t-elle, à terme, les mêmes performances optimales qu'une chaussée avec GE structurante construite en été ?

Finalement, il pourrait être intéressant de mieux comprendre l'activation de certains phénomènes avec la température, en imposant une température non linéaire pendant le mûrissement.

II.1.2. Composition des mélanges

Deux groupes d'éprouvettes ont été utilisés, appelés groupe A et groupe B. Leurs compositions sont identiques et les mélanges ont été mis en œuvre à des dates différentes (juin 2019 pour le groupe A et septembre 2019 pour le groupe B).

Les émulsions sont composées de bitume 70/100 de la raffinerie de Donges, avec un rapport phase aqueuse/bitume de 35/65. Les résultats de caractérisation des émulsions sont présentés en annexe 3.1. La phase aqueuse contient 6 kg/t d'émulsion en diamine et 6 kg/t d'émulsion en acide chlorhydrique.

Le granulat utilisé vient de la carrière de Mauzac. Les proportions sont calquées sur celles utilisées par Lambert lors de sa thèse (Lambert 2018) et sont les suivantes :

10/14 : 20%,

6/10 : 20 %,

2/6 : 15%,

0/2 : 45%.

La courbe granulométrique est présentée en annexe 3.2.

La proportion en liant résiduel visée est de 4,55% avec une teneur en émulsion dans le mélange égale à 7%. La teneur en eau finale ciblée est de 6,5%.

II.1.3. Protocoles de mélanges

Pour le mélange de l'émulsion, la phase aqueuse est tout d'abord versée dans un émulsionneur Elektro-Rink. Une fois qu'elle est à environ 40 °C, le bitume préalablement chauffé à 110 °C y est ajouté en filets. La température monte peu à peu puis est maintenue autour de 75-80 °C jusqu'à la fin du mélange.

Concernant le mélange de l'enrobé, le granulat pré-humidifié est malaxé pendant 30 secondes (avec un malaxeur BBmax 25). L'émulsion préalablement entreposée à 40 °C est ensuite ajoutée en une fois et le mélange est malaxé pendant 2 minutes. Le matériau obtenu est finalement réparti dans des moules Duriez, de 120 mm de diamètre et environ 61 mm de hauteur. Les éprouvettes sont compactées à 160 kN pendant 2 minutes dans le but d'obtenir un pourcentage en vides de l'ordre de

15%. En fin de campagne, les éprouvettes restantes (celles ayant subi des essais œdométriques) ont été passées au banc gamma pour mesurer leurs compacités. Elles sont présentées en annexe 3.3.

II.1.4. Paramètres de mûrissements utilisés

Comme expliqué plus haut, deux groupes de mélanges GE ont été testés dans le but de mieux comprendre l'influence saisonnière sur le mûrissement. Les échantillons ont été mûris en laboratoire sous différentes conditions (températures de 10 et 35 °C, hygrométrie de 20 et 80 %) dans une enceinte climatique Bia CL 30. Dans ces conditions de faible humidité (20%) et de températures moyennes (35°C), l'enceinte a eu des difficultés à conserver constante ces consignes sur de longues périodes. Pour illustrer ce problème, la Figure 29 montre les évolutions de la température et de l'hygrométrie réglées à 35 °C et 20 %HR.

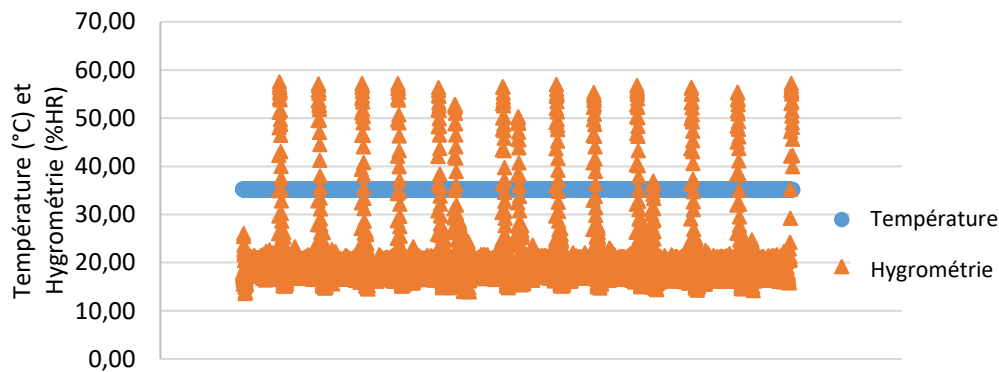


Figure 29 : Exemple d'évolutions de la température et de l'hygrométrie pour un mûrissement à 35 °C – 20 %HR dans l'enceinte sur une durée de trois jours. Un pic dure environ 40 minutes.

Le groupe A a mûri pendant 2 mois à 35 °C et 20 % d'humidité relative (HR) puis 2 mois à 10 °C et 80 %HR. A l'inverse, le groupe B a subi 2 mois à 10 °C – 80 %HR suivi de 2 mois à 35 °C – 20 %HR. La Figure 30 résume les différentes modalités de mûrissement dans le temps pour chaque groupe.

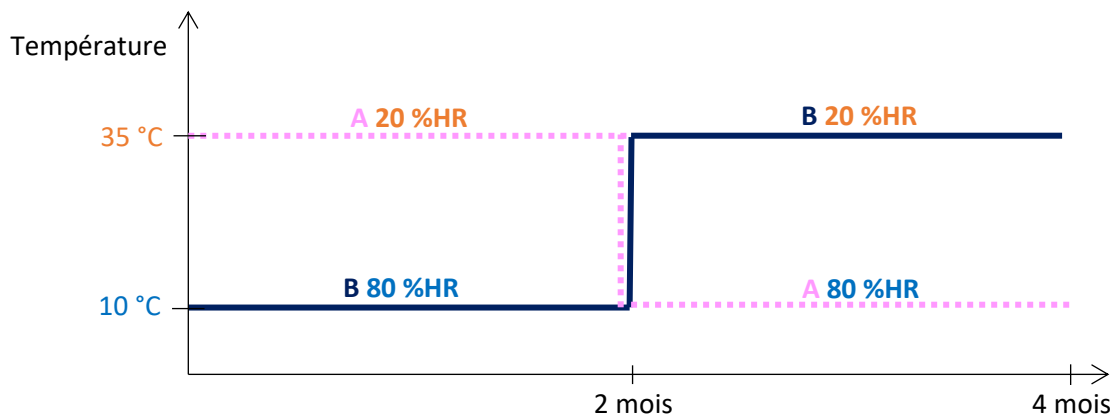


Figure 30 : Répartition des modalités de mûrissement pour chaque groupe.

La modalité à 35 °C et 20 %HR a beaucoup été utilisée dans la littérature française pour simuler en laboratoire un mûrissement de GE sur 3 années (voir Chapitre 1). Elle permet dans cette étude d'accélérer le mûrissement en laboratoire et de simuler des conditions estivales. Une température plus élevée est à éviter car elle serait trop proche de la TBA pour un bitume utilisé en GE. La modalité 10 °C et 80 %HR, quant à elle, a été choisie pour simuler des conditions hivernales.

II.1.5. Organisation du plan d'essais

Tout au long des mûrissements, deux types d'essais sont réalisés : des éprouvettes de chaque groupe, les mêmes à chaque fois, sont testées en œdométrique tandis que les éprouvettes restantes sont détruites pour en extraire le liant (Figure 31). Les essais œdométriques sont effectués sur 3 éprouvettes du groupe A et 2 du groupe B. Le groupe B en contient seulement 2 car les essais œdométriques étaient difficiles à réaliser et les données obtenues sur la 3ème éprouvette étaient faibles et laissaient penser qu'elle était en mauvais état (faces supérieure et inférieure non parallèles par exemple). Elle a donc été écartée.

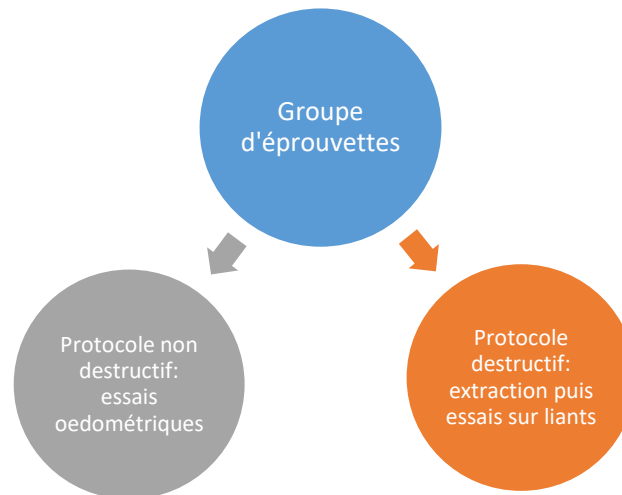


Figure 31 : Schématisation du déroulé des essais.

II.2. Campagne Chantiers

II.2.1. Justification de la campagne

La seconde campagne, « Campagne Chantiers », comprend deux axes principaux :

- Un axe laboratoire avec le mûrissement d'éprouvettes en laboratoire,
- Un axe chantier avec la mise en place d'un démonstrateur test à l'échelle 1 de chaussée avec GE structurante.

Les essais inclus dans cette campagne sont calqués sur la même méthode que celle utilisée lors de la campagne précédente. C'est-à-dire des essais œdométriques et extractions de liants (sur les éprouvettes laboratoires mais aussi des carottes sorties du démonstrateur test). De plus, le démonstrateur est testé en FWD et sous simulateur de poids lourds FABAC tout au long de son mûrissement.

Cette campagne permet dans un premier temps de vérifier la répétabilité de la méthode de la première campagne avec d'autres matériaux. Ensuite, une comparaison laboratoire-chantier peut être obtenue grâce à la mise en parallèle des deux axes. Finalement, le démonstrateur étant constitué de différentes sections (montrées ci-après), elles pourront aussi être comparées entre elles.

II.2.2. Composition des mélanges

Deux chantiers ont été mis en œuvre à des dates différentes. Le premier chantier, appelé « chantier 1 », a été mis en œuvre en juillet 2020 tandis que le deuxième chantier, « chantier 2 », a été mis en œuvre en septembre 2020¹.

D'après l'entreprise chargée de la construction, les liants pour les deux chantiers sont de mêmes grades, 160/220. Cependant, les pénétrabilités et températures bille-anneau (TBA) mesurées à l'Université Gustave Eiffel sur les liants extraits de matériaux issus de la vis du finisseur tendent à montrer un grade légèrement plus dur pour le chantier 1 (voir annexe 4.1). Ceci est expliqué par le fait que les deux bitumes sont issus de raffineries différentes. Il faut aussi prendre en compte tout le processus par lequel sont passés les liants avant de mesurer ces valeurs (émulsification-mélange-extraction), qui pourraient engendrer un certain durcissement des liants. Les données fournies par Colas pour ces bitumes sont données en annexe 4.2.

L'émulsion du chantier 1 a pu être caractérisée, les résultats figurent en annexe 4.3. L'émulsion utilisée pour les chantiers est une émulsion commercialisée par Colas sous la dénomination Colgrave (2000) de ratio bitume/eau de 60/40 sans fluxants.

Le granulat utilisé vient de la carrière de Vieilleville et les différentes coupes granulaires sont réparties dans les mélanges comme suit :

10/14 : 21%,

6.3/10 : 17%,

2/6.3 : 20%,

0/2 : 42%.

La courbe granulométrique est présentée en annexe 4.4.

La proportion en liant résiduel visée est de 4,30% avec un pourcentage d'émulsion dans le mélange de 7,5%. Les teneurs en liants mesurées des deux chantiers sont différentes. La teneur du chantier 1, à 3.3% n'est pas conforme : la teneur minimale en liant anhydre pour ce type de mélange doit être de 3.71% (IDRRIM 2018). Celle du chantier 2, à 4.6% est conforme (mesures à l'Université Gustave Eiffel).

Les rapports d'essais fournis par Colas concernant les trois mélanges de GE et celui de BBS2 (couche de roulement) ainsi que les fiches techniques produit du fournisseur des granulats (CMGO) sont en annexe 4.5.

II.2.3. Démonstrateur à l'échelle 1

En juillet et septembre 2020, deux chantiers ont eu lieu sur le terrain de l'Université Gustave Eiffel. Un démonstrateur test à l'échelle 1 contenant de la GE structurante a été mis en place. Ce démonstrateur est divisé en 10 sections de structures et compositions différentes. La Figure 32 montre les différentes structures construites. Les épaisseurs réelles obtenues après chantier figurent dans le Tableau 2. La plupart des épaisseurs réelles ne sont pas conformes.

¹ Pour information, la toute dernière section du démonstrateur (section 10) a été construite le lendemain de la réalisation des sections 7 à 9 par manque de matériau. Les essais de caractérisation réalisés à l'Université Gustave Eiffel n'ont pas été faits sur cette section. A priori l'émulsion de la section 10 est différente de celle des sections 7 à 9.

Différentes comparaisons pourront être faites entre les sections pour mieux comprendre l'influence de la structure et de la composition dans le comportement d'une chaussée avec GE structurante. Le Tableau 3 les résume.

Certaines sections comportent des capteurs (sondes d'humidité, jauges de déformations horizontales et verticales et sondes de température, voir Figure 33). Les schémas d'implantation des capteurs figurent en annexe 4.6.

L'évolution du démonstrateur est examinée de plusieurs manières :

- Des éprouvettes y sont carottées régulièrement en vue de les tester en œdométrie et d'en extraire le liant. Les types de résultats attendu sont les mêmes que pour les autres campagnes (module œdométrique et angle de phase, oxydation et rhéologie du liant). A noter que les éprouvettes testées en œdométrie et celle dont le liant est extrait sont de manière générale différentes. Des éprouvettes supplémentaires sont carottées pour envois aux différents acteurs du projet (Routes de France) afin de procéder à des essais croisés (dont les résultats ne figurent pas dans ce mémoire).
- Dans un second temps, des sollicitations mécaniques sont appliquées sur la structure tout au long du mûrissement (FWD et FABAC) pour évaluer le comportement de la chaussée dans le temps.

Tableau 2 : Epaisseurs réelles de la structure (Baudru et al. 2021)

		Epaisseur demandée (cm)	Section n°1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Epaisseur moyenne (cm)	Empierrement	55	68,8	68,5	63,0	58,5	54,6	52,0	49,9	56,0	52,9	60,3
	GNT A 0/60	30	21,9	25,1	25,8	30,2	31,7	30,4	34,1	37,7	35,6	27,1
	GNT B 0/20 (couche de forme)	15	17,5	15,7	12,9	14,4	15,1	16,2	14,5	15,5	16,2	17,4
	GE et GNT B 0/20	12	12,6	13,9								
	GE 0/14	12, et 8 sur section n°10			12,2	13,1	13,5	12,9	14,0	13,8	13,2	9,8
	BBS	4		5,6	6,9						5,1	4,8

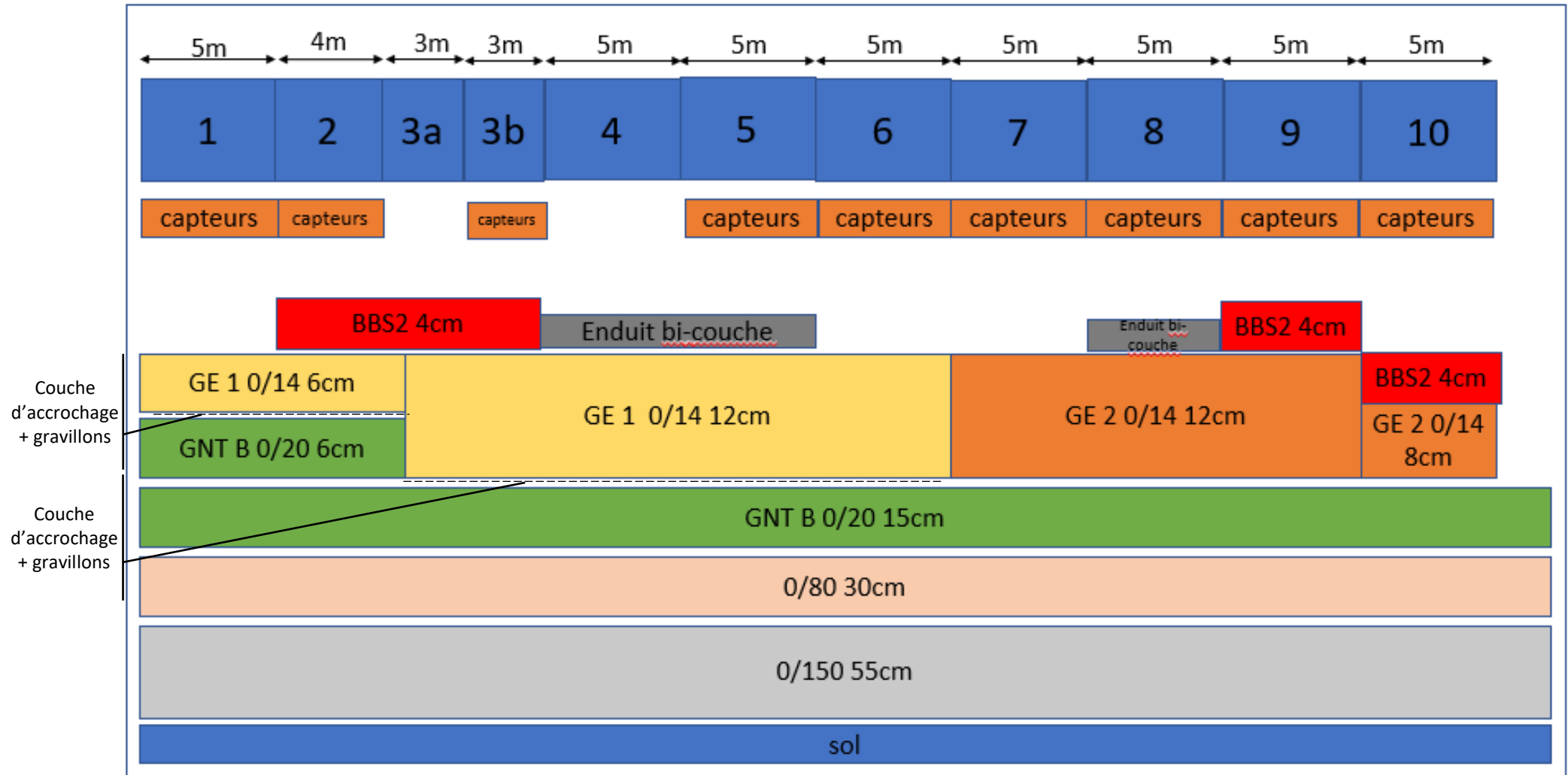


Figure 32 : Structure du démonstrateur.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

Tableau 3 : Comparaisons possibles entre les sections.

N° de section	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1		Présence de BBS2				Epaisseur de la GE				
2			Epaisseur de la GE							
3				Couches de surface différente	Couches de surface différentes	Présence de BBS2			Composition de la GE différente (teneur en liant et liant)	
4					Présence de capteurs / sollicitations FABAC			Composition de la GE différente (teneur en liant et liant)		
5						Présence d'enduit de surface		Composition de la GE différente (teneur en liant et liant)		
6							Composition de la GE différente (teneur en liant et liant)			
7								Présence d'enduit de surface	Présence de BBS2	
8									Couches de surface différentes	
9										Epaisseur de la GE
10										



Figure 33 : Exemples de jauges et sonde placées dans la chaussée, a) sonde de teneur en eau (Trime pico 32 IMKO), b) jauge de déformation horizontale (KM 100 HAS Tokyo Measuring Instruments Lab), c) jauge de déformation verticale (KM 100 A Tokyo Measuring Instruments Lab).

La portance du démonstrateur a été mesurée tout au long des chantiers, elle est présentée en Figure 34.

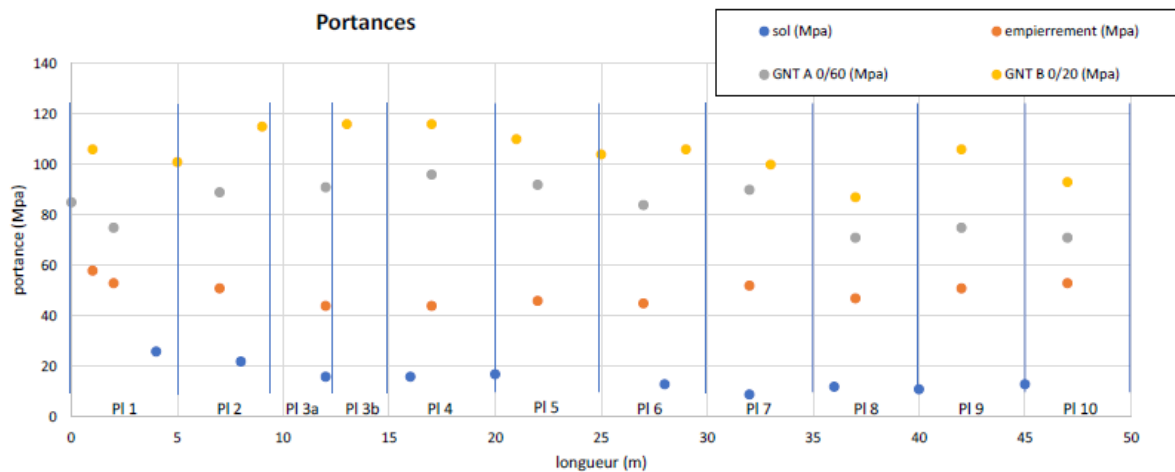


Figure 34 : Portance des différentes couches du démonstrateur (Baudru et al. 2021)

Le Tableau 4 résume les compacités mesurées sur chantier à l'aide d'un gammadensimètre. Elles sont acceptables pour toutes les sections.

Tableau 4 : Compacités mesurées sur place (Baudru et al. 2021).

	GE 0/14 cl2			BBS2 0/10		
	moyenne	écart type	% de vides	moyenne	écart type	% de vides
planche n°1	2,04	1 valeur	17,7			
planche n°2	2,06	1 valeur	16,9	2,28	0,01	5,2
planche n°3	2,08	1 valeur	16,1	2,30	0,01	4,5
planche n°4	2,07	1 valeur	16,5			
planche n°5	2,04	1 valeur	17,7			
planche n°6	2,06	1 valeur	16,9			
planche n°7	2,10	0,03	15,1			
planche n°8	2,06	0,03	16,9			
planche n°9	2,05	0,01	17,3	2,30	0,01	4,4
planche n°10	2,10	0,01	15,5	2,29	0,01	4,7

Au cours de l'essai FABAC, une charge roulante simulant des passages de poids lourds est appliquée cycliquement sur la chaussée. L'évolution des caractéristiques du mélange sera étudiée au cours du mûrissement et à terme les mécanismes de ruine des sections pourront être identifiés.

II.2.4. Mûrissement laboratoire de mélanges récupérés foisonnés lors des chantiers

Le matériau des éprouvettes mûries en laboratoire est prélevé en vis de finisseur pendant chaque chantier. Les éprouvettes sont compactées à 160 kN pendant 2 minutes dans des moules Duriez de diamètre 120 mm à une hauteur visée d'environ 61 mm. Le pourcentage de vide visé est de 15%. Le mûrissement est paramétré dans une enceinte climatique Bia CL 30.

Une fois de plus, ces éprouvettes sont réparties en deux groupes : certaines sont testées mécaniquement en œdométrie ; d'autres sont détruites pour en extraire et étudier le liant. Pour les essais œdométriques, 3 éprouvettes du chantier 1 et 3 éprouvettes du chantier 2 sont utilisées. A la fin du mûrissement, la compacité des éprouvettes issues du chantier 2 est mesurée au banc gamma. Les résultats sont présentés en annexe 4.7.

Les modalités de mûrissement choisies pour cette campagne son similaires à celles de la campagne de mûrissements A et B. En effet, pour rapprocher le plus possible les conditions laboratoire avec les conditions chantier, les successions de saisons entre chantier et laboratoire doivent être le plus proches possible. Le chantier 1, débuté en juillet, a tout d'abord subi un été. Le chantier 2, mis en place en septembre, n'a pas subi d'été et n'a donc pas été soumis à des températures élevées en début de mûrissement. C'est pourquoi il a été décidé de faire mûrir les éprouvettes laboratoires issues du chantier 1 en conditions « été → hiver » et celles issues du chantier 2 en conditions « hiver → été » (voir Figure 35).

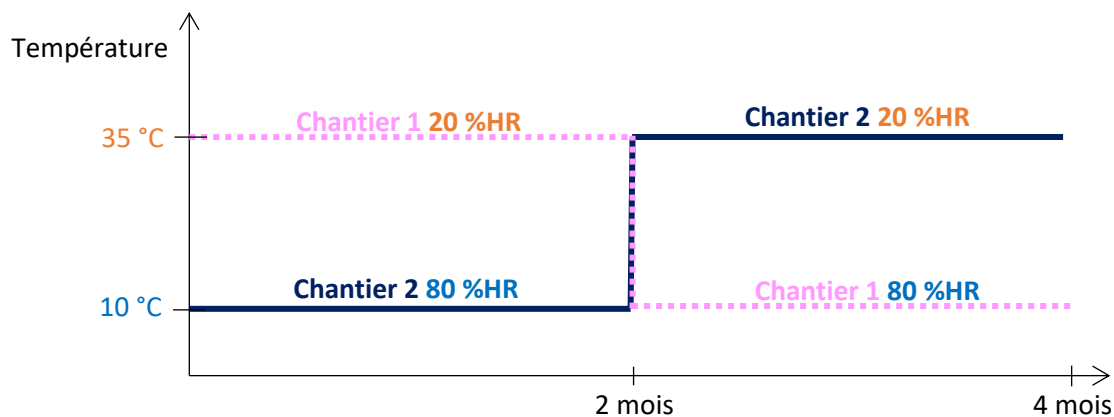


Figure 35 : Répartition des modalités de mûrissement pour les éprouvettes laboratoires issues des chantiers 1 et 2.

Bilan

Trois types de matériaux sont testés dans cette thèse. Le Tableau 5 les résume, ainsi que les essais sous lesquels ils sont soumis.

Tableau 5 : Tableau récapitulatif des matériaux utilisés et essais réalisés.

Matériau	Matériau laboratoire Préparation éprouvettes laboratoire		Matériau chantier Préparation éprouvettes laboratoire		Matériau chantier Préparation éprouvettes chantier (carottages)		Goutte de bitume pur sur lame de verre	Structures sur démonstrateur échelle 1
Type d'échantillon	Eprouvette	Liant extrait	Eprouvette	Liant extrait	Eprouvette	Liant extrait	Goutte de bitume	Structures
Essais réalisés	Essais œdométriques Banc gamma	Rhéologie IR (DSC)	Essais œdométriques Banc gamma	Rhéologie IR	Essai œdométriques Banc gamma	Rhéologie IR	Suivi de l'angle de phase et du temps d'étalement au tensiomètre à goutte	FWD, solllicitations FABAC, profils en travers

Les différentes dénominations utilisées tout au long de ce mémoire pour les deux campagnes sont regroupées dans la Figure 36.

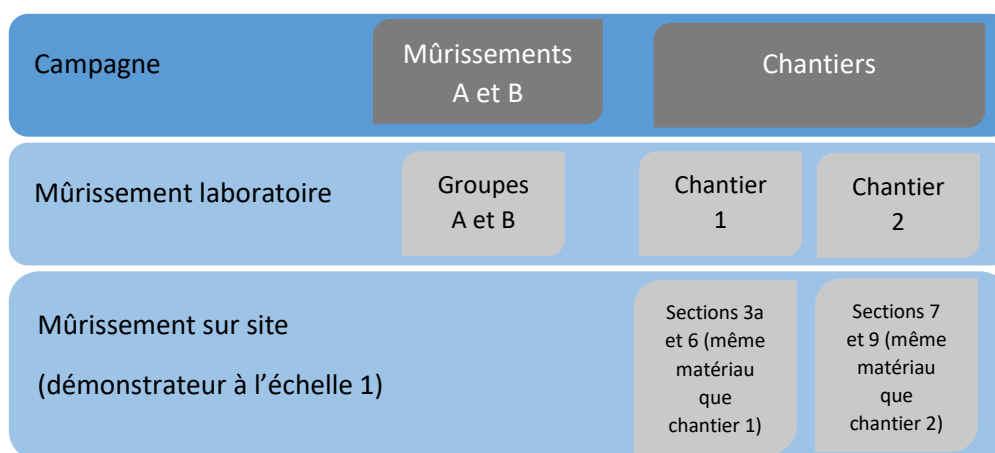


Figure 36 : Schématisation des différentes dénominations utilisées dans ce mémoire de thèse.

Références

- Baudru, Y., S. Trichet, T. Gouy, et J. Blanc. 2021. « Compte-rendu de la mise en oeuvre de planches expérimentales en grave émulsion ». Université Gustave Eiffel.
- Centre d'études et de construction de prototypes. s. d. « GVL Mesure de masse volumique d'éprouvettes (manuel d'utilisation) ».
- Dérobert, X., J.P. Balayssac, M. Z. Sbartai, et J. Dumoulin. s. d. « Méthodes électromagnétiques ». In *Contrôle non destructif pour l'évaluation des ouvrages de génie civil*. Londres, GB: ISTE.
- « Essais de comparaisons interlaboratoires 2019. "Bitume". » 2020. Dosage des fractions cristallisables dans les bitumes par analyse calorimétrique différentielle prXP T 66-067 : 2019-06. BNPétrole, Cerema.
- Goyer, S. 2014. « ORSi DEDIR - Sujet 5-2. Etude bibliographique : méthodologie d'exploitation des mesures FWD ». Cerema DTerOuest.
- IDRRIM. 2018. « Guide technique enrobés à froid fabriqués en usine ».
- IFSTTAR, et CEREMA. s. d. « Auscultation des chaussées: Dynaplaque, mesure du module dynamique du sol (Matériel mlpc) (fiche d'information) ».
- Laboratoire central des ponts et chaussées (France). 2010. *Identification et dosage des fonctions oxygénées présentes dans les liants bitumineux: analyses par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier*. Paris: Laboratoire central des ponts et chaussées.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Lambert, M., J-M. Piau, V. Gaudefroy, A. Millien, F. Dubois, C. Petit, et F. Chaignon. 2018. « Modeling of Cold Mix Asphalt Evolutive Behaviour Based on Nonlinear Viscoelastic Spectral Decomposition ». *Construction and Building Materials* 173 (juin): 403-10. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.207>.
- Lesueur, D., J-P. Planche, et P. Dumas. 2000. « Détermination de la teneur en paraffines des bitumes ». *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées* 229.
- « Manuel d'instructions Lyophilisateur ALPHA 1-2 LDplus. » s. d.
- « Notice d'utilisation. 20-1100 Analyseur de bitume 2005 ». s. d.
- Servant, Laurent, Gwenaëlle Le Bourdon, et Thierry Buffeteau. 2011. « Comprendre la spectroscopie infrarouge : principes et mise en oeuvre ». *Photoniques*, n° 53 (mai): 68-73. <https://doi.org/10.1051/photon/20115368>.
- Villain, G., M. Thiery, et P. Roussel. 2004. « Détermination par gammadensimétrie de profils de séchage et carbonatation dans les bétons ». *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées* 248: 49-71.

Table des illustrations

Figure 1 : Lyophilisateur utilisé, Alpha 1-2 LDplus Bioblock-Christ.	61
Figure 2 : Diagramme d'équilibre de l'eau (« Manuel d'instructions Lyophilisateur ALPHA 1-2 LDplus. », s. d.).	61
Figure 3 : Extracteur Asphalt Analysator.....	62
Figure 4 : Processus de distillation. La phase 2 commence quand il n'y a plus de mélange liant-solvant dans le bécher de réserve et qu'il n'y a plus d'évaporation visible du solvant. Elle se termine quand l'ébullition est terminée depuis au moins 30 minutes.....	63
Figure 5 : Histoire thermique imposée à l'échantillon testé.....	66
Figure 6 : Exemple de détermination de la transition vitreuse ("Pt. Inflex." à gauche) et de la teneur en fraction cristallisable (à partir de la valeur absolue du "nbre normalisé" à droite).....	67
Figure 7 : Montage de l'éprouvette dans le bâti, d'après (Lambert et al. 2018).	68

Figure 8 : Disposition des capteurs LVDT sur le montage (Lambert 2018).	69
Figure 9 : a) Eprouvette placée dans le dispositif d'essai (échantillon en haut, cale en bas), b) Disposition des capteurs LVDT sur le casque, c) Montage dans la presse.	69
Figure 10 : Exemple de courbe de déplacement mesurée par LVDT en cours d'essai œdométrique. La figure montre les changements de fréquence imposés en cours d'une séquence de chargement (de 0,1 à 10 Hz). Elle met aussi en évidence la composante de fluage résultant de l'état de compression imposé à l'éprouvette en moyenne sur le temps. (essai réalisé à 3 jours de mûrissement sur l'éprouvette 3 du groupe A ; température de l'essai œdométrique = 15 °C, amplitude de force crête-crête= 9.5 kN).	70
Figure 11 : Schématisation des temps d'attente entre essais œdométriques.....	71
Figure 12 : Mesure de la hauteur des éprouvettes. Celle-ci est calculée par $h=275-27-h_1-h_2$	71
Figure 13 : a) Exemple de succession de cycles contrainte-déformation tirés des cycles force-déplacement lors d'un essai à 25 °C, 10 Hz et 9.5 kN, b) Dernier cycle.	73
Figure 14 : Illustration des décalages haut et bas des deux signaux de déformation et contrainte. Géométriquement : $\Delta\varphi_1 = 9^\circ$, $\Delta\varphi_2 = 15^\circ$ (en sachant que par calcul il est trouvé 15°).	75
Figure 15 : Ensemble mécanique du banc gamma vertical (Centre d'études et de construction de prototypes, s. d.).	76
Figure 16 : Tensiomètre à goutte utilisé.	77
Figure 17 : Dispositif utilisé pour l'immersion de l'échantillon dans l'eau.....	78
Figure 18 : a) Cellule de mesure thermo-régulée, b) Zoom sur l'échantillon immergé.....	78
Figure 19 : Exemple de suivi de goutte sur le logiciel.	79
Figure 20 : Présence d'eau autour de la goutte de bitume, le logiciel ne peut pas dissocier les deux liquides.	79
Figure 21 : a) Charge du HWD, b) HWD avec géophones visibles.....	80
Figure 22 : FABAC équipé de son chariot cavalier Agilifter.....	80
Figure 23 : Schéma de principe de fonctionnement du FABAC (Baudru et al. 2021).	81
Figure 24 : Jumelage FABAC.	81
Figure 25 : Appareil Dynaplaque (IFSTTAR et CEREMA, s. d.).	82
Figure 26 : Dispositif de mesure de profil en travers.	82
Figure 27 : Principe de la mesure radar (Dérobert et al., s. d.), a) Signal enregistré par l'antenne réceptrice pour une position donnée et seuillage, b) assemblage des signaux seuillés.....	83
Figure 28 : Appareil radar utilisé lors des essais.	83
Figure 29 : Exemple d'évolutions de la température et de l'hygrométrie pour un mûrissement à 35 °C – 20 %HR dans l'enceinte sur une durée de trois jours. Un pic dure environ 40 minutes.....	85
Figure 30 : Répartition des modalités de mûrissement pour chaque groupe.	85
Figure 31 : Schématisation du déroulé des essais.....	86
Figure 32 : Structure du démonstrateur.	89
Figure 33 : Exemples de jauges et sonde placées dans la chaussée, a) sonde de teneur en eau (Trime pico 32 IMKO), b) jauge de déformation horizontale (KM 100 HAS Tokyo Measuring Instruments Lab), c) jauge de déformation verticale (KM 100 A Tokyo Measuring Instruments Lab).	91
Figure 34 : Portance des différentes couches du démonstrateur (Baudru et al. 2021).....	91
Figure 35 : Répartition des modalités de mûrissement pour les éprouvettes laboratoires issues des chantiers 1 et 2.....	93
Figure 36 : Schématisation des différentes dénominations utilisées dans ce mémoire de thèse.	93

Liste des tableaux

Tableau 1 : Placement des géophones par rapport à la masse tombante.....	80
Tableau 2 : Epaisseurs réelles de la structure (Baudru et al. 2021)	88
Tableau 3 : Comparaisons possibles entre les sections.	90
Tableau 4 : Compacités mesurées sur place (Baudru et al. 2021).	92
Tableau 5 : Tableau récapitulatif des matériaux utilisés et essais réalisés.	93

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

For a research worker the unforgotten moments of his life are those rare ones which come after years of plodding work, when the veil over nature's secret seems to lift and when what was dark and chaotic appears in a clear and beautiful light and pattern.

Gerty Cori

Contenu

Introduction.....	100
I. Evolutions des propriétés intrinsèques des éprouvettes.....	101
I.1. Evolution de la proportion en eau et incidence sur la géométrie des éprouvettes.....	101
I.2. Comparaisons des évolutions de hauteur et des pertes en eau	102
I.3. Evolution de la compacité	105
II. Résultats d’essais œdométriques.....	107
II.1. Eprouvettes mûries en laboratoire	108
II.1.1. Evolution de la norme du pseudo-module œdométrique $E * oedo$	108
II.1.2. Evolution de l’angle de phase en fonction des conditions de mûrissement.....	123
II.1.3. Evolution des points à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN dans l’espace de Black.....	124
II.2. Eprouvettes carottées sur le démonstrateur à l’échelle 1	126
II.2.1. Pseudo-module œdométrique et angle de phase des éprouvettes carottées	127
II.2.2. Coefficients d’évolution du module	128
III. A l’échelle de la structure : Essais FWD et simulateur FABAC.....	129
III.1. Remarques sur la température et l’humidité dans les structures	131
III.1.1. Amplitudes de températures au sein d’une même section	131
III.1.2. Occurrences des températures dans la couche de GE.....	131
III.1.3. Différences d’hygrométrie entre les deux chantiers.....	132
III.2. Comportement dans le temps des structures sous chargements FWD.....	133
III.2.1. Réponse des structures sous différentes forces avec le temps	135
III.2.2. Evolution sur toute la longueur du démonstrateur	136
III.3. Essais sous simulateur de poids lourds : premiers résultats FABAC	138
III.4. Evolution du profil des sections : profil en travers.....	140
Bilan.....	141
Références.....	144
Table des illustrations.....	144
Liste des tableaux.....	146

Introduction

La première échelle étudiée pour mieux comprendre le mûrissement est ici celle de l'enrobé.

Deux types d'essais sont présentés dans ce chapitre pour évaluer la rigidification de la GE :

- Des essais en laboratoire : essais œdométriques sur éprouvettes cylindriques (issues de mûrissement en enceinte climatique ou directement carottées sur chantier),
- Des essais sur structure de chaussée (démonstrateur test) : FWD, FABAC et profil en travers.

Tout d'abord, les résultats d'essais œdométriques sont exposés. Les évolutions des caractéristiques intrinsèques (hauteur, compacité, teneur en eau), pseudo-modules œdométriques et des angles de phase des éprouvettes mûries en laboratoire sont mis en avant, en fonction des différents paramètres d'essais, mais aussi des conditions de mûrissement. Ensuite, les évolutions dans le temps des pseudo-modules œdométrique et angles de phase des éprouvettes carottées du démonstrateur sont montrées.

Dans un second temps, une ouverture sur les premiers résultats issus du démonstrateur est décrite. Des remarques sur la température et l'humidité au sein de la structure sont faites. Elles sont suivies des évolutions de la déflexion (essai FWD) dans le temps, en fonction de la force apposée durant les essais et en fonction de la section étudiée. Puis, les premiers résultats issus de la réponse des structures aux sollicitations FABAC sont montrés ainsi que les évolutions de profils en travers avant et après sollicitations.

Dans ce chapitre et dans toute la suite de ce mémoire, les éprouvettes mûries en laboratoire issues de la campagne « Mûrissements A et B » sont nommées comme suit. Les éprouvettes ayant subi en premier lieu des conditions à 35 °C et 20 %HR puis 10 °C et 80 %HR forment le groupe A et sont nommées A1, A2 et A3. Les éprouvettes formant le groupe B, ayant subi d'abord la phase à 10 °C – 80 %HR puis la phase à 35 °C – 20 %HR sont nommées B1 et B2. Les éprouvettes mûries en laboratoire issues de la campagne « Chantiers » (matériau récupéré sur chantier) sont divisées elles-aussi en deux lots : chantier 1 et chantier 2. Le chantier 1 intègre les éprouvettes ayant été mûries d'abord à 35 °C – 20 %HR puis à 10 °C – 80 %HR (notées LAB1, LAB2 et LAB3). Le chantier 2 est constitué des éprouvettes soumises à des conditions 10 °C – 80 %HR puis 35 °C – 20 %HR (notées LAB8, LAB9 et LAB10).

Les différentes dénominations en fonction du type de matériau et de mûrissement sont rappelées en Figure 1, issue du Chapitre 2.

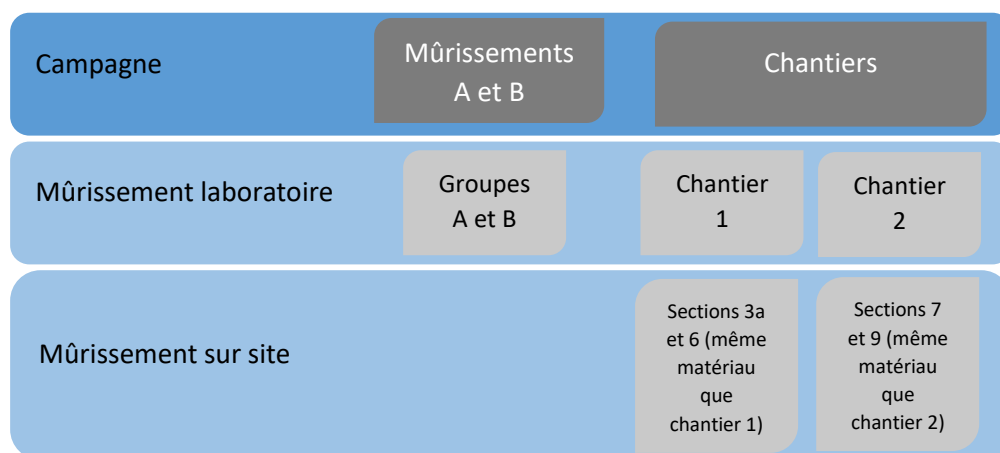


Figure 1 : Schématisation des différentes dénominations utilisées dans ce mémoire de thèse.

I. Evolutions des propriétés intrinsèques des éprouvettes

Il a été vu dans le Chapitre bibliographique que l'évolution des matériaux à froid dépend de leur composition (en eau, notamment) et de leur géométrie (compacité). Il est nécessaire de connaître ici ces évolutions pour pouvoir les mettre en parallèle avec les résultats mécaniques et mieux comprendre les phénomènes en jeu dans le mûrissement.

Dans cette partie, les résultats des évolutions géométriques et de teneurs en eau d'éprouvettes mûries en enceinte climatique sont présentés, en ne supposant aucune perte de matériau durant les 4 mois de mûrissement.

I.1. Evolution de la proportion en eau et incidence sur la géométrie des éprouvettes

Les évolutions de teneur en eau des éprouvettes des différentes campagnes sont présentées ci-dessous. Les évolutions des lots de la campagne « mûrissement A et B » sont présentées en Figure 2-a et Figure 2-b tandis que celles de la campagne désignée « Chantiers » (chantiers 1 et 2) sont en Figure 2-c et Figure 2-d. Les pertes d'eau pendant le compactage n'ont pas été mesurées. Les valeurs aux temps initiaux sont donc les valeurs théoriques des matériaux après compactage obtenues par extrapolation linéaire des deux points suivants. Les valeurs minimales sont fixées à 0.1%. La faible teneur en eau du chantier 1 au temps initial peut être expliquée par une forte évacuation de l'eau avant compactage du mélange (de l'eau s'écoulait du camion transportant la grave-émulsion), qui serait d'autant plus facilitée avec la faible teneur en liant de ce mélange.

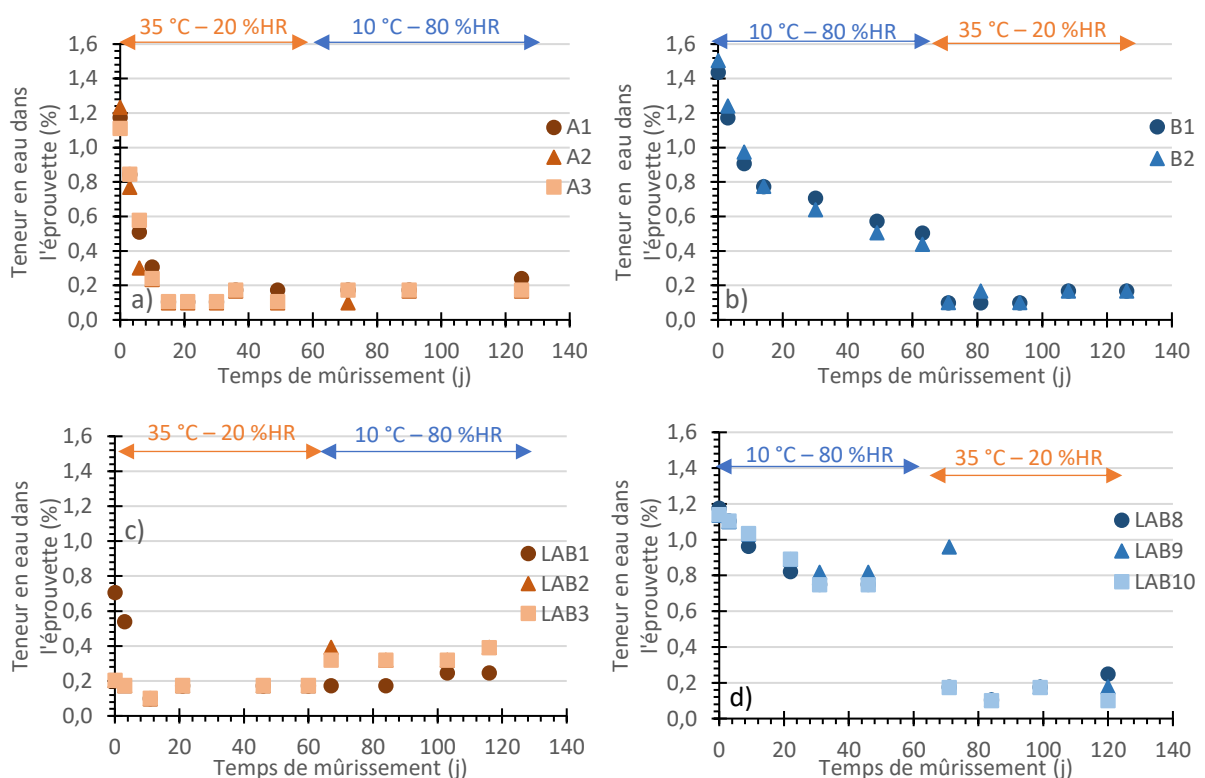


Figure 2 : Proportions en eau des éprouvettes dans le temps, a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2. Les éprouvettes sont notées de A1 à A3 pour le groupe A, B1 et B2 pour le groupe B, LAB1 à 3 pour le chantier 1, LAB8 à 10 pour le chantier 2.

Les évolutions des éprouvettes se traduisent par une diminution de la proportion en eau en fonction du temps de mûrissement ce qui est cohérent. La majeure partie des pertes en eau des quatre lots intervient au début du mûrissement puis la proportion en eau des éprouvettes se stabilise. D'ailleurs l'annexe 1.3 montre l'eau évacuée pendant la lyophilisation des autres échantillons (ceux dont le liant a été extrait) de la campagne « Mûrissements A et B » ; où la majeure partie de l'eau contenue dans les éprouvettes est perdue pendant les tous premiers jours de mûrissement.

Le groupe A a séché plus rapidement et davantage pendant les 2 premiers mois que le groupe B, ce qui montre que les conditions à 35 °C – 20 %HR permettent une évacuation de l'eau plus rapide que celles à 10 °C – 80 %HR. En effet, plus d'1% d'eau a été perdu pour le groupe A au bout de 15 jours, alors que la même perte n'est atteinte qu'au bout de 63 jours pour le groupe B.

Une perte en eau rapide est visible lors d'un passage de 10 °C – 80 %HR à 35 °C – 20 %HR (groupe B : perte de 0.37%. Chantier 2 : perte de 0.33%), ce qui montre un séchage supplémentaire dû aux conditions 35 °C – 20 %HR. Ce phénomène a aussi été observé par (Raschia et al. 2020) pour des enrobés à froid contenant des matériaux recyclés et du ciment : les pertes en eau des enrobés mûris à 40 °C augmentent alors qu'ils avaient été pré-conditionnés à 5 ou 25 °C pendant 14 jours.

Une légère reprise hydrique est aussi visible au passage de 35 °C – 20 %HR à 10 °C – 80 %HR pour le chantier 1 (gain de 0.12% d'eau).

Finalement, la proportion d'eau minimale (0.1%) est atteinte au bout d'une quinzaine de jours à 35 °C – 20 %HR (15 jours pour le groupe A et 11j pour le chantier 1). Au bout des 60 premiers jours à 10 °C – 80 %HR, les éprouvettes contiennent encore plus de 0.4% d'eau (groupe B et chantier 2). En extrapolant les quatre derniers points à 10 °C - 80 %HR du groupe B et du chantier 2 (extrapolation linéaire), la proportion minimale en eau sous conditions 10 °C – 80 %HR serait atteinte après 4 mois de mûrissement (152j en moyenne sur les 2 lots).

- Une différence de 25 °C (entre 35 et 10 °C) multiplie par 10 le temps de séchage (le terme « séchage » est ici utilisé pour définir la teneur minimale en eau).
- Quel que soit le type de matériau (mélange laboratoire ou chantier), un passage de conditions 10 °C – 80 %HR à 35 °C – 20 %HR amène un séchage du matériau jugé très rapide.

Ceci montre qu'un épisode « chaud » (forte température et faible hygrométrie) est nécessaire pour que l'eau soit évacuée rapidement du mélange.

1.2. Comparaisons des évolutions de hauteur et des pertes en eau

La Figure 3 met en parallèle pour les groupes A et B les pertes en eau moyennes avec les hauteurs moyennes des éprouvettes. Les moyennes ont été calculées sur les 3 éprouvettes du groupe A et les 2 du groupe B. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les éprouvettes. Pour rappel, les valeurs de proportion en eau aux temps initiaux sont théoriques.

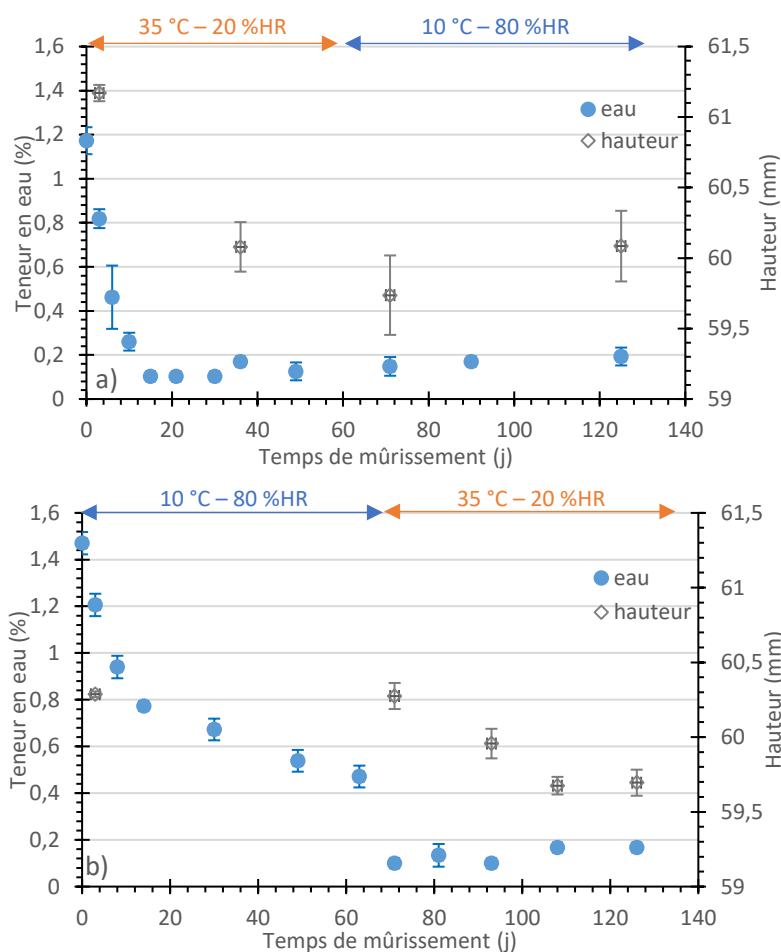


Figure 3 : Parallèle entre la composition en eau et la hauteur des éprouvettes étudiées, a) Groupe A, b) Groupe B, au cours du mûrissement.

Il peut être trouvé une bonne corrélation entre le pourcentage en eau et la hauteur des éprouvettes. Lorsque les conditions de mûrissement sont maintenues à 35 °C – 20 %HR, les éprouvettes sèchent (perte de plus de 1% pour le groupe A et 0,3% pour le groupe B) et se rétractent (1 millimètre perdu pour le groupe A et environ 0,6 mm pour le groupe B).

En particulier pour le groupe B, la proportion en eau résiduelle arrive à son minimum en 8 jours après passage à 35 °C – 20 %HR alors que le retrait des éprouvettes est observé sur une durée de 30 jours. Cette différence de cinétique entre le phénomène de séchage et le retrait géométrique pourrait être expliquée par la viscosité du liant. Cette viscosité induirait une inertie dans les mouvements des éprouvettes après départ de l'eau. Une explication plus approfondie à cette différence de temps, mettant en jeu la mouillabilité bitume-granulat et la viscosité du liant à différentes températures, sera donnée dans le Chapitre 5.

Au cours du mûrissement à 10 °C – 80 %HR, les hauteurs moyennes des éprouvettes ne semblent pas évoluer entre le début et la fin de ces 2 mois. Cette invariance est probablement liée à l'état du liant à 10°C qui est plus rigide qu'à 35 °C et pourrait expliquer la difficulté au squelette granulaire à se réorganiser sous son propre poids. En effet, dans ces conditions, le module de cisaillement $|G^*|$ présente une valeur autour de 14-23 MPa pour le groupe B, et de 34-41 MPa pour le groupe A (essais

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

réalisés à 10°C-10 Hz) ; alors que les mêmes valeurs recalculées pour un essai à 35 °C varient plutôt autour de 0,5-1 MPa pour le groupe B et 0.8-1.4 MPa pour le groupe A (Tableau 1).

Tableau 1 : Valeurs de $|G^*|$ obtenues des liants extraits, à différentes périodes et à différentes températures d'essais. Les essais n'ayant pas été réalisés à 35 °C, les valeurs d'essais à 35 °C ont été recalculées à partir de la fonction de $|G^*|$ en fonction de la température obtenue avec les valeurs expérimentales pour différentes températures d'essai. Les valeurs d'essais à 10 °C sont directement obtenues des essais. Les valeurs à 35 °C reflètent les modules obtenus pendant les 2 mois à 35 °C – 20 %HR et les valeurs à 10 °C reflètent les modules obtenus pendant les 2 mois à 10 °C – 80 %HR. Les gammes de modules données reflètent les maxima mesurés pendant les 2 mois pour chaque phase de mûrissement.

Groupe A		Groupe B	
Valeur recalculée pour un essai à 35 °C et 10 Hz (MPa)	Essai à 10 °C et 10 Hz (MPa)	Essai à 10 °C et 10 Hz (MPa)	Valeur recalculée pour un essai à 35 °C et 10 Hz (MPa)
0.8-1.4	34-41	14-23	0.5-1

La Figure 4 présente le même type de résultats pour les éprouvettes des chantiers 1 et 2.

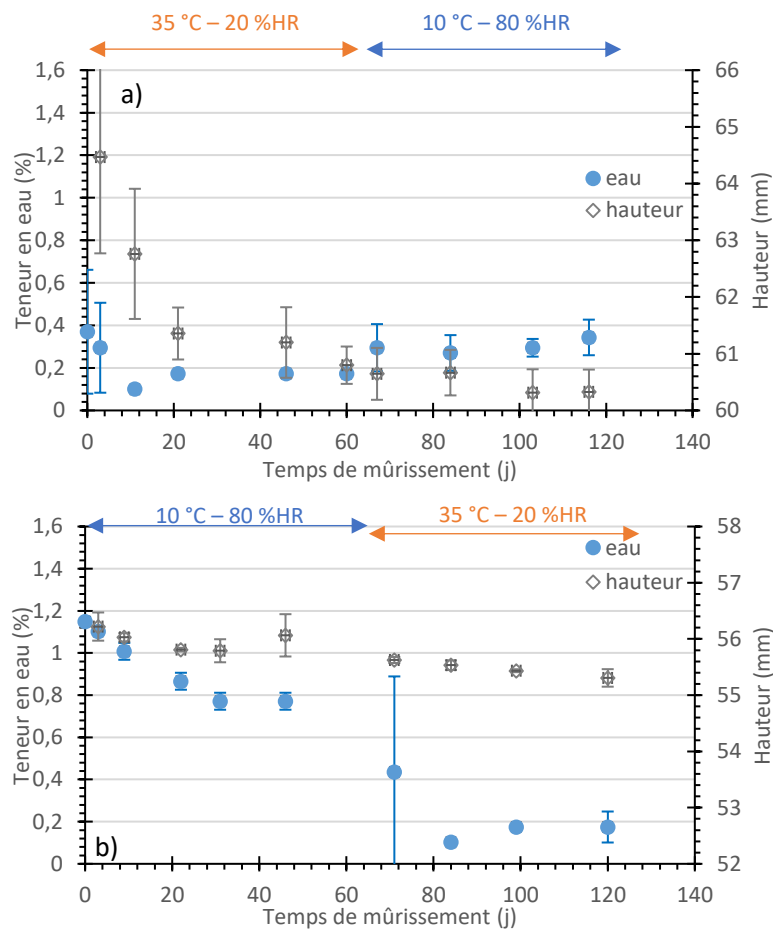


Figure 4 : Parallèle entre la composition en eau (ratio de masses) et la hauteur des éprouvettes de la campagne « Chantiers » mûries en laboratoire. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les éprouvettes, a) Chantier 1, b) Chantier 2.

Dans les conditions de mûrissement égales à 35 °C-20 %HR, les éprouvettes sèchent (0.2% perdu pour le chantier 1 et plus de 0.26% pour le chantier 2) et se rétractent (presque 4mm perdus pour le chantier 1, et 0.32 mm pour le chantier 2).

En conditions 10 °C et 80 %HR, la teneur en eau des éprouvettes du chantier 1 stagne (variation de seulement 0.04%) et celle du chantier 2 diminue (perte de 0.83%, variation élevée car début de mûrissement) tandis que les hauteurs moyennes évoluent faiblement relativement à leur évolution générale (perte de 0,32 mm pour le chantier 1, et 0.16 mm pour le chantier 2).

Il est nécessaire de noter de plus que les hauteurs initiales étaient différentes entre les éprouvettes des chantiers 1 et 2. A 3 jours, les éprouvettes du chantier 1 mesuraient entre 63 et 66 mm de haut, alors que celle du chantier 2 entre 56 et 57 mm. Il est d'ailleurs remarqué que les hauteurs du chantier 1 évoluent beaucoup plus que celles du chantier 2. Ceci est probablement lié à la hauteur initiale des éprouvettes, qui est plus élevée pour les éprouvettes du chantier 1. Les éprouvettes du chantier 1 ont été sous-compactées (entre 19 et 20% de vides mesurés en fin de mûrissement par calcul, voir partie suivante), ce qui faciliterait leurs variations géométriques.

1.3. Evolution de la compacité

Les évolutions de masse volumique réelle sont calculées à partir des évolutions des proportions de chaque constituant (granulat, bitume et eau/phase aqueuse) obtenues à partir des évolutions de leurs masses. Le calcul de compacité est tiré de la norme NF EN 12679-5, adapté à la présence d'eau, de la façon suivante :

$$\rho_{mc} = \frac{100}{\frac{p_{granulat}}{\rho_{granulat}} + \frac{p_{bitume}}{\rho_{bitume}} + \frac{p_{eau}}{\rho_{eau}}} \quad (\text{Equation 1})$$

Avec ρ_{mc} la masse volumique réelle du mélange (Mg/m^3), $p_{constituant}$ la proportion du constituant et $\rho_{constituant}$ la masse volumique du constituant (Mg/m^3). La masse volumique du bitume est prise à $1.05 \text{ Mg}/\text{m}^3$ et celle de l'eau à $1 \text{ Mg}/\text{m}^3$.

Les évolutions de la compacité (équation 3) sont ensuite déduites de ces résultats en divisant la masse volumique apparente (équation 2) et la masse volumique réelle ρ_{mc} .

$$\rho_{apparente} = \frac{\text{Masse éprouvette}}{\text{Volume éprouvette}} \quad (\text{Equation 2})$$

$$\text{Compacité (\%)} = \frac{\rho_{apparente}}{\rho_{mc}} * 100 \quad (\text{Equation 3})$$

Les hypothèses utilisées ici portent d'une part sur le fait que l'eau n'est pas absorbée par le granulat, d'autre part que la géométrie de l'éprouvette n'évolue dans le temps que sur sa hauteur (ceci est justifié par le fait que les éprouvettes ne glissaient pas plus de leur moule en fin de mûrissement qu'en début, il n'y aurait donc pas eu d'évolutions radiales significatives).

Les teneurs en vides sont calculées grâce à l'équation suivante :

$$\%vides = 100 - \text{compacité} \quad (\text{Equation 4})$$

La Figure 5 présente les évolutions de vides des quatre lots.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

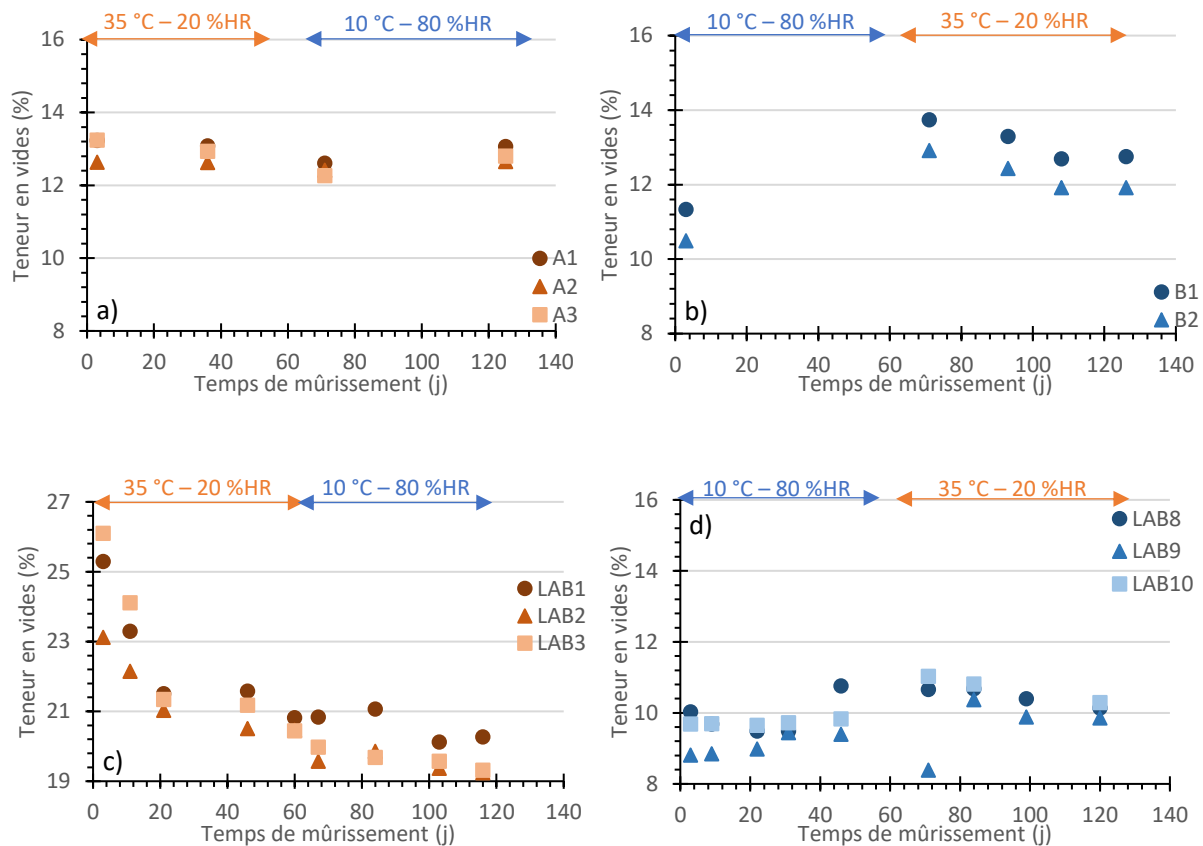


Figure 5 : Evolutions des pourcentages en vides des 4 lots d'éprouvettes, a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.

Tout d'abord les éprouvettes du chantier 1 comportent environ le double de vides de celles des autres lots. Cette différence importante explique la grande mobilité de la structure des éprouvettes du chantier 1, comparée à celle des autres éprouvettes. Les éprouvettes issues du chantier 1, qui possèdent les pourcentages en vides les plus élevés, évoluent le plus. Les vides des autres éprouvettes varient peu.

Deux phénomènes dichotomiques entrent en jeu dans l'évolution des vides :

- Le séchage, qui amène une augmentation de la teneur en vides (diminution de la teneur en vides remplis d'eau au profit des vides remplis d'air),
- Le tassement de l'éprouvette durant les quatre mois de mûrissement et qui induit une diminution de la teneur en vides.

L'augmentation de la teneur en vides résultant d'un séchage est visible sur les deux premiers mois pour le groupe B (augmentation d'environ 2.4% en moyenne) et le chantier 2 (augmentation d'environ 0.5% en moyenne), qui sèchent lentement tout le long des deux mois puisque soumis à 10 °C et 80 %HR. Cette augmentation n'est pas visible pour les autres lots car ils sèchent rapidement en début de mûrissement.

La diminution des vides due à un tassement de l'éprouvette est visible sur les deux premiers mois du groupe A et chantier 1 (perte de 0.6% pour le groupe A et de 4.4% pour le chantier 1) ainsi que sur les deux derniers mois du groupe B et chantier 2 (1% de perte pour le groupe B et 0.6% pour le chantier 2

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

sans prise en compte LAB9 qui contient une valeur aberrante), ces périodes étant sous conditions à 35 °C – 20 %HR favorisant le séchage des mélanges et la mobilité du bitume.

Finalement, la teneur en vide du groupe A a légèrement augmenté sous les conditions 10 °C et 80 %HR (gain de 0.4% en moyenne). Pour le chantier 1 sous les mêmes conditions, l'évolution ralentit (perte de 0.5% de vide, alors qu'aux 2 mois précédents elle était de 4.4%).

Pour remarque et découpler l'effet des conditions extérieurs et de l'eau, le Tableau 2 ci-dessous résume les mouvements de vides remplis d'air et d'eau des éprouvettes pour chaque modalité dans l'enceinte climatique. Ce tableau montre qu'il y a généralement plus de mouvements du mélange (évolution des vides) en phase 35 °C-20 %HR qu'en phase 10 °C-80 %HR. Cela peut être lié à la viscosité du liant plus élevée à 10 °C qu'à 35 °C. De plus, le degré de compaction influence plus le mouvement que le grade du bitume. Un compactage élevé permettra très peu de mouvement (par exemple pour le chantier 2, 0.3% de variation entre état initial et final) tandis qu'un compactage faible induira des évolutions de vides plus élevées (par exemple pour le chantier 1, 5.2% de variation entre état initial et final). Ce tableau montre en outre qu'il y a une bonne concordance entre les teneurs en vides finales mesurées au banc gamma et celles calculées ici.

Tableau 2 : Récapitulatif des mouvements en vides des deux campagnes, en fonction des conditions dans l'enceinte climatique.

Campagne	« Mûrissements A et B », groupe A		« Chantiers », chantier 1		« Mûrissements A et B », groupe B		« Chantiers », chantier 2	
	35°C-20%HR	10°C-80%HR	35°C-20%HR	10°C-80%HR	10°C-80%HR	35°C-20%HR	10°C-80%HR	35°C-20%HR
Grade de bitume	70/100		160/220 de base, 70/100 (après extraction)		70/100		160/220 de base, 100/150 (après extraction)	
Pourcentage de vides final mesuré au banc gamma (%)	11.2 – 8.9 – 11.2				9.6 – 10		9.4 – 8.4 – 8.2	
Pourcentage de vides (air) final calculé (%)	13.1 – 12.6 – 12.8		20.3 – 19.2 – 19.3		12.9 – 11.9		10.1 – 9.9 – 10.3	
Delta de vides air+eau moyen sur les 4 mois (initiaux-finaux) (%)	0.8		5.2		-0.4		0.3	
Delta de vides air+eau moyen en fonction de la phase (initiaux-finaux)(%)	1.3	-0.5	4.4	0.5	-1.3	0.9	-0.2	0.6 (LAB9 non prise en compte)

II. Résultats d'essais œdométriques

Pour rappel, l'essai œdométrique permet dans ce travail de thèse la détermination du module de rigidité (pseudo-module œdométrique) de la GE. En effet, les éprouvettes sont confinées dans des moules cylindriques ce qui leur permet de garder leur forme et empêche les mouvements radiaux et donc une déformation irréversible (tassement ou effet tonneau) sous chargement vertical. Au jeune

âge, les éprouvettes sont peu cohésives et il est impossible de les tester avec les essais mécaniques usuellement utilisés pour les enrobés à chaud qui nécessitent des éprouvettes sciées.

Pour rappel, les données traitées sont issues des derniers cycles de chargement des essais œdométriques, quand le matériau est supposé stabilisé. La sollicitation établie est donc différente d'une sollicitation réelle d'une chaussée, qui pourrait être ramenée à un seul cycle de chargement (passage d'une roue sur la route), où le matériau ne serait donc pas stabilisé. L'éclairage visé dans ce travail de thèse est donc moins sur la mécanique des chaussées (une ouverture est cependant donnée avec les essais sur démonstrateur en partie III.), mais plutôt sur le mûrissement de l'enrobé.

II.1. Eprouvettes mûries en laboratoire

II.1.1. Evolution de la norme du pseudo-module œdométrique $|\tilde{E}^{*oedo}|$

De manière générale et pour une GE, le module œdométrique (ou pseudo-module œdométrique) représente la rigidité du matériau. Très faible au jeune âge, il augmente graduellement avec le temps jusqu'à atteindre une valeur asymptotique traduisant les performances optimales de la GE.

II.1.1.1. Effet des conditions d'essais sur le pseudo-module œdométrique

II.1.1.1.1. Effet de la température

Comme expliqué dans le Chapitre 2, les essais ont été réalisés à 3 températures : $\theta_1^{oedo}=15$ °C, $\theta_2^{oedo}=25$ °C et $\theta_3^{oedo}=35$ °C. Les Figure 6 et Figure 7 présentent les évolutions des pseudo-modules œdométriques en fonction du temps de mûrissement pour les campagnes « Mûrissements A et B » et « Chantiers » respectivement, aux trois températures d'essais testées.

De manière générale, le comportement du matériau dépend de la température : le module $|\tilde{E}^{*oedo}|$ diminue avec l'augmentation de la température d'essai. Cette dépendance à la température est due au liant, dont la viscosité baisse avec l'augmentation de température (ici de 15 à 35 °C). Elle est moins visible pour les éprouvettes du chantier 1 (autour de 500 MPa d'écart maximum) car ce matériau comporte moins de liant que les autres mélanges (1200 MPa maximum d'écart pour le chantier 2).

Ces résultats sont cohérents avec (Lambert 2018) qui a mis en évidence une rigidification de l'enrobé avec la diminution de la température d'essai. Ses valeurs obtenues pour des essais à 15 °C et 20 °C sont d'ailleurs proches.

Les modules des éprouvettes des lots chantier 1 et chantier 2 sont plus bas car le grade du bitume utilisé pour leurs mélanges est moins consistant que celui des éprouvettes des groupes A et B. Le bitume des chantiers 1 et 2 est de grade 160/220 tandis que celui des groupes A et B est de grade 70/100.

L'éprouvette A1 présente des modules plus faibles que les autres du groupe A. Malheureusement, aucune explication ne peut être donnée sur cette différence car cette éprouvette n'est en rien différente des autres (compacité, géométrie, masse, composition similaires aux autres éprouvettes).

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

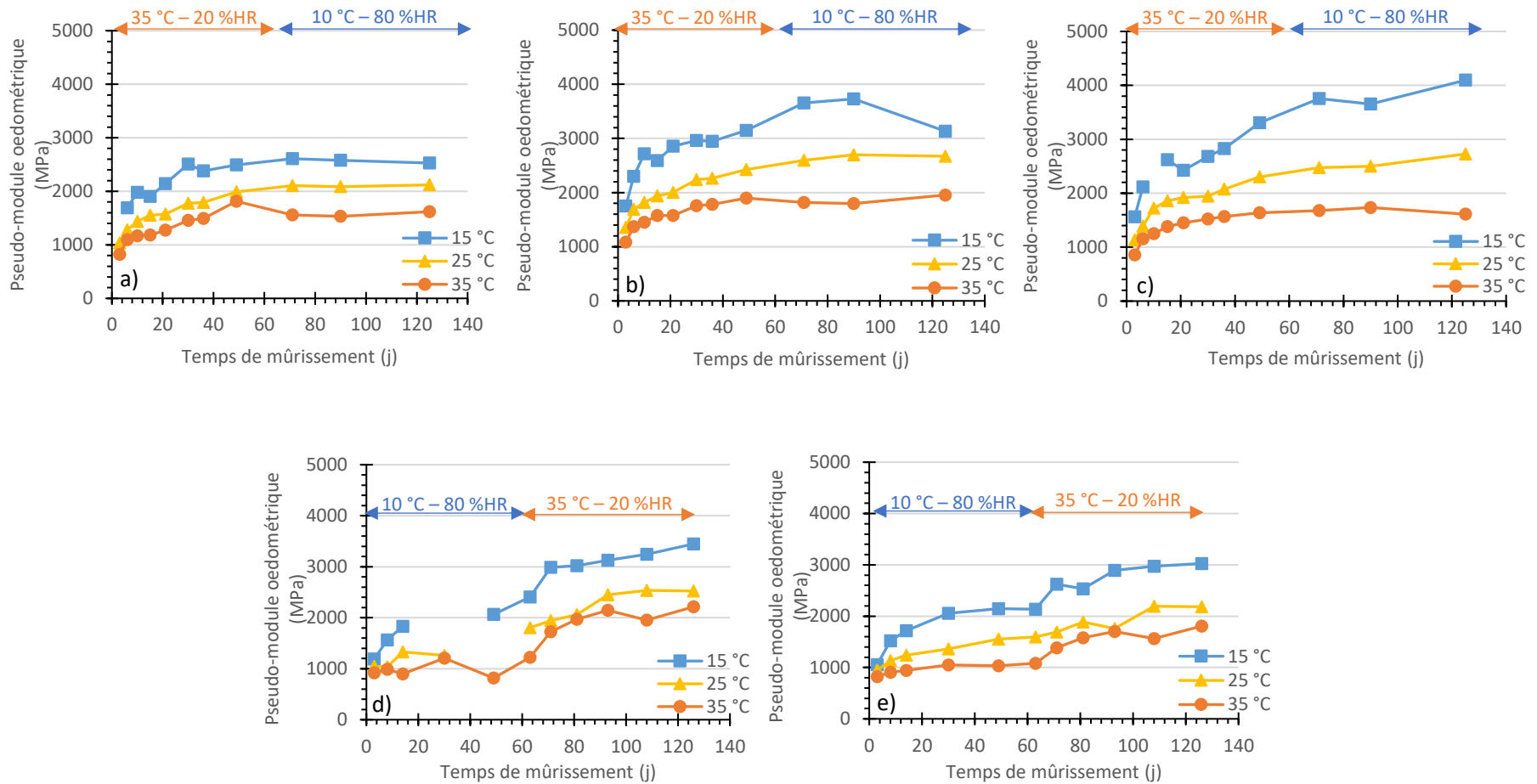


Figure 6 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois températures d'essais des deux lots de la campagne "Mûrissements A et B", pour les essais à 10 Hz et 9,5 kN. a) Epruvette A1 (groupe A), b) Epruvette A2 (groupe A), c) Epruvette A3 (groupe A), d) Epruvette B1 (groupe B), e) Epruvette B2 (groupe B).

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

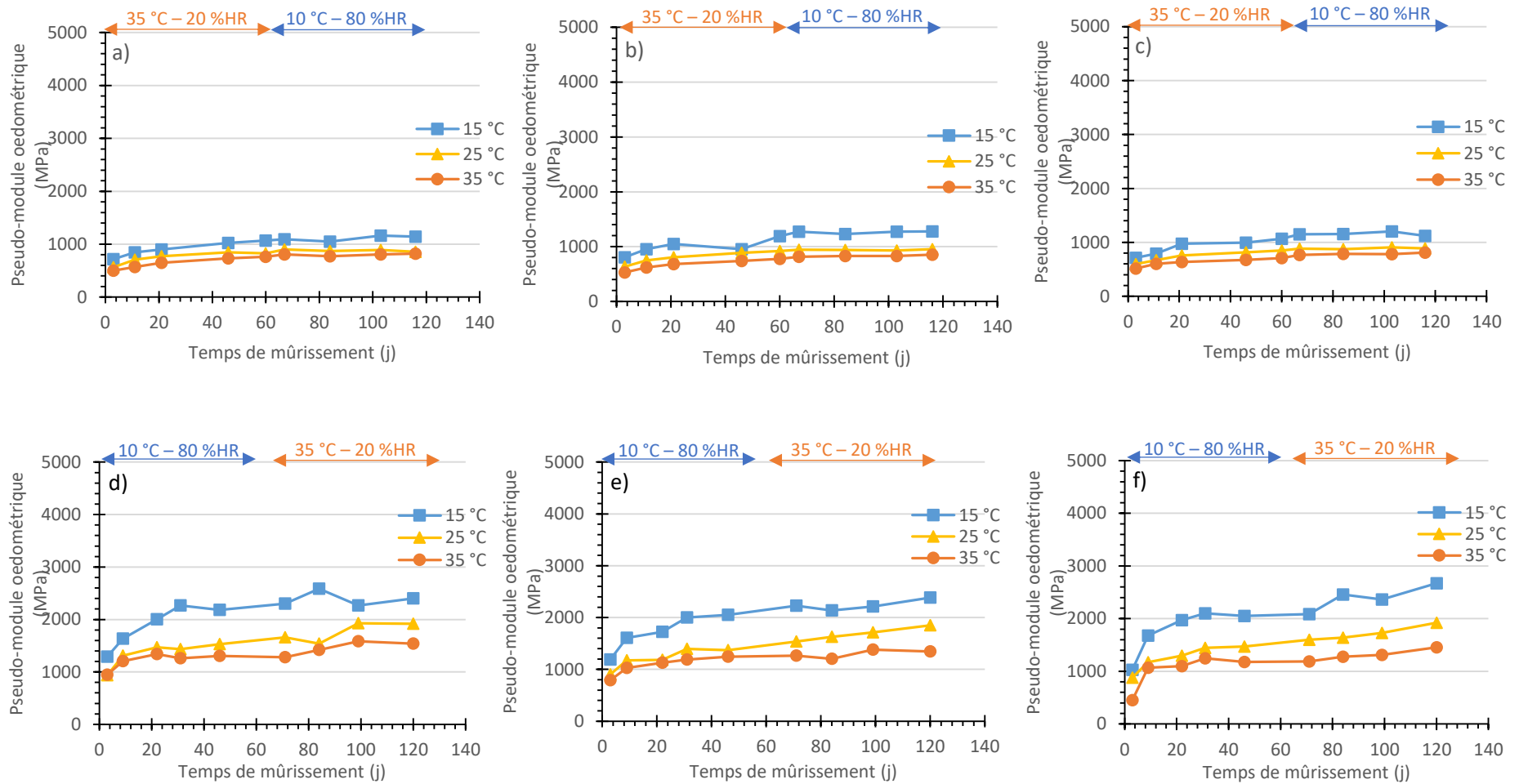


Figure 7 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois températures d'essais des deux lots de la campagne "Chantiers", pour les essais à 10 Hz et 9,5 kN. a) Eprouvette LAB1 (chantier 1), b) Eprouvette LAB2 (chantier 1), c) Eprouvette LAB3 (chantier 1), d) Eprouvette LAB8 (chantier 2), e) Eprouvette LAB9 (chantier 2), f) Eprouvette LAB10 (chantier 2).

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

II.1.1.1.2. Effet de la fréquence

Les Figure 8 et Figure 9 montrent les pseudo-modules œdométriques en fonction du temps obtenus pour les deux campagnes de mûrissement, aux différentes fréquences testées $f_1=0.1$ Hz, $f_2=1$ Hz, $f_3=3$ Hz, $f_4=6$ Hz et $f_5=10$ Hz. Les matériaux montrent une bonne dépendance à la fréquence d'essai. Plus la fréquence est haute, plus le module mesuré est élevé. Ces résultats sont en accord avec ceux de (Lambert 2018).

II.1.1.1.3. Effet de la force

Les Figure 10 et Figure 11 présentent les modules mesurés sur les quatre lots en fonction du temps, pour les trois forces testées $|F_1^*|=2.8$ kN, $|F_2^*|=5.1$ kN et $|F_3^*|=9.5$ kN.

Le module augmente avec la force apposée lors de l'essai, ce qui s'apparenterait à un comportement non linéaire.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

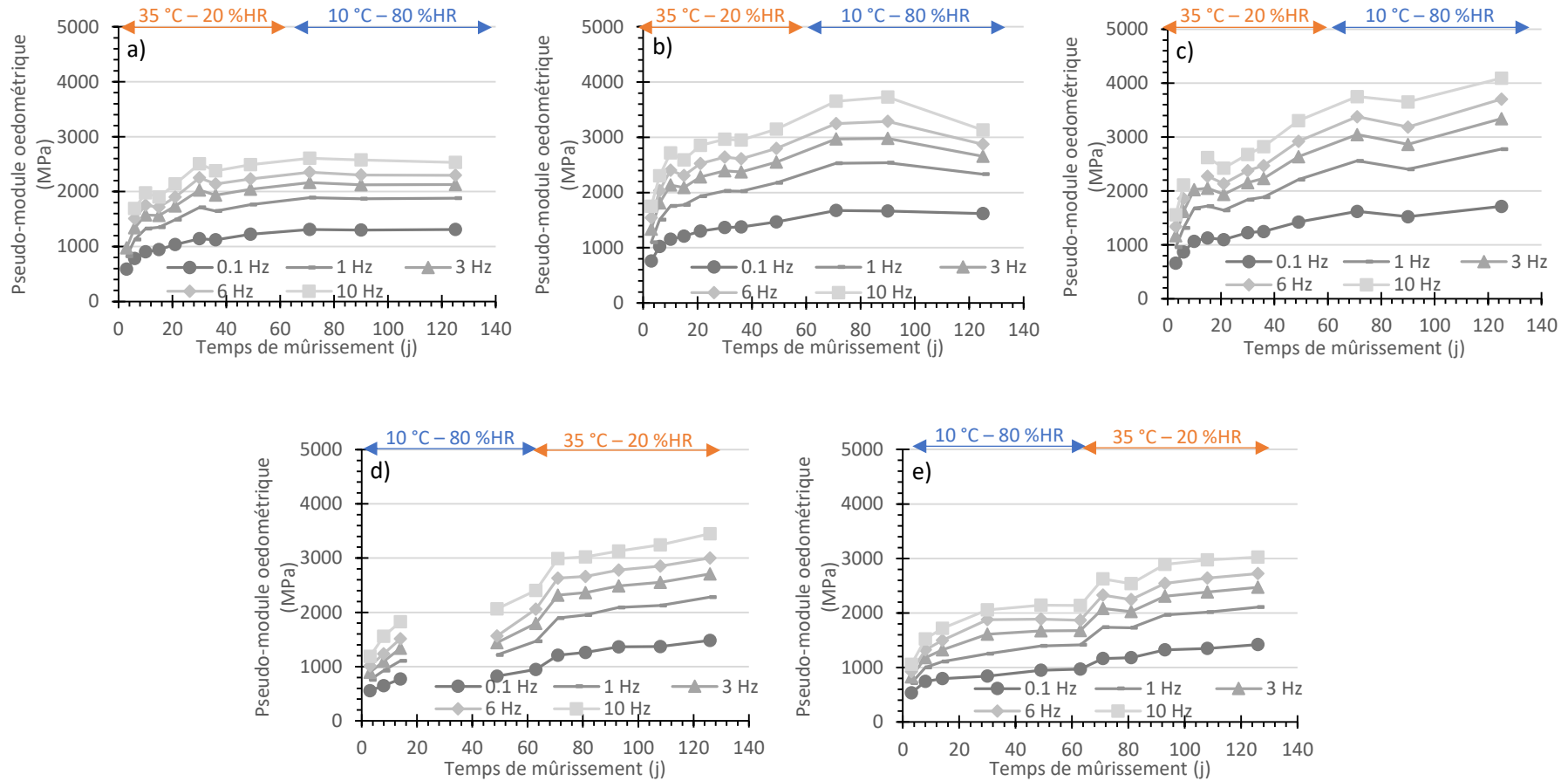


Figure 8 : Evolution des pseudo-modules oedométriques aux cinq fréquences d'essais des deux lots de la campagne "Mûrissements A et B", pour les essais à 15 °C et 9,5 kN. a) Eprouvette A1 (groupe A), b) Eprouvette A2 (groupe A), c) Eprouvette A3 (groupe A), d) Eprouvette B1 (groupe B), e) Eprouvette B2 (groupe B).

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

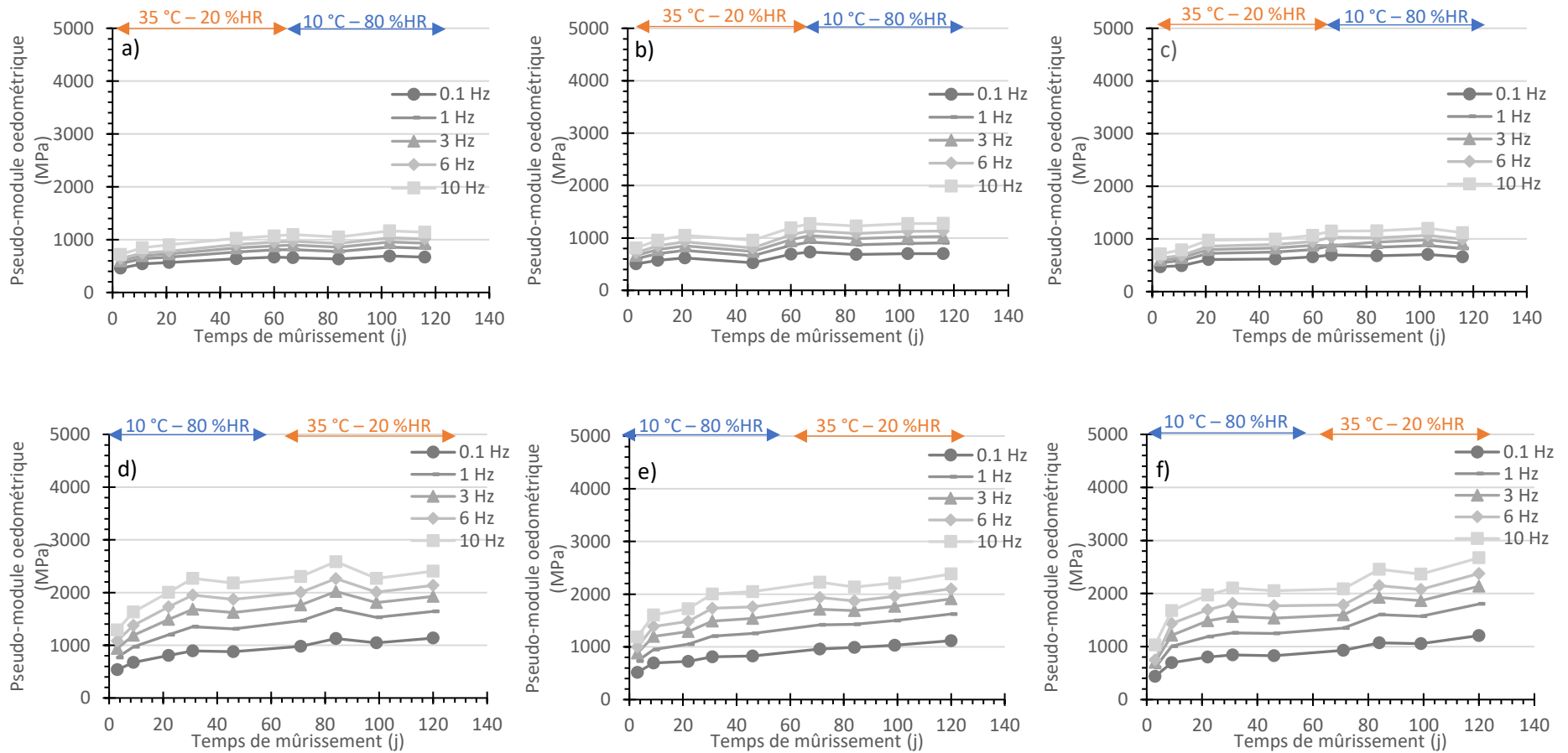


Figure 9 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux cinq fréquences d'essais des deux lots de la campagne "Chantiers", pour les essais à 15 °C et 9,5 kN. a) Eprouvette LAB1 (chantier 1), b) Eprouvette LAB2 (chantier 1), c) Eprouvette LAB3 (chantier 1), d) Eprouvette LAB8 (chantier 2), e) Eprouvette LAB9 (chantier 2), f) Eprouvette LAB10 (chantier 2).

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

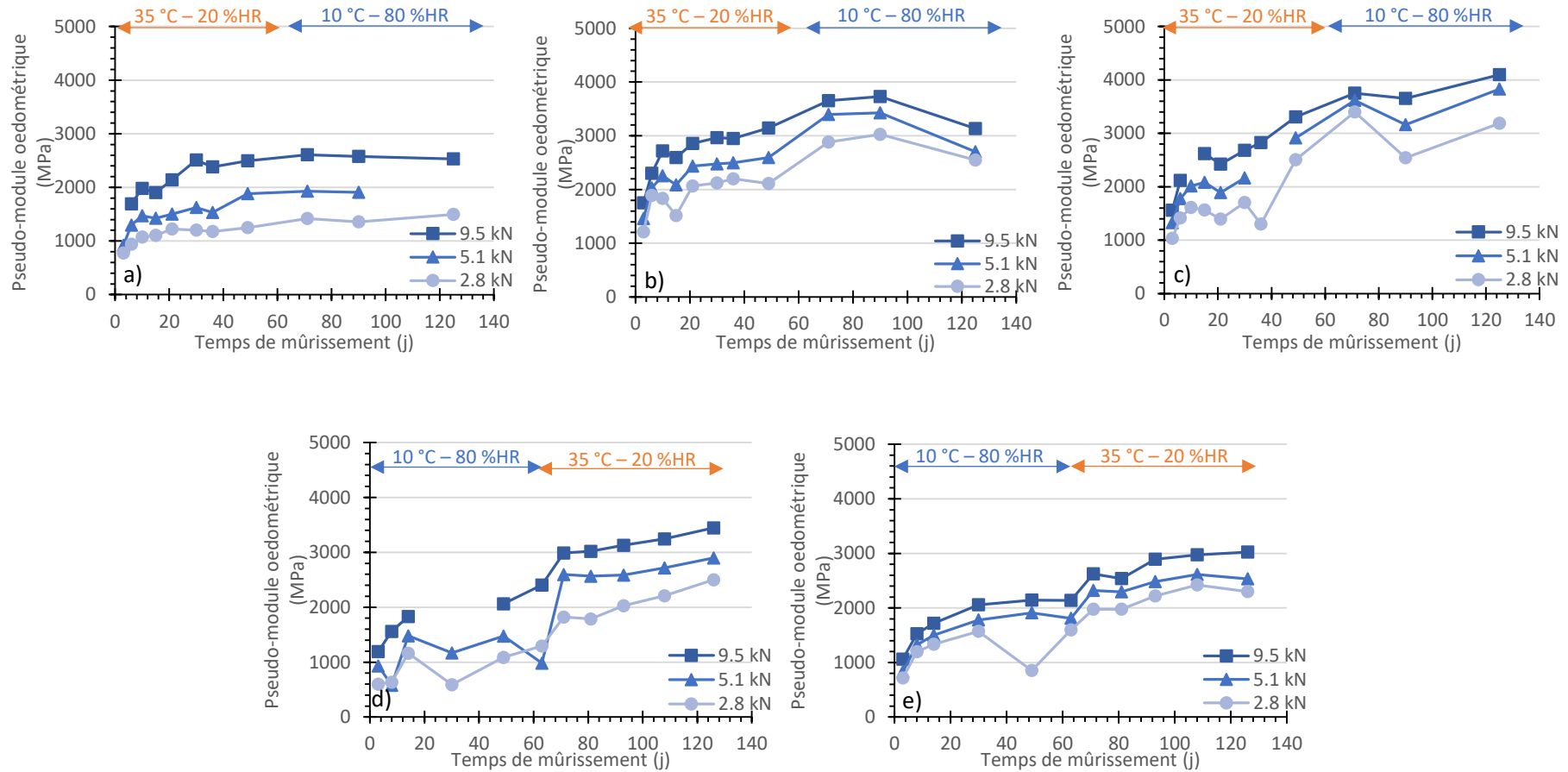


Figure 10 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois forces d'essais des deux lots de la campagne "Mûrissements A et B", pour les essais à 15 °C et 10 Hz. a) Eprouvette A1 (groupe A), b) Eprouvette A2 (groupe A), c) Eprouvette A3 (groupe A), d) Eprouvette B1 (groupe B), e) Eprouvette B2 (groupe B).

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

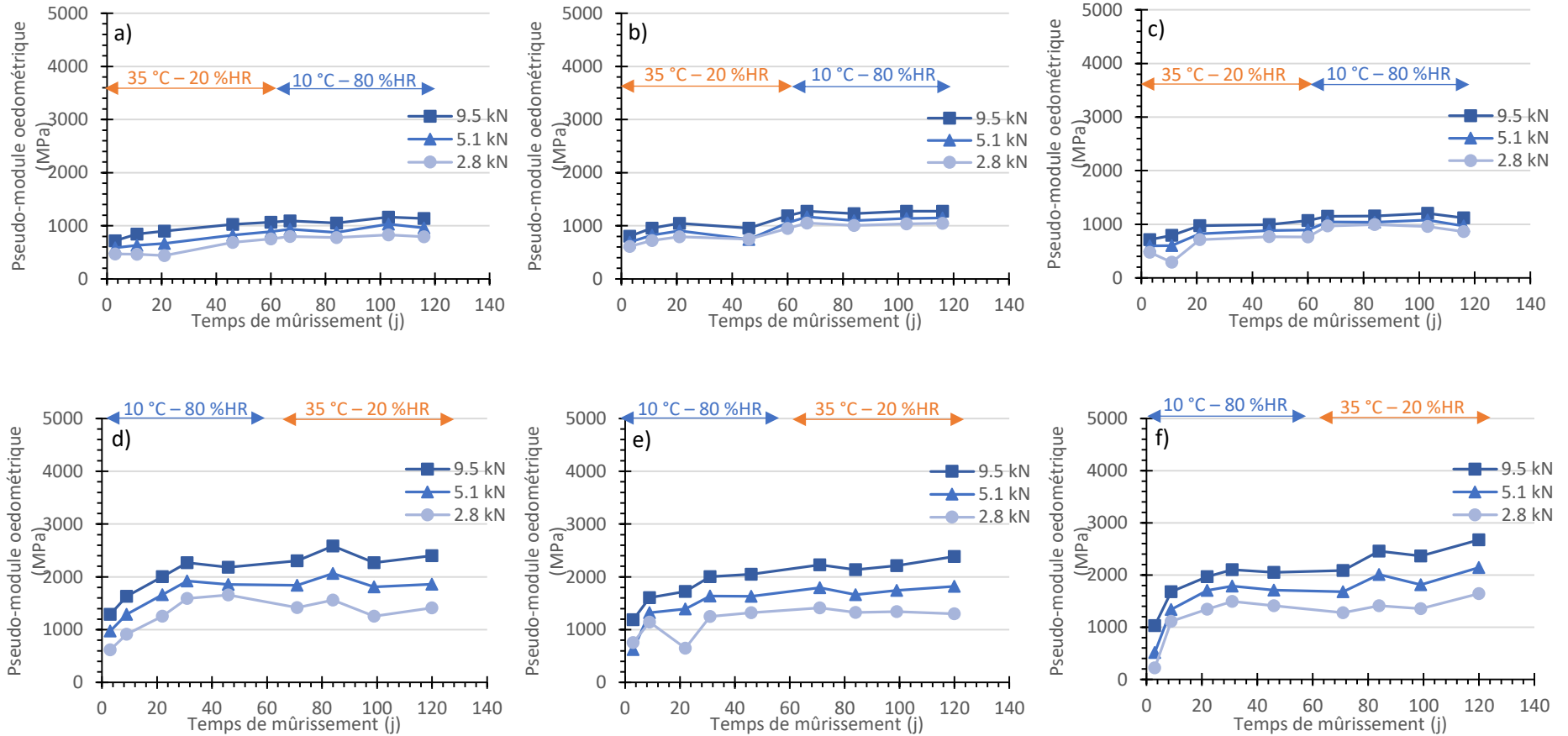
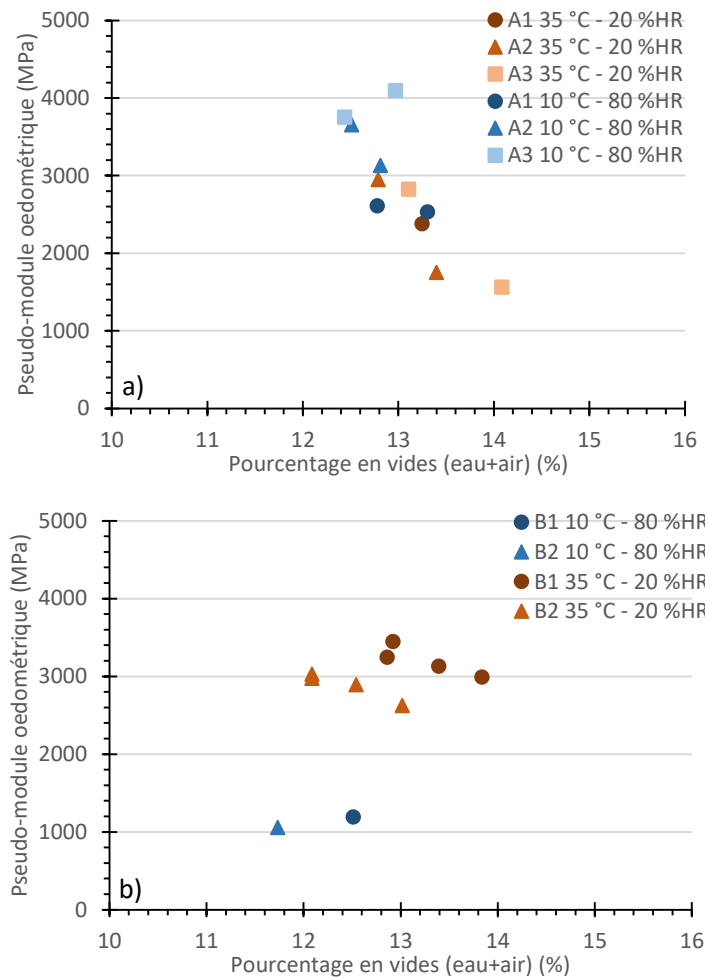


Figure 11 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois forces d'essais des deux lots de la campagne "Chantiers", pour les essais à 15 °C et 10 Hz. a) Eprouvette LAB1 (chantier 1), b) Eprouvette LAB2 (chantier 1), c) Eprouvette LAB3 (chantier 1), d) Eprouvette LAB8 (chantier 2), e) Eprouvette LAB9 (chantier 2), f) Eprouvette LAB10 (chantier 2).

II.1.1.2. Effet de la composition

II.1.1.2.1. Evolution du pseudo-module oedométrique avec la compacité

La Figure 12 illustre les modules $|\tilde{E}^{*oedo}|$ mesurés lors des essais oedométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN en fonction du pourcentage en vides (remplis d'air et d'eau) des éprouvettes. Il a déjà été montré qu'une compacité élevée conduit à un module plus élevé (Delfosse et al. 2018; Serfass et al. 2004). Il est bien retrouvé ici que l'augmentation de la teneur en vides abaisse le module. Ce phénomène est cependant plus difficilement visible pour les éprouvettes du chantier 2. L'évolution des vides a donc elle aussi une part à jouer dans le mûrissement des enrobés à froid.



Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

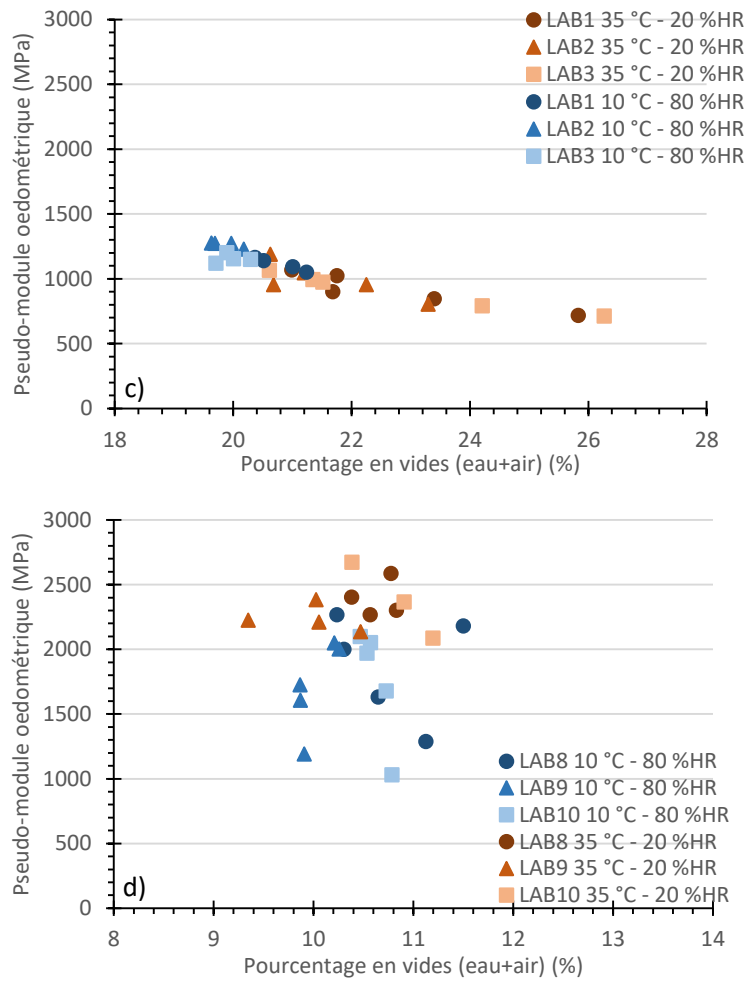


Figure 12 : Pseudo-module œdométrique en fonction du pourcentage en vide des quatre lots. Valeurs d'essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.

Le Tableau 3 résume les ordres de grandeur de rigidité gagnée pour une perte d'1% en vide pour les lots d'éprouvettes dont cette estimation est possible.

Tableau 3 : Rigidité gagnée pour 1% en vides perdu.

Groupe A	Groupe B	Chantier 1
1500 MPa	500 MPa	200 MPa

Le gain de rigidité est extrêmement dépendant de la formulation du mélange étudié, et particulièrement de la compacité. Pour information, pour les enrobés à chaud, la variation de module en fonction de la variation de compacité est approximée par (Delorme, de la Roche, et Wendling 2007). De plus, le module d'un enrobé type grave-bitume gagne 500 MPa par pourcent en vide perdu (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées 1991).

Les compacités mesurées au banc gamma des groupes A et B sont visibles en annexe 3.7 et celles du chantier 2 en annexe 4.7.

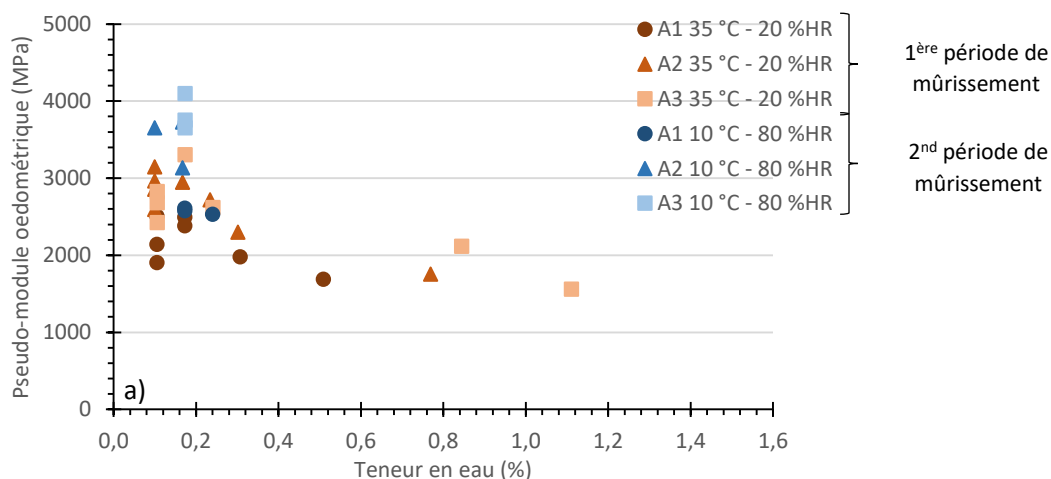
II.1.1.2.1. Evolution du pseudo-module œdométrique avec la teneur en eau

L'eau a une influence sur l'évolution de la hauteur et de la compacité, mais aussi sur la rigidité du matériau. Il a déjà été montré dans la partie précédente et relevé dans la littérature qu'une compacité plus élevée conduit à des modules plus élevés (Delfosse et al. 2018; Serfass et al. 2004), que l'eau abaisse le module et, au-delà d'une certaine teneur, a un effet prépondérant sur le mûrissement (Lambert 2018; Serfass et al. 2004). En outre, des enrobés à l'émulsion contenant des matériaux recyclés et du ciment (Graziani et al. 2018; Raschia et al. 2020) mais aussi des enrobés avec mousse de bitume et matériaux recyclés (Chen et al. 2021) ont montré eux aussi une augmentation de rigidité avec le séchage.

Les courbes mettant en jeu la rigidité (module obtenu par les essais œdométriques par compression) et la proportion en eau sont présentées en Figure 13. Mise à part les éprouvettes du chantier 1, tous les lots d'échantillons présentent une même tendance : les éprouvettes perdent en rigidité avec l'augmentation de la teneur en eau. L'eau qui s'incorporerait dans les vides du mélange, induirait un mouvement du liant et conduirait à une diminution des surfaces de contact bitume-granulat (démouillage, cf. Chapitre 5). Cela contribuerait à une baisse de la rigidité du mélange.

Cette tendance est moins visible pour le chantier 1 probablement à cause de la faible teneur en liant du mélange.

L'effet de l'eau peut alors être expliqué comme suit : lors d'un séchage, elle permettrait le ré-étalement du bitume sur le granulat dans l'enrobé, ce qui aurait pour conséquence une diminution de la hauteur d'éprouvette et de la teneur en vides. Le matériau se rigidifierait alors d'une part à cause du ré-étalement du bitume sur le granulat, d'autre part à cause de l'augmentation de sa compacité, comme vu dans la littérature et dans la partie précédente. Les mouvements du liant sur le granulat avec l'introduction et le retrait de l'eau sont examinés dans le Chapitre 5.



Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

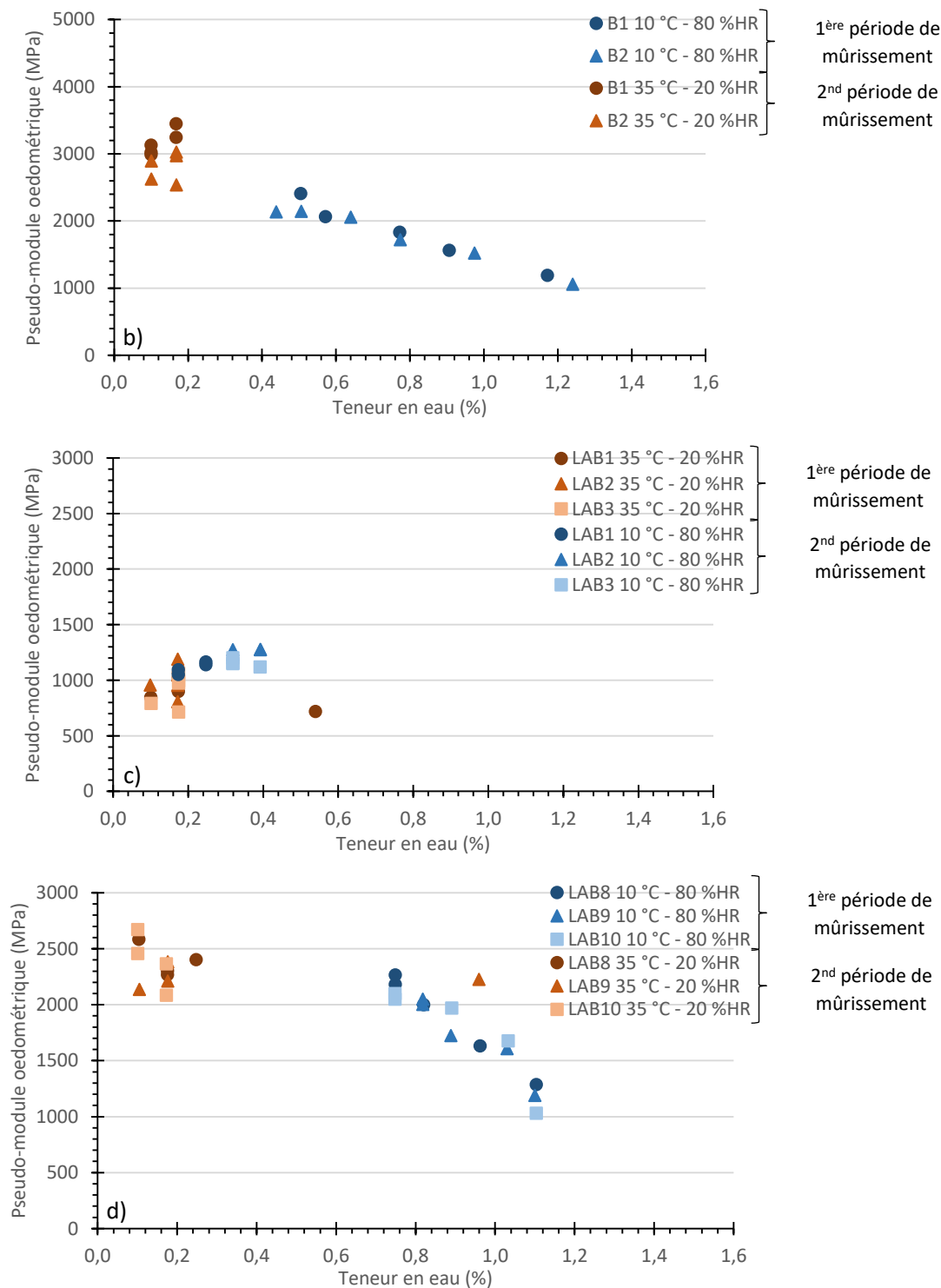


Figure 13 : Rigidité des éprouvettes en fonction de la teneur en eau et de la phase de mûrissement, a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN.

De plus, lors des premiers mois de mûrissement du groupe A, les éprouvettes ont subi des « pics » d'hygrométrie non souhaités dans l'enceinte climatique (compte tenu de problèmes de régulation) notamment à 15 et 35 jours de mûrissement (Figure 14). Une humidité relative égale à 80% a été mesurée dans l'enceinte. Aucune augmentation de masse à 15 jours n'est visible car elle a lieu pendant le séchage rapide des éprouvettes en début de mûrissement. Un léger gain d'eau est cependant visible à 36 jours (Figure 2-a et Figure 3-a).

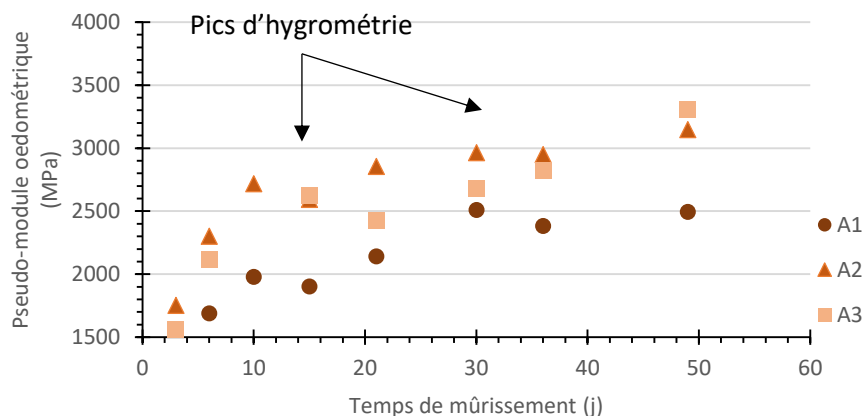


Figure 14 : Pseudo-module œdométrique pendant les deux premiers mois de mûrissement du groupe A, essais à 15 °C 10 Hz et 9.5 kN.

En particulier sur la Figure 14, le pic d'hygrométrie à 15j induit une baisse du module sur les éprouvettes A1 et A2 par rapport à la croissance générale de module. Ce phénomène est court dans le temps et réversible car le module ré-augmente une fois le pic passé. L'humidité est le seul paramètre ayant fluctué pendant cette période. Ceci implique une perte de rigidité due à la présence d'eau dans le mélange puis une re-rigidification conjointement au séchage des éprouvettes. (Wendling et al. 2013) a d'ailleurs montré une stabilisation voire perte de rigidité d'une chaussée avec GE lors de saisons hivernales.

II.1.1.3. Effet des conditions de mûrissement

II.1.1.3.1. Evolution du pseudo-module œdométrique dans le temps

La littérature montre que les conditions de mûrissement ont un fort impact sur la rigidification de la GE. Le module d'une GE augmente avec le temps et avec la température de conditionnement (Lambert 2018; Doyle et al. 2013), et semble être plus faible –ou du moins augmenter moins rapidement– pour des hygrométries élevées (Lambert 2018). Des essais sur enrobé à froid contenant des matériaux recyclés et du ciment (Raschia et al. 2020) ont montré qu'après 14 jours à la même température (40 °C), la rigidité d'éprouvettes précédemment mûries 14 jours à 5 °C ne rattrape pas celle d'éprouvettes mûries 14 jours à 25 °C.

Les Figure 15 et Figure 16 montrent les évolutions des pseudo-modules œdométriques (à 15 °C et 10 Hz) dans le temps pour les quatre lots d'éprouvettes. Ici le module augmente avec le temps de mûrissement pour tous les lots testés. Les états finaux des groupes A et B sont d'ailleurs similaires, ce qui montre qu'en laboratoire et à l'échelle de temps étudiée, l'ordre des saisons n'a pas d'influence sur les performances finales de la GE. Les compositions des éprouvettes des chantiers 1 et 2 sont différentes, les états finaux de ces deux lots ne peuvent donc pas être comparés.

Il est à noter que les premiers essais œdométriques ont eu lieu à 3 jours de mûrissement. Les états initiaux (0 jours) non mûris des groupes A et B sont considérés similaires, étant donné que leurs compositions visées et protocoles de mélanges sont identiques. Cette information sera à prendre en compte dans la partie suivante (II.1.1.3.2.).

Pour les groupes A et B, le pseudo-module œdométrique augmente dans les conditions 35 °C et 20 %HR et son évolution semble freinée pour le groupe B voire stagner pour le groupe A à 10 °C et 80 %HR. En effet, au bout des deux premiers mois de mûrissement le module des éprouvettes du groupe A (35 °C – 20 %HR) atteint plus de 3000 MPa en moyenne tandis que celui du groupe B (10 °C – 80

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

%HR) arrive à environ 2300 MPa. Pendant les deux derniers mois, le module du groupe A (10 °C – 80 %HR) semble stagner et celui du groupe B (35 °C – 20 %HR) légèrement augmenter (gain de plus de 400 MPa). La rigidité des éprouvettes du chantier 2 augmente tout le long du mûrissement, quelques soient les conditions dans l’enceinte climatique.

Les enrobés du chantier 1 quant à eux voient une augmentation légère de leur rigidité tout le long des 4 mois d’essais. Cette faible augmentation est très probablement due au manque de liant dans le matériau (1% de moins que les autres lots, c’est-à-dire environ 20% en teneur en liant).

Concernant les chantiers 1 et 2, une étude plus approfondie de leurs évolutions est donnée en I.1.1.3.3.

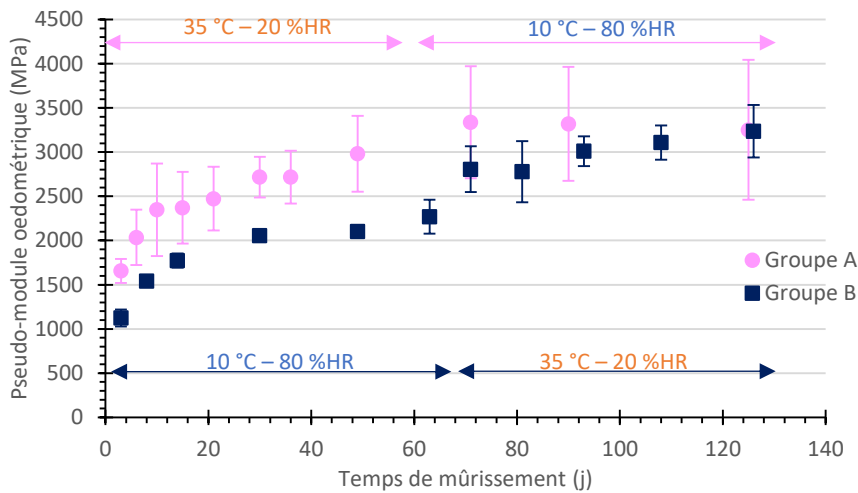


Figure 15 : Pseudo-module œdométrique en fonction du temps de mûrissement pour les groupes A et B. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Chaque point représente la moyenne des résultats obtenus sur les éprouvettes de chaque groupe. Les barres d’erreurs matérialisent les écarts types entre les résultats de chaque éprouvette.

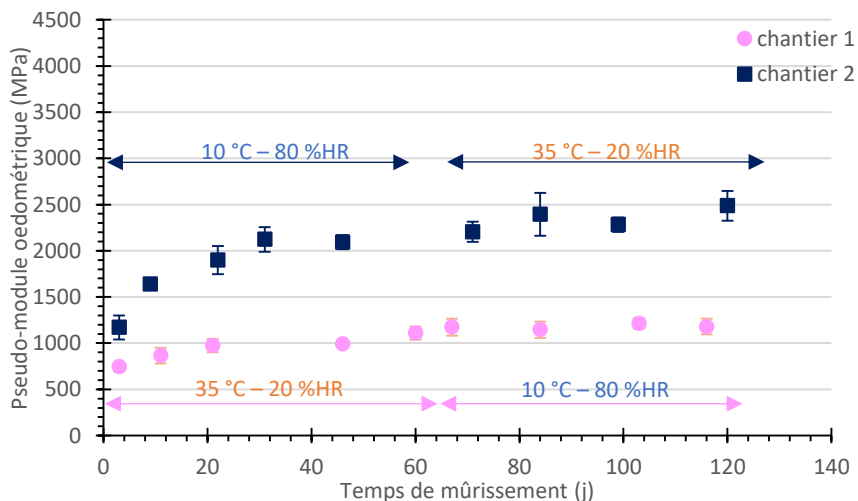


Figure 16 : Pseudo-module œdométrique en fonction du temps de mûrissement pour les lots chantier 1 et chantier 2. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Chaque point représente la moyenne des résultats obtenus sur les éprouvettes de chaque lot. Les barres d’erreurs matérialisent les écarts types entre les résultats de chaque éprouvette.

Les évolutions de module en fonction de la fréquence figurent en annexe 6.1.3.

II.1.1.3.2. Coefficient d'évolution du pseudo-module œdométrique

Les coefficients $\frac{\text{Module final}}{\text{Module initial}}$ permettent de quantifier les augmentations et les baisses de modules. Un coefficient proche de 1 montre une stagnation du module, inférieur à 1 une diminution et supérieur à 1 une rigidification. Le Tableau 4 résume ces coefficients pour les quatre lots en fonction des conditions de mûrissement. Ils sont calculés sur les valeurs moyennes obtenues sur les éprouvettes de chaque lot.

Il est important de noter que la méthode de calcul des coefficients $\frac{|\tilde{E}^{*oedo}|_{final}}{|\tilde{E}^{*oedo}|_{initial}}$ peut amener différents biais qui sont détaillés ici. Un premier biais est dû au délai entre la préparation de l'enrobé (temps initial) et la première mesure de module à 3 jours de mûrissement. La rigidification des enrobés durant ces 3 jours n'est donc pas prise en compte dans les calculs des coefficients sur le mûrissement complet (4 mois) et en première modalité (2 mois). Les coefficients sont alors sous-estimés et pénalisent en plus les mélanges, qui se rigidifient plus rapidement durant ces 3 jours (groupe A et chantier 1). Par exemple, les coefficients sur les 4 mois de mûrissement des groupes A et B sont différents (1.96 et 2.88) alors qu'en Figure 15 il a bien été remarqué que ces deux lots ont les mêmes états initiaux (puisque même composition) et finaux. Ensuite, pour les lots groupe A et chantier 2 les essais ont été réalisés à 71 jours de mûrissement, c'est-à-dire 9 et 7 jours respectivement après le changement de modalité. Les coefficients correspondants sont donc une fois de plus probablement sous-estimés.

Les coefficients des lots groupe A et chantier 1 sont relativement proches, ainsi que ceux des lots groupe B et chantier 2. Les tendances totales (sur les 4 mois) sont proches entre le groupe A et le chantier 1 (1.96 et 1.58) et entre le groupe B et le chantier 2 (2,88 et 2,13).

Les premières conditions des lots groupe A et chantier 1 (35 °C – 20 %HR) induisent une augmentation significative du module. En effet les coefficients atteignent 2.02 pour le groupe A et 1.49 pour le chantier 1. Les conditions 10 °C – 80 %HR (deux derniers mois) amènent une stagnation de la rigidité.

Concernant les lots groupe B et chantier 2, les éprouvettes se rigidifient pendant les deux premiers mois en conditions 10 °C – 80 %HR. Les deux mois suivants, à 35 °C – 20 %HR, donnent des résultats différents : les éprouvettes du groupe B se rigidifient tandis que celle du chantier 2 ont plutôt tendance à stagner.

De manière générale sur les quatre lots, le module augmente plus fortement sur les deux premiers mois de mûrissement quelle que soit la saison simulée.

Une saison froide pendant les deux premiers mois en enceinte climatique ne semble pas freiner radicalement la rigidification. Les coefficients de première modalité du groupe B et du chantier 2 montrent une forte augmentation du pseudo-module œdométrique (2.02 et 1.89). Ceci pourrait être expliqué par le départ de l'eau, qui permettrait l'initiation de points de contact entre le bitume et le granulats, même à basse température, et amènerait donc une rigidification du mélange (plus de détails sur ce phénomène en Chapitre 5).

Pour rappel le coefficient du groupe B devrait être plus faible que le coefficient correspondant du groupe A (au deux premiers mois de mûrissement) et les chantiers 1 et 2 ne sont pas comparables car les éprouvettes du chantier 1 manquent de liant. En mettant en parallèle la Figure 15 et le Tableau 4, une phase à 35 °C – 20 %HR en début de mûrissement semble tout de même donner des modules plus élevés au bout de 2 mois qu'une phase à 10 °C – 80 %HR.

Les éprouvettes du chantier 1 n'évoluent pas beaucoup sur les quatre mois de mûrissement (coefficient de 1.49 puis 1.06). Le liant est le composant qui fait varier le comportement de la GE en

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

majorité (le granulat est inerte en fonction du temps). Dans ce mélange, il est en faible proportion. Son rôle dans l'évolution de la GE est donc très restreint.

Une discussion sur la comparaison des évolutions des modules du liant et du mélange et sur les différents mécanismes entrant en jeu est développée en Chapitre 6.

Tableau 4 : Coefficients final/initial des mélanges des lots A, chantier 1, B et chantier 2. Essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Pour rappel, la première modalité pour les lots A et chantier 1 est 35 °C – 20 %HR et la seconde est 10 °C – 80 %HR. Pour les lots B et chantier 2 la première est 10 °C – 80 %HR et la seconde est 35 °C – 20 %HR.

$\frac{ \tilde{E}^{*oedo} _{final}}{ \tilde{E}^{*oedo} _{initial}}$	Groupe A	Chantier 1	Groupe B	Chantier 2
Mûrissement total (sur les 4 mois)	1.96	1.58	2.88	2.13
Première modalité de mûrissement (2 premiers mois)	2.02	1.49	2.02	1.89
Seconde modalité de mûrissement (2 derniers mois)	0.97	1.06	1.43	1.13

Code couleur : 35 °C – 20 %HR, 10 °C – 80 %HR.

II.1.2. Evolution de l'angle de phase en fonction des conditions de mûrissement

L'angle de phase du pseudo-module œdométrique \tilde{E}^{*oedo} quantifie le décalage entre la contrainte imposée et la déformation mesurée. Il traduit un caractère viscoélastique de l'enrobé. Un angle proche de 90° est typique du comportement d'un liquide visqueux tandis qu'un angle proche de 0° montrera le comportement d'un solide élastique.

La Figure 17 regroupe les variations d'angle de phase en fonction du temps de mûrissement pour les quatre lots (Figure 17-a pour les groupes A et B, Figure 17-b pour les chantiers 1 et 2) et des conditions d'essais de 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN.

Tout d'abord, les états initiaux d'une part et finaux d'autre part des groupes A et B sont similaires : ils valent tous les deux environ 27° à 3 jours de mûrissement, et 22 et 24° en moyenne en fin de mûrissement respectivement pour A et B. L'écart de 2 degrés n'est pas significatif puisqu'il est compris dans les barres d'incertitudes de l'essai. Ceci montre une fois de plus que l'ordre des saisons n'impacte pas les propriétés finales du matériau, aux échelles de temps étudiées.

De plus, une phase à 35 °C – 20 %HR semble diminuer l'angle de phase. En effet, il diminue de presque 5° sur les 15 premiers jours du groupe A et semble aussi diminuer sur les deux derniers mois du groupe B. Cette dernière évolution est à prendre avec du recul car elle ne peut pas être jugée comme significative (les écarts types englobent toutes les valeurs). Les éprouvettes du chantier 2 semblent aussi perdre en valeur d'angle pendant les conditions 35 °C – 20 %HR (deux derniers mois), mais comme pour le groupe B, cette perte est incluse dans les écarts types. Une baisse de l'angle de phase pendant le mûrissement a d'ailleurs été observée sur des enrobés à froid contenant des matériaux recyclés avec et sans ciment (Flores et al. 2020).

Une phase à 10 °C – 80 %HR n'a pas d'influence sur l'angle de phase : il est considéré stable pour les quatre lots à ces conditions de mûrissement.

Finalement l'angle de phase des éprouvettes du chantier 1 varie très peu tout le long du mûrissement. Ceci peut être expliqué par le manque de liant dans le matériau : l'évolution de la viscosité du mélange (et donc de l'angle de phase) est due à celle du liant ; le liant étant en proportion plus faible ici, son évolution est très peu visible.

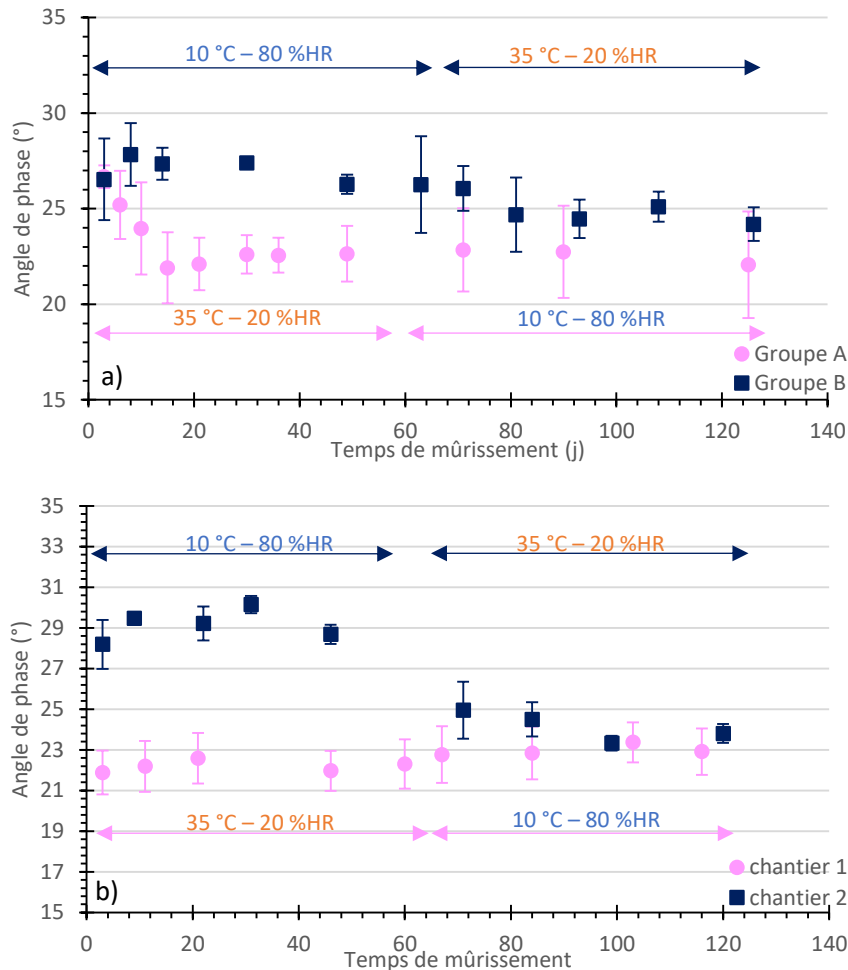


Figure 17 : Angle de phase en fonction du temps de mûrissement. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Chaque point représente la moyenne des résultats obtenus sur les éprouvettes de chaque lot. Les barres d'erreurs matérialisent les écarts types entre les résultats de chaque éprouvette. a) Campagne « Mûrissements A et B », b) Campagne « Chantiers ».

Pour information, les évolutions des angles de phase en fonction des paramètres d'essais figurent en annexe 10.

II.1.3. Evolution des points à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN dans l'espace de Black

Il n'est ici pas possible de tracer les courbes de Black entières pour les différents lots d'éprouvettes : les données d'essais oedométriques ne sont pas assez complètes. Pour obtenir les courbes totales, il faudrait par exemple tester les matériaux sur une plus grande plage de température notamment à des températures basses pour illustrer la partie gauche de la courbe. Ici donc, contrairement aux présentations de Black du Chapitre 6, seuls les points à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN sont montrés. Les points aux autres paramètres étant tous situés dans la même zone de Black, ils n'apportent pas d'information supplémentaire.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

De manière générale, tous les lots (sauf chantier 1) voient leur module augmenter et leur angle baisser sur les quatre mois de mûrissement (Figure 18). Ce phénomène est associé dans la littérature à un durcissement du matériau (Gauthier et al. 2010).

En particulier, une phase à 35 °C – 20 %HR semble durcir le matériau. Cette tendance est bien visible pour le groupe A, et plus difficile à voir pour le groupe B et le chantier 2 à cause des incertitudes de mesures et de calculs sur les angles.

En phase à 10 °C – 80 %HR, l'évolution des éprouvettes du groupe A est freinée (stagnation du module et de l'angle) tandis que les éprouvettes du groupe B et du chantier 2 se rigidifient bien que leurs angles n'évoluent pas. Ceci pourrait montrer qu'en conditions froides et humides pour débiter le mûrissement laboratoire (groupe B et chantier 2), tous les mécanismes entrant en jeu dans le mûrissement (par exemple le vieillissement du liant ou la réorganisation géométrique de l'enrobé) ne sont pas déclenchés, d'où une suite de rigidification en seconde partie de mûrissement (2 derniers mois à 35 °C – 20 %HR). Lorsque les conditions de mûrissement chaudes et sèches interviennent en première partie de mûrissement, elles déclencheraient les mécanismes principaux responsables du mûrissement, par la suite (à 10 °C – 80 %HR) le mûrissement ne serait donc plus aussi important, voire stagnant.

L'évolution des éprouvettes du chantier 1 dans l'espace de Black (surtout concernant l'angle de phase) est trop faible pour en déduire quoi que ce soit. Comme déjà spécifié dans les parties précédentes, ce manque d'évolution est très certainement dû à la faible teneur en liant dans le matériau.

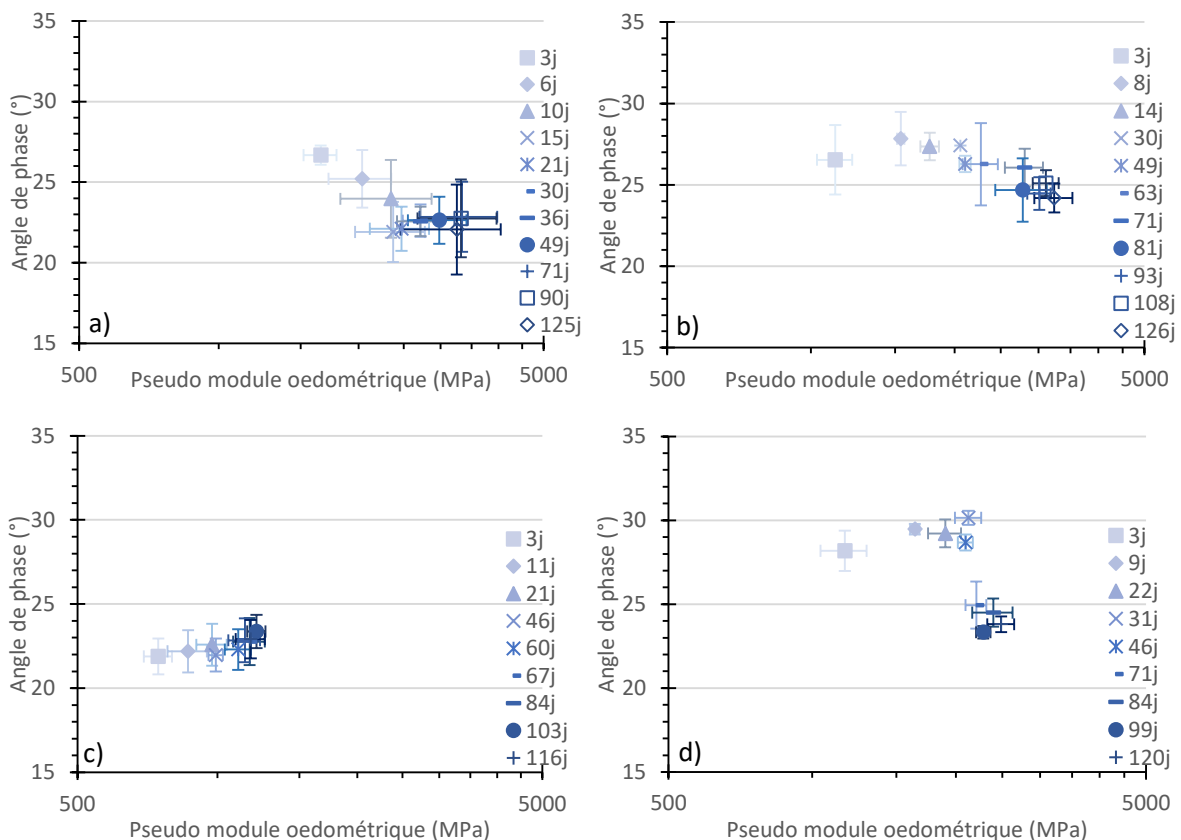


Figure 18 : Points des essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN des deux campagnes, en fonction du temps de mûrissement. Chaque point est une moyenne sur les éprouvettes de chaque lot, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les éprouvettes. a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.

II.2. Eprouvettes carottées sur le démonstrateur à l'échelle 1

Des essais œdométriques sur éprouvettes carottées ont été réalisés. Trois éprouvettes par section sont testées à chaque fois. Elles sont ensuite analysées au banc gamma. De nouvelles éprouvettes sont carottées pour chaque nouvel essai. Les carottages sont appliqués sur les sections 3a, 6, 7 et 9. Leurs structures sont rappelées dans la Figure 19. Parallèlement, les liants d'éprouvettes supplémentaires sont extraits. Les résultats correspondants à ces analyses sont détaillés dans le Chapitre 6.

BBS2 4cm		BBS2 4cm	
GE chantier 1 12cm	GE chantier 1 12cm	GE chantier 2 12cm	GE chantier 2 12cm
GNT 0/20 15cm	GNT 0/20 15cm	GNT 0/20 15cm	GNT 0/20 15cm
0/80 30cm	0/80 30cm	0/80 30cm	0/80 30cm
0/150 55cm	0/150 55cm	0/150 55cm	0/150 55cm
sol	sol	sol	sol
Section 3a	Section 6	Section 7	Section 9

Figure 19 : Rappel des structures du démonstrateur à l'échelle 1.

La couche testée est la couche de GE. Ces sections permettent de comparer d'une part l'influence d'un enrobé à chaud en surface et d'autre part celle de la composition de la GE sur l'évolution de son comportement sous conditions météorologiques réelles. Les résultats de ces matériaux carottés du démonstrateur peuvent aussi être comparés aux résultats œdométriques obtenus des éprouvettes mûries en laboratoires, de mêmes compositions.

Ces éprouvettes sont carottées entre le bord du démonstrateur et la bande de roulement du FABAC (40-50 cm du bord du démonstrateur) et toutes du même côté.

Pour rappel, les matériaux des lots d'éprouvettes mûries en laboratoire chantier 1 et chantier 2 proviennent de ce démonstrateur. Les sections 3a et 6 sont composées du même matériau que le lot chantier 1, et les sections 7 et 9 sont du même matériau que le lot chantier 2.

La partie « chantier 1 » du démonstrateur (sections 1 à 6) a été construite en juillet 2020, elle a donc subi des conditions estivales en premier. La partie « chantier 2 » (sections 7 à 10) a été mise en place en septembre. Les premières saisons sous lesquelles elle a été soumise sont donc plus froides.

Il peut être noté que des essais œdométriques sur éprouvettes carottées peuvent être délicats à mettre en place. Il faut que les diamètres (intérieur du moule utilisé pour les essais et extérieur de l'éprouvette) concordent. Si l'éprouvette est trop petite (ou le moule trop large), l'espacement entre les deux risque de permettre une augmentation du rayon de l'éprouvette sous chargement et fausserait les résultats. A l'inverse si l'éprouvette est trop large (ou le moule trop étroit), l'éprouvette ne pourra pas être glissée dans le moule pour procéder aux essais. Dans le cas présent, les éprouvettes glissent dans le moule sans se bloquer.

II.2.1. Pseudo-module œdométrique et angle de phase des éprouvettes carottées

Les Figure 20 et Figure 21 illustrent les évolutions du pseudo-module œdométrique $|\tilde{E}^{*oedo}|$ ainsi que de l'angle de phase de \tilde{E}^{*oedo} des éprouvettes carottées, en fonction du temps. Les temps de mûrissement correspondent aux temps où les éprouvettes ont été carottées depuis la mise en œuvre.

Il est important de noter que les premiers carottages (premiers temps de mûrissements) ont été faits à l'air, alors que les suivants à l'eau. La carotteuse utilisée en premier permettait un refroidissement à l'air, mais elle a été remplacée ensuite par une carotteuse neuve, ne pouvant fonctionner qu'à l'eau. Pour éviter de laisser mûrir davantage les matériaux entre carottages et essais, il a été décidé de procéder aux essais le plus rapidement possible après les carottages (entre le lendemain et quelques jours). Les seconds essais œdométriques ont donc été réalisés alors que les éprouvettes n'étaient pas encore totalement sèches : elles ont été placées pendant quelques heures à 30 °C puis à l'air libre en attendant les essais. La veille des essais, elles ont été conditionnées à 15 °C. Cependant leur masse évoluait encore même après les essais ce qui montre qu'elles continuaient de perdre de l'eau. Leurs modules sont donc probablement sous-estimés. Après essai, les éprouvettes ont encore perdu en moyenne 14 g d'eau (avec une perte mini de 7 g et une perte maxi de 37 g).

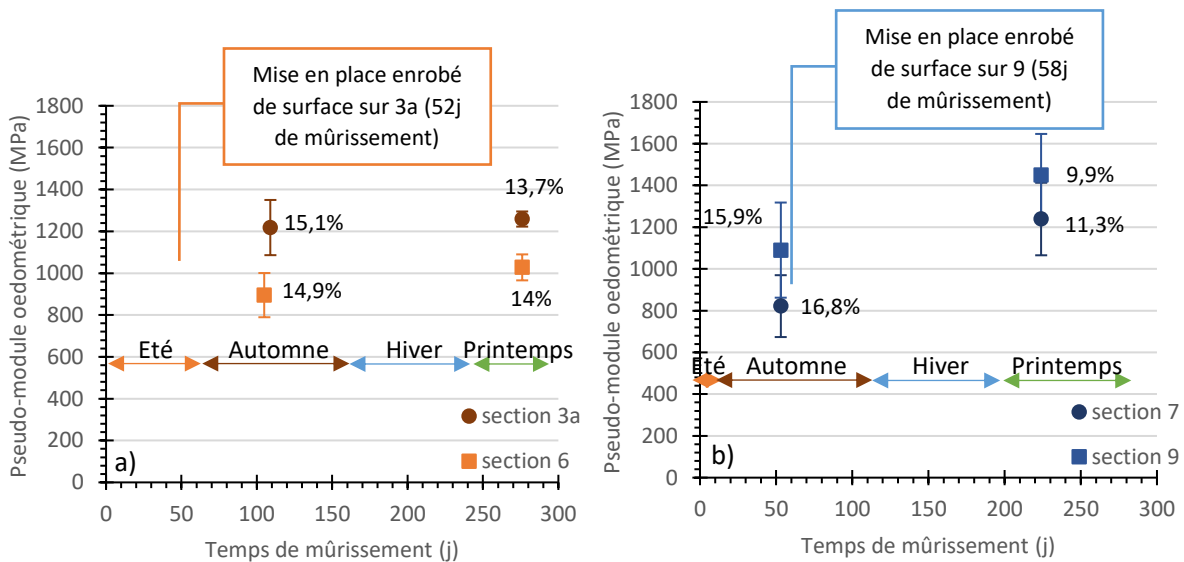


Figure 20 : Evolution du pseudo-module œdométrique sur démonstrateur à l'échelle 1. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Sections 3a et 6 (matériau chantier 1), b) Sections 7 et 9 (matériau chantier 2). Les barres d'erreurs illustrent les écarts types entre les éprouvettes. Les pourcentages à côté de chaque point correspondent aux moyennes de vides sur les 3 éprouvettes testées à chaque fois.

Le pseudo-module œdométrique évolue peu pour les sections 3a et 6 (Figure 20). Ceci est probablement dû au manque de liant dans le matériau, d'autant plus qu'il aurait dû évoluer rapidement puisque mis en place en juillet. Les sections 7 et 9 évoluent plus rapidement, avec une augmentation d'environ 400 MPa en 170 jours. Cette évolution reste faible comparée aux éprouvettes mûries en laboratoire puisque ces dernières atteignent des modules supérieurs au bout de 9 jours (chantier 2 laboratoire autour de 1600 MPa). Ceci montre qu'à l'échelle du mélange et pour le moment, le mûrissement en laboratoire est plus rapide que celui *in situ*.

La Figure 20 montre également que les éprouvettes qui présentent les compacités les plus élevées ont des modules plus forts. Pour le moment, il n'est pas possible d'en déduire si cette rigidification est bien

liée à l'évolution du matériau avec le temps ou à une hétérogénéité de la compacité du mélange dans les sections étudiées¹.

Les teneurs en vides de chaque éprouvette sont reportées en annexe 4.8.

Il est encore difficile de séparer les effets dû à la présence ou non d'un enrobé de surface sur le mûrissement. En effet, les évolutions des différentes sections étudiées ne se différencient pas significativement avec et sans enrobé de surface. Il faudrait attendre d'avoir un temps de mûrissement plus important pour attester de l'impact ou non d'une couche de surface sur la cinétique de mûrissement de la GE.

D'autre part les données sont encore trop réduites pour évaluer l'influence de la saison de mise en œuvre, d'autant plus que les compositions entre les deux chantiers sont différentes, ce qui rend encore moins aisée leur comparaison.

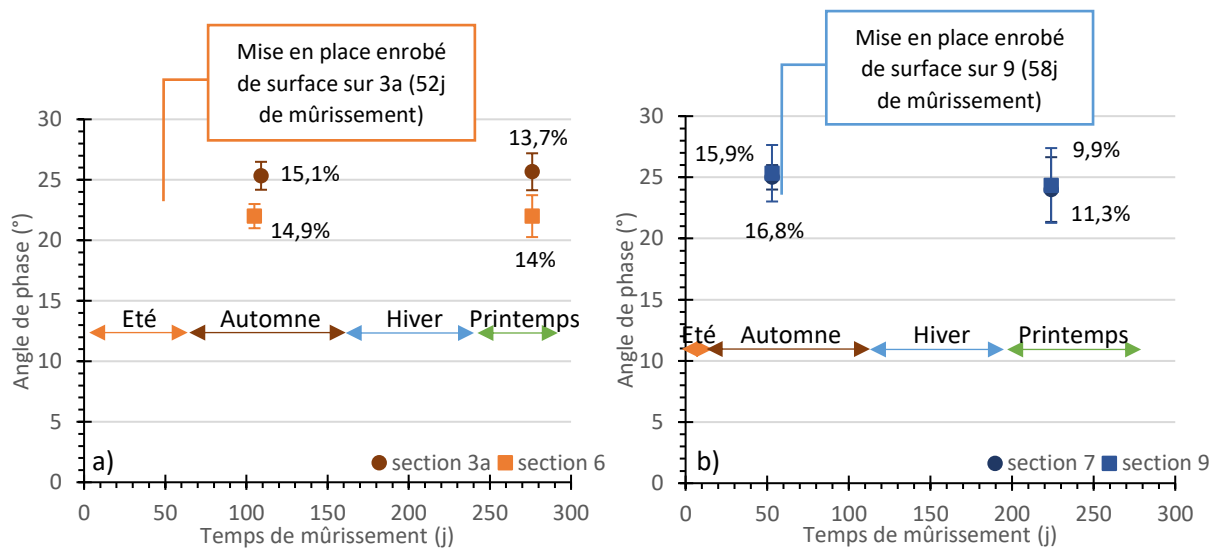


Figure 21 : Evolution du déphasage sur démonstrateur à l'échelle 1. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Sections 3a et 6 (matériau chantier 1), b) Sections 7 et 9 (matériau chantier 2). Les barres d'erreurs illustrent les écarts types entre les éprouvettes. Les pourcentages à côté de chaque point correspondent aux moyennes de vides sur les 3 éprouvettes testées à chaque fois.

Les angles de phase n'évoluent pas significativement et ne diffèrent pas en fonction des sections (Figure 21). Ils sont de plus du même ordre de grandeur que ceux des matériaux mûris en laboratoire. Une fois de plus, il serait judicieux d'étudier ces matériaux pour des durées de mûrissement plus longues.

II.2.2. Coefficients d'évolution du module

Le Tableau 5 résumé les coefficients d'évolution $\frac{|\bar{E}^{*oedo}|_{final}}{|\bar{E}^{*oedo}|_{initial}}$ des modules mesurés sur les éprouvettes carottées. Les calculs sont faits sur le même principe que pour les éprouvettes mûries en enceinte climatique.

¹ Pour rappel, le module d'une éprouvette augmente avec la diminution de la teneur en vides/augmentation de la compacité.

Tableau 5 : Coefficients final/initial des sections 3a, 6, 7 et 9. Essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN.

$\frac{ \tilde{E}^{*oedo} _{final}}{ \tilde{E}^{*oedo} _{initial}}$	Section 3a	Section 6	Section 7	Section 9
Mûrissement total (pas de prise en compte des saisons)	1.03	1.15	1.51	1.33

Comme observé dans la partie précédente, le module des quatre sections évolue peu, surtout pour les sections 3a et 6 (ayant pour coefficients 1.03 et 1.15 respectivement). Ces valeurs sont comparées à celles des liants extraits dans le Chapitre 6.

III. A l'échelle de la structure : Essais FWD et simulateur FABAC

Les résultats présentés ci-dessous portent sur les essais réalisés et les données collectées sur le démonstrateur à l'échelle 1.

A noter que les structures du démonstrateur subissent des sollicitations « non réelles » (non comparables à un trafic routier réel). Tout d'abord la structure a eu du temps pour débiter son mûrissement avant d'être sollicitée, contrairement à une route réelle où le trafic reprend en général après la réalisation des travaux. De plus, sur route réelle le trafic est plutôt continu, alors qu'ici les sollicitations (FABAC) sont denses et concentrées sur des périodes réduites.

Pour rappel, la Figure 22 présente le schéma des différentes sections du démonstrateur.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

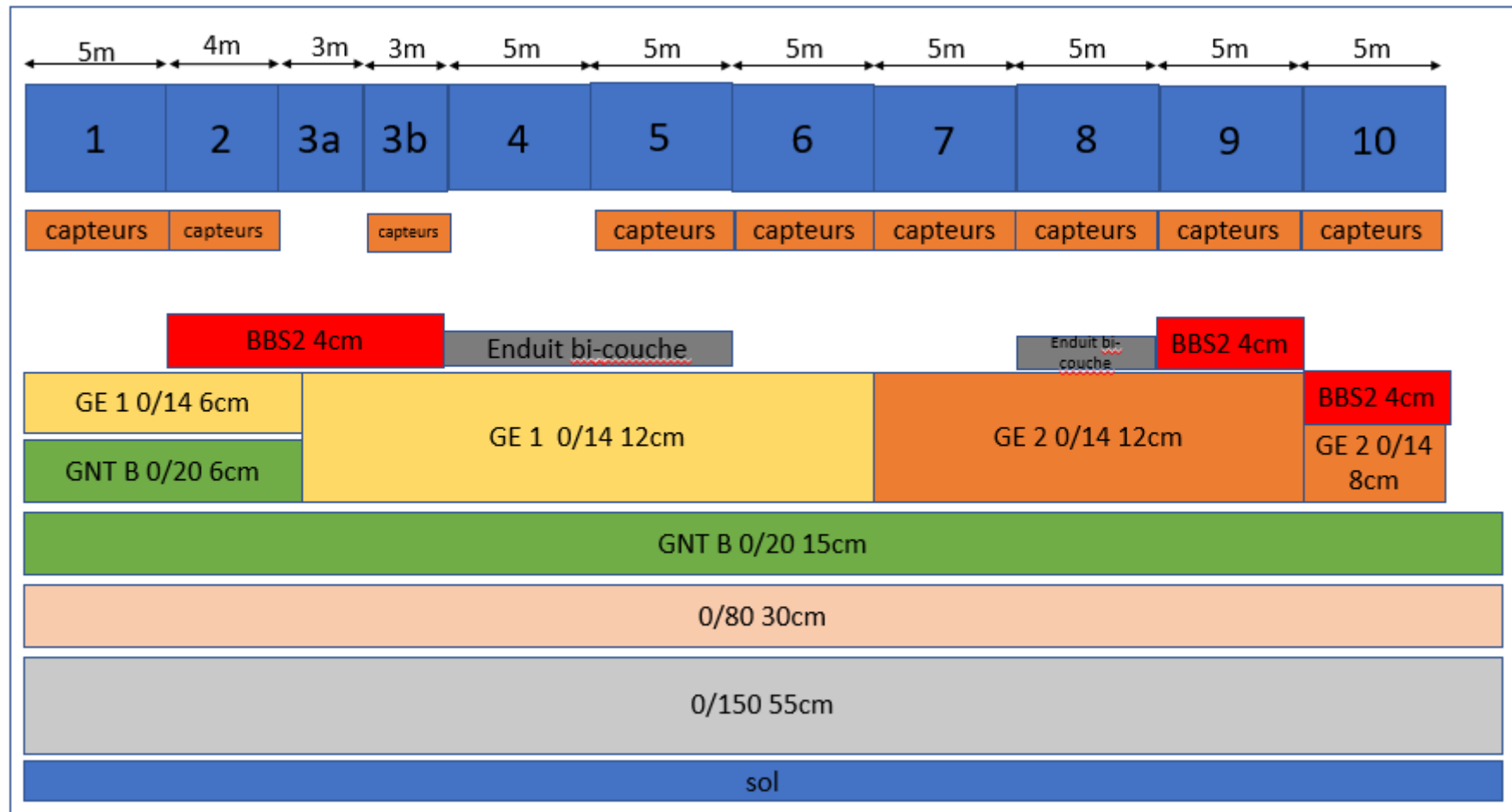


Figure 22 : Rappel des différentes structures composant le démonstrateur échelle 1.

III.1. Remarques sur la température et l'humidité dans les structures

III.1.1. Amplitudes de températures au sein d'une même section

La Figure 23 illustre les évolutions de température au sein des sections 6 et 9 pour différentes profondeurs. En surface, (« 00 cm » en légende) la température varie beaucoup au cours d'une journée. Plus la température est relevée en profondeur, moins les valeurs fluctuent dans une journée. Il est donc nécessaire de prendre en compte la température de la structure lors des essais, puisqu'il a été vu que la réponse d'une GE évolue avec la température d'essai.

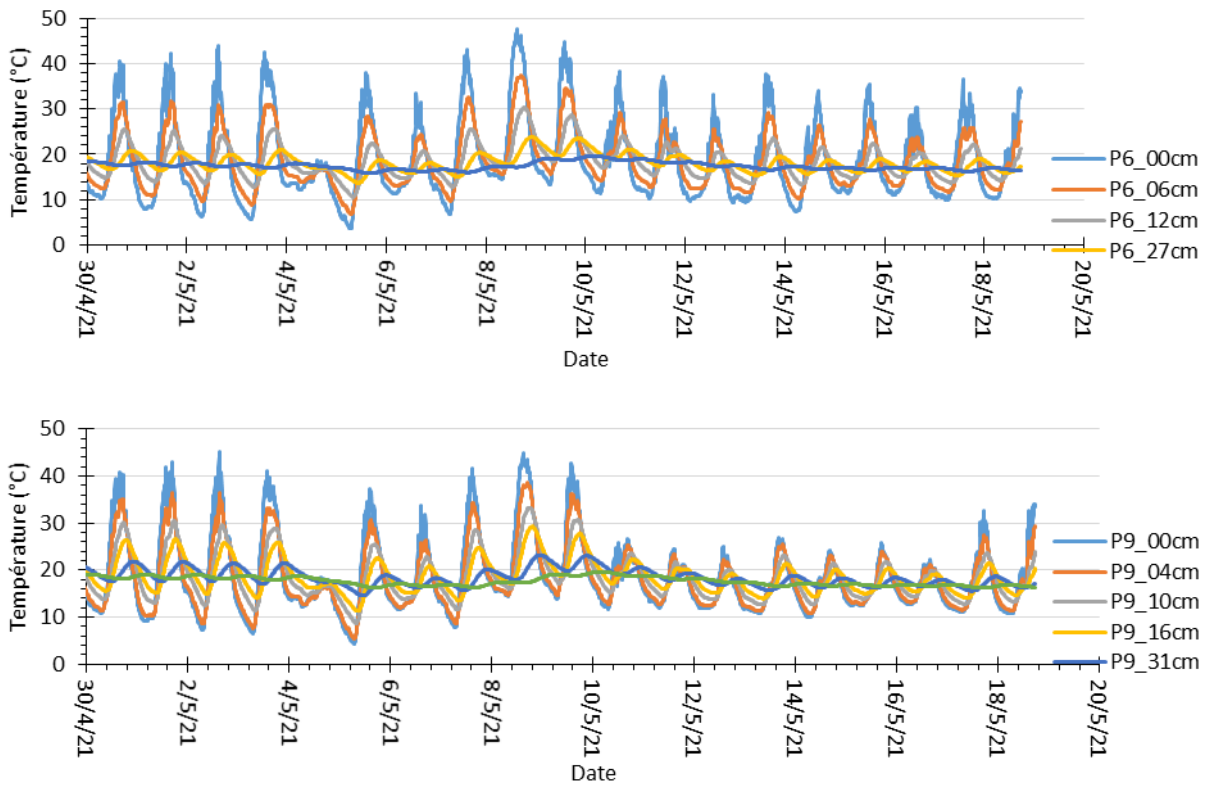


Figure 23 : Evolutions de la température dans les différentes épaisseurs des sections 6 (GE entre 0 et 12 cm de profondeur) (a) et 9 (GE entre 4 et 16 cm de profondeur) (b) de fin avril 2021 à mai 2021.

III.1.2. Occurrences des températures dans la couche de GE

De juillet à décembre 2020, la température de la GE était comprise entre 40 et 50 °C pour 8% du temps (Figure 24), et même occasionnellement au-dessus de 50 °C. Ceci illustre une des différences principales par rapport au mûrissement en laboratoire choisi, qui pour les conditions les plus chaudes, offre une température égale à 35 °C pendant 2 mois. Ces montées à températures élevées pourraient permettre à la grave-émulsion d'évoluer différemment du matériau soumis à des conditions climatiques imposées et constantes sur 2 mois en laboratoire, voire plus rapidement.

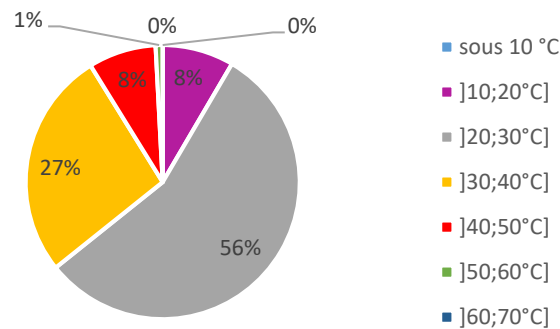


Figure 24 : Pourcentage de présence de différentes températures dans la couche de GE (6 cm de profondeur). Exemple pour la section 6, de juillet à décembre 2020.

III.1.3. Différences d'hygrométrie entre les deux chantiers

La Figure 25 montre les évolutions d'humidité dans les deux chantiers. Attention, les sondes d'humidité n'ayant pas été parfaitement étalonnées, il vaut mieux principalement prendre en compte les évolutions relatives et ne pas raisonner sur les valeurs exactes mais plutôt sur leurs ordres de grandeur. Les différences moyennes entre les sections de même chantier doivent donc être jugées non significatives. Pour rappel, les sondes d'humidité sont disposées dans la GNT.

L'humidité dans la structure du chantier 1 (sections 1, 2, 3b et 5) évolue beaucoup plus que dans la structure du chantier 2 (sections 7 et 9). La composition en liant est probablement la cause de cette différence entre les deux chantiers : il empêcherait l'infiltration d'eau dans la structure du chantier 2, d'où des variations faibles d'humidité dans cette partie du démonstrateur. A l'inverse, le chantier 1 comportant moins de liant (1% en moins que le chantier 2), l'eau pourrait pénétrer plus facilement dans la structure. Il a été vu au cours de cette thèse (Chapitre 5) que l'eau influence le comportement de l'enrobé à froid. Il est donc important de monitorer les évolutions d'humidité dans le démonstrateur et de les mettre en parallèle avec les résultats obtenus.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

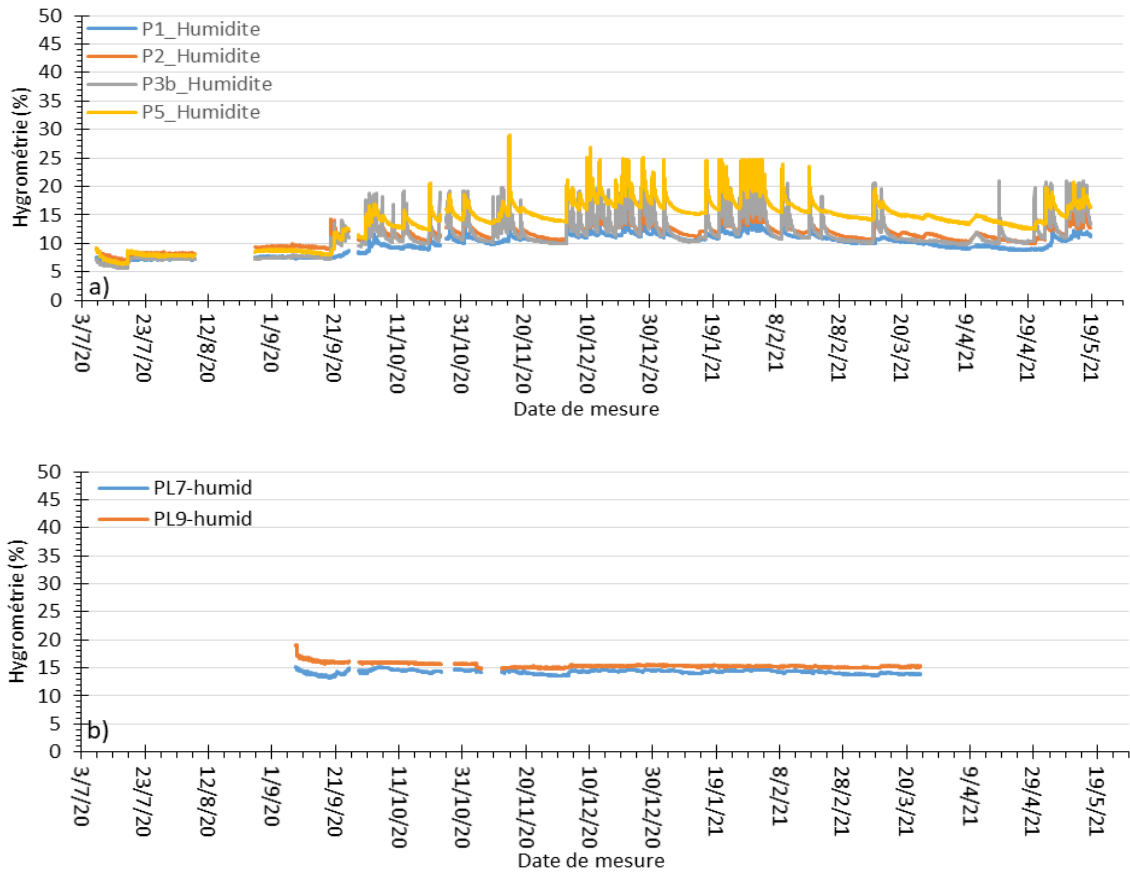


Figure 25 : Evolutions de l'humidité dans les sections 1, 2, 3b et 5 (a) et 7 et 9 (b).

III.2. Comportement dans le temps des structures sous chargements FWD

Toute la longueur du démonstrateur est étudiée en FWD. Chaque point est testé sous trois forces : 40, 50 et 65 kN. Le Tableau 6 recense les coordonnées dans la longueur des points soumis à chargements. Tous les points sont placés au milieu de chaque section dans la largeur.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

Tableau 6 : Coordonnées des points FWD sur le démonstrateur. Les colonnes « Point circulé » et « Point non circulé » indiquent les points situés dans la zone de sollicitations FABAC².

Planche	Abscisse (m)	Point circulé	Point non circulé	Planche	Abscisse (m)	Point circulé	Point non circulé
1	1		x	7	31		x
	1,7	x			31,7	x	
	2,5	x			32,5	x	
	3,3	x			33,3	x	
	4,5		x		34		x
2	5,5		x	8	36		x
	6,2	x			36,7	x	
	7	x			37,5	x	
	7,8	x			38,3	x	
	8,4		x		39		x
3a	9,7	x		9	41		x
	10,5	x			41,7	x	
	11,5	x			42,5	x	
	12		x		43,3	x	
3b	12,7	x		44		x	
	13,5	x		10	46		x
	14,3	x			46,7	x	
16		x	47,5		x		
4	16,7	x			48,3	x	
	17,5	x		49		x	
	18,3	x					
	19,5		x				
	20,5		x				
5	21,7	x					
	22,5	x					
	23,3	x					
	24		x				
	26		x				
6	26,7	x					
	27,5	x					
	28,3	x					
	29		x				

² En jugeant les coordonnées exactement respectées, les points notés comme « circulés » ne devraient vraisemblablement pas l'être, puisque situés en milieu de section, entre les deux roues du jumelage FABAC. L'espacement des roues étant faible (9.4 cm, voir Chapitre 2) comparé à la taille des dispositifs et aux incertitudes de placement des machines (aussi bien du FWD que du FABAC), une différence entre les points circulés et non circulés peut tout de même être visible.

III.2.1. Réponse des structures sous différentes forces avec le temps

La Figure 26 montre les réponses en déflexion des deux chantiers pour les trois charges testées. Les données présentées sont issues du géophone D1 (le plus proche de la masse tombante), qui permet d'obtenir la réponse de la couche de surface (Goyer 2014). Ici, les sections étudiées étant les sections 6 et 7, les résultats représentent plutôt la réponse de la GE. Ces deux sections ont la même structure (GE de 12 cm et pas de couche de surface) mais pas la même composition (1% en moins de liant dans la section 6). Les points choisis ne sont pas circulés pour n'illustrer ici que le mûrissement du matériau dû aux conditions météorologiques. Les températures affichées sont les moyennes mesurées sur les structures (de la surface jusqu'à la couche 0/80) pendant essais. Les pourcentages reflètent les humidités dans la GNT au moment de l'essai. Attention comme dit plus haut, leur calibration n'étant pas parfaite, il est conseillé de prendre en compte majoritairement les évolutions relatives d'humidité, et les ordres de grandeur des valeurs. La section 6 n'étant pas équipée de sonde d'humidité, les valeurs renseignées viennent de la section 5, située juste à côté et ayant pour seule différence structurelle un enduit bicouche de surface.

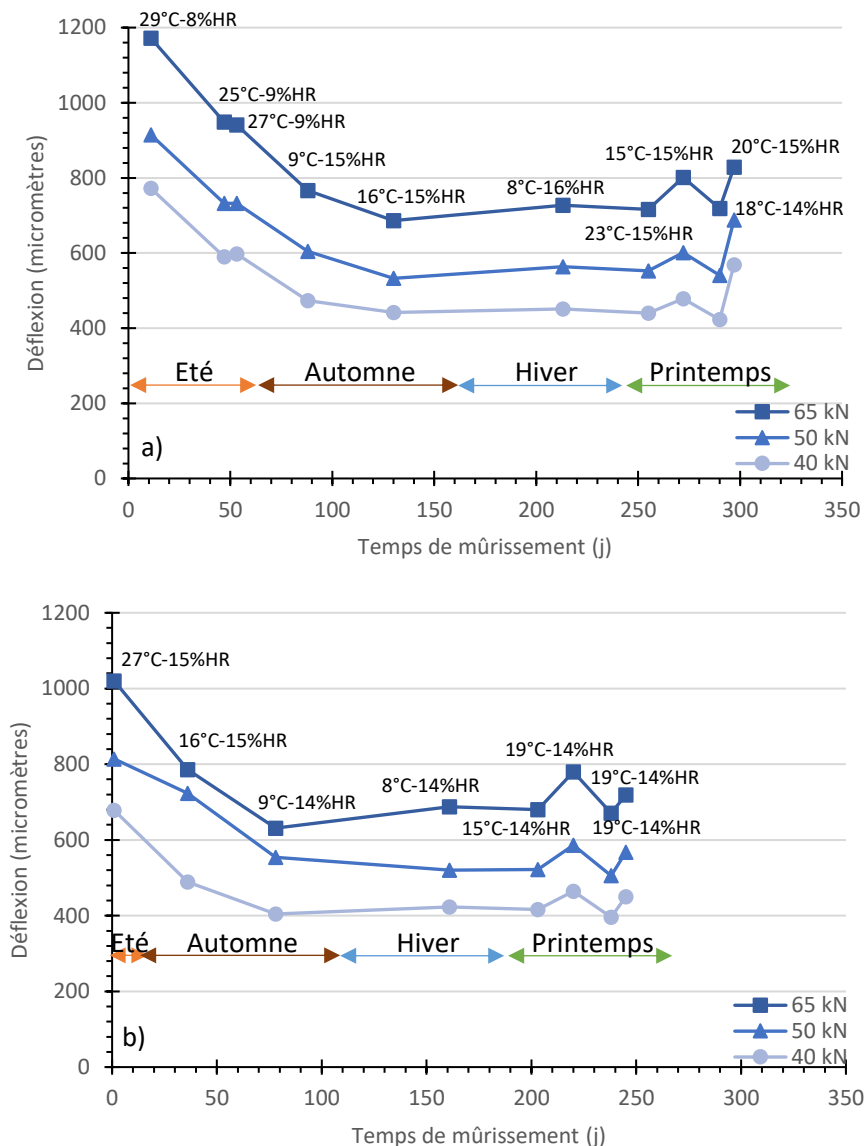


Figure 26 : Déflexion en fonction du temps de mûrissement pour les trois charges testées. a) Chantier 1 (section 6), b) Chantier 2 (section 7). Géophone D1. Sections non recouvertes.

La déflexion diminue avec le temps jusqu'à, pour le moment, atteindre une asymptote pour les deux sections. Le matériau se rigidifie donc avec le temps. Pour l'instant, la rigidification semble s'être stabilisée, mais il serait intéressant d'étudier le matériau à plus long terme, pour voir s'il y aurait une rigidification supplémentaire. En effet les résultats issus des matériaux mûris en laboratoire ont montré qu'un mélange GE a tendance à évoluer davantage et plus rapidement sous conditions chaudes et peu humides. D'ailleurs les déflexions atteintes ici sont proches pour les deux chantiers alors qu'ils ont des compositions différentes (autour de 700 μm à 65 kN). A terme, une différence plus marquée entre les deux pourrait être visible.

Pour le moment, la température et l'hygrométrie au moment de l'essai ne semblent pas avoir d'impact significatif sur la réponse du matériau aux essais FWD. Plus largement, il est difficile de conclure quant à l'influence de la saison au moment de l'essai, il faudrait encore ici avoir une vision sur une plus longue période.

III.2.2. Evolution sur toute la longueur du démonstrateur

La Figure 27 expose les évolutions des structures avec le temps. Une fois de plus, les données sont tirées du géophone le plus proche de la masse et les températures et hygrométries affichées représentent les températures moyennes des structures et hygrométries moyennes dans la GNT pendant les essais.

Les sections ayant des structures similaires mais une composition différente atteignent des déflexions semblables pour des temps de mûrissements proches. En effet, les déflexions des sections 3 et 9 sont d'environ 600 μm à 255 et 245 jours de mûrissement respectivement. Celles des sections 4, 5 et 8 arrivent à environ 800 μm aux mêmes temps de mûrissement. Finalement et comme dit plus haut, celles des sections 6 et 7 atteignent environ 700 μm pour ces mêmes temps de mûrissement. Ces résultats montrent qu'à l'échelle de temps étudiée les deux compositions ont des comportements comparables.

Cependant il a été vu que pour des éprouvettes carottées (Figure 20) ou mûries en laboratoires (Figure 16), la rigidité mesurée en essais œdométriques est différentes entre les deux compositions (différence malgré tout moins forte pour les éprouvettes carottées). Le fait que les éprouvettes mûries en laboratoire aient une différenciation plus forte que les sections vues ici peut être majoritairement expliqué par les conditions de mûrissement utilisées en enceinte climatique : elles ne reflètent pas la réalité (pas de variation avec le temps pendant une saison simulée) et les conditions 35 °C – 20 %HR sont même supposées accélérer le mûrissement. L'écart de module entre les éprouvettes carottées sur des sections différentes n'est à ce jour pas expliqué. En effet les résultats devraient concorder entre eux puisque les carottes viennent des sections testées en FWD. Plusieurs éléments de réponses peuvent être donnés :

- Il n'y a probablement pas assez de résultats d'essais œdométriques pour vraiment voir une différence entre les carottes,
- La structure peut être légèrement différente en fonction d'où les carottages sont faits et où les essais FWD sont réalisés (variations d'épaisseurs des couches de la structure), ce qui induirait des résultats différents entre le FWD et l'œdométrie,
- Une différence en déflexion est peut-être plus difficilement visible qu'en essais mécanique ; il faudrait donc dans la suite du travail (après la thèse) rétro-calculer les modules issus des mesures de déflexion et visualiser ou non une différence entre les modules des sections de compositions différentes.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

Les sections ayant obtenu les plus faibles déflexions, et par extension les plus rigides, sont les sections 3 et 9 (elles atteignent aux alentours de 600 μm au bout de 297 et 245 jours de mûrissement respectivement). Leur structure est donc celle qui mûrit le mieux est le plus rapidement à l'échelle étudiée : 12 cm de GE surmontés d'une couche d'enrobé à chaud. A épaisseur de GE égales, une couche d'enrobé à chaud permet d'ailleurs une plus forte rigidité (section 3 comparée à 6, ou section 9 comparée à 7).

Les sections ayant la même épaisseur de GE mais étant à nu ou avec enduit bicouche (sections 4, 5, 6, 7 et 8), arrivent à des valeurs similaires entre elles en fin de mûrissements. La valeur atteinte, environ 750-800 μm , est plus élevée que celle atteinte par les sections recouvertes d'enrobé à chaud. Ceci montre d'une part que l'enrobé à chaud, pour le moment, ne semble pas freiner le mûrissement de la GE³ (tout comme observé dans les résultats d'essais œdométriques d'éprouvettes carottées) comme ce qui aurait pu être attendu. L'enrobé à chaud aurait pu freiner la convection de l'air sur la GE et donc l'évaporation de l'eau ainsi que l'oxydation du liant. D'ailleurs, la bonne drainabilité de la GNT utilisée a aussi sans doute permis une bonne évacuation de l'eau. D'autre part, La valeur atteinte pour les sections à nu (6 et 7) est équivalente à celle atteinte par les sections recouvertes d'enduit bicouche (4, 5 et 8). L'enduit bicouche n'a donc pas d'incidence sur le mûrissement de la GE.

Les sections 2, 3, 9 et 10 voient leurs déflexions diminuer drastiquement entre 47 et 53j (sections 2 et 3) et entre 36 et 78j (sections 9 et 10). Ceci correspond à la pause de l'enrobé à chaud de surface.

Une structure possédant une épaisseur moindre de GE obtient en moyenne des déflexions plus élevées qu'une structure de GE plus épaisseur. Ceci surtout est visible entre les sections 2 et 3, et 9 et 10. Ce devrait être aussi apparent entre les sections 1 et 6 mais leurs déflexions respectives restent tout de même proches.

Pour remarque, la déflexion de la section 10 n'est pas stable sur toute sa longueur. Comme expliqué en Chapitre 2, cette portion a été construite le lendemain des sections 7 à 9 par manque de matériau. La séparation entre les sections 9 et 10 n'est peut-être pas parfaite et la structure pas parfaitement constante, ce qui justifierait d'une déflexion variable dans la longueur.

L'incidence des capteurs est compliquée à appréhender à l'échelle étudiée. Les sections de structures comparables avec et sans capteurs (3a avec 3b et 4 avec 5), restent à des niveaux semblables de déflexions. Cet impact pourrait sans doute être plus marqué à des temps plus longs ou durant la ruine du matériau.

³ L'enrobé à chaud pourrait aussi permettre une rigidité de surface élevée tout en freinant le mûrissement de la GE dessous, la GE serait donc moins rigide qu'attendu, mais ce ne serait pas visible.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

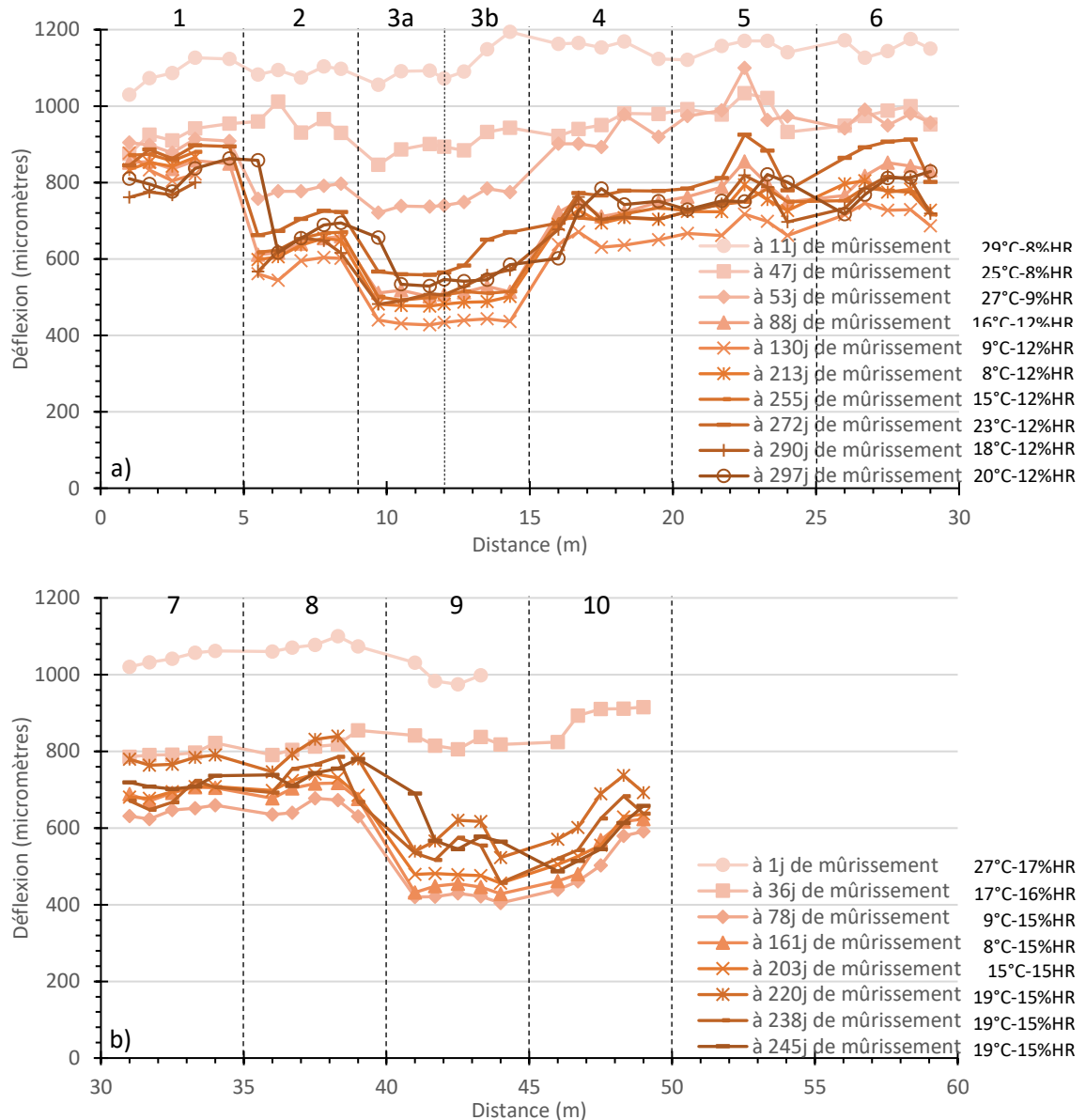


Figure 27 : Déflexion en fonction de la longueur du démonstrateur à 65 kN. a) Chantier 1, b) Chantier 2. Géophone D1.

III.3. Essais sous simulateur de poids lourds : premiers résultats FABAC

Les Figure 29 et Figure 30 présentent les déformations en fonction du temps en début et fin d'essai (30675 passages d'essieu par essai), pour les sections 3b et 9 (12 cm de GE et 4 cm de BBS2 en surface pour ces deux sections).

Toutes les jauges dont les résultats sont présentés sont situées sous le passage d'une roue. Les notations de chaque capteur sont visibles en Figure 28. Pour rappel, les coordonnées de tous les capteurs figurent en annexe 4.6. Les jauges de déformations verticales sont dans la GNT, tandis que les jauges de déformations longitudinales et transversales sont en fond de couche de GE. Les températures renseignées sont les moyennes de températures prises du bas de la GNT à la surface sur chaque section présentée et les hygrométries représentent l'hygrométrie dans la GNT de chaque section lors de chaque essai.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

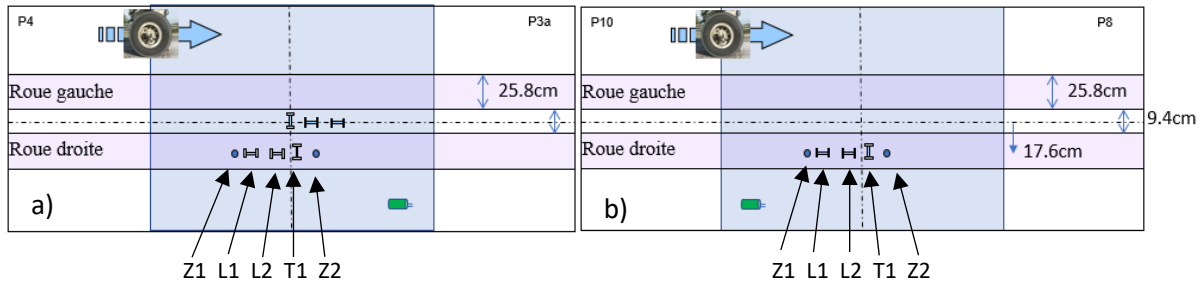
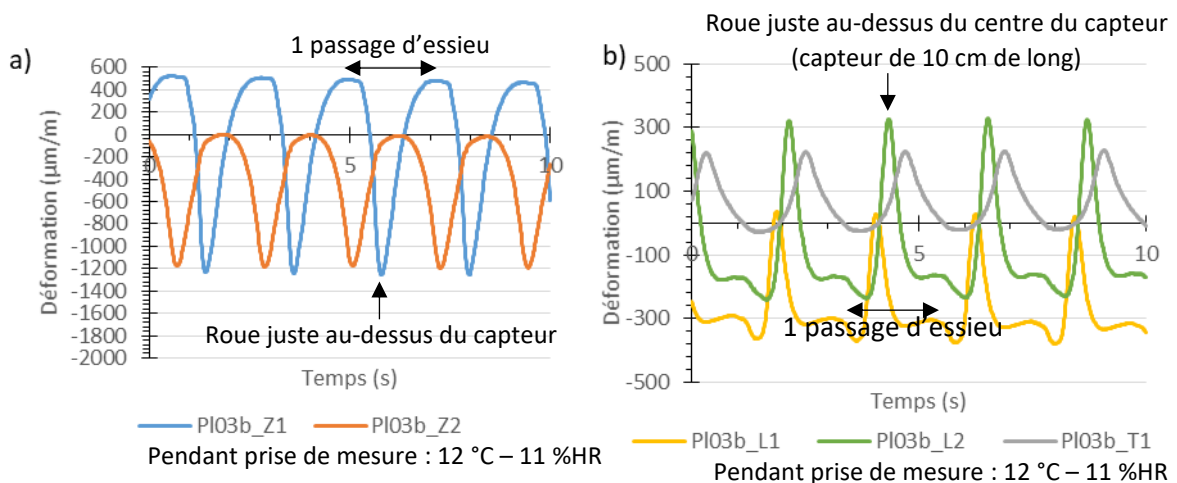


Figure 28 : Notations utilisées pour les jauges des sections 3b (a) et 9 (b).

Tout d'abord, les signaux sont de formes correctes et répétables dans le temps et de mêmes formes entre les capteurs de même type. Les pics négatifs des capteurs de déformations verticales montrent le moment où la roue est située juste au-dessus de la jauge. De même pour les pics positifs des jauges transversales et longitudinales (annotations sur les Figure 29-a et Figure 29-b). Les signaux des différents capteurs sont décalés dans le temps car l'essieu avance longitudinalement sur le démonstrateur : le capteur Z1 est sollicité en premier, puis L1, L2, suivis de T1 et finalement Z2. Les maxima d'amplitude de ces capteurs arrivent donc les uns après les autres.

Pour le moment, les amplitudes de déformations avant et après sollicitations FABAC restent, de manière générale dans les mêmes ordres de grandeur. Un changement soudain de forme de signal ou d'amplitude montrerait un endommagement de la structure, ce n'est pas le cas ici. Après 30675 passages, les sections 3b et 9 sont toujours en bon état.

Cependant, des variations sont visibles pour certains capteurs. En particulier sur la section 9, les Figure 30-b et Figure 30-d montrent un post-compactage du matériau avec les sollicitations : l'amplitude de déformation diminue avec les sollicitations (en particulier visible sur le signal du capteur L2, qui passe de 1200 $\mu\text{m}/\text{m}$ en début d'essai à environ 900 $\mu\text{m}/\text{m}$ en fin d'essai). Cette réaction n'est pas due au mûrissement de la GE puisque l'essai dure moins de 24h (environ 18h).



Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

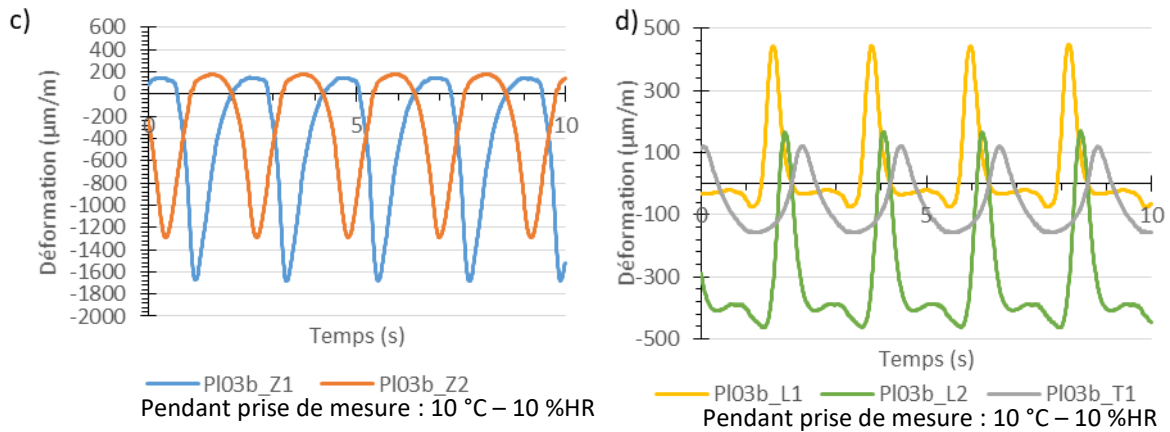


Figure 29 : Réponses en déformation de la section 3b aux sollicitations FABAC. a) En début de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, b) En début de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale, c) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, d) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale.

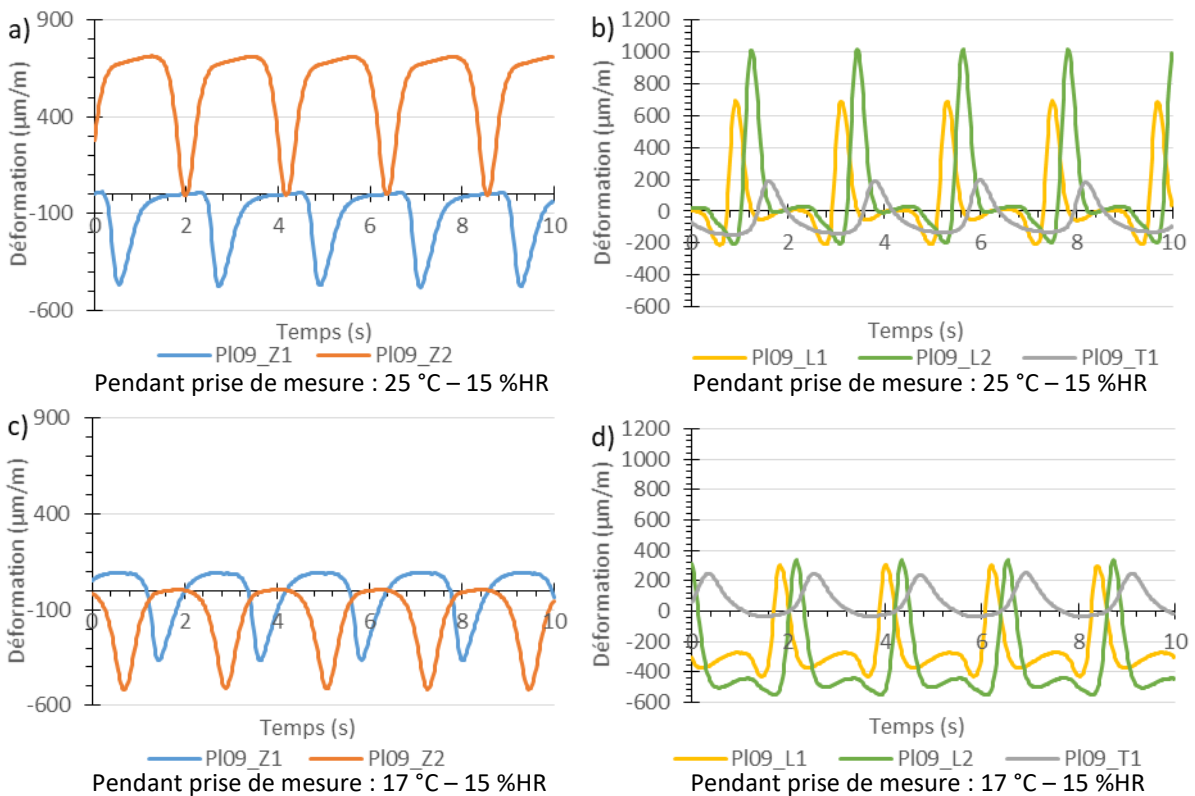


Figure 30 : Réponses en déformation de la section 9 aux sollicitations FABAC. a) En début de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, b) En début de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale, c) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, d) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale.

III.4. Evolution du profil des sections : profil en travers

Les profils en travers des sections ont été mesurés avant et après sollicitations FABAC. Les résultats des sections 6 et 7 sont comparés ici car ce sont les sections de GE qui ont la même épaisseur (12 cm) et qui ne sont pas recouvertes. Ces profils sont donc susceptibles d’être parmi ceux qui varient le plus.

La Figure 31 illustre les profils transversaux avant et après sollicitations FABAC des sections 6 et 7. Deux cuvettes sont visibles au centre de chaque section : ce sont les deux roues des essieux du FABAC. Les deux sections ont donc subi du post-compactage pendant les sollicitations FABAC. La section 7 semble même avoir gagné en hauteur au bord des empreintes des essieux, typique d'un phénomène d'orniérage. Il pourrait à terme être judicieux de procéder à des analyses complémentaires pour comprendre si cette déformation est irréversible ou non (relaxation du matériau ?).

Une dernière remarque peut être faite sur les profils de manière générale. Le profil de la section 6 est beaucoup moins lissé que celui de la section 7. Ceci pourrait être expliqué par la proportion en liant moindre dans le matériau de la section 6 (pour rappel, section construite lors du chantier 1), qui remplirait moins les interstices entre les granulats et donc donnerait une allure plus rugueuse au profil.

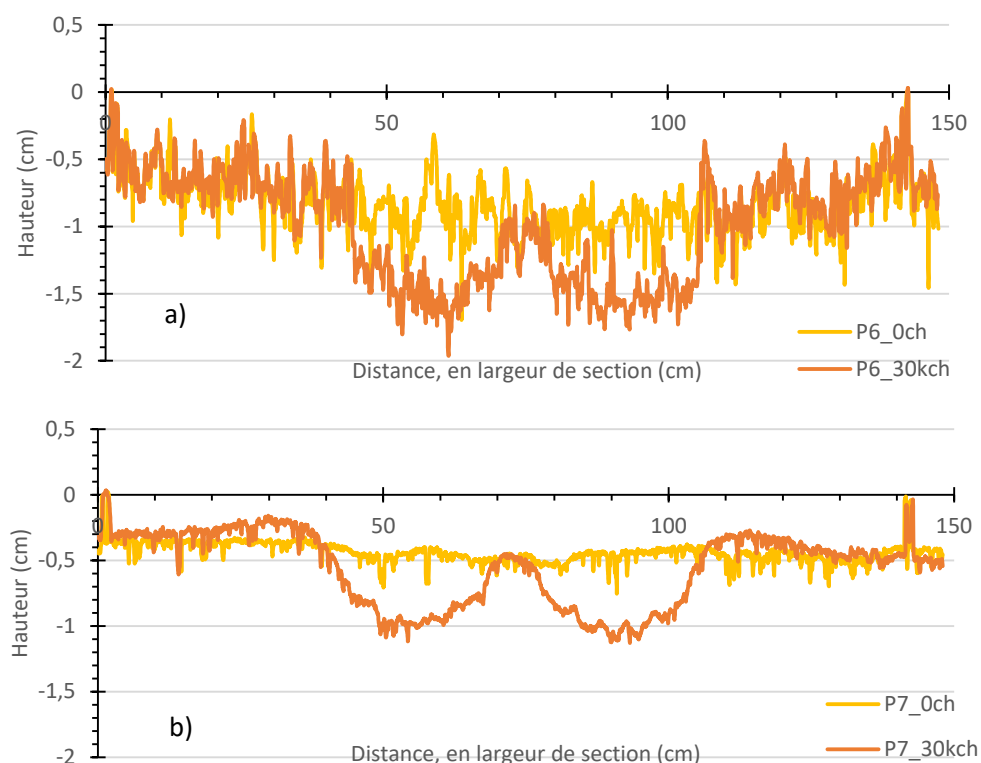


Figure 31 : Profils transversaux avant et après sollicitations FABAC. a) Section 6, « P6_0ch » 0 chargements, « P6_30kch » après sollicitations. b) Section 7, « P7_0ch » 0 chargements, « P7_30kch » après sollicitations.

Bilan

Ce chapitre illustre les évolutions mécaniques d'éprouvettes de grave-émulsion mûries en laboratoire et carottées sur démonstrateur à l'échelle 1, ainsi que les réponses en déformation (réversibles –fwd, FABAC- et non réversibles –profil en travers-) du même matériau sur le démonstrateur.

Tout d'abord il a été observé que la proportion en eau dans les éprouvettes dépend des conditions externes : un mûrissement réalisé dans des conditions dites « chaude et sèche » (35 °C – 20 %HR) conduit à un séchage rapide du mélange tandis qu'un mûrissement dans des conditions qualifiées de « froide et humide » (10 °C – 80 %HR) permet de conserver une relative humidité résiduelle dans les éprouvettes voir une légère reprise hydrique. Ensuite, une relation existe entre la teneur en eau des éprouvettes et leur hauteur. En effet, dans les conditions de mûrissement à 35 °C – 20 %HR, les

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

éprouvettes se rétractent et perdent de l'eau alors que dans les conditions égales à 10 °C – 80 %HR, la hauteur a tendance à stagner et elles perdent moins d'eau voir pas du tout (Tableau 7). Concernant les vides, dont les évolutions sont directement corrélées aux évolutions de hauteur (puisque il n'y a pas d'évolution radiale géométrique), ils évoluent surtout quand la teneur en vides est élevée. La rigidité semble aussi être influencée par la teneur en eau des corps d'épreuves : une teneur en eau élevée conduit à un module de rigidité plus faible.

Tableau 7 : Récapitulatif des effets de conditions climatiques sur l'eau et la hauteur des éprouvettes.

Conditions dans l'enceinte climatique	35 °C – 20 %HR	10 °C – 80 %HR
Evolution de l'eau	séchage	humidité résiduelle/reprise hydrique
Evolution de la hauteur	rétractation	tendance à la stagnation

Le module des éprouvettes mûries en laboratoire augmente avec la température de mûrissement, et avec la fréquence et l'amplitude de force d'essai. Les pseudo-modules des éprouvettes du chantier 1 varient moins avec ces paramètres, probablement à cause de leur manque de liant. Une compacité plus élevée amène une rigidité plus élevée. Globalement, le module des éprouvettes mûries en laboratoire augmente avec le temps de mûrissement.

Les modules et angles de phase finaux des groupes A et B sont similaires : l'ordre des saisons n'a, à l'échelle de temps étudiée, pas d'influence sur un mûrissement en laboratoire. Ce phénomène est différents des retours d'industriels abordés durant les réunions de suivi, mais non publiés, qui ont vu qu'à 2 ans après mise en place les performances d'un matériau à froid construit avant l'hiver étaient moindre qu'un matériau de même type construit avant l'été. La raison principale résiderait dans le fait qu'un matériau réel subit un trafic directement après sa mise en place, alors que le matériau de laboratoire ne subit que certaines sollicitations à certaines périodes, et sur de courtes durées. Des sollicitations réelles pendant un premier été permettrait un post-compactage favorable léger aisé de la structure (viscosité plus faible du liant en été) et donc des performances meilleures. Lors d'un hiver au jeune âge, le liant serait plus rigide et ne permettrait pas un réarrangement géométrique aussi important. Au bout de quelques mois, la GE aurait mûri et ce réarrangement ne serait plus possible (ou dans une moindre mesure). L'été suivant ne permettrait donc pas au matériau construit avant l'hiver d'obtenir une rigidité similaire à celui construit avant l'été. Une autre raison pourrait aussi être, comme vu dans ce chapitre, des fluctuations de températures sur chantier absentes en laboratoire.

Les éprouvettes des lots groupe A et chantier 1 voient leurs modules augmenter pendant un mûrissement sous conditions «35 °C – 20 %HR et plutôt stagner sous conditions 10 °C et 80 %HR. Les groupe B et chantier 2 ont des réactions différentes pendant les conditions à 35 °C – 20 %HR (2nd partie de mûrissement) : les éprouvettes du groupe B se rigidifient tandis que celles du chantier 2 stagnent. Les conditions à 10 °C et 80 %HR pour ces deux lots amènent leur rigidification. Les angles de phase diminuent en conditions 35 °C – 20 %HR et stagnent à 10 °C – 80 %HR.

Les évolutions de l'angle et du module montrent un durcissement du matériau à 35 °C – 20 %HR (sauf pour le chantier 1).

Les éprouvettes carottées du démonstrateur ont des évolutions différentes de celles mûries en laboratoire : les éprouvettes carottées sur le chantier 2 se rigidifient, mais plus faiblement que les éprouvettes mûries en laboratoire. De plus, les angles de phase des éprouvettes carottées sur chantier 1 et chantier 2 ne varient pas.

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

Concernant les résultats *in situ*, la déflexion mesurée par FWD (associée à la rigidité des structures) augmente avec le chargement appliqué. Elle diminue avec le temps, et plus rapidement pour les sections recouvertes d'enrobé à chaud.

Les premiers résultats de sollicitations FABAC montrent que pour le moment les sections étudiées ne sont pas endommagées, et les signaux recueillis traduisent un compactage léger de certaines structures.

Pour finir, les profils en travers montrent un phénomène de post-compactage des sections, voire d'orniérage.

Références

- Chen, Zhuo, Junyan Yi, Han Zhao, Hai Luan, Meng Xu, Lidong Zhang, et Decheng Feng. 2021. « Strength Development and Deterioration Mechanisms of Foamed Asphalt Cold Recycled Mixture Based on MD Simulation ». *Construction and Building Materials* 269 (février): 121324. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121324>.
- Delfosse, F., A. Béghin, A. Belkahia, V. Gaudefroy, C. Gueit, et L. Odie. 2018. « Comportement et étude des graves-émulsion, corrélation entre le comportement en place sur la RD 26 et le laboratoire ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 954.
- Delorme, J-L., C. de la Roche, et L. Wendling. 2007. *Manuel LPC d'aide à la formulation des enrobés*. Routes et sécurité routière 9915173.
- Doyle, Thomas A., Ciaran McNally, Amanda Gibney, et Amir Tabaković. 2013. « Developing Maturity Methods for the Assessment of Cold-Mix Bituminous Materials ». *Construction and Building Materials* 38 (janvier): 524-29. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.09.008>.
- Flores, Guillermo, Juan Gallego, Lucía Miranda, et José Ramón Marcobal. 2020. « Cold Asphalt Mix with Emulsion and 100% Rap: Compaction Energy and Influence of Emulsion and Cement Content ». *Construction and Building Materials* 250 (juillet): 118804. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118804>.
- Gauthier, G., D. Bodin, E. Chailleux, et T. Gallet. 2010. « Non Linearity in Bituminous Materials during Cyclic Tests ». *Road Materials and Pavement Design* 11 (sup1): 379-410. <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690339>.
- Goyer, S. 2014. « ORSi DEDIR - Sujet 5-2. Etude bibliographique : méthodologie d'exploitation des mesures FWD ». Cerema DTerOuest.
- Graziani, Andrea, Christian Iafelice, Simone Raschia, Daniel Perraton, et Alan Carter. 2018. « A Procedure for Characterizing the Curing Process of Cold Recycled Bitumen Emulsion Mixtures ». *Construction and Building Materials* 173 (juin): 754-62. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.091>.
- Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. 1991. *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*. 172.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Raschia, Simone, Daniel Perraton, Andrea Graziani, et Alan Carter. 2020. « Influence of Low Production Temperatures on Compactability and Mechanical Properties of Cold Recycled Mixtures ». *Construction and Building Materials* 232 (janvier): 117169. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117169>.
- Serfass, J-P., J-E. Poirier, J-P. Henrat, et X. Carbonneau. 2004. « Influence of curing on cold mix mechanical performance ». *Materials and Structures* 37: 365-68.
- Wendling, L., D. Guedon, J-C. Fabre, M. Liffraud, L. Odie, R. Gritti, A. Millien, et al. 2013. « Séminaire de clôture de l'Opération de Recherche du LCPC "OPTIMIRR" et de la collaboration RST-USIRF Graves-émulsion", Direction Générale de l'Aviation Civile ».

Table des illustrations

Figure 1 : Schématisation des différentes dénominations utilisées dans ce mémoire de thèse.....	100
Figure 2 : Proportions en eau des éprouvettes dans le temps, a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 1. Les éprouvettes sont notées de A1 à A3 pour le groupe A, B1 et B2 pour le groupe B, LAB1 à 3 pour le chantier 1, LAB8 à 10 pour le chantier 2.....	101
Figure 3 : Parallèle entre la composition en eau et la hauteur des éprouvettes étudiées, a) Groupe A, b) Groupe B, au cours du mûrissement.....	103

Figure 4 : Parallèle entre la composition en eau (ratio de masses) et la hauteur des éprouvettes de la campagne « Chantiers » mûries en laboratoire. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les éprouvettes, a) Chantier 1, b) Chantier 2.....	104
Figure 5 : Evolutions des pourcentages en vides des 4 lots d'éprouvettes, a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.	106
Figure 6 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois températures d'essais des deux lots de la campagne "Mûrissements A et B", pour les essais à 10 Hz et 9,5 kN. a) Eprouvette A1 (groupe A), b) Eprouvette A2 (groupe A), c) Eprouvette A3 (groupe A), d) Eprouvette B1 (groupe B), e) Eprouvette B2 (groupe B).....	109
Figure 7 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois températures d'essais des deux lots de la campagne "Chantiers", pour les essais à 10 Hz et 9,5 kN. a) Eprouvette LAB1 (chantier 1), b) Eprouvette LAB2 (chantier 1), c) Eprouvette LAB3 (chantier 1), d) Eprouvette LAB8 (chantier 2), e) Eprouvette LAB9 (chantier 2), f) Eprouvette LAB10 (chantier 2).	110
Figure 8 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux cinq fréquences d'essais des deux lots de la campagne "Mûrissements A et B", pour les essais à 15 °C et 9,5 kN. a) Eprouvette A1 (groupe A), b) Eprouvette A2 (groupe A), c) Eprouvette A3 (groupe A), d) Eprouvette B1 (groupe B), e) Eprouvette B2 (groupe B).....	112
Figure 9 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux cinq fréquences d'essais des deux lots de la campagne "Chantiers", pour les essais à 15 °C et 9,5 kN. a) Eprouvette LAB1 (chantier 1), b) Eprouvette LAB2 (chantier 1), c) Eprouvette LAB3 (chantier 1), d) Eprouvette LAB8 (chantier 2), e) Eprouvette LAB9 (chantier 2), f) Eprouvette LAB10 (chantier 2).	113
Figure 10 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois forces d'essais des deux lots de la campagne "Mûrissements A et B", pour les essais à 15 °C et 10 Hz. a) Eprouvette A1 (groupe A), b) Eprouvette A2 (groupe A), c) Eprouvette A3 (groupe A), d) Eprouvette B1 (groupe B), e) Eprouvette B2 (groupe B).....	114
Figure 11 : Evolution des pseudo-modules œdométriques aux trois forces d'essais des deux lots de la campagne "Chantiers", pour les essais à 15 °C et 10 Hz. a) Eprouvette LAB1 (chantier 1), b) Eprouvette LAB2 (chantier 1), c) Eprouvette LAB3 (chantier 1), d) Eprouvette LAB8 (chantier 2), e) Eprouvette LAB9 (chantier 2), f) Eprouvette LAB10 (chantier 2).	115
Figure 12 : Pseudo-module œdométrique en fonction du pourcentage en vide des quatre lots. Valeurs d'essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.	117
Figure 13 : Rigidité des éprouvettes en fonction de la teneur en eau et de la phase de mûrissement, a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN.	119
Figure 14 : Pseudo-module œdométrique pendant les deux premiers mois de mûrissement du groupe A, essais à 15 °C 10 Hz et 9.5 kN.....	120
Figure 15 : Pseudo-module œdométrique en fonction du temps de mûrissement pour les groupes A et B. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Chaque point représente la moyenne des résultats obtenus sur les éprouvettes de chaque groupe. Les barres d'erreurs matérialisent les écarts types entre les résultats de chaque éprouvette.	121
Figure 16 : Pseudo-module œdométrique en fonction du temps de mûrissement pour les lots chantier 1 et chantier 2. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Chaque point représente la moyenne des résultats obtenus sur les éprouvettes de chaque lot. Les barres d'erreurs matérialisent les écarts types entre les résultats de chaque éprouvette.	121
Figure 17 : Angle de phase en fonction du temps de mûrissement. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Chaque point représente la moyenne des résultats obtenus sur les éprouvettes de chaque lot. Les barres d'erreurs matérialisent les écarts types entre les résultats de chaque éprouvette. a) Campagne « Mûrissements A et B », b) Campagne « Chantiers ».	124

Figure 18 : Points des essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN des deux campagnes, en fonction du temps de mûrissement. Chaque point est une moyenne sur les éprouvettes de chaque lot, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les éprouvettes. a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.	125
Figure 19 : Rappel des structures du démonstrateur à l'échelle 1.	126
Figure 20 : Evolution du pseudo-module œdométrique sur démonstrateur à l'échelle 1. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Sections 3a et 6 (matériau chantier 1), b) Sections 7 et 9 (matériau chantier 2). Les barres d'erreurs illustrent les écarts types entre les éprouvettes. Les pourcentages à coté de chaque point correspondent aux moyennes de vides sur les 3 éprouvettes testées à chaque fois.	127
Figure 21 : Evolution du déphasage sur démonstrateur à l'échelle 1. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Sections 3a et 6 (matériau chantier 1), b) Sections 7 et 9 (matériau chantier 2). Les barres d'erreurs illustrent les écarts types entre les éprouvettes. Les pourcentages à coté de chaque point correspondent aux moyennes de vides sur les 3 éprouvettes testées à chaque fois.....	128
Figure 22 : Rappel des différentes structures composant le démonstrateur échelle 1.....	130
Figure 23 : Evolutions de la température dans les différentes épaisseurs des sections 6 (GE entre 0 et 12 cm de profondeur) (a) et 9 (GE entre 4 et 16 cm de profondeur) (b) de fin avril 2021 à mai 2021.	131
Figure 24 : Pourcentage de présence de différentes températures dans la couche de GE (6 cm de profondeur). Exemple pour la section 6, de juillet à décembre 2020.	132
Figure 25 : Evolutions de l'humidité dans les sections 1, 2, 3b et 5 (a) et 7 et 9 (b).	133
Figure 26 : Déflexion en fonction du temps de mûrissement pour les trois charges testées. a) Chantier 1 (section 6), b) Chantier 2 (section 7). Géophone D1. Sections non recouvertes.	135
Figure 27 : Déflexion en fonction de la longueur du démonstrateur à 65 kN. a) Chantier 1, b) Chantier 2. Géophone D1.....	138
Figure 28 : Notations utilisées pour les jauges des sections 3b (a) et 9 (b).	139
Figure 29 : Réponses en déformation de la section 3b aux sollicitations FABAC. a) En début de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, b) En début de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale, c) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, d) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale.	140
Figure 30 : Réponses en déformation de la section 9 aux sollicitations FABAC. a) En début de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, b) En début de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale, c) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation verticales, d) En fin de sollicitations pour les sondes de déformation longitudinales et transversale.	140
Figure 31 : Profils transversaux avant et après sollicitations FABAC. a) Section 6, « P6_0ch » 0 chargements, « P6_30kch » après sollicitations. b) Section 7, « P7_0ch » 0 chargements, « P7_30kch » après sollicitations.	141

Liste des tableaux

Tableau 1 : Valeurs de $|G^*|$ obtenues des liants extraits, à différentes périodes et à différentes températures d'essais. Les essais n'ayant pas été réalisés à 35 °C, les valeurs d'essais à 35 °C ont été recalculées à partir de la fonction de $|G^*|$ en fonction de la température obtenue avec les valeurs expérimentales pour différentes températures d'essai. Les valeurs d'essais à 10 °C sont directement obtenues des essais. Les valeurs à 35 °C reflètent les modules obtenus pendant les 2 mois à 35 °C – 20 %HR et les valeurs à 10 °C reflètent les modules obtenus pendant les 2 mois à 10 °C – 80 %HR. Les

Chapitre 3 : Evolution du comportement mécanique des mélanges dans le temps en laboratoire et sur le terrain

gammes de modules données reflètent les maxima mesurés pendant les 2 mois pour chaque phase de mûrissement.....	104
Tableau 2 : Récapitulatif des mouvements en vides des deux campagnes, en fonction des conditions dans l'enceinte climatique.....	107
Tableau 3 : Rigidité gagnée pour 1% en vides perdu.	117
Tableau 4 : Coefficients final/initial des mélanges des lots A, chantier 1, B et chantier 2. Essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. Pour rappel, la première modalité pour les lots A et chantier 1 est 35 °C – 20 %HR et la seconde est 10 °C – 80 %HR. Pour les lots B et chantier 2 la première est 10 °C – 80 %HR et la seconde est 35 °C – 20 %HR.	123
Tableau 5 : Coefficients final/initial des sections 3a, 6, 7 et 9. Essais œdométriques à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN.....	129
Tableau 6 : Coordonnées des points FWD sur le démonstrateur. Les colonnes « Point circulé » et « Point non circulé » indiquent les points situés dans la zone de sollicitations FABAC.....	134
Tableau 7 : Récapitulatif des effets de conditions climatiques sur l'eau et la hauteur des éprouvettes.	142

Chapitre 4 : Etude du mûrissement des GE à partir des résultats d'essais œdométriques

Every science begins as philosophy and ends as art.
Will Durant

Contenu

Introduction.....	150
I. Utilisation des essais œdométriques pour l'évaluation du comportement de la grave-émulsion	150
II. Courbes de Cole-Cole complétées par des essais réalisés en compression diamétrale.....	151
II.1. Contexte des essais CDS.....	151
II.2. Mesures expérimentales et modélisation sur la base de la loi de comportement de Huet et Sayegh.....	152
III. Modélisation viscoélastique de l'évolution de rigidité des graves-émulsions A et B avec le mûrissement.....	153
III.1. Introduction d'une variable d'état du mûrissement dépendant du temps et de l'historique de température.....	154
III.2. Modélisation des valeurs E^*_{oedo} par la loi de Huet et Sayegh.....	154
III.3. Extension du Principe d'Equivalence Temps-Température au mûrissement des graves-émulsion.....	156
III.4. Factorisation de la fonction $\tau_{\chi, \theta}$ entre fonctions de mûrissement et de température.....	157
III.5. Choix explicite de définition pour la variable de mûrissement χ	159
III.6. Modèle d'évolution de χ en fonction des conditions thermiques de mûrissement.....	161
III.6.1. Détermination de lois de mûrissement générales à partir de campagnes de type A et B.....	162
III.6.2. Test de la factorisation $d\chi/dt = f(\chi) g(\theta)$ à partir des données expérimentales.....	163
III.6.3. Modélisation avec loi d'Arrhénius et fonction $f(\chi)$ sans seuil.....	165
III.6.3. Modélisation avec loi d'Arrhénius et fonction $f(\chi, \theta)$ à seuil.....	168
III.6.4. Modélisation avec cinétique de mûrissement fonction de la viscosité apparente du mélange.....	171
III.6.5. Mûrissement des éprouvettes A2 et A3 à 10°C-80%HR.....	174
Bilan.....	175
Références.....	176
Table des illustrations.....	176
Liste des tableaux.....	177

Introduction

Comme énoncé dans la partie bibliographique (Chapitre 1), le comportement des enrobés à froid se différencie des enrobés à chaud principalement par leur important et rapide mûrissement (rigidification du matériau avec le temps). Ce processus dépend fortement du climat de la région où le matériau est mis en place, et de la saison de mise en œuvre (Doyle et al. 2013). En effet, le mûrissement est profondément influencé par la température et l'humidité (Béghin et al. 2012; Kishore Kumar et al. 2008; Lambert et al. 2018; Lambert 2018; Triquigneaux et al. 2012). Le but de ce chapitre est de quantifier le mûrissement de la grave-émulsion étudiée dans le cadre de cette thèse en fonction de la température. Cette étude est basée sur les résultats de pseudo-modules œdométriques de la campagne de « Mûrissement A et B ». Partant de celles-ci, un cadre de modélisation est proposé afin de pouvoir prévoir l'évolution du comportement des GE, quel que soit l'historique de température depuis leur mise en œuvre.

La première partie de ce chapitre décrit l'exploitation des essais œdométriques avec leur limite dans l'étude du comportement global du matériau grave-émulsion. Dans un deuxième temps, les résultats d'essais de compression diamétrale sinusoïdale réalisés dans le cadre de cette thèse sont exploités en lien avec la loi de Huet et Sayegh pour la modélisation du comportement du matériau. La troisième et dernière partie introduit une variable de mûrissement et expose le cheminement mis en place pour aboutir à une modélisation de l'évolution de la rigidité du matériau en fonction des conditions de mûrissement (historique de température), de la fréquence et de la température présente. La fin de cette dernière partie détaille trois façons de modéliser l'évolution de la variable de mûrissement.

I. Utilisation des essais œdométriques pour l'évaluation du comportement de la grave-émulsion

Les valeurs de module œdométrique $|\tilde{E}^{*oedo}|$ décrites en Chapitre 3 sont utilisées dans cette partie pour analyser la rigidification des éprouvettes de GE. Les variables utilisées sont rappelées ($\theta^c, t_n^c, \theta_j^{oedo}, f_l, \bar{F}_k$) pour désigner la température de mûrissement, les temps de mûrissement, les températures d'essai œdométriques, les fréquences d'essai et les amplitudes de force). Seuls les résultats pour la plus grande amplitude de force (9.5 kN) sont exploités ici car menant aux mesures les plus précises. La Figure 1 regroupe toutes les valeurs \tilde{E}^{*oedo} déduites des essais effectués sur les éprouvettes A2 et B2 dans le plan de Cole-Cole. Les points colorés illustrent l'âge des éprouvettes aux moments des essais.

Les nuages de points s'alignent assez bien le long de la droite passant par l'origine, ayant pour équation $Im(\tilde{E}^{*oedo}) = \Lambda Re(\tilde{E}^{*oedo})$. En viscoélasticité linéaire, une telle équation est liée à un modèle d'amortisseur parabolique, de module complexe $E^* = (iA\omega)^\alpha$ où $tg(\alpha \pi/2) = \Lambda$ avec $0 \leq \alpha \leq 1$.

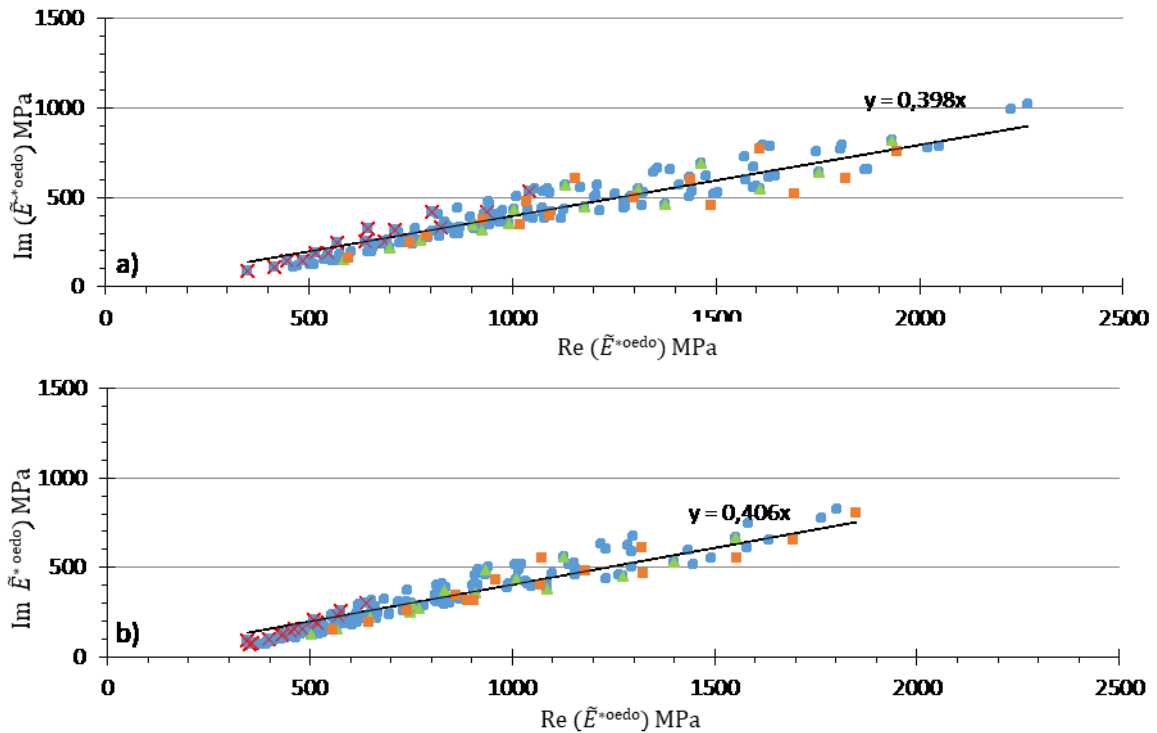


Figure 1 : Représentation des pseudo-modules œdométriques dans l'espace de Cole-Cole, essais à 9.5 kN. Les croix rouges correspondent au premier essai œdométrique (3 jours de mûrissement), les triangles verts représentent les résultats au bout des 2 premiers mois de mûrissement et les carrés orange ceux au bout des quatre mois. Toutes les autres mesures sont symbolisées par des points bleus. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2.

Par contre, ces essais n'ont été réalisés qu'à trois températures (15, 25, 35 °C) et sur une gamme de fréquences relativement réduite, ne permettant pas de tracer les courbes de Black et Cole-Cole dans leur totalité. Pour compléter ces données, des résultats de compression diamétrale sinusoïdale (CDS) sur GE sont utilisés. Ces informations donnent accès à la partie droite de la courbe de Cole-Cole.

II. Courbes de Cole-Cole complétées par des essais réalisés en compression diamétrale

II.1. Contexte des essais CDS

Les essais CDS considérés ci-dessous ont été réalisés sur des éprouvettes carottées sur le démonstrateur à l'échelle 1 (chantier 2, éprouvettes différentes de celles déjà traitées en Chapitre 3), deux mois après mise en œuvre des matériaux, en septembre. Après carottages, les échantillons ont été stockés à température ambiante et testés après 3 mois.

Les essais CDS ont été réalisés sous chargements sinusoïdaux compressifs (selon la norme NF EN 12697-26 Annexe F), pour cinq fréquences (0.1, 0.3, 1, 3 et 10 Hz) et cinq températures (15, 5, -5, -15 et -25 °C). Le module complexe, ici simplement noté E^* , a été calculé à partir des mesures complexes de force et déplacement, en posant le coefficient de Poisson à 0.35 et en le considérant, en hypothèse simplificatrice, indépendant de la température et de la fréquence d'essai.

II.2. Mesures expérimentales et modélisation sur la base de la loi de comportement de Huet et Sayegh

Le Tableau 1 résume les valeurs obtenues pour une éprouvette de compacité 77.5%. Le graphique de ces valeurs dans l'espace de Cole-Cole est donné en Figure 2 (points verts et rouges). Le jeu de données E^* forme dans ce plan un fuseau de points relativement étroit pouvant être représenté avec une bonne approximation par une courbe unique, ce qui indique que pour un état de mûrissement donné (3 mois à température ambiante, ici), le matériau vérifie le principe d'équivalence temps-température. De plus, de grandes valeurs de E^* sont atteintes pour des températures CDS basses, donnant presque la totalité des valeurs de E^* que l'enrobé peut décrire.

Tableau 1 : Modules complexes mesuré des essais CDS sur enrobé à froid.

T°	Hz	Phase	E^*	E1	E2
					0
15°C	0,1	39,4	143	111	89
	0,3	49,2	238	156	179
	1	41,5	400	300	264
	3	36,0	591	479	346
	10	30,9	1354	1159	701
5°C	0,1	39,6	878	677	559
	0,3	34,5	1342	1106	759
	1	27,8	1905	1686	887
	3	23,7	2485	2276	998
	10	20,0	3218	3025	1098
-5°C	0,1	22,8	2653	2446	1027
	0,3	19,4	3363	3171	1120
	1	16,0	4206	4044	1156
	3	13,2	4955	4823	1134
	10	11,0	5758	5653	1099
-15°C	0,1	11,4	5510	5402	1086
	0,3	9,6	6131	6045	1021
	1	7,9	6799	6735	929
	3	6,6	7374	7325	848
	10	5,3	7889	7855	728
-25°C	0,1	4,9	8599	8568	730
	0,3	4,0	8972	8950	631
	1	3,2	9342	9328	522
	3	2,6	9612	9602	440
	10	2,2	9852	9845	378

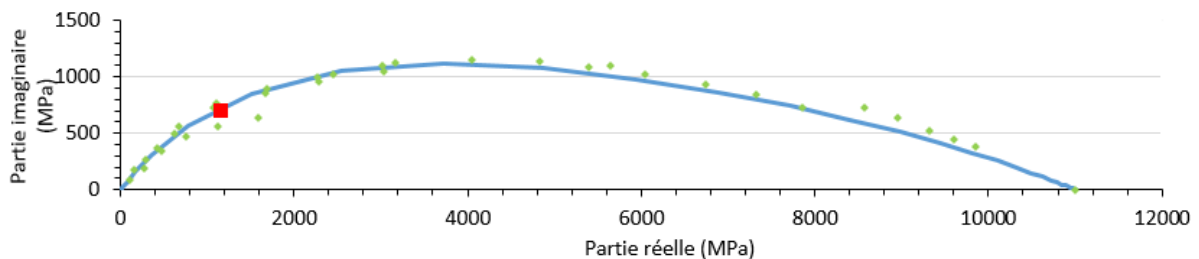


Figure 2 : Valeurs CDS tracées dans le plan de Cole-Cole. Points verts: modules E^* mesurés des essais (point rouge: essai à 15°C et 10 Hz). Ligne bleue: Modèle de Huet et Sayegh avec $E_0=10$ MPa, $E_{\infty}=11000$ MPa, $h=0.55$, $k=0.19$ et $\delta=1.8$.

Il peut être aussi noté que la forme de la courbe obtenue est qualitativement proche de celles obtenues pour les enrobés à chaud et peut donc être modélisée avec une bonne précision par le modèle de Huet et Sayegh décrit en termes de module complexe par l'équation :

$$E_{H\&S}^*(r) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + (ir)^{-h} + \delta(ir)^{-k}} \quad (\text{Equation 1})$$

avec:

r l'argument de $E_{H\&S}^*$, égal au produit : $r = \omega\tau(\theta)$,

$\tau(\theta)$ le temps caractéristique, décroissant avec la température,

$i^2 = -1$,

E_0 la valeur de E^* pour $r=0$,

E_∞ la valeur de E^* pour $r=+\infty$

h et k exposants réels tels que $0 < k < h < 1$

δ un nombre réel positif.

La forme de la courbe $Re(E_{H\&S}^*) - Im(E_{H\&S}^*)$ dans le plan de Cole-Cole ne dépend que de 5 paramètres : E_0 , E_∞ , h , k et δ . Mis à part la valeur de E_∞ , les valeurs numériques de E_0 , h , k et δ pour les enrobés à chaud ne varient pas beaucoup d'un matériau à l'autre. E_0 est faible (moins de quelques centaines de MPa), et les ordres de grandeurs typiques de h , k et δ sont $h \sim 0.6$, $k \sim h/3 \sim 0.2$ et $\delta \sim 2$. Les essais CDS faits sur l'enrobé à froid donnent des ordres de grandeurs pour ces valeurs comparables, ici : $E_0 \approx 10$ MPa, $h \approx 0.55$, $k \approx 0.19$ et $\delta \approx 1.8$. Par contre le module E_∞ obtenu ici de l'ordre de 11000 MPa est fortement inférieur à ceux généralement trouvés pour les enrobés à chaud, de l'ordre de 30 000 MPa. Cette valeur faible reflète la différence de fabrication entre enrobés à chaud et à froid. Elle est également accentuée ici par le pourcentage en vides élevé de l'échantillon testé (77.5% de compacité).

L'ajustement correct du modèle $E_{H\&S}^*$ en prenant $r = \omega\tau(\theta)$ montre que le matériau satisfait le principe d'équivalence temps-température avec une bonne précision. En choisissant une température de référence θ_0 , τ est souvent noté $\tau = \tau_0 a_T(\theta)$ où τ_0 est la valeur de τ pour $\theta = \theta_0$ et a_T est la fonction dite de « translation en température » entre θ et θ_0 ($a_T(\theta_0) = 1$). $\tau(\theta)$ indique où est placé le point $E_{H\&S}^*$ sur la courbe de Cole-Cole, pour n'importe quelle valeur de θ , à fréquence donnée. Par exemple, le point rouge en Figure 2 montre où se trouve le module $E_{H\&S}^*$ des GE testées en CDS pour les conditions standard routières de 15 °C, 10 Hz. Il peut être observé que ce point est placé ici bien avant le haut de la courbe, alors qu'il est situé après le sommet de courbe pour les enrobés à chaud. Les données de E^* du Tableau 1 ne peuvent pas être utilisées telles quelles pour compléter les mesures œdométriques des groupes A et B car les enrobés sont différents. Cependant, il est retenu de cette section que dans l'hypothèse d'une unique courbe Cole-Cole permettant de rendre compte du module complexe d'une grave-émulsion (quels que soient ω , θ et l'état de mûrissement), cette courbe peut raisonnablement être décrite par le modèle de Huet et Sayegh avec E_0 , h , k et δ dépendant du matériau mais ayant des valeurs proches de celles mentionnées plus haut. Cette assertion est mise à profit ci-après.

III. Modélisation viscoélastique de l'évolution de rigidité des graves-émulsions A et B avec le mûrissement

Dans cette section, le but est d'obtenir une caractérisation du comportement évolutif des graves-émulsion avec le mûrissement en modélisant le pseudo-module complexe œdométrique $\tilde{E}^{* oedo}$, sur la base du modèle de Huet-Sayegh vu précédemment. Un modèle d'évolution viscoélastique est ensuite recherché, rendant possible la prise en compte du rôle des variables θ^c , t_n^c , θ_i^{oedo} , f_j sur $\tilde{E}^{* oedo}$. Le niveau de contrainte n'étant pas considéré comme un facteur essentiel dans cette étude,

les calculs se concentrent ici sur un seul niveau de contrainte, le plus élevé (pour la force $|F_3^*|=9.5$ kN). Ce niveau minimise *a priori* les erreurs relatives aux mesures expérimentales. Le développement se base principalement sur l'analyse du groupe A pour faciliter la présentation, mais la comparaison entre les groupes A et B est montrée en dernières parties.

III.1. Introduction d'une variable d'état du mûrissement dépendant du temps et de l'historique de température

Les mûrissements des groupes A et B sont caractérisés par la durée et la température t^c, θ_i^c de leurs différentes phases (10 ou 35 °C sur 2 mois). En se référant au cadre de la thermodynamique, pour une description générale et intrinsèque du matériau, il peut être introduit (en première approche tout au moins) une variable d'état représentative de l'état de mûrissement du matériau. Dans le cas de la grave-émulsion, cette variable est supposée rendre compte de l'évolution physicochimique du liant (oxydation, rigidification) et aussi possiblement de l'évolution « géométrique » du mélange (répartition de la phase liant au sein de la phase granulaire)

Considérons ainsi le cas d'une seule variable scalaire χ , représentative de l'état de mûrissement du matériau et supposée évoluer majoritairement avec la viscosité du liant ou de sa répartition dans le mélange. Cette variable est aussi supposée ne dépendre que du temps et de l'historique de température depuis la mise en œuvre du matériau. Une description plus précise devrait aussi prendre en compte l'effet de l'hygrométrie, puisqu'elle a une importance dans le mûrissement, comme montré en Chapitre 5. Le plan d'expérience utilisé lors de ces travaux de thèse n'ayant toutefois pas porté sur le rôle de cette variable, cet effet ne sera pas pris en compte dans la suite.

Pour l'instant, χ peut être notée de la forme $\chi(t^c, \{\theta\})$, montrant sa dépendance au temps t^c et à l'historique de température $\{\theta\}$: $t^c \mapsto \theta(t^c)$. Les propriétés suivantes peuvent être fixées *a priori* :

- χ vaut 0 à $t^c = 0$,
- χ croît dans le temps (si l'humidité n'est pas prise en compte),
- χ augmente avec la température de mûrissement, c'est-à-dire : si $\{\theta_2\} \geq \{\theta_1\}$ c-à-d $\forall t^c \theta_2(t^c) \geq \theta_1(t^c)$, alors $\forall t^c \chi(t^c, \{\theta_2\}) \geq \chi(t^c, \{\theta_1\})$,
- \tilde{E}^{*oedo} dépend de χ, θ_i^{oedo} et f_j c'est-à-dire $\tilde{E}^{*oedo}(\chi, \theta^{oedo}, f)$.

Ces conditions pour χ sont en particulier satisfaites pour les lois d'évolution décrites par l'équation différentielle :

$$\frac{d\chi}{dt^c} = g(\chi, \theta(t^c)) \quad (\text{Equation 2})$$

avec $\chi(t^c = 0) = 0, g \geq 0, \frac{\partial g}{\partial \theta} \geq 0$.

L'équation 2 signifie que la vitesse d'évolution de χ est fonction de la température actuelle et du niveau de mûrissement atteint au temps t^c .

Bien sûr, la variable χ n'a pas de définition unique. N'importe quelle autre variable χ' définie comme $\chi' = h(\chi)$ où h est une fonction croissante vérifiant la condition $h(0) = 0$ fonctionnerait. Un sens plus précis est donné à χ plus tard dans ce chapitre. Par la suite, $\{\chi\}$ dénote l'évolution de l'état de mûrissement avec le temps. Les valeurs χ_n sont les valeurs de χ aux différents jours d'essai œdométrique n . Elles sont aussi notées χ_n^A et χ_n^B par rapport aux groupes d'éprouvettes A et B.

III.2. Modélisation des valeurs \tilde{E}^{*oedo} par la loi de Huet et Sayegh

L'aperçu des résultats des groupes A et B a montré que les valeurs expérimentales de \tilde{E}^{*oedo} formaient un fuseau étroit de points dans le plan de Cole-Cole. En croisant cette information avec celle en II.2., il sera supposé que ces points peuvent être approximés par le modèle de Huet-Sayegh avec $h \sim 0.6$, $k \sim h/3$ et $\delta \sim 2$. Le choix est aussi guidé par le meilleur ajustement des points expérimentaux par un polynôme quadratique (segments noirs sur la Figure 3). Les Figure 3-a et Figure 3-b présentent ainsi les courbes de Huet-Sayegh passant entre les points \tilde{E}^* (à ne pas confondre avec les points E^* , issus du matériau testé en CDS). Ces points \tilde{E}^* sont déduits des valeurs d'essais œdométriques (groupes A

et B, Figure 1) et de l'équation reliant en élasticité le module d'Young et le pseudo-module œdométrique (Equation 3, voir annexe 5 pour la démonstration), soit : avec $c^{oedo} = \frac{1-\nu}{(1-2\nu)(1+\nu)} = 3/2$ pour $\nu=1/3$.

$$\tilde{E}^* = \tilde{E}^{*oedo} / c^{oedo} \quad (\text{Equation 3})$$

avec $c^{oedo} = \frac{1-\nu}{(1-2\nu)(1+\nu)}$. En particulier, avec $c^{oedo} = 3/2$ pour $\nu=1/3$.

Les paramètres trouvés par ajustement du modèle sont $E_0=200$ MPa, $h=0.42$, $k=h/3$, $\delta=1.8$ et $E_\infty=13000$ MPa. Ce jeu de données n'est bien sûr pas unique en l'absence de mesures expérimentales permettant de définir la partie droite des courbes de Cole-Cole. Mais il a été vérifié que les variations de ces paramètres au voisinage des valeurs données ci-dessus n'impactaient pas de manière significative les éléments exposés dans la suite de ce chapitre.

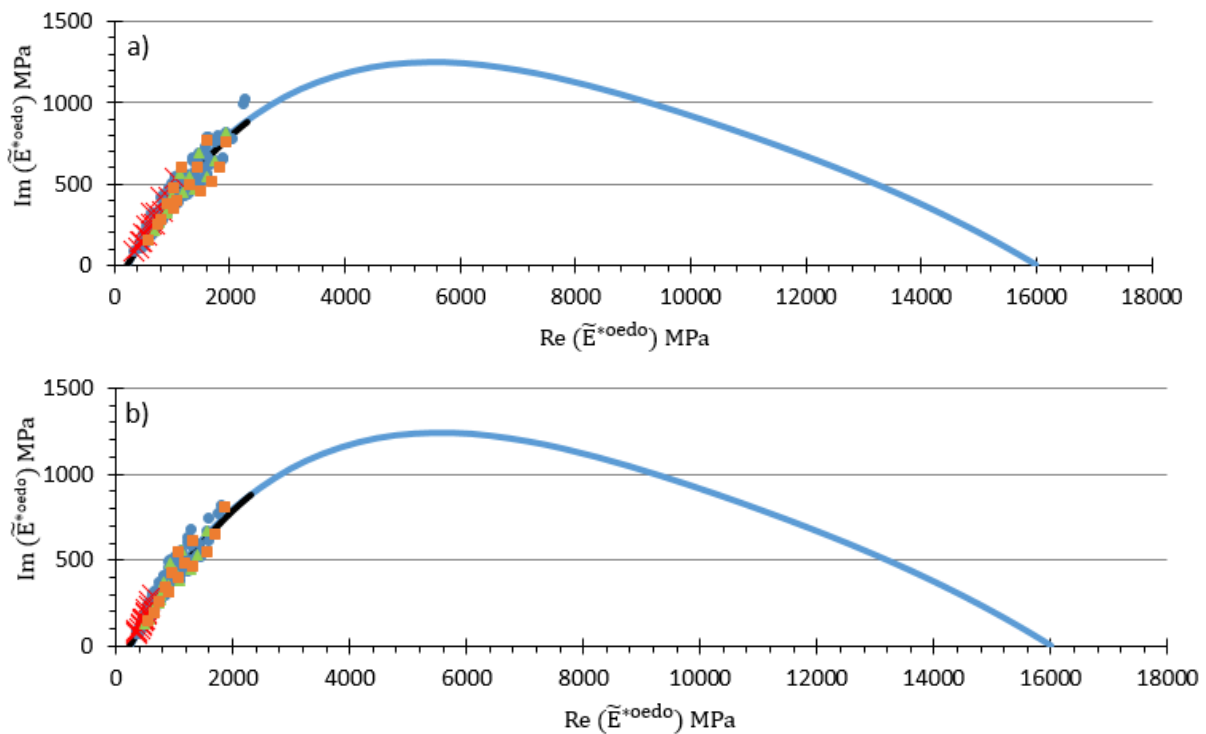


Figure 3 : Représentation des données \tilde{E}^* dans l'espace de Cole-Cole, pour des essais œdométriques réalisés à 9.5 kN. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2. Comparaison des mêmes paramètres de modèle de Huet-Sayegh dans les deux cas : $E_0=200$ MPa, $h=0.42$, $k=h/3$, $\delta=1.8$ et $E_\infty=16000$ MPa. Les croix rouges correspondent aux premiers essais œdométriques (à 3 jours de mûrissement), les triangles verts représentent les essais au bout de 2 mois (après conditions en enceinte climatique à 35 °C-20 %HR pour A et 10 °C-80%HR pour B) et les carré orange ceux au bout des 4 mois de mûrissement. Toutes les autres mesures sont en points bleus. Les lignes noires illustrent le meilleur ajustement des points expérimentaux par un polynôme de degré 2.

Pour chaque valeur expérimentale $\tilde{E}^{*oedo}(\chi_n, \theta_j^{oedo}, f_l)$, une valeur r_{njl} peut maintenant être obtenue en résolvant l'équation:

$$|E_{H\&S}^*(r_{njl})| = |\tilde{E}^*(\chi_n, \theta_j^{oedo}, f_l)| \quad (\text{Equation 4})$$

où le pseudo-module complexe \tilde{E}^* est déduit du pseudo-module oedométrique à travers la relation : $\tilde{E}^*(\chi_n, \theta_j^{oedo}, f_l) = \tilde{E}^{*oedo}(\chi_n, \theta_j^{oedo}, f_l) / c^{oedo}$ (voir Equation 3 et Figure 3).

La résolution de ces équations est obtenue avec la méthode itérative de Newton décrite en annexe 7. La Figure 4 montre les points $\{r_{njl}, |\tilde{E}^*(\chi_n, \theta_j^{oedo}, f_l)|\}$ obtenus pour le groupe A, qui se superposent à la fonction $|E_{H\&S}^*(r)|$.

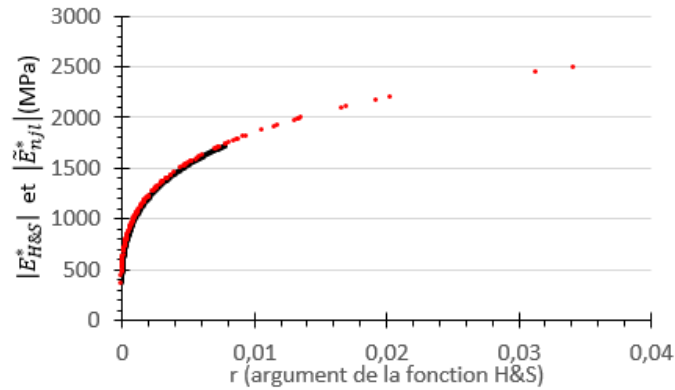


Figure 4 : Fonction $|E_{H\&S}^*(r)|$ de r (ligne noire) et points $\{r_{njl}, |\tilde{E}^*(\chi_n, \theta_j^{oedo}, f_l)|\}$ obtenus pour le groupe A (points rouges).

Dans les parties suivantes (III.3. et III.4.), le but est d'acquérir une caractérisation de l'évolution de l'argument r de \tilde{E}^* en fonction des paramètres $\{\chi\}, \theta, f$ des groupes A et B.

III.3. Extension du Principe d'Equivalence Temps-Température au mûrissement des graves-émulsion

Les enrobés à chaud répondent avec une bonne précision au Principe d'Equivalence Temps-Température (PETT). Leur module complexe E^* est ainsi considéré comme une fonction du produit r de la fréquence et d'une fonction de la température : $E^*(\theta, \omega) = E^*(r)$ avec

$$r(\theta, \omega) = \omega \tau(\theta) \quad (\text{Equation 5})$$

$\tau(\theta)$ est une fonction ayant la dimension d'un temps, décroissante avec la température (différente du temps de mouillage τ étudié en Chapitre 5). Sur une gamme de température relativement étroite (comme celle utilisée lors des essais œdométriques), τ peut être modélisée par l'exponentielle $\tau(\theta) = e^{-\gamma\theta}$ où γ est une constante positive. D'un point de vue phénoménologique, ceci prouve que l'effet de la température sur la rigidité des enrobés (à chaud résulte de l'effet de la température sur la viscosité du liant.

Dans le cas des graves-émulsions, il est raisonnable de penser que le mûrissement du matériau résulte de la même façon que pour la température du changement de viscosité du liant ou de sa répartition dans la GE, en lien avec les différentes réactions physico-chimiques pouvant avoir lieu au sein de celui-ci. Ici, l'effet de l'hygrométrie n'est pas pris en compte. Le mûrissement aurait ainsi pour conséquence une évolution de l'abscisse curviligne sur la courbe de Cole-Cole. Ceci amène à essayer d'étendre le PETT à la variable d'état de mûrissement χ , en considérant le modèle :

$$r^{mod}(\chi, \theta, \omega) = \omega \tau(\chi, \theta) \quad (\text{Equation 6})$$

où la fonction $\tau(\chi, \theta)$ est désormais non seulement fonction de θ mais aussi de χ .

La pertinence de ce modèle (équation 6) avec les valeurs r_{njl} obtenues précédemment peut être testée en cherchant à minimiser l'expression aux moindres carrés suivante :

$$S(\tau_{nj}) = \frac{1}{2} \sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} \sum_{l=1}^{N^f} \left(r_{njl} - \frac{2\pi f_l \tau_{nj}}{r^{mod}} \right)^2 \quad (\text{Equation 7})$$

sur l'ensemble des réels positifs $\tau_{nj} = \tau(\chi_n, \theta_j)$

La fonction S étant convexe par rapport aux τ_{nj} , son minimum est obtenu pour les conditions $\partial S / \partial \tau_{nj} = 0$ pour n'importe quelle paire d'indices (n, j), amenant aux valeurs de τ_{nj} :

$$\tau_{nj} = \frac{1}{2\pi} \frac{\sum_{l=1}^{N^f} f_l r_{njl}}{\sum_{l=1}^{N^f} f_l^2} \quad (\text{Equation 8})$$

L'écart entre les valeurs r_{njl} et les valeurs approximées r^{mod} peut être évalué en traçant les points $(\omega_l \tau_{nj}, r_{njl})$. Plus ces points sont proches de la droite $y=x$, meilleure est l'approximation des r_{njl} par le modèle. Pour exemple, la Figure 5 montre les résultats obtenus dans le cas du groupe A. Un bon ajustement est observé, ce qui confirme dans le cadre de ces mesures la pertinence d'étendre le PETT à l'état de mûrissement. La même conclusion peut être recueillie du groupe B.

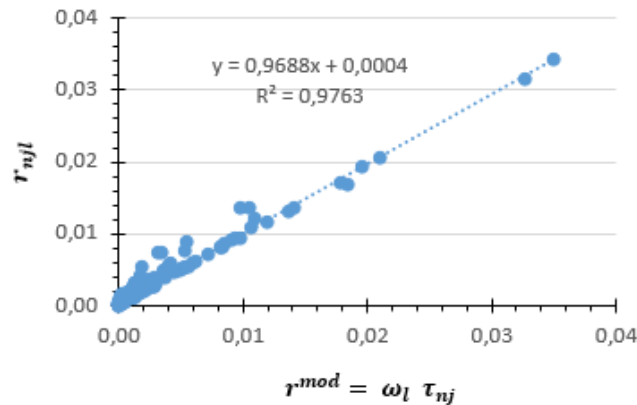


Figure 5 : Comparaison entre les valeurs r_{njl} et celle calculées avec le modèle $r^{mod} = \omega_l \tau_{nj}$. La courbe de tendance proche de la droite d'équation $y=x$ et la valeur R^2 (coefficient de détermination) proche de 1 montrent une bonne concordance du modèle.

Cette bonne concordance entre les r_{njl} déduits des valeurs de pseudo-modules œdométriques et du modèle de l'équation 6 prouve *a posteriori* que l'effet du mûrissement sur la rigidité de la GE résulte majoritairement du liant, soit par un propre effet de mûrissement (ex : évolution de viscosité par oxydation), soit par un effet de réarrangement au sein du mélange granulaire (évolution de la géométrie des films de liant), quand l'humidité n'est pas prise en compte.

III.4. Factorisation de la fonction $\tau(\chi, \theta)$ entre fonctions de mûrissement et de température

Pour simplifier encore plus la caractérisation du comportement des enrobés à froid, à présent la possibilité de factoriser avec une bonne précision la fonction $\tau(\chi, \theta)$ entre deux fonctions indépendantes de χ et de θ peut être examinée. En d'autres termes, les valeurs τ_{nj} peuvent-elles être approximées par le modèle $\tau^{mod}(\chi, \theta) = \alpha(\chi) \beta(\theta)$ (Equation 9) ?

Il est à noter qu'il s'agit d'une hypothèse forte, qui peut se révéler acceptable aux échelles de temps réduites des campagnes d'essais, mais qu'il restera à vérifier sur de plus longues durées d'observation.

En référence au comportement des enrobés à chaud, qui peut être considéré comme guide pour des GE matures, la question ci-dessus peut être examinée en testant le modèle de l'équation 9 pour la fonction de température $\beta(\theta) = e^{-\gamma(\theta-\theta_0)}$, soit :

$$\tau^{mod}(\chi, \theta) = \alpha(\chi) e^{-\gamma(\theta-\theta_0)} \quad (\text{Equation 10})$$

avec $\gamma \in \mathcal{R}^+$ et θ_0 la température arbitraire, prise en référence et pour laquelle, par définition $\beta(\theta_0)=1$.

Ce modèle peut être testé en cherchant à nouveau à minimiser un problème de moindres carrés sur la base de la fonction T et du jeu de paramètres α_n, γ

$$T(\alpha_n, \gamma) = \frac{1}{2} \sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} \left(\tau_{nj} - \underbrace{\alpha_n e^{-\gamma(\theta_j-\theta_0)}}_{\tau^{mod}} \right)^2 \quad (\text{Equation 11})$$

La solution (α_n, γ) est calculée numériquement à partir de l'algorithme itératif décrit en annexe 8.

Les valeurs obtenues pour α_n en fonction des temps t_n^c sont présentées sur la Figure 6 dans le cas du groupe A. Corrélativement, γ est trouvé égal à $0.12 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

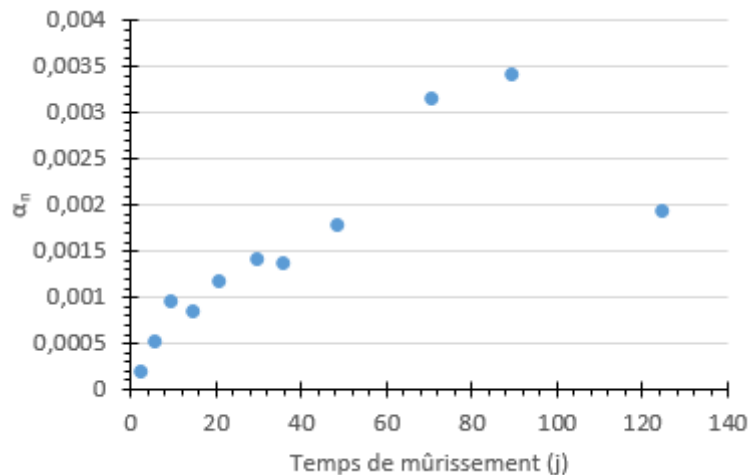


Figure 6 : Valeurs de α_n obtenues en fonction du temps de mûrissement, pour le modèle τ^{mod} (éprouvette A2).

La Figure 7 montre la comparaison entre les données τ_{nj} de la section III.3 et les valeurs $\alpha_n e^{-\gamma(\theta-\theta_0)}$ calculées par le modèle τ^{mod} pour le groupe A. Elle prouve la bonne adéquation entre les deux jeux de valeurs, confirmant ainsi la pertinence de la factorisation proposée pour τ^{mod} entre mûrissement et température. La même observation est faite sur le groupe B ; d'ailleurs au cours de ce calcul la même valeur de γ est obtenue, ce qui n'est pas surprenant étant donné que les éprouvettes A et B ont même formulation.

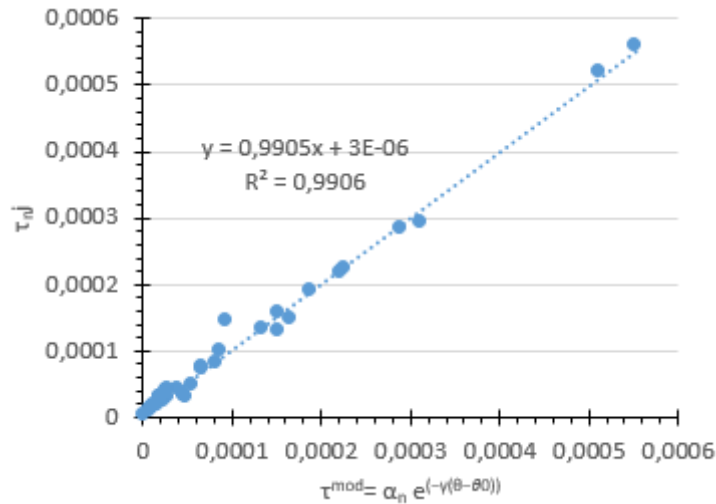


Figure 7 : Comparaison entre les valeurs τ_{nj} et celles du modèle $\tau^{mod} = \alpha_n e^{-\gamma(\theta-\theta_0)}$, pour le groupe A. La courbe de tendance est proche de $y=x$, et R^2 est proche de 1.

III.5. Choix explicite de définition pour la variable de mûrissement χ

Les valeurs de α_n définies ci-dessus sont supposées fonctions de χ . Il peut être remarqué qu'elles vérifient les conditions énoncées pour χ en III.1.

Par conséquent, étant donné le côté arbitraire de la définition de cette variable d'état, le choix le plus direct est de définir χ comme égale ou proportionnelle à α , soit :

$$\alpha(\chi) = \tau_0 \chi \quad (\text{Equation 12})$$

avec τ_0 une constante positive ayant la dimension d'un temps χ est dans ces conditions une variable sans dimension.

Cette définition de χ lui donne le même rôle multiplicatif que la fréquence ou que la fonction $\beta(\theta) = e^{-\gamma(\theta-\theta_0)}$ dans l'expression de r^{mod} ($r^{mod}(\chi, \theta, \omega) = \omega \tau(\chi, \theta)$, équation 6), qui devient :

$$r^{mod}(\chi, \theta, \omega) = \tau_0 \omega \chi e^{-\gamma(\theta-\theta_0)} \quad (\text{Equation 13})$$

χ peut être choisie avec un sens « absolu » en imposant sa valeur égale à l'unité pour des conditions de référence imposées. Par exemple la valeur $\chi = 1$ peut être définie comme étant la valeur de mûrissement conférant une valeur de 1000 MPa au module $|\tilde{E}^*|$ pour les conditions standards du dimensionnement routier ($\theta_{ref} = 15^\circ\text{C}$ et $f_{ref} = 10\text{ Hz}$).

La constante de temps τ_0 découle de cette convention. En notant r_0 la valeur pour laquelle $|E_{H\&S}^*(r_0)| = 1000\text{ MPa}$, τ_0 doit permettre de vérifier la condition :

$$r^{mod}(\chi_0 = 1, \theta_0 = 15^\circ\text{C}, \omega_0 = 2\pi \times 10\text{ Hz}) = r_0$$

Autrement dit :

$$\tau_0 \omega_0 = r_0 \quad (\text{Equation 14})$$

La valeur r_0 peut être déterminée avec la méthode de Newton, par résolution de l'équation $|E_{H\&S}^*(r_0)| = 1000\text{ MPa}$. Pour les éprouvettes du groupe A, $r_0 = 0.00332$ et donc $\tau_0 = 5.28 \cdot 10^{-5}\text{ s}$.

Finalement, les valeurs χ_n de χ aux temps t_n^c sont déduites de $\chi_n = \alpha_n / \tau_0$ (basé sur l'équation 12).

La Figure 8 montre ainsi les valeurs χ_n obtenus pour les groupes A et B, lorsque $\chi_{ref} = 1$ pour $|\tilde{E}_{ref}^*| = 1000\text{ MPa}$, $f = f_{ref}$, $\theta = \theta_0 = \theta_{ref}$. Ces résultats sont discutés dans la section suivante, qui traite de l'évolution du mûrissement et de la variable χ en fonction du temps t^c et de l'historique $\{\theta(t^c)\}$.

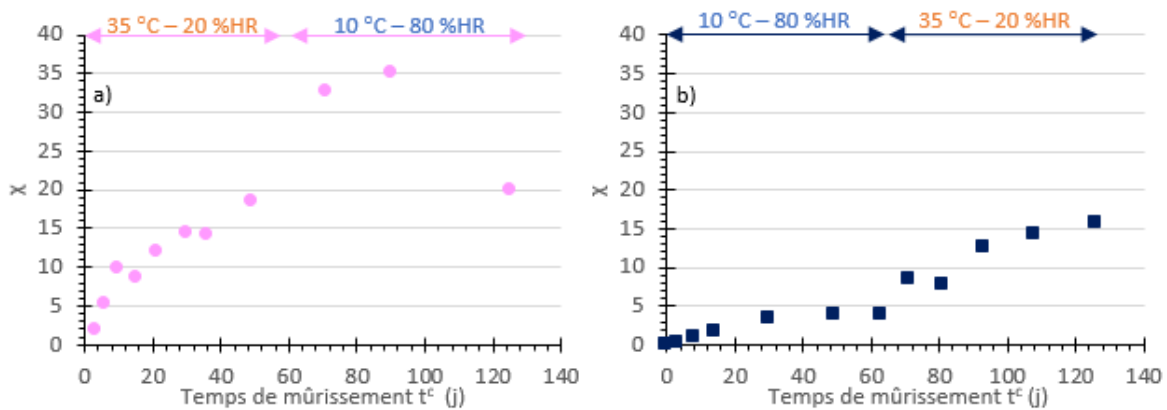


Figure 8 : Variables de mûrissement χ en fonction du temps de mûrissement t^c sur les 4 mois de mûrissement. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2.

La Figure 9 montre sous forme du ratio $\beta(\theta)/\beta(35^\circ C)$ la susceptibilité thermique obtenue pour les GE A et B. En particulier les ratios $\beta(15^\circ C)/\beta(25^\circ C) \approx 3.3$ et $\beta(15^\circ C)/\beta(35^\circ C) \approx 11$ sont obtenus, qui pourraient aussi être retrouvés à partir des résultats du Chapitre 3.

A ce propos, il est à noter que ces valeurs diffèrent fortement des susceptibilités thermiques rencontrées sur les enrobés à chaud, quel que soit le grade de leur liant. Pour un BBSG 35/50 par exemple, ces mêmes ratios sont trouvés de l'ordre de 17 entre 15 et 25 °C et de 210 entre 15 et 35 °C. Ceci montre qu'a priori, un enrobé à froid est moins dépendant de la température qu'un enrobé à chaud.

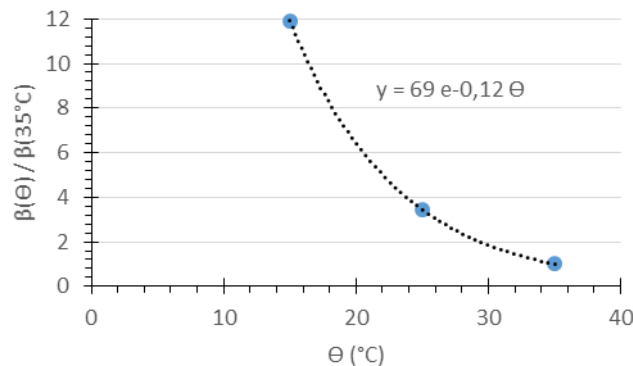


Figure 9 : Graphique de la sensibilité thermique de la grave-émulsion avec la température du liant, échantillon A2. La même courbe est trouvée pour l'échantillon B2.

Au final, les mesures de module complexe présentées dans le Chapitre 3 peuvent être modélisées par le modèle de Huet et Sayegh : $E_{H\&S}^*(r) = E_0 + \frac{E_\infty - E_0}{1 + (ir)^{-h} + \delta(ir)^{-k}}$ (Equation 1) et la relation :

$$r = r^{mod}(\chi, \theta, \omega) = \omega \tau_0 \chi e^{-\gamma(\theta - \theta_0)} \quad \text{(Equation 13)}$$

La Figure 10 présente la comparaison entre les résultats expérimentaux $|\tilde{E}^*(t^c)|$ et les résultats du modèle :

$$|E_{H\&S}^*(\omega, \theta, \chi(t^c))| = |E_{H\&S}^*(\omega \tau_0 \chi(t^c) e^{-\gamma(\theta - \theta_0)})| \quad \text{(Equation 15)}$$

Cette figure montre à ce stade un bon accord entre essais et modèle pour les éprouvettes des groupes A et B.

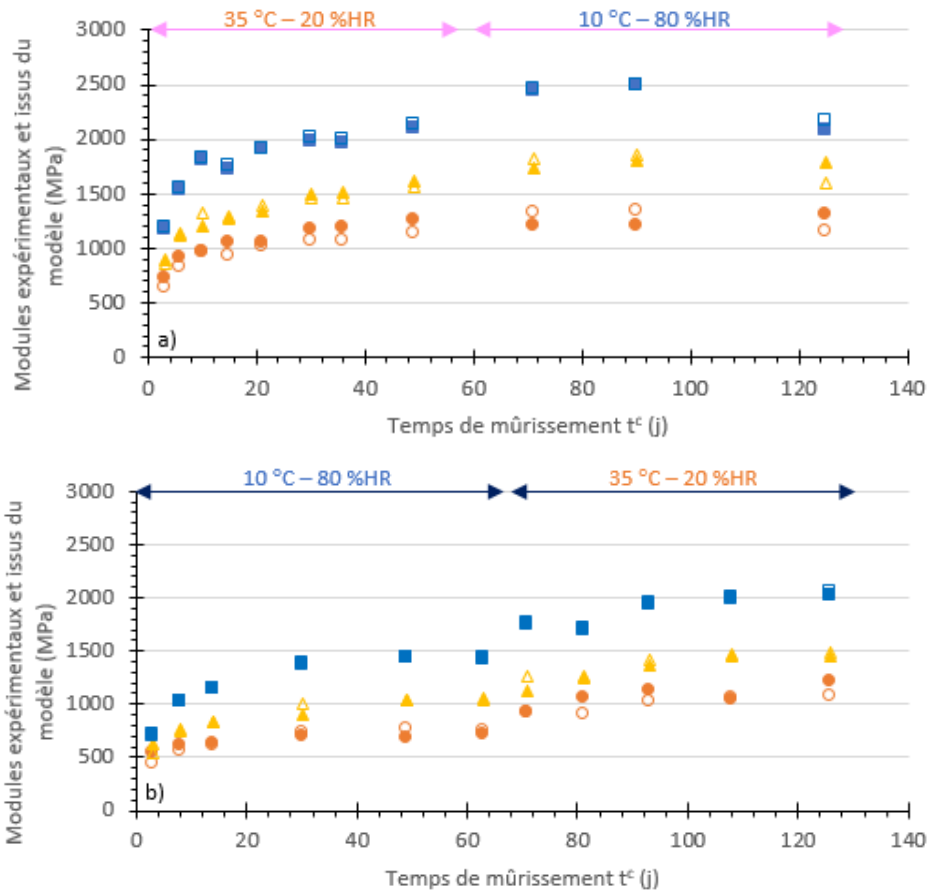


Figure 10 : Comparaison entre les valeurs déduites des essais expérimentaux $|\tilde{E}^*(t^c)|$ (marqueurs pleins) et du modèle $|E_{H\&S}^*(t^c)| = |E_{H\&S}^*(\omega \tau_0 \chi(t^c) e^{-\gamma(\theta^{oedo} - \theta_0)})|$ (marqueurs vides). Les 3 températures d'essais sont présentées : carrés bleus $\theta^{oedo} = 15^\circ\text{C}$, triangles jaunes $\theta^{oedo} = 25^\circ\text{C}$ et ronds orange $\theta^{oedo} = 35^\circ\text{C}$. Essais à 10 Hz et 9.5 kN. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2.

En supposant que le modèle précédent est satisfaisant, la dernière étape est la modélisation de l'évolution de la variable χ en fonction des conditions de mûrissement.

Il est à signaler ici que les définitions prises pour χ et pour la valeur de référence $\chi = 1$ conduit à une grande variabilité et sensibilité de cette grandeur en fonction du mûrissement des GE. A titre d'exemple pour un état mûri, correspondant à une GE avec un module de 4000 MPa pour les conditions 15°C, 10 Hz, χ doit atteindre des valeurs de l'ordre de 700. Ceci tient au fait que la définition donnée à χ lui confère le même rôle que la pulsation ω dans le calcul de l'argument r de la fonction de Huet & Sayegh.

III.6. Modèle d'évolution de χ en fonction des conditions thermiques de mûrissement

N'ayant pas beaucoup de recul et de données pour modéliser l'évolution de χ , seront utilisés ici les résultats des 2 premiers mois de mûrissement des groupes A et B à températures de mûrissement constantes (à 35 °C pour A, notée θ_1^c et à 10 °C pour B, notée θ_2^c), ainsi que les hypothèses de la partie III.1.

Cependant, un tel modèle ne pourra pas rendre compte des « irrégularités » d'évolution de χ comme celles vues dans la phase à 10 °C et 80 %HR de A (2 derniers mois) (Figure 8-a, remontées fortes de χ).

En fait, pas d'explication sûre n'a été trouvée pour justifier l'augmentation de χ au début de cette phase. Peut simplement être noté le fait qu'elle reflète l'augmentation de la norme de $|\tilde{E}^{*oedo}(t^c)|$ déduite des essais. Ces « irrégularités » sont ici ignorées en se focalisant sur les deux premiers mois de mûrissement, considérés dans ce chapitre refléter les effets de l'historique de température $\{\theta\}: t^c \mapsto \theta(t^c)$.

Dans cette partie, la fonction $\chi^{exp}(t^c, \{\theta\})$ représente les valeurs de χ calculées à partir des valeurs expérimentales de la campagne de mûrissements A et B (avec $\{\theta\}$ la température de mûrissement à chaque instant). Pour les séquences de mûrissement à température constante, $\chi^{exp}(t^c, \{\theta\})$ devient $\chi^{exp}(t^c, \theta^c)$.

III.6.1. Détermination de lois de mûrissement générales à partir de campagnes de type A et B

Il est possible, moyennant un certain nombre d'hypothèses, de construire de façon systématique des lois d'évolution de χ à partir de résultats de campagnes d'essais effectués à température de mûrissement constante, telles que les deux premiers mois des groupes A et B. Pour cela, des lois de cinétique chimique peuvent être utilisées en considérant que la vitesse $\frac{d\chi}{dt}$ est fonction d'une part de la valeur χ atteinte à l'instant t et dépend d'autre part de la température actuelle comme l'exprimerait par exemple la loi d'Arrhénius. Autrement dit $\frac{d\chi}{dt}$ peut être supposée de la forme :

$$\frac{d\chi}{dt} = f(\chi(t))g(\theta(t)) \quad (\text{Equation 16})$$

Où $f(\chi)$ est une fonction positive de χ rendant compte du degré d'avancement actuel du mûrissement sur la vitesse de mûrissement elle-même. La fonction $g(\theta)$ rend compte pour sa part de l'accélération du mûrissement avec la température. Il est à noter que le couple de fonctions f et g est défini à une constante multiplicative près ($f g$ peut être remplacé par $\lambda f \times \frac{1}{\lambda} g$) et que le produit $f g$ a la dimension de l'inverse d'un temps. Il peut notamment être convenu d'une fonction g sans dimension et d'une température « de référence » θ_{ref}^c pour laquelle $g(\theta_{ref}^c) = 1$. La fonction f a alors la dimension de l'inverse d'un temps.

Par intégration par rapport au temps physique t , l'équation 15 fournira la valeur de χ pour toute fonction de température $\{\theta\}: t^c \mapsto \theta(t^c)$.

La condition nécessaire que doivent vérifier les courbes « expérimentales » $\chi^{exp}(t^c, \theta^c)$ pour qu'un tel modèle puisse convenir est examinée ici. A partir de l'équation 15, peut être déduite l'équation 16 suivant le cheminement suivant :

$$\begin{aligned} \frac{d\chi}{dt} &= f(\chi) g(\theta) \\ \Leftrightarrow \frac{d\chi}{f(\chi)} &= g(\theta) dt \\ \Leftrightarrow \int_0^{\chi(t)} \frac{du}{f(u)} &= \int_0^t g(\theta) dv \end{aligned}$$

En posant $H(\chi) = \int_0^{\chi} \frac{du}{f(u)}$:

$$\begin{aligned} H(\chi(t)) &= g(\theta) t \\ \Leftrightarrow \chi(t, \theta) &= H^{-1}(g(\theta) t) \\ \Leftrightarrow \chi(t, \theta) &= J(\ln(g(\theta) t)) \\ \Leftrightarrow \chi(t, \theta) &= J(\ln g(\theta) + \ln t) \end{aligned} \quad (\text{Equation 17})$$

Ceci montre que dans le diagramme des valeurs $\chi^{exp}(t^c, \theta^c)$ tracé en fonction de $x = \ln(t)$, les courbes expérimentales obtenues pour différentes valeurs de température de mûrissement se déduisent les unes des autres par translation suivant l'axe des abscisses. La valeur de la translation par rapport à la courbe $\chi^{exp}(t^c, \theta_{ref}^c)$ est donnée par $\ln g(\theta) - \ln g(\theta_{ref}^c)$, soit $\ln g(\theta)$ compte tenu de la convention $g(\theta_{ref}^c) = 1$. Elle permet donc d'en déduire directement la valeur de la fonction $\ln(g(\theta))$ et donc de $g(\theta)$.

A ce stade, la fonction $g(\theta)$ ne peut pas être exactement déterminée, il faudrait disposer de données à plus de 2 températures de mûrissement.

En supposant la condition précédente vérifiée expérimentalement, la détermination de la fonction $f(\chi)$ peut être effectuée quant à elle en considérant la courbe $\chi^{exp}(t^c, \theta_{ref}^c)$ en fonction du temps t^c .

Elle peut être déterminée en éliminant la variable de temps physique t^c entre la fonction $\chi^{exp}(t^c, \theta_{ref}^c)$ et sa dérivée $h(t^c) = \frac{d\chi^{exp}(t^c, \theta_{ref}^c)}{dt^c}$.

La réciproque de la fonction $t^c \rightarrow \chi(t^c) = \chi^{exp}(t^c, \theta_{ref}^c)$ est notée $t^c(\chi)$. Alors la fonction $f(\chi)$ est donnée par :

$$f(\chi) = \frac{d\chi^{exp}(t^c(\chi), \theta_{ref}^c)}{dt^c} \frac{1}{g(\theta_{ref}^c)} = \frac{d\chi^{exp}(t^c(\chi), \theta_{ref}^c)}{dt^c} = h(t^c(\chi)) \quad (\text{Equation 18})$$

Ces calculs peuvent maintenant être appliqués aux mesures effectuées sur les deux premiers mois des groupes A et B en distinguant plusieurs hypothèses sur les fonctions $g(\theta)$ et $f(\chi)$.

III.6.2. Test de la factorisation $\frac{d\chi}{dt} = f(\chi) g(\theta)$ à partir des données expérimentales

Comme montré plus haut, pour que l'hypothèse de factorisation soit vérifiée, les courbes expérimentales de χ^{exp} en fonction de $x = \ln(t)$ pour les deux températures de mûrissement doivent se déduire l'une de l'autre par translation suivant l'axe des abscisses. La Figure 11 illustrant les données expérimentales sur les deux premiers mois montre que cela est possible. En effet en translatant les valeurs de A2 d'une valeur de 2.1, la courbe de tendance des points obtenus passent aussi par les points expérimentaux de B2.

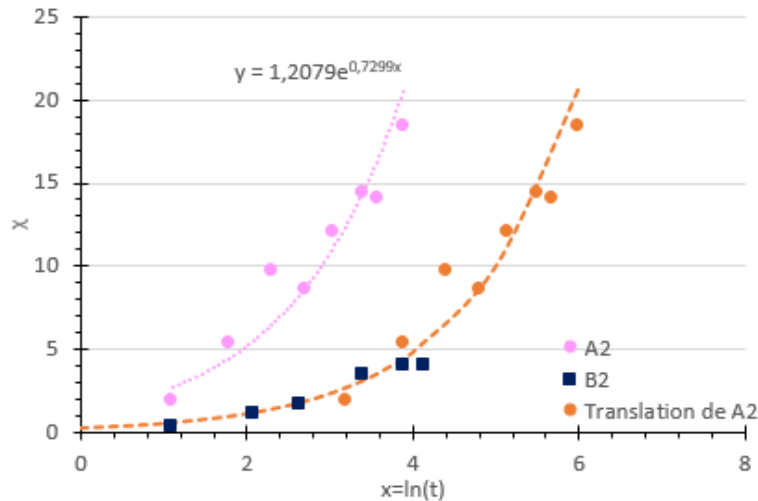


Figure 11 : Evolutions des χ^{exp} des éprouvettes A2 et B2 en fonction de $\ln(t)$. Les points de A2 traduits d'une valeur de 2.1 (points orange) semblent former une seule et même courbe avec ceux de B2.

En l'occurrence la fonction J introduite plus haut peut être prise de forme exponentielle $C(\theta_2^c)e^{\eta \ln t}$ en prenant θ_2^c comme température de référence. En effet comme montré sur la Figure 11 les points expérimentaux de l'éprouvette B2 peuvent être convenablement approximés par la courbe de tendance représentée en pointillés $\chi(t^c, \theta_2^c) = C(\theta_2^c) e^{\eta \ln t}$ tandis que les points A2 peuvent être approximés par la courbe $\chi(t^c, \theta_1^c) = C(\theta_1^c) e^{\eta \ln t} = C(\theta_2^c) e^{\eta(\frac{\ln C(\theta_1^c)}{C(\theta_2^c)} + \ln t)}$.

Graphiquement, les valeurs η , $C(\theta_1^c)$, et $C(\theta_2^c)$ sont trouvées égales à 0.73, 1.21 et 0.26. La valeur de 0.26 se déduit de la relation $\frac{\ln \frac{C(\theta_1^c)}{C(\theta_2^c)}}{\eta} = \ln g(\theta_1^c)$, soit $C(\theta_1^c) = C(\theta_2^c) e^{\eta \ln g(\theta_1^c)}$ avec $\ln g(\theta_1^c) = 2.1$ (valeur de la translation) ou encore $g(\theta_1^c) = 8.2$.

Les valeurs de $C(\theta^c)$ (1.21 pour A2 et 0.26 pour B2), peuvent être considérées comme rendant compte de la sensibilité de la vitesse de mûrissement à la température. Pour les températures $\theta_1^c = 35^\circ C$ et $\theta_2^c = 10^\circ C$, un facteur 4.7 est observé entre les deux vitesses de mûrissement sur les deux premiers mois ($\frac{C_1}{C_2} = 4.7$).

La Figure 12 représente ces mêmes points et courbes χ^{exp} tracés directement en fonction du temps.

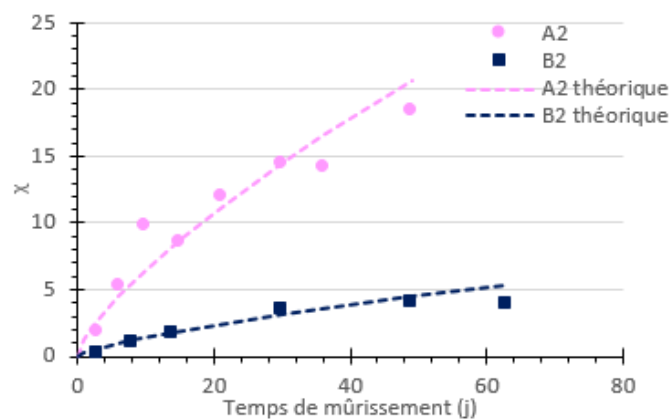


Figure 12 : Superposition des points expérimentaux et courbes de tendance du mûrissement des éprouvettes A2 et B2 en fonction du temps.

Il est à noter que ces courbes tracées dans un repère logarithmique ($\ln t ; \ln \chi$) se présentent comme des droites parallèles (Figure 13) de pente η espacées verticalement de la valeur $\ln C(\theta_2^c) - \ln C(\theta_1^c) = \ln C(\theta_2^c)/C(\theta_1^c)$.

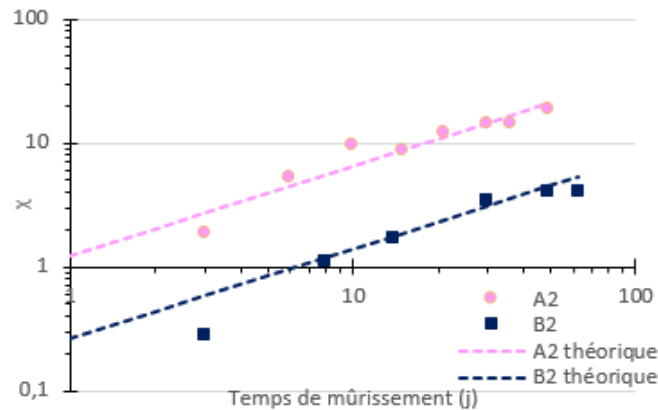


Figure 13 : Points expérimentaux de A2 et B2 en échelles logarithmiques.

Il est à noter que le choix de ces courbes de tendance déduites d'un calage sur les deux premiers mois de vie de GE suppose en théorie une croissance vers l'infini de la variable χ avec le temps. Le modèle suivants supposent à l'inverse une croissance bornée de χ . Néanmoins, il est à noter que ce n'est pas la forme puissance en t^η en elle-même qui est discutable, mais plutôt la valeur de l'exposant η qui doit être au moins compatible avec les observations *in situ*, à savoir ne pas conduire à des valeurs exagérément hautes du mûrissement sur les durées de vie usuelles des couches de grave-émulsion. Il peut par exemple être montré (Figure 14) avec la loi de Huet&Sayegh établie plus haut que l'exposant 0.73 trouvé pour η conduirait à 10 ans à un module de rigidité complexe d'environ 5000 MPa, soit une valeur environ multipliée par 2 par rapport à la valeur à 2 mois (pour le mûrissement de 35 °C) pour les conditions standards routières (15 °C et 10 Hz). Ceci n'est pas déraisonnable.

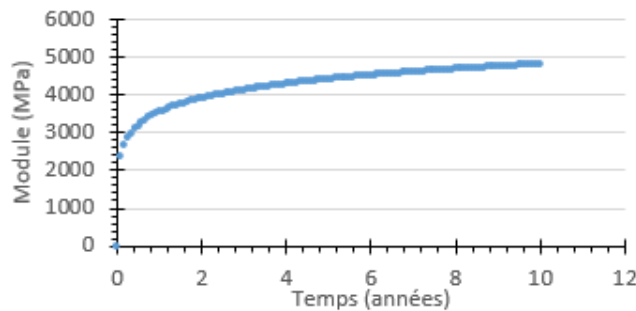


Figure 14 : Modulé théorique en fonction du temps pour un exposant η de 0.73.

III.6.3. Modélisation avec loi d'Arrhénus et fonction $f(\chi)$ sans seuil

Représentation de la fonction $g(\vartheta)$ par la loi d'Arrhénus

La dépendance du matériau à la température trouvée plus haut se traduisant par le coefficient de 4.7 ($\frac{C_1}{C_2}$) pourrait être exprimée par une équation inspirée d'Arrhénus. En effet, l'a loi d'Arrhénus traduit la dépendance de la vitesse d'une réaction chimique à la température.

En assimilant le mûrissement à une réaction chimique dépendant de la température, $g(\theta)$ est alors de la forme :

$$g(\theta) = Ae^{\frac{-E}{RT(\theta)}} \quad (\text{Equation 19})$$

avec $T = 273 + \theta$ (température Kelvin).

En posant le ratio $\frac{E}{R} = T^\circ$, une constante ayant la dimension d'une température absolue, et en tenant compte de la convention $g(\theta_{ref}^c) = 1$, $g(\theta)$ peut être réécrite :

$$g(\theta) = e^{-T^\circ \left(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}} \right)} \quad (\text{Equation 20})$$

Avec $T_{ref} = 273 + \theta_{ref}^c$.

La valeur T° peut être déduite de la valeur $g(\theta_1^c) = 8.2$ calculée précédemment :

$$T^\circ = - \frac{-\ln g(\theta_1^c)}{\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}}} = 7322 \text{ K}$$

Détermination de la fonction $f(\chi)$ (hypothèse d'absence de seuil)

La fonction $f(\chi)$ peut à présent être cherchée. Les campagnes ne comportent que 2 mois consécutifs d'essais à température de mûrissement constante et ne peuvent donc complètement répondre à la question de l'évolution du mûrissement à long terme. Plusieurs modèles peuvent cependant être proposés par extrapolation de ces 2 mois d'observation et en faisant des hypothèses, notamment sur le caractère borné ou non de la valeur de χ pour les grandes valeurs de temps.

Est considéré ici le cas d'une évolution χ sans seuil déduite à titre d'exemple des courbes de tendance sous forme puissance déterminées plus haut, en supposant celles-ci valides sur le long terme. Alors en se basant sur la courbe à température de référence, l'évolution $\chi^{ref}(t^c)$ est donnée par $\chi^{ref} = C(\theta_{ref}^c) t^{c\eta}$.

De cette expression la fonction f peut être déduite en éliminant la variable t^c entre les fonctions $\chi^{ref}(t^c)$ et $\frac{d\chi^{ref}}{dt^c} = f(\chi^{ref}(t^c))$.

Or :

$$\frac{d\chi^{ref}}{dt^c} = C(\theta_{ref}^c) \eta t^{c(\eta-1)} \quad (\text{Equation 21})$$

Soit avec :

$$t^c = \left(\frac{\chi^{ref}}{C(\theta_{ref}^c)} \right)^{\frac{1}{\eta}}$$

$$f(\chi) = C(\theta_{ref}^c) \eta \left(\frac{\chi}{C(\theta_{ref}^c)} \right)^{\frac{\eta-1}{\eta}} = \eta C(\theta_{ref}^c)^{\frac{1}{\eta}} \frac{1}{\chi^{\frac{1}{\eta}-1}} \quad (\text{Equation 22})$$

La loi de mûrissement suivante est finalement obtenue :

$$\frac{d\chi^{mod}}{dt^c} = f(\chi)g(\theta) = \eta C(\theta_{ref}^c)^{\frac{1}{\eta}} \frac{1}{\chi^{\frac{1}{\eta}-1}} e^{-T^\circ \left(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}} \right)} \quad (\text{Equation 23})$$

Elle permet en théorie de calculer par intégration par rapport au temps la valeur de χ pour toute valeur du temps et toute fonction de température $\theta(t)$. Nota : l'exposant $\frac{1}{\eta} - 1$ est positif inférieur à 1 et rend donc l'équation précédente intégrable en $\chi = 0$.

Evolution pour une fonction de température $t^c \rightarrow \theta(t^c)$ quelconque

L'intégration par rapport au temps de l'équation 23 pour un historique de température $t^c \rightarrow \theta(t^c)$ quelconque vu par le matériau depuis sa mise en œuvre, conduit à la relation :

$$\frac{d\chi^{mod}}{dt^c} = \eta C(\theta_{ref}^c)^{\frac{1}{\eta}} \frac{1}{\chi^{\frac{1}{\eta}-1}} e^{-T^\circ \left(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}} \right)} \quad (\text{Equation 23})$$

$$\Leftrightarrow \frac{1}{\eta} \chi^{\frac{1}{\eta}-1} d\chi^{mod} = C(\theta_{ref}^c)^{\frac{1}{\eta}} e^{-T^\circ \left(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}} \right)} dt$$

$$\Leftrightarrow (\chi^{mod})^{\frac{1}{\eta}} = C(\theta_{ref}^c)^{\frac{1}{\eta}} \int_0^t e^{-T^o(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}})} du$$

$$\Rightarrow \chi^{mod}(t^c) = C(\theta_{ref}^c) \left(\int_0^{t^c} e^{-T^o(\frac{1}{273+\theta(u)} - \frac{1}{T_{ref}})} du \right)^{\eta} \quad (\text{Equation 24})$$

Pour un pas de temps $\Delta t^c = cste$ suffisamment petit (exemple : pas de temps d'une heure pour tenir compte des variations diurnes et saisonnières), ce calcul peut être approximé par l'expression (issue de la formule des trapèzes) :

$$\chi^{mod}(t_n^c) \approx C(\theta_{ref}^c) \left(\Delta t^c \sum_{i=0}^{i=n} e^{-T^o(\frac{1}{273+\theta(t_i^c)} - \frac{1}{T_{ref}})} \right)^{\eta} \quad (\text{Equation 25})$$

Il peut être observé que la valeur $\chi^{mod}(t_n^c)$ est indépendante pour ce modèle d'évolution de l'ordre d'enchaînement de l'histogramme des températures θ_i .

Simulation des évolutions A2, B2 sur les 4 mois de mûrissement

Pour tester plus complètement le modèle d'évolution considéré précédemment, l'équation 24 peut aussi être appliquée au cas des fonctions de température en escalier utilisées pour les essais des groupes A et B :

$$\theta(t^c) = \theta_d (H(t) - H(t - t_{switch})) + \theta_f H(t - t_{switch}) \quad (\text{Equation 26})$$

avec t_{switch} le temps pour lequel les conditions sont changées, et H=distribution de Heaviside. Sont obtenues les valeurs théoriques de $\chi^{mod}(t^c)$ données par :

- $\chi^{mod}(t^c) = C(\theta_{ref}^c) \left(e^{-T^o(\frac{1}{273+\theta_d} - \frac{1}{T_{ref}})} t \right)^{\eta}$ pour t^c compris entre 0 et t_{switch} (Equation 27)
- $\chi^{mod}(t^c) = C(\theta_{ref}^c) \left(e^{-T^o(\frac{1}{273+\theta_d} - \frac{1}{T_{ref}})} t_{switch} + e^{-T^o(\frac{1}{273+\theta_f} - \frac{1}{T_{ref}})} (t - t_{switch}) \right)^{\eta}$ Pour $t^c > t_{switch}$ (Equation 28)

Pour les mûrissements A et B, t_{switch} vaut environ 2 mois et $(\theta_d, \theta_f) = (35^\circ C, 10^\circ C)$ pour A2 et $(\theta_d, \theta_f) = (10^\circ C, 35^\circ C)$ pour B2.

La Figure 15 présente la simulation de l'évolution de χ^{mod} prédite des équations 27 et 28 pour les 4 mois de mûrissement des groupes A et B.

Comme attendu, les deux courbes convergent vers la même valeur de mûrissement au bout de 4 mois.

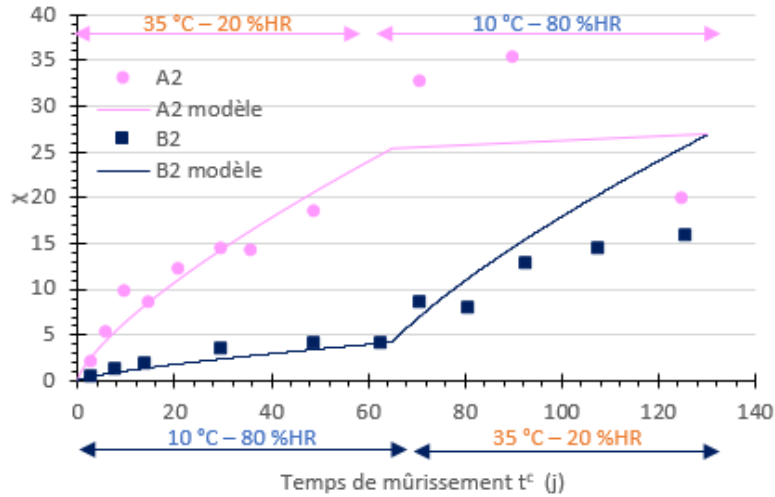


Figure 15 : Evolution de χ^{mod} pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue), et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2), 1^{er} modèle.

Les courbes obtenues ne sont pas totalement satisfaisantes, pour deux raisons. La première est que le modèle ne peut pas rendre compte des deux points A2 situés en début de deuxième phase de mûrissement (10 °C – 80 %HR) trouvés bien au-dessus des autres. Comme déjà mentionné, il n’y a pas d’explication aux valeurs hautes de ces deux points, elles ne peuvent donc pas être modélisées. La deuxième source d’écart entre modèle et « expérience » met en jeu la deuxième partie de la courbe de B2 qui évolue trop fortement pour le modèle.

Sans rejeter totalement ce modèle à ce stade, pour lequel l’étude manque encore de recul (pas assez de données, sur un temps trop court), d’autres pistes de loi d’évolution peuvent être explorées. La suivante considère le cas de valeurs χ à évolutions bornées pour des temps infinis ($\chi \rightarrow \chi_{\infty} < +\infty$) à température de mûrissement constante θ^c , mais pour lesquelles χ_{∞} est une fonction croissante de θ^c .

III.6.3. Modélisation avec loi d’Arrhénius et fonction $f(\chi, \theta)$ à seuil

Le deuxième modèle testé contient une valeur bornant le mûrissement à des temps infinis. Cette valeur dépend de la température de mûrissement, ce modèle ne remplit pas la condition 16 selon laquelle la vitesse de mûrissement peut être décomposée en deux fonctions, l’une dépendant du mûrissement, et l’autre de la température.

Ce deuxième modèle est de la forme :

$$\frac{d\chi^{mod}}{dt^c} = a \underbrace{\langle \chi_{\infty}(\theta) - \chi \rangle_+}_{\text{loi à seuil}} \underbrace{e^{-T^{\circ} \left(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}} \right)}}_{\text{Arrhenius}} \quad (\text{Equation 29})$$

Avec:

T° et a constantes (la valeur T° considérée ici n’est pas nécessairement égale à celle calculée dans la partie précédente du fait de la dépendance en θ de $\chi_{\infty}(\theta)$),

$\langle x \rangle_+ = x$ si $x \geq 0$, sinon, $\langle x \rangle_+ = 0$,

$\chi_{\infty}(\theta)$ la valeur limite de χ , à température de mûrissement θ donnée.

Outre le terme d’Arrhénius, cette loi contient un terme entre crochets, positif ou nul, rendant compte de l’irréversibilité de la loi de mûrissement (pas d’évolution négative possible) et, au travers de la fonction $\chi_{\infty}(\theta)$, d’un effet de mûrissement limite à température donnée.

En posant $b = ae^{-T^\circ(\frac{1}{T(\theta)} - \frac{1}{T_{ref}})}$ et pour $\theta = \text{constante}$:

$$\frac{d\chi^{mod}}{dt^c} = b(\chi_\infty - \chi) \quad (\text{Equation 30})$$

Une solution de cette équation est :

$$\chi^{mod} = \chi_\infty(1 - e^{-bt^c}) \quad (\text{Equation 31})$$

b et χ_∞ peuvent être identifiés à partir des données expérimentales pour 10 et 35 °C.

b et χ_∞ sont déduits de la méthode des moindres carrés en minimisant la somme des carrés des écarts entre χ^{exp} et les valeurs de χ calculées de l'équation 30, pour chacune des éprouvettes A2 et B2.

Ces valeurs sont trouvées à :

$$b(\theta_1^c) = 0.038 \text{ j}^{-1}$$

$$\chi_\infty(\theta_1^c) = 4.60$$

$$b(\theta_2^c) = 0.050 \text{ j}^{-1}$$

$$\chi_\infty(\theta_2^c) = 18.76$$

En prenant pour θ_{ref} la valeur θ_1^c , sont obtenues les valeurs $a = b(\theta_1^c) = 0.038$ et $T^\circ = \frac{\ln \frac{b(\theta_2^c)}{b(\theta_1^c)}}{\frac{1}{T(\theta_1^c)} - \frac{1}{T(\theta_2^c)}} \simeq 950 \text{ K}$.

Pour ce modèle, les valeurs de b font apparaître des temps caractéristiques de mûrissement $\frac{1}{b(\theta_1^c)}$ et $\frac{1}{b(\theta_2^c)}$ de courte durée, de l'ordre de 26 jours pour A2 et 20 jours pour B2. De telles durées ne peuvent inclure des évolutions physico-chimiques de plus long terme. Ceci montrerait que l'évolution chimique du liant ne suffit pas à elle seule à expliquer le mûrissement. L'évolution de la géométrie des ponts de bitume dans l'enrobé, comme envisagé dans le troisième modèle, pourrait être le phénomène prépondérant aux temps courts.

La Figure 16 illustre la correspondance entre les points expérimentaux et les courbes ainsi modélisées.

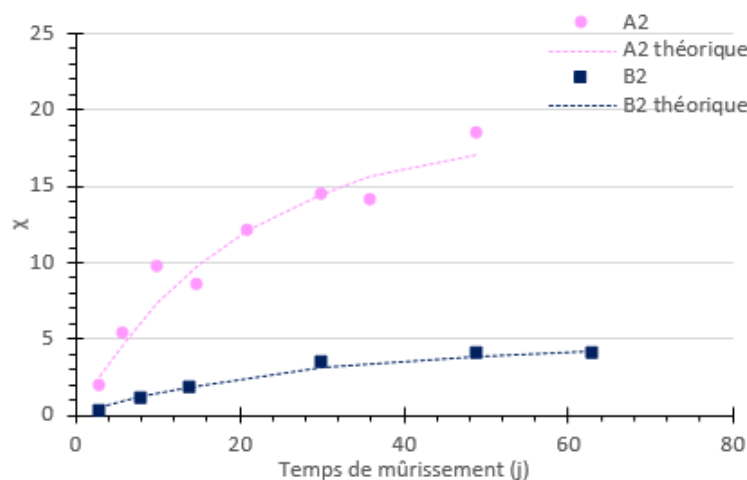


Figure 16 : Superposition des points expérimentaux et courbes de tendance du mûrissement des éprouvettes A2 et B2 en fonction du temps, loi à seuil.

L'équation 28 permet également de déterminer l'évolution de la variable de mûrissement pour tout historique de température. De façon générale, le calcul peut être effectué numériquement. En se basant sur l'algorithme d'Euler explicite par exemple, est obtenue la relation incrémentale suivante entre les instants $t^{(n-1)}$ et $t^{(n)}$:

$$\frac{\chi^{(n)} - \chi^{(n-1)}}{\Delta t^{(n)}} \simeq a \langle \chi_{\infty}(\theta^{(n)}) - \chi^{(n)} \rangle_+ g(\theta^{(n)}) \quad (\text{Equation 32})$$

Soit

$$\chi^{(n)} = \chi^{(n-1)} + a \langle \chi_{\infty}(\theta^{(n)}) - \chi^{(n)} \rangle_+ g(\theta^{(n)}) \Delta t^{(n)} \quad (\text{Equation 33})$$

Où l'exposant (n) désigne les valeurs à l'instant $t^{(n)}$, et $\Delta t^{(n)} = t^{(n-1)} - t^{(n)}$.

Dans le cas particulier de l'historique (équation 25) appliqué aux éprouvettes A2, B2, le calcul peut être effectué analytiquement. Les équations suivantes sont donc obtenues :

- $\chi^{mod}(t^c) = \chi_{\infty}(\theta_d) (1 - e^{-b_d t^c})$ pour t^c compris entre 0 et t_{switch} (Equation 34)

- $\chi^{mod}(t^c) = \chi(t_{switch}) + \langle \chi_{\infty}(\theta_f) - \chi(t_{switch}) \rangle_+ (1 - e^{-b_f(t^c - t_{switch})})$
pour $t^c > t_{switch}$ (Equation 35)

avec $b_d = a e^{-T^{\circ}(\frac{1}{T(\theta_d)} - \frac{1}{T_{ref}})}$, $b_f = a e^{-T^{\circ}(\frac{1}{T(\theta_f)} - \frac{1}{T_{ref}})}$, $\chi(t_{switch})$ = valeur de χ atteinte en fin de première phase.

Le crochet dans l'équation 28 rend constante la valeur de χ lorsque le mûrissement atteint en fin de première phase excède la valeur $\chi_{\infty}(\theta_f)$.

La Figure 17 ci-dessous rend compte de la simulation des mûrissements A2 et B2 à partir de ces équations et des coefficients calculés pour la loi d'évolution. A noter qu'il n'y a pas ici de mûrissement en seconde partie de A2 car la valeur atteinte en fin de première phase excède largement la valeur $\chi_{\infty}(10^{\circ}C)$ (2nd phase). De plus, les deux courbes se rejoignent ce qui montre que l'ordre des phases n'a ici encore pas d'impact sur le mûrissement final, tant qu'elles ont la même durée.

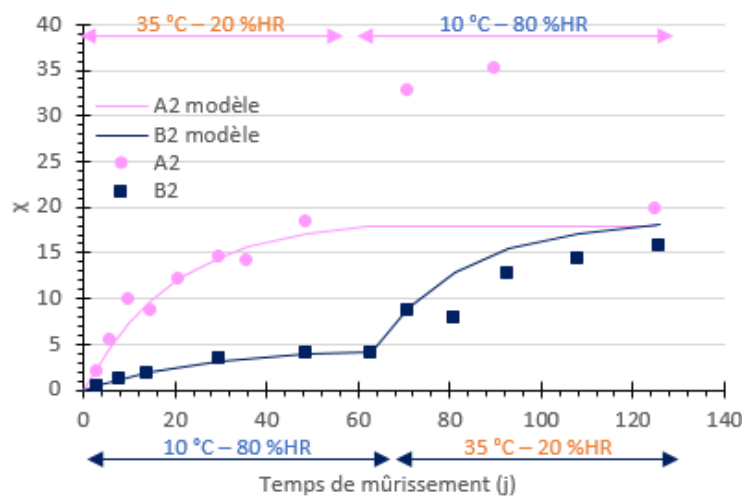


Figure 17 : Evolution de χ^{mod} à seuil pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue), et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2), 2^{ème} modèle.

Les points de l'éprouvette A2 à 71 et 90 jours sont ignorés : il n'y a pas de mûrissement de A2 sous conditions 10 °C et 80 %HR.

Les valeurs $\chi_{\infty}(10^{\circ}\text{C})$ et $\chi_{\infty}(35^{\circ}\text{C})$ sont trouvées égales à 4.6 et 18.8. Ceci fournit deux points ; il manque au moins un 3^{ème} point pour connaître l'allure générale de la courbe $\chi_{\infty}(\theta)$, et pouvoir modéliser l'évolution de la GE pour d'autres températures de mûrissement.

III.6.4. Modélisation avec cinétique de mûrissement fonction de la viscosité apparente du mélange

Les modèles précédents ont été écrits en faisant référence à la loi d'Arrhénius, qui généralement sous-tend la présence de réactions chimiques et décrit leurs cinétiques. Dans le cas des enrobés à l'émulsion, elle pourrait ainsi traduire un vieillissement chimique du liant au travers notamment de réactions d'oxydation. Le troisième et dernier modèle considéré ici se réfère plutôt au cas d'une évolution des GE d'origine physique, liée à des mouvements de la phase bitume à l'intérieur du mélange liant-granulat (mouillage évolutif) et à une évolution de la géométrie des ponts de bitume au sein de la phase granulaire. Cette hypothèse est notamment à envisager au jeune âge. Le phénomène serait alors régi par la viscosité du liant et non pas par des réactions chimiques. L'emploi du terme « mûrissement », à connotation plutôt chimique, deviendrait d'ailleurs discutable. Ce terme continue toutefois à être utilisé dans les lignes qui suivent par commodité. Le modèle proposé ici part de l'hypothèse que la variable χ évolue avec une vitesse décroissante en fonction de la viscosité du liant. Plus précisément, il stipule que la vitesse de mûrissement $\frac{d\chi}{dt^c}$ est proportionnelle au temps équivalent, défini incrémentalement par rapport au temps physique, par l'équation :

$$dt^{c-eq} = \frac{dt^c}{a_T(\theta(t^c))} \quad (\text{Equation 36})$$

où $a_T(\theta)$ est la fonction de translation en température du liant régissant sa viscosité. Ce temps équivalent est celui qui s'introduit naturellement dans l'écriture des lois rhéologiques des matériaux satisfaisant au principe d'équivalence temps-température. L'écoulement du temps équivalent ralentit par rapport au temps physique lorsque la température diminue, il accélère lorsque la température croît. Pour la grave-émulsion, la notation $\beta(\theta)$, caractérisant la sensibilité thermique du matériau, a été introduite plus haut et remplace l'expression $a_T(\theta)$.

En posant $\frac{d\chi}{dt^{c-eq}} = f(\chi)$, soit

$$\frac{d\chi}{\beta(\theta)} = f(\chi) \quad (\text{Equation 37})$$

un modèle du même type que le premier défini par $\frac{d\chi}{dt^c} = f(\chi)g(\theta)$ est alors obtenu avec

$$g(\theta) = \frac{1}{\beta(\theta)}.$$

En reprenant l'expression de forme parabolique $\eta \frac{A}{\chi^{\frac{1}{\eta}-1}}$ avec $\frac{1}{2} < \eta < 1$ pour $f(\chi)$ (équation 22)

et donc :

$$\frac{d\chi^{mod}}{dt^{c-eq}} = \eta \frac{A}{\chi^{mod\frac{1}{\eta}-1}} \quad (\text{Equation 38})$$

Dans le cas général d'un historique quelconque de température $t^c \mapsto \{\theta\}$, est obtenue la relation :

$$\chi^{mod}(t^c) = \left[A \int_0^{t^c} \frac{du}{\beta(\theta(u))} \right]^\eta \quad (\text{Equation 39})$$

En particulier pour une température de mûrissement θ^c constante :

$$\chi^{mod}(t^c) = \left[A \frac{t^c}{\beta(\theta^c)} \right]^\eta \quad (\text{Equation 40})$$

et pour les historiques A et B, donnés par l'équation 25 :

$$- \text{ Pour } t < t_{switch} : \chi^{mod} = \left[A \frac{t}{\beta(\theta_d)} \right]^\eta \quad (\text{Equation 41})$$

$$- \text{ Pour } t > t_{switch} : \chi^{mod} = \left[A \left(\frac{t_{switch}}{\beta(\theta_d)} + \frac{t-t_{switch}}{\beta(\theta_f)} \right) \right]^\eta \quad (\text{Equation 42})$$

Ce modèle est illustré ci-après sur les campagnes A et B.

L'exposant η peut être repris du 1^{er} modèle, soit $\eta = 0.73$. La fonction $\beta(\theta^c) = e^{-\gamma(\theta-\theta_0)}$ est à reprendre ici de la sensibilité de la viscosité à la température mise en évidence lors des essais œdométriques entre 15 et 35°C. En gardant $\theta_0 = 15^\circ\text{C}$ comme température de référence et $\gamma = 0.12^\circ\text{C}^{-1}$, les valeurs de $\beta(\theta^c)$ sont trouvées égales à :

$$\begin{aligned} \beta(10^\circ\text{C}) &= 1.8 \\ \beta(35^\circ\text{C}) &= 0.09 \end{aligned}$$

Deux valeurs du coefficient A peuvent être déduites en première approche des courbes de tendance de la forme $\chi(t^c, \theta_i^c) = C(\theta_i^c) t^{c\eta}$ trouvées pour le 1er modèle avec $\theta_1^c = 35^\circ\text{C}$ et $\theta_2^c = 10^\circ\text{C}$. Pour rappel, $C(\theta_1^c) = 1.21$ et $C(\theta_2^c) = 0,26$. En identifiant ces courbes de tendance avec l'équation 38,

$$\left[A \frac{t^c}{\beta(\theta^c)} \right]^\eta = C(\theta^c) t^{c\eta} \quad (\text{Equation 43})$$

Il vient :

$$A = \beta(\theta^c) C(\theta^c)^{\frac{1}{\eta}} \quad (\text{Equation 44})$$

soit numériquement, $A = 0.29$ pour 10 °C et $A = 0.12$ pour 35 °C.

L'écart trouvé entre ces deux valeurs, qui devraient être théoriquement égales, ne corroborent pas directement le modèle. Ce n'est pas le cas non plus de la Figure 18 qui illustre les simulations des essais sur A2 et B2 sur les 4 mois pour chacune de ces deux valeurs. Les calculs conduisent en effet dans les deux cas à des écarts significatifs entre points « expérimentaux » et courbes théoriques.

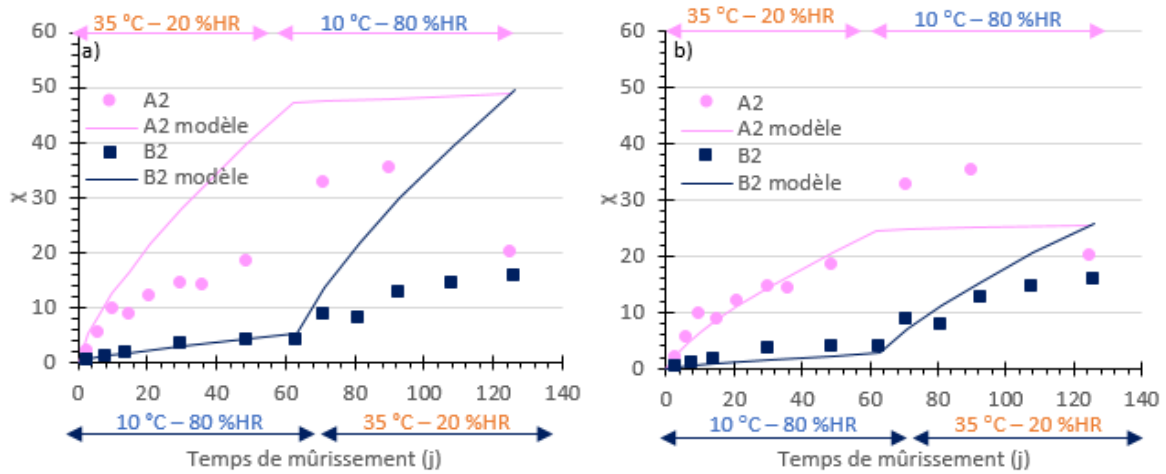


Figure 18 : 3ème modèle. Evolutions de χ^{mod} pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue), et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2)
 a) Modèle avec A déduit des valeurs à 10 °C, b) Modèle avec A déduit des valeurs à 35 °C.

Toutefois, le modèle n'est pas à rejeter complètement. La constante A a été directement identifiée ci-dessus à partir d'une unique courbe de tendance, choisie à 35°C ou 10°C. Une optimisation plus globale pourrait être envisagée pour A en recherchant la valeur permettant de passer au plus près des deux courbes de tendance. A titre d'exemple la Figure 19 présente les courbes simulées pour $A=0,085$.

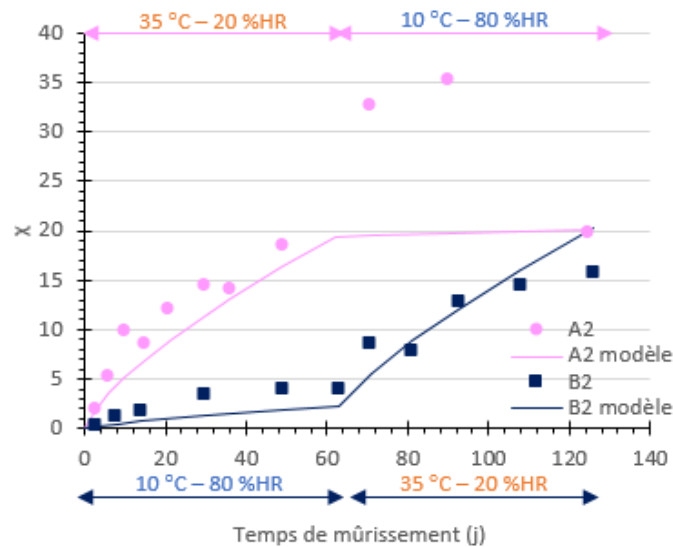


Figure 19 : 3ème modèle avec $A=0,085$.
 Evolution de χ^{mod} pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue) et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2).

L'accord expérience-simulation est ici meilleur, montrant que cette voie de modélisation mérite d'être plus amplement testée dans le futur. Elle présente l'avantage de s'appuyer sur la seule fonction $\beta(\theta)$ d'équivalence temps-température pour rendre compte du mûrissement du matériau et de sa susceptibilité thermique. En même temps, elle sous-tend une physique possible de « mûrissement », indépendante d'une évolution du liant par oxydation (vieillessement du liant), dont il sera intéressant de confirmer ou non la validité au jeune âge ou à plus long terme. La sensibilité relativement forte à l'hygrométrie des mesures œdométriques, non discutée dans ce chapitre mais signalée en Chapitre 3 (partie II.1.1.2.1. Evolution du pseudo-module œdométrique avec la teneur en eau) et attribuable aux effets physiques de mouillage-démouillage du liant sur le granulat (Chapitre 5) pourrait venir étayer ce point de vue.

III.6.5. Murissement des éprouvettes A2 et A3 à 10°C-80%HR

La détermination de χ en fonction du temps a également été appliquée à l'éprouvette A3. La Figure 20 illustre l'évolution obtenue.

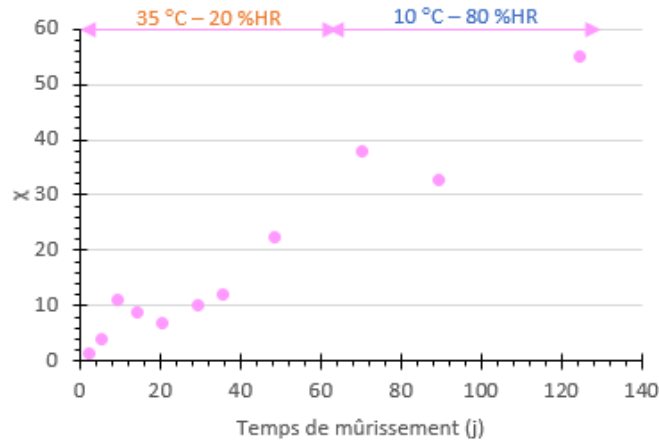


Figure 20 : Evolution de χ pour l'éprouvette A3.

La valeur 22 atteinte pour χ en fin de phase à 35 °C – 20 %HR et 49 jours est proche de la valeur 18 atteinte par l'éprouvette A2 au même moment. Par contre, la cinétique d'évolution de χ ne semble pas ralentir ici après passage aux conditions 10 °C – 80 %HR, contrairement à l'hypothèse considérée jusqu'ici, lorsqu'il n'était pas tenu compte pour A2 des 2 premières valeurs de χ à 10°C-80%HR égales à 33 et 35. Ces points de vue sont peut-être toutefois à amender. Il peut en effet être observé que les valeurs de 33 et 35 mentionnées ci-avant semblent confirmées par les mesures faites sur A3 (37 et 32) dans les mêmes circonstances. Si l'on considère dès lors l'ensemble de ces valeurs comme non aberrantes, les points χ obtenus pourraient être interprétés de la façon suivante. Pour le groupe A (A2, A3), il n'y a pas eu de mesure œdométrique effectuée autour du changement de régime de mûrissement à 62 jours. Des hypothèses peuvent alors être posées sur la valeur de χ atteinte à ce moment-là. Ainsi, en fin de première phase (35 °C – 20 %HR), χ pourrait déjà être de l'ordre de 30, ce qui permettrait d'observer un ralentissement marqué de la cinétique sur les points suivants, à 10 °C – 80 %HR (Figure 21). La loi de mûrissement serait alors à établir en prenant en compte ce point à 62 jours.

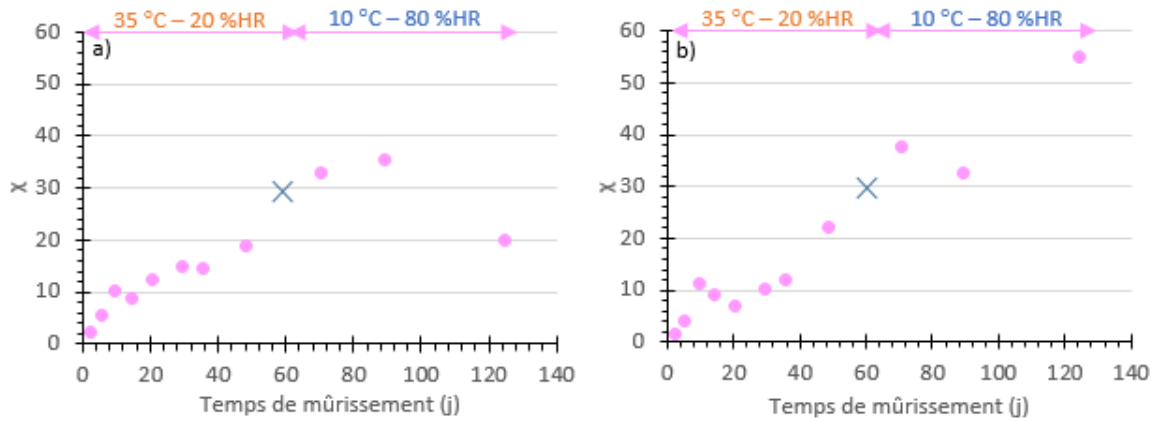


Figure 21 : Valeurs de χ , avec ajout de valeur hypothétique au moment du changement de conditions de mûrissement (croix bleues). a) Eprouvette A2, b) Eprouvette A3.

Une autre explication pourrait porter sur l'état d'humidité au sein des éprouvettes à 10 °C – 80 %HR, mais ne paraît guère probable. L'air étant plus sec à basse température (moins d'eau par kg d'air sec), il pourrait être attendu un meilleur séchage des éprouvettes pour les conditions 10 °C – 80 %HR, résultant en une augmentation de χ . Cependant, un tel effet est loin d'être certain. D'une part, la pesée des éprouvettes n'a pas mis en évidence de baisse de teneur en eau à 10 °C – 80 %HR. D'autre part, les conditions à 35 °C – 20 %HR et à 10 °C – 80 %HR conduisent à des humidités absolues similaires (masse d'eau par masse d'air sec), de l'ordre de 6 g d'eau par kg d'air sec, qui diminuent *a priori* l'écart entre les pouvoirs de séchage des deux modalités de mûrissement.

Finalement, il peut également être observé que les dernières valeurs des éprouvettes A2 et A3, à 125 jours de mûrissement, sont éloignées ; de l'ordre de 20 pour A2, de l'ordre de 54 pour A3. Ces variations amplifient fortement toutefois les écarts constatés sur les pseudo-modules œdométriques. Comme mentionné, cela provient de la définition de l'indicateur χ . A ce jour, il reste néanmoins difficile de donner une explication à ces écarts de mesures.

Bilan

Les valeurs de pseudo-module complexe tirées des essais du Chapitre 3 et d'essais additionnels réalisés en compression diamétrale sur GE mûrie ont été exploitées dans ce chapitre, sur la base de leur représentation dans le plan de Cole-Cole. Le fuseau de points relativement étroit ainsi obtenu, correspondant non seulement à des conditions de températures et fréquences d'essais œdométriques différentes, mais aussi à des âges de mûrissement distincts, permet d'étendre le PETT au mûrissement.

Le fuseau de points a pu être modélisé à partir du modèle de Huet et Sayegh. L'identification des paramètres de la courbe de modules conduit à des valeurs E_∞ significativement inférieures à celles obtenues pour les enrobés à chaud ; la courbe de Cole-Cole montre aussi une pente côté gauche assez inférieure à celle des EB à chaud (valeur de l'exposant h de l'ordre de 0,4 au lieu de 0,6).

L'argument r de la fonction de Huet-Sayegh a pu être factorisé sous forme du produit de la fréquence, d'une variable de mûrissement χ et d'une fonction de la température.

Les évolutions de χ pour les éprouvettes A2 et B2 ont pu être calculées pour les 4 mois des campagnes de mûrissement.

Finalement, la détermination de l'évolution de la variable χ a donné lieu à 3 modèles, destinés à pouvoir prévoir le mûrissement des GE vis-à-vis de n'importe quel historique de température :

- un modèle sans seuil, permettant à χ d'augmenter indéfiniment dans le temps à toute température
- un modèle à seuils, avec une limite χ_{∞} pour chaque température
- un modèle, dont la cinétique est fonction de la viscosité du matériau au travers de la fonction de translation en température.

Ces modèles devront être testés plus amplement dans le futur afin de mieux déterminer leur pertinence. Les plages d'observation dans le temps, en laboratoire ou *in situ*, devront être élargies pour préciser la phase de montée en module des GE au-delà des valeurs atteintes ici au cours des campagnes d'essai A et B.

Références

- Béghin, A., L. Wendling, X. Carbonneau, C. d. L. Roche, F. Delfosse, V. Gaudefroy, L. Odie, J-M. Piau, et J-P. Triquigneaux. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Mûrissement et évolution temporelle des propriétés de l'enrobé et des caractéristiques de liant ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 902.
- Doyle, Thomas A., Ciaran McNally, Amanda Gibney, et Amir Tabaković. 2013. « Developing Maturity Methods for the Assessment of Cold-Mix Bituminous Materials ». *Construction and Building Materials* 38 (janvier): 524-29. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.09.008>.
- Kishore Kumar, C., D. S. N. V. Amar kumar, M. Amaranatha reddy, et K. Sudhakar Reddy. 2008. « Investigation of Cold-in-Place Recycled Mixes in India ». *International Journal of Pavement Engineering* 9 (4): 265-74. <https://doi.org/10.1080/10298430701551201>.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Lambert, M., J-M. Piau, V. Gaudefroy, A. Millien, F. Dubois, C. Petit, et F. Chaignon. 2018. « Modeling of Cold Mix Asphalt Evolutive Behaviour Based on Nonlinear Viscoelastic Spectral Decomposition ». *Construction and Building Materials* 173 (juin): 403-10. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.207>.
- Triquigneaux, J-P., L. Wendling, L. Odie, D. Claudel, et V. Gaudefroy. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Essai Duriez: teneurs en vide, performances mécaniques, sensibilité à l'eau et caractérisation des liants extraits ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 901.

Table des illustrations

- Figure 1 : Représentation des pseudo-modules œdométriques dans l'espace de Cole-Cole, essais à 9.5 kN. Les croix rouges correspondent au premier essai œdométrique (3 jours de mûrissement), les triangles verts représentent les résultats au bout des 2 premiers mois de mûrissement et les carrés orange ceux au bout des quatre mois. Toutes les autres mesures sont symbolisées par des points bleus. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2. 151
- Figure 2 : Valeurs CDS tracées dans le plan de Cole-Cole. Points verts: modules E^* mesurés des essais (point rouge: essai à 15 °C et 10 Hz). Ligne bleue: Modèle de Huet et Sayegh avec $E_0=10$ MPa, $E_{\infty}=11000$ MPa, $h=0.55$, $k=0.19$ et $\delta=1.8$ 152
- Figure 3 : Représentation des données E^* dans l'espace de Cole-Cole, pour des essais œdométriques réalisés à 9.5 kN. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2. Comparaison des mêmes paramètres de modèle de Huet-Sayegh dans les deux cas : $E_0=200$ MPa, $h=0.42$, $k=h/3$, $\delta=1.8$ et $E_{\infty}=16000$ MPa. Les croix rouges correspondent aux premiers essais œdométriques (à 3 jours de mûrissement), les triangles verts représentent les essais au bout de 2 mois (après conditions en

enceinte climatique à 35 °C-20 %HR pour A et 10 °C-80%HR pour B) et les carré orange ceux au bout des 4 mois de mûrissement. Toutes les autres mesures sont en points bleus. Les lignes noires illustrent le meilleur ajustement des points expérimentaux par un polynôme de degré 2. 155

Figure 4 : Fonction $EH&S * (r)$ de r (ligne noire) et points $rnjl, E * (\chi n, \theta joedo, fl)$ obtenus pour le groupe A (points rouges)..... 156

Figure 5 : Comparaison entre les valeurs $rnjl$ et celle calculées avec le modèle $rmod = \omega l \tau nj$. La courbe de tendance proche de la droite d'équation $y=x$ et la valeur R^2 (coefficient de détermination) proche de 1 montrent une bonne correspondance du modèle..... 157

Figure 6 : Valeurs de αn obtenues en fonction du temps de mûrissement, pour le modèle τmod (éprouvette A2). 158

Figure 7 : Comparaison entre les valeurs τnj et celles du modèle $\tau mod = \alpha n e - \gamma(\theta - \theta 0)$, pour le groupe A. La courbe de tendance est proche de $y=x$, et R^2 est proche de 1. 159

Figure 8 : Variables de mûrissement χ en fonction du temps de mûrissement t sur les 4 mois de mûrissement. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2. 160

Figure 9 : Graphique de la sensibilité thermique de la grave-émulsion avec la température du liant, échantillon A2. La même courbe est trouvée pour l'échantillon B2..... 160

Figure 10 : Comparaison entre les valeurs déduites des essais expérimentaux $E * (tc)$ (marqueurs pleins) et du modèle $EH&S * (tc) = EH&S * (\omega \tau 0 \chi(tc) e - \gamma(\theta oedo - \theta 0))$ (marqueurs vides). Les 3 températures d'essais sont présentées : carrés bleus $\theta oedo = 15^\circ C$, triangles jaunes $\theta oedo = 25^\circ C$ et ronds orange $\theta oedo = 35^\circ C$. Essais à 10 Hz et 9.5 kN. a) Eprouvette A2, b) Eprouvette B2. 161

Figure 11 : Evolutions des χ^{exp} des éprouvettes A2 et B2 en fonction de $\ln(t)$. Les points de A2 translattés d'une valeur de 2.1 (points orange) semblent former une seule et même courbe avec ceux de B2..... 164

Figure 12 : Superposition des points expérimentaux et courbes de tendance du mûrissement des éprouvettes A2 et B2 en fonction du temps. 164

Figure 13 : Points expérimentaux de A2 et B2 en échelles logarithmiques..... 165

Figure 14 : Modulé théorique en fonction du temps pour un exposant η de 0.73..... 165

Figure 15 : Evolution de χmod pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue), et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2), 1^{er} modèle. 168

Figure 16 : Superposition des points expérimentaux et courbes de tendance du mûrissement des éprouvettes A2 et B2 en fonction du temps, loi à seuil. 169

Figure 17 : Evolution de χmod à seuil pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue), et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2), 2^{ème} modèle. 170

Figure 18 : 3^{ème} modèle. Evolutions de χ^{mod} pour les 4 mois de mûrissement de A2 (courbe rose) et B2 (courbe bleue), et comparaison avec les valeurs de χ déduites des données expérimentales (ronds roses pour A2 et carrés bleus pour B2) 173

Figure 19 : 3^{ème} modèle avec $A=0,085$ 173

Figure 20 : Evolution de χ pour l'éprouvette A3..... 174

Figure 21 : Valeurs de χ , avec ajout de valeur hypothétique au moment du changement de conditions de mûrissement (croix bleues). a) Eprouvette A2, b) Eprouvette A3. 175

Liste des tableaux

Tableau 1 : Modules complexes mesuré des essais CDS sur enrobé à froid..... 152

Chapitre 5 : Evaluation de la cinétique de mouillage liant-granulat

J'ai la conviction profonde que tout homme qui ne porte pas dans son cœur l'amour du bien et du beau dans toutes leurs manifestations, qui n'est pas sensible à l'idéal, soit en philosophie, soit en littérature, soit en art, laissera toujours paraître en soi quelque chose d'inachevé et d'incomplet, quelle que puisse être, d'autre part, sa supériorité dans la voie qu'il aura choisie [...]. Avant d'agir, il faut avoir appris à penser !

Gustave Eiffel

Contenu

Introduction.....	180
I. Cheminement.....	180
II. Mise en place de l'essai.....	182
II.1. Choix de l'essai.....	182
II.2. Remarque sur la température du substrat.....	182
II.3. Etapes de l'essai.....	183
II.4. Immersion dans l'eau.....	183
II.5. Traitement des données.....	183
II.6. Répétabilité de l'essai.....	184
III. Influence de différents paramètres sur l'évolution des contacts.....	185
III.1. Influence de la température d'essai pendant le mouillage.....	185
III.2. Influence de la succession de cycles de mouillage-démouillage.....	187
III.3. Influence de la minéralogie.....	189
IV. Relation entre le temps d'étalement de la goutte sur le substrat et la viscosité du liant.....	191
IV.1. Protocole d'essai de mesure de la viscosité.....	191
IV.2. Résultats.....	191
IV.2.1. Extrapolation de la viscosité à 0 Hz.....	191
IV.2.2. Relations entre la viscosité, la température et le temps de fin de mouillage.....	192
IV.2.3. Temps de fin de mouillage théoriques.....	193
IV.2.4. Parallèle avec l'enrobé GE.....	193
Bilan.....	195
Références.....	197
Table des illustrations.....	197
Liste des tableaux.....	197

Introduction

Ce chapitre se concentre sur les phénomènes qui se produisent à l'échelle intermédiaire entre le squelette granulaire et le liant. L'évolution du liant seul ne permet pas d'expliquer complètement celle du mélange (par exemple les cinétiques de rigidification sont souvent différentes, voir Chapitres 3 et 6 où par exemple les modules des mélanges augmentent quand ceux des liants extraits augmentent plus faiblement voire diminuent, en conditions 10 °C – 80 %HR). C'est pourquoi l'étude du comportement du matériau à cette échelle est nécessaire et devrait permettre une meilleure connaissance phénoménologique du mûrissement. En particulier, comme cela a été présenté dans le Chapitre bibliographique, l'eau a une influence non négligeable sur les contacts entre le liant et le granulat. Elle pourrait donc influencer sur le mûrissement dans sa cinétique. En effet, les changements de conditions au point triple (granulat-bitume-eau en condition humide ou granulat-bitume-air en condition sèche) déstabilisent l'équilibre du système bitume-substrat minéral. Une goutte va mieux s'étaler sur un substrat dans l'air que dans l'eau et la présence d'eau aura tendance à enclencher une rétractation de la goutte.

Dans ce chapitre, la première partie est consacrée à l'explication du cheminement qui a mené à étudier les contacts entre le liant et le granulat.

L'étude présentée en seconde partie porte sur un système simplifié, idéal, composé d'une goutte de bitume pur déposée sur une lame de verre polie (sauf quand granulat spécifié).

Ces manipulations visent à obtenir des informations sur les mouvements possibles ainsi qu'une approximation des constantes de temps qui régissent le point triple (bitume-granulat-air ou bitume-granulat-eau). *In fine*, ces données pourront être comparées au mélange GE et contribuer à la compréhension de phénomènes encore très peu étudiés et expliqués dans le mûrissement de ces matériaux.

I. Cheminement

Dans le matériau grave-émulsion (GE), l'eau est présente au très jeune âge, juste après rupture de l'émulsion. Elle est ensuite évacuée du mélange à plus long terme. En première approche, le problème a été ici simplifié en ne prenant en compte que des ponts de bitume entre les granulats.

L'augmentation de la rigidité de la GE pendant le mûrissement pourrait en partie être expliquée par les mouvements géométriques (accroissement de la surface de contact). En effet si on assimile un pont de bitume entre deux granulats à un prisme (dont la section serait *a priori* plus grande que la hauteur, Figure 1) :

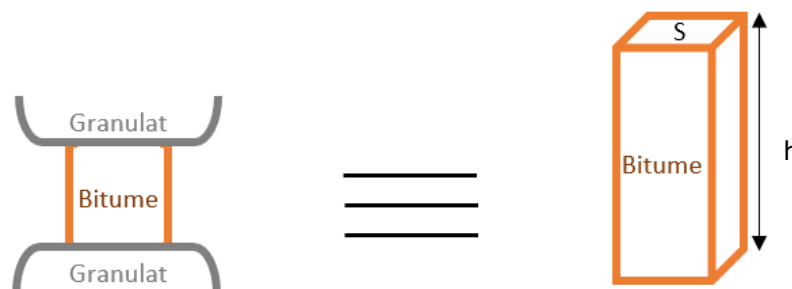


Figure 1 : Le pont de bitume peut être assimilé à un prisme.

Alors la raideur de ce pont de bitume peut être approximée par :

$$k_{pont} = \frac{E_{bitume}s}{h} \quad (\text{Équation 1})$$

Avec :

k_{pont} la raideur du pont de bitume, s la section du pont de bitume (en simplifiant le problème en posant s constant tout le long du pont), h la hauteur du pont de bitume et E_{bitume} le module du bitume.

Le départ de l'eau offre la possibilité au liant de mouiller d'avantage la surface du granulat compte tenu des différences de conditions d'équilibre au point triple. De ce fait, en considérant le problème à volume constant, une augmentation de la surface de contact et une diminution de la hauteur du film de bitume entre deux granulat peut être envisagée (Figure 2).

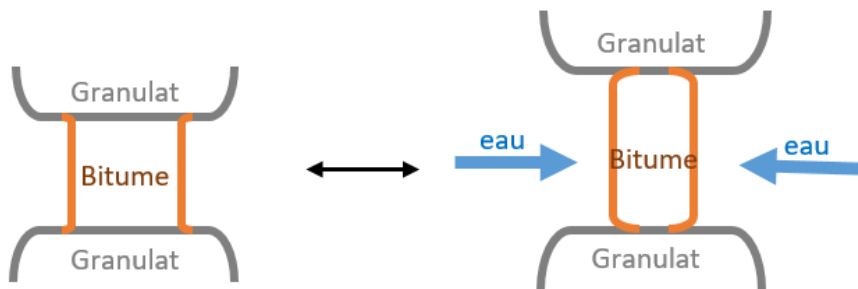


Figure 2 : Allongement/rétrécissement du pont de bitume avec l'eau.

En prenant la dérivée logarithmique de l'équation 1 :

$$\Leftrightarrow \frac{dk_{pont}}{k_{pont}} = \left(\frac{ds}{s} - \frac{dh}{h} \right) \quad (\text{Équation 2})$$

Or à volume de pont constant, soit $hs = \text{constante}$, on a :

$$\frac{dh}{h} = -\frac{ds}{s} \quad (\text{Équation 3})$$

Donc :

$$\frac{dk_{pont}}{k_{pont}} = \left(2 \frac{ds}{s} \right) = \left(-2 \frac{dh}{h} \right) \quad (\text{Équation 4})$$

Si le pont de bitume se raccourcit ($h_{\text{final}} - h_{\text{initial}} = dh < 0$) et la section augmente ($s_{\text{finale}} - s_{\text{initiale}} = ds > 0$), $\frac{dk_{pont}}{k_{pont}}$ est positif et donc le module de la GE augmente.

Ceci pourrait donc expliquer en partie l'augmentation de rigidité de la GE au jeune âge, avec le départ de l'eau, et les résultats d'évolutions de hauteur et compacité des éprouvettes vues dans le Chapitre 3. En effet, il a été vu que les éprouvettes perdent en rigidité avec l'augmentation de la teneur en eau. L'eau s'incorporerait dans les vides de l'enrobé et amènerait le mouvement du liant, réduisant les surfaces de contact entre le liant et le granulat. La rigidité du mélange baisserait.

Cependant, aux températures considérées pour la fabrication des GE, les mouvements du liant sur le substrat minéral suite au départ de l'eau n'est pas instantané. Afin de comprendre l'influence de ce phénomène sur le murissement il est important de comprendre et de quantifier les vitesses de mouillages. Le but de ce chapitre est donc d'établir les cinétiques de mouillage en fonction de la température. Une expérimentation « modèle » est employée en utilisant simplement une goutte de bitume posé sur un substrat.

II. Mise en place de l'essai

II.1. Choix de l'essai

Le but ici est d'évaluer si le bitume s'étale après retrait de l'eau, ce qui amènerait une augmentation de la surface de contact entre le liant et le granulat (augmentation de la cohésion) et à l'échelle du mélange montrerait une rigidification de la structure pendant le séchage. La goutte de bitume déposée doit être assez grosse pour être facilement étudiée, c'est pourquoi la solution n°3 présentée en Figure 3 n'est pas réalisable car il est difficile d'isoler un seul globule de bitume de l'émulsion. La solution n°2 n'a donc pas été retenue. Concernant la solution n°1, le bitume doit être assez fluide pour être déposé et donc être chauffé à une température relativement élevée. L'eau ne peut pas être chauffée autant (point d'ébullition à 100 °C). Un trop gros écart de température entre le bitume et l'eau pourrait faire mousser le bitume. D'autre part et sans compter la température, il est extrêmement difficile de déposer une goutte de bitume dans l'eau à cause de la poussée d'Archimède et du caractère hydrophobe du bitume. La goutte a tendance à rester en contact avec l'aiguille métallique du système de dosage. La solution 1 a donc été retenue comme le système simplifié pour la suite des essais réalisés avec le tensiomètre à goutte. Il s'agit de déposer une goutte de bitume sur le substrat dans l'air et ensuite de l'immerger dans l'eau. Le phénomène de démouillage s'opère et la goutte tend vers une forme sphérique. Après équilibre, l'eau est retirée et la cinétique d'étalement peut être mesurée à l'aide du goniomètre.

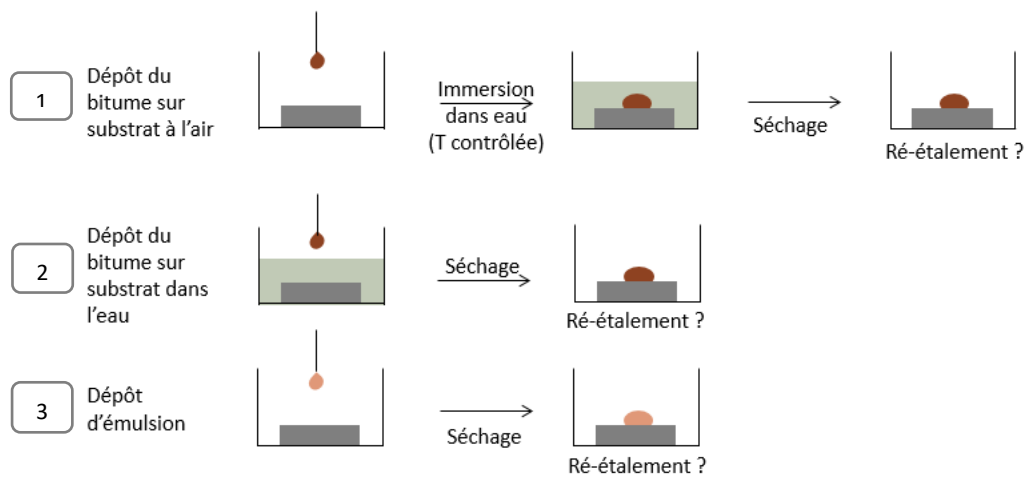


Figure 3 : Schématisation du principe des essais possibles.

II.2. Remarque sur la température du substrat

Plusieurs températures de substrat ont été testées de 25 à 120 °C pour définir les conditions optimales de la 1ère phase de mouillage. Pour les températures proches de l'ambiante, la goutte de liant chauffé à 120°C ne s'étale pas spontanément. Au-delà de 50 °C, le bitume moins visqueux peut se déformer sous son propre poids pour permettre un mouillage de la surface du substrat. L'angle de contact qui en résulte est faible et l'adhésion liant-granulat sera élevée. Une température de la lame égale à 40°C est privilégiée pour un bitume de grade 160/220. Cette température permet un étalement initial minimum du liant à sa surface.

II.3. Etapes de l'essai

Le Tableau 1 montre les étapes qui constituent ces essais ainsi que les conditions dans lesquelles elles sont mises en œuvre. Elles seront utilisées dans tous les essais suivants de ce chapitre. Un des résultats d'essai correspond à l'angle de contact entre le bitume et la surface du substrat. A savoir aussi que pour une goutte, deux angles sont mesurés (angle à gauche et à droite). Dans toute la suite de ce chapitre l'angle de contact donné représente les moyennes des deux mesures. Les volumes de gouttes déposées varient entre 10 et 15 μL .

Tableau 1 : Etapes d'essais.

Etape	1 : Dépôt	2 : Démouillage	3 : Mouillage
Milieu	Air	Eau distillée	Air
Température	Chambre de dosage (bitume) : 120 °C Chambre émulsion (substrat) : 40 °C	Eau : 70 °C	Plage testée : 30 – 70 °C
Temps d'observation	2h	3,5h – 4,5h	1j – quelques mois
Observations attendues	Etalement : diminution de l'angle de contact	Retrait du liant : augmentation de l'angle	Etalement : diminution de l'angle

II.4. Immersion dans l'eau

Pour obtenir un état initial où les angles de contact sont élevés et simuler la présence d'eau au sein de la GE, le système goutte-substrat est immergé dans de l'eau distillée à 70 °C. Cette température ne correspond pas à la température de l'eau dans une GE mais a été choisie pour permettre un essai rapide et accélérer le phénomène de démouillage du liant à la surface de la lame de verre. En effet la viscosité du bitume dépend de sa température, une température plus élevée permettrait des mouvements du bitume plus rapides (Cantot 2019).

II.5. Traitement des données

Le mouillage du bitume (ré-étalement de la goutte sur le substrat) sur le verre est observé dans le temps en suivant les angles de contact. Les données obtenues sont traitées comme suit.

Les deux paramètres étudiés sont θ_s et τ , respectivement l'angle de contact à l'équilibre théorique (final) et une constante de temps associée à la cinétique de mouillage (temps de demi-vie du mouillage avant équilibre). Ces valeurs sont calculées en modélisant la courbe des valeurs expérimentales grâce à la méthode des moindres carrés suivant l'équation 5 tirée du travail de Cantot (Cantot 2019).

$$\theta(t) = \theta_s + (\theta_i - \theta_s)e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (\text{Equation 5})$$

Avec $\theta(t)$ l'angle de contact à chaque instant en degrés, θ_s en degrés, et θ_i l'angle initial fixé en degrés.

Il a été constaté que l'angle à t_0 en tout début de mouillage est rarement identique en fonction des essais. Afin d'établir la cinétique à partir du même état transitoire de mouillage, il a donc été décidé de fixer un angle initial pour t_0 , en choisissant le plus petit angle initial mesuré sur tous les essais. L'angle initial est fixé à 93°. Pour cet angle et pour chaque essai de mouillage, le temps a donc été fixé à $t=0s$ en décalant les valeurs d'angles dans le temps.

La Figure 4 montre un exemple de courbe théorique superposée à la courbe expérimentale.

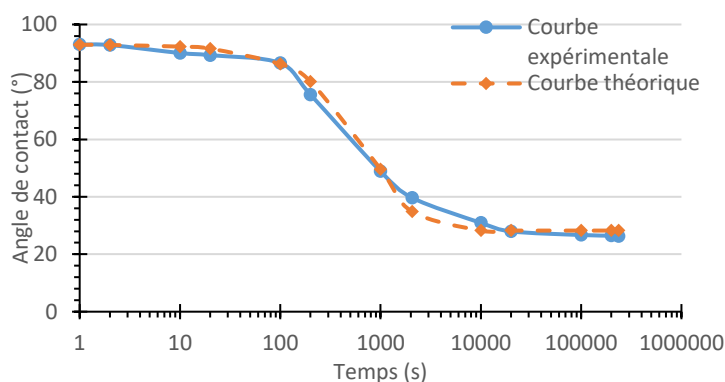


Figure 4 : Exemple de courbes expérimentale et théorique pour un essai de mouillage à 50 °C. L'état initial est ramené à 93°.

II.6. Répétabilité de l'essai

Les premiers essais menés visent à vérifier la répétabilité. Ils ont été effectués aux mêmes conditions sur 4 échantillons. Les lames de verre utilisées sont toutes différentes. Le Tableau 2 définit les conditions mises en place. Pour rappel du Chapitre 2, l'eau après démouillage est évacuée à l'aide d'une pipette puis d'un flux d'air doux.

Tableau 2 : Conditions des essais de répétabilité.

Dépôt (étape 1)	Température		Volume de goutte (μL)
	Démouillage (étape 2)	Mouillage (étape 3)	
Chambre de dosage : 120 °C Chambre émulsion : 40 °C	70 °C	70 °C	Essai 1 (rep1)
			Essai 2 (rep2)
			Essai 3 (rep3)
			Essai 4 (rep4)

La Figure 5 montre la distribution des angles de contact dans le temps pour les 4 essais, les valeurs sont représentées sous forme de diagrammes en boîtes. L'angle de contact diminue avec le temps et se stabilise à partir de 2000 secondes à une valeur asymptotique proche de 26°. Les extrémités des boîtes représentent les valeurs des premiers et troisièmes quartiles, les lignes pleines horizontales au centre des boîtes les médianes, et les lignes verticales expriment les valeurs maximales et minimales des mesures. Cette figure montre que la dispersion entre les points est faible et il n'y a pas de valeurs aberrantes. Il peut être noté également que l'angle de contact varie peu en fonction des essais.

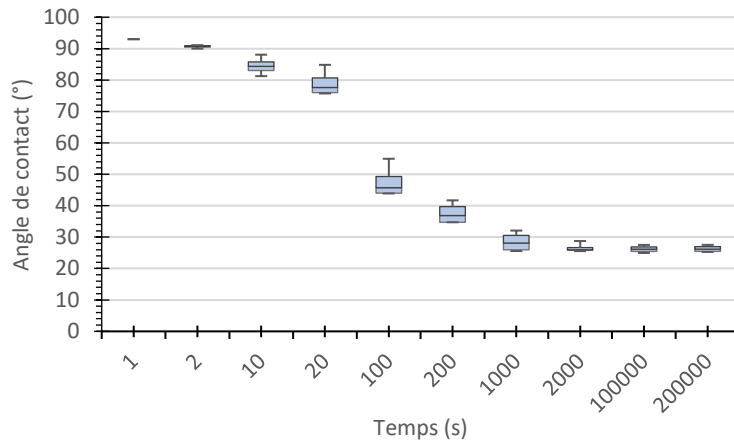


Figure 5 : Distribution des valeurs d'angle de contact bitume-verre à chaque relevé de temps.

La Figure 6 montre les résultats de θ_s et de τ pour les 4 essais. Pour rappel, θ_s est l'angle de contact à l'équilibre théorique, et τ est une constante de temps associée à la cinétique de mouillage. Les lignes en pointillés verts et rouges représentent les valeurs moyennes ($\theta_s=27.0\pm 1.2^\circ$ et $\tau=91.3\pm 17.0s$) et les barres verticales les écart-types. Les coefficients de variation pour θ_s et τ sont respectivement 4.4 et 18.6%. La répétabilité est donc jugée satisfaisante. Le coefficient de variation de τ semble élevé mais il est acceptable au vu de la variation des échelles de temps étudiées avec la température.

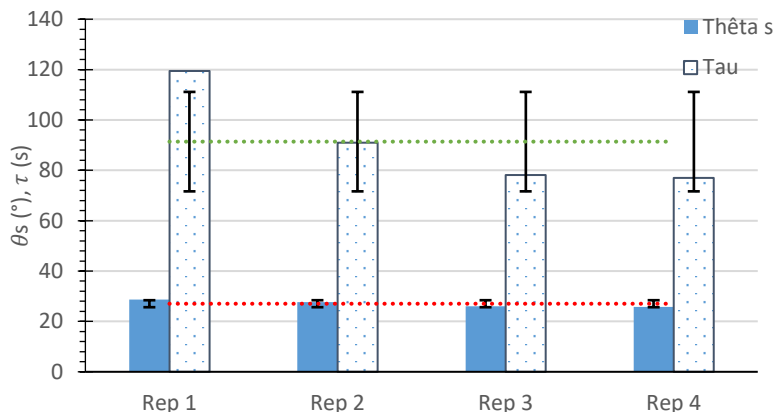


Figure 6 : Valeurs de θ_s et τ pour les 4 essais.

Concernant le volume des gouttes, (Cantot 2019) a montré qu'il a peu d'impact sur la cinétique de démouillage entre 7 et 24 μL .

III. Influence de différents paramètres sur l'évolution des contacts

III.1. Influence de la température d'essai pendant le mouillage

L'influence de la température environnante pendant l'étape de mouillage (3^{ème} étape) est évaluée sur une plage de 30 à 70 °C. Comme expliqué dans le Chapitre 2, la température de l'air est réglée dans la cellule de mesure (Figure 7) en réglant la température circulant dans la double paroi grâce à un bain thermostaté. Le Tableau 3 résume les différents essais réalisés.

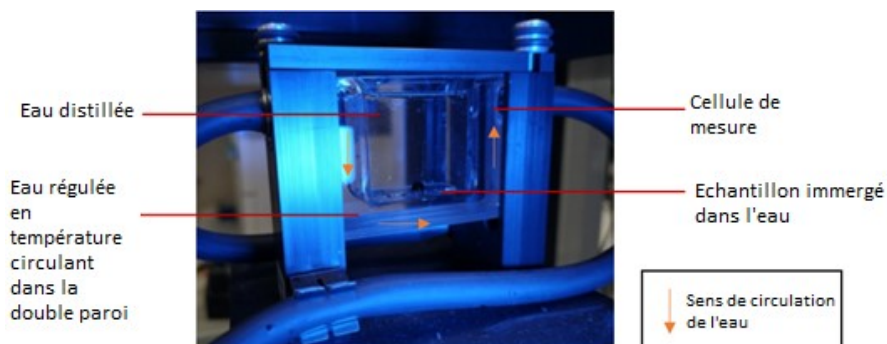


Figure 7 : Cellule de mesure thermo-régulée (remplie d'eau ici).

Tableau 3 : Essais réalisés à différentes températures de mouillage.

Température			Volume (μL)
1 : Dépôt (à l'air)	2 : Démouillage (dans l'eau)	3 : Mouillage (à l'air)	
Chambre de dosage : 120 °C	70 °C	30 °C	11,7
Chambre émulsion : 40 °C		40 °C	12,4
		50 °C	12,2
		60 °C	14,2
		70 °C	12,1

Pour rappel, l'angle initial de l'étape de mouillage est toujours fixé à 93°.

La Figure 8 présente les angles de contact mesurés en fonction du temps, pour la plage de températures testée. Il est nécessaire de noter que les deux dernières valeurs présentées pour l'essai à 30 °C sont des valeurs théoriques. En effet cet essai ayant été lancé juste avant le premier confinement en 2020, les conditions expérimentales des deux derniers points mesurés n'ont pas pu être correctement régulées. Ces points ont donc été écartés et remplacés par les valeurs obtenues avec la courbe théorique déduite de la méthode des moindres carrés.

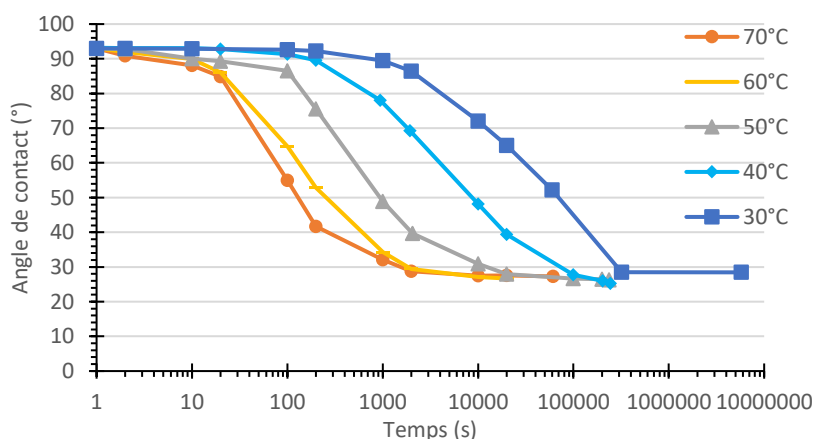


Figure 8 : Angle de contact en fonction du temps, pour différentes températures de mouillage.

Pour toutes les températures étudiées, l'angle de contact diminue avec le temps et se stabilise plus rapidement si la température de mouillage est élevée mais toujours à la même valeur proche de 26°.

Les angles finaux θ_s et temps de demi-vie du mouillage jusqu'à équilibre τ calculés avec la méthode détaillée en partie II.5. sont résumés dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Angles finaux et temps de demi-vie obtenus des essais à différentes températures de mouillage.

Température d'essai (°C)	30	40	50	60	70
θ_s (°)	28,4	28,7	28,2	29,3	28,7
τ (s)	42321	6896	902	188	119

La température ne semble pas influencer l'angle final mais a un impact sur la cinétique de mouillage. En effet les angles finaux θ_s présentent des valeurs comprises entre 28 et 29° alors que les temps de demi-vie τ diminuent fortement avec la température (Figure 9). Ceci montre une diminution du temps de ré-étalement de la goutte de bitume sur la lame de verre avec l'augmentation de la température.

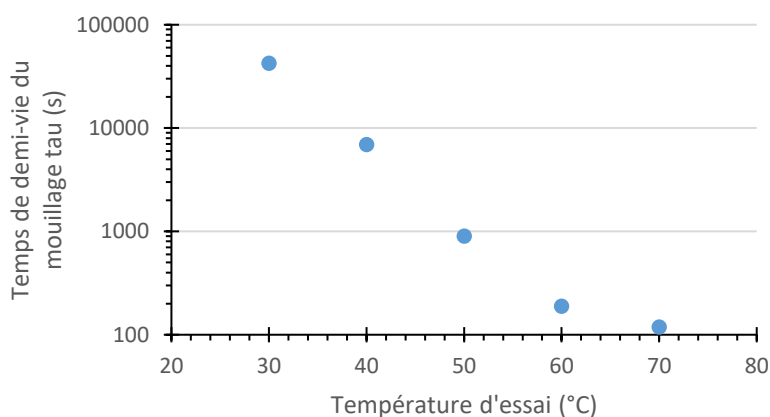


Figure 9 : Constante de temps τ liée à la cinétique de mouillage en fonction de la température d'essai.

Le fait que les angles finaux soient similaires quelle que soit la température d'essai pourrait en partie justifier l'équivalence des modules des mélanges finaux (au bout de 4 mois) vus dans le Chapitre 3. En effet l'ordre des phases ne semble pas influencer la valeur finale du module des mélanges de GE étudiés. Ici, un certain angle de contact –et donc une certaine qualité de contact- donnerait une certaine rigidité au matériau (voir I. Cheminement). Un angle de contact final constant avec la température induirait une rigidité finale similaire avec la température. Attention toutefois à bien se placer à l'équilibre : il a bien été remarqué qu'au bout de 2 mois de mûrissement pour deux températures différentes les états des enrobés n'étaient pas équivalents. Ceci s'explique sans doute d'une part par le fait que l'équilibre des contacts liant-granulat n'est pas forcément atteint au bout de deux mois dans le mélange. D'autre part le mûrissement n'est pas seulement expliqué par les contacts, d'autres phénomènes entrent en jeu dans ce processus qui amènent d'autres effets sur les mélanges (rigidification plus forte par exemple).

III.2. Influence de la succession de cycles de mouillage-démouillage

Une première approche concernant l'influence de plusieurs cycles de mouillage-démouillage a été mise en place. La succession de deux cycles de démouillage a été étudiée. Le Tableau 5 résume ses différentes étapes.

Tableau 5 : Etapes suivies durant l'essai de plusieurs cycles de démouillages.

Etape	1 : Dépôt (à l'air)	2 : Démouillage (dans l'eau)	3 : Mouillage (à l'air)	4 : 2 nd démouillage (dans l'eau)
Schématisation des résultats attendus				
Température	Chambre de dosage : 120 °C Chambre émulsion : 40 °C	Température de l'eau : 70 °C	Température de consigne (eau dans la double paroi) : 70 °C	Température de l'eau : 70 °C
Temps	2h	4h	1 jour	3 jours

Les angles de contact ont été mesurés durant la 4^{ème} étape (second démouillage). Les Figure 10 et Figure 11 présentent la forme des gouttes de bitume à la surface de la lame de verre ainsi que les angles de contact mesurés à l'état initial et immersion dans l'eau à 70°C pendant 1h, 5h, 37h et 72h.

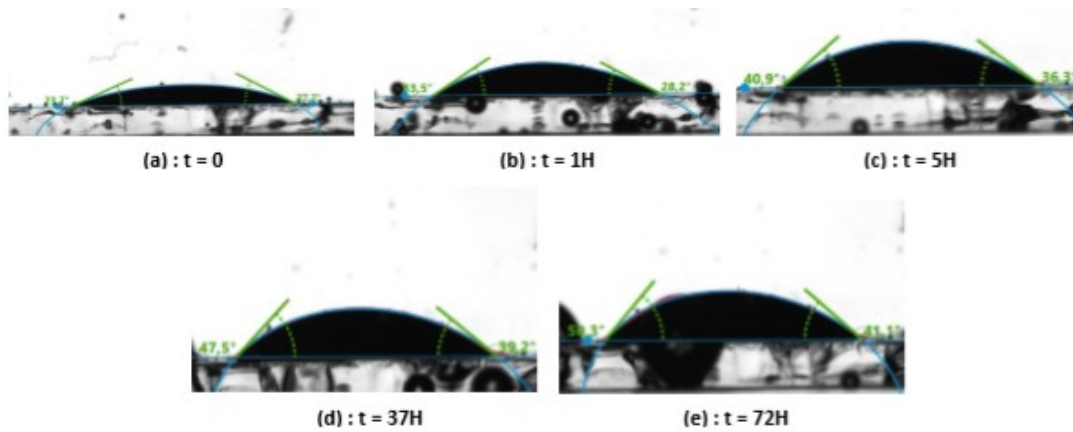


Figure 10 : Evolution de la goutte et de l'angle de contact à 0, 1, 5, 37 et 72h. Les angles mesurés valent : a) 23.7 et 27.7°, b) 33.5 et 28.2°, c) 40.9 et 36.3°, d) 47.5 et 39.2°, e) 50.3 et 41.1°.

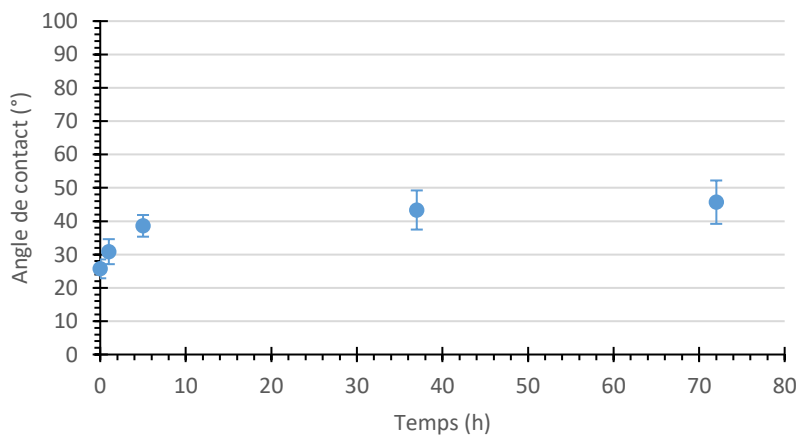


Figure 11 : Graphique de l'évolution de l'angle de contact moyen à 0, 1, 5, 37 et 72h.

L'immersion dans l'eau du couple bitume-verre conduit à une rétractation de la goutte de bitume. Ce retrait est cependant moins fort que pour le premier démouillage. Après 3 jours dans l'eau à 70°C, les valeurs des angles de contact sont comprises entre 40 et 50°, alors que lors des essais de 1^{er} démouillages (les essais de cette partie ou les précédents) les angles pouvaient dépasser 93°. Ceci montre une bonne adhésion du bitume sur le substrat en présence d'eau même à des températures très élevés.

Ce résultat permet d'expliquer les baisses de module réversibles vues en début de mûrissement du groupe A lors des reprises hydriques non contrôlées dans l'enceinte climatique (Chapitre 3). La réintroduction d'eau dans le système, par exemple sous forme de pluie sur la route, sera accompagnée d'une légère baisse de la qualité des contacts liant-granulat qui induira une baisse de module. Les angles de contact n'ont pas beaucoup ré-augmenté, ce qui expliquerait la réversibilité de la perte de module et sa reprise rapide juste après l'évacuation du surplus d'eau. Ceci pourrait aussi expliquer en partie pourquoi le module ne baisse pas significativement lors d'un passage de 35 °C-20 %HR à 10 °C-80 %HR.

III.3. Influence de la minéralogie

Les essais présentés précédemment ont été réalisés sur des lames de verre utilisées pour la microscopie. Il a été décidé, en complément de cette première étape, d'étudier la mouillabilité du bitume sur des substrats réels tout en garantissant une planéité et une rugosité faible des surfaces. Deux substrats différents (calcaire et quartzite) ont été soumis aux essais de mouillabilité.

Les granulats (10/14) des roches sont lavés, séchés et enrobés dans une résine de type époxy puis polis dans les mêmes conditions selon les étapes fournies en Tableau 6. Les granulats sont ensuite individualisés par découpe à la scie tel que montré en Figure 12.

Tableau 6 : Etapes de polissage utilisées (Cantot 2019).

	Draps utilisé	Lubrifiant	Durée de polissage (min)	Vitesse de rotation (rpm)
Prépolissage	MD Piano 220	Eau	8	250
	MD Piano 1200	Eau	8	200
	MD Piano 4000	Eau	8	200
Polissage	MD Dac	Suspension diamantée 6 µm	6	150
	MD Dac	Suspension diamantée 3 µm	6	150
	MA Nat	Suspension diamantée ¼ µm	2	100

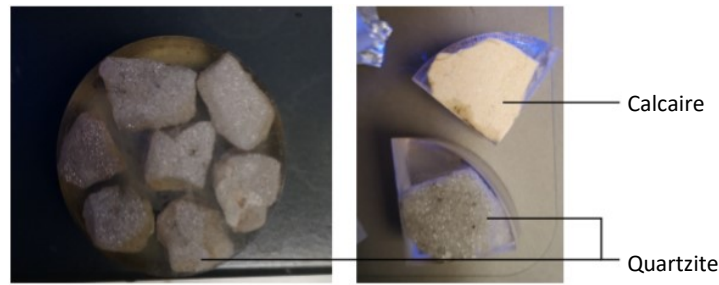


Figure 12 : Enrobage des granulats puis découpe.

Le protocole d'essai au tensiomètre est similaire à ceux présentés plus haut. Ces informations sont regroupées dans le Tableau 7.

Tableau 7 : Etapes suivies pour tester la minéralogie.

Etape	1 : Dépôt (à l'air)	2 : Démouillage (dans l'eau)	3 : Mouillage (à l'air)
Température	Chambre de dosage : 120 °C Chambre émulsion : 40 °C	Eau : 70 °C	Température de consigne (eau dans la double paroi) : 70 °C
Temps	2h	4 min – 3h	1 – 3j

La Figure 13 illustre les résultats de l'évolution du mouillage (étape 3) et le Tableau 8 résume les valeurs de θ_s et de τ obtenus.

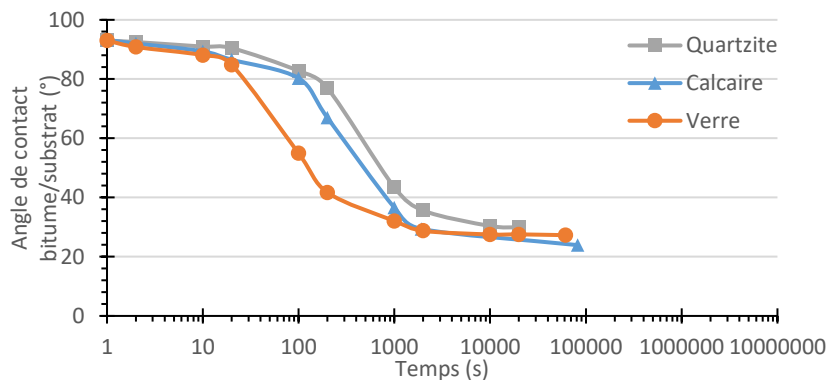


Figure 13 : Evolution de l'angle de contact bitume-substrat dans le temps pour trois substrats différents.

Tableau 8 : Valeurs de θ_s et τ calculés pour les trois substrats testés.

Substrat	θ_s (°)	τ (s)
Calcaire	27,0	441
Quartzite	30,8	644
Verre (lame)	28,7	119

Selon la minéralogie du substrat, l'angle de contact final théorique est compris entre 27,0° pour le granulat calcaire et 30,8° pour le granulat quartzite. Le résultat avec la lame de verre s'intercale entre ces deux valeurs qui restent tout de même très proches. Il a d'ailleurs été vu que les angles mesurés expérimentalement sur une même goutte peuvent être éloignés de quelques degrés (Figure 10) ; ici la

différence entre les extrema de θ_s peut donc être négligée. (Cantot 2019) a montré que les surfaces résiduelles d'échantillons immergés dans l'eau à 70 °C dépendent de la minéralogie. Dans le cas de nos essais, c'est le mouillage à l'air de liant sur le substrat après démouillage à l'eau qui a été étudié alors que le travail de (Cantot 2019) portait sur le démouillage à l'eau. Par conséquent la minéralogie aurait une influence sur les contacts dans l'eau et un effet moindre pour le phénomène de ré-étalement du bitume dans l'air.

De plus les temps de mouillage τ sont plus importants sur les granulats polis que sur la lame de verre. Ceci peut être expliqué par l'état de surface des matériaux. La lame de verre est un objet extrêmement lisse. L'épreuve de polissage permet de réduire la rugosité des surfaces mais n'affecte pas l'état de porosité et les éventuelles aspérités qui pourraient ralentir l'étalement de la goutte de bitume.

IV. Relation entre le temps d'étalement de la goutte sur le substrat et la viscosité du liant

Cette partie se concentre sur l'étape de mouillage du bitume sur le verre (étape n°3) en fonction de la température environnante. La viscosité du bitume, qui dépend de la température, est ici corrélée avec la cinétique de mouillage (τ).

IV.1. Protocole d'essai de mesure de la viscosité

Le protocole des essais réalisés est différent de celui présenté en Chapitre 2. La géométrie utilisée est de type cône-plan de 50mm de diamètre. Les échantillons sont sollicités à 10 Pa sur une gamme fréquentielle de 0.1 à 80 Hz (8 fréquences) et une plage de températures allant de 90 à 20 °C par pas de 10°C.

IV.2. Résultats

IV.2.1. Extrapolation de la viscosité à 0 Hz

La Figure 14 présente l'évolution de la viscosité du liant 160/220 utilisé pour les essais précédents en fonction de la fréquence pour les 8 températures étudiées. Les évolutions sont modélisées par des polynômes d'ordre 5 permettant leur extrapolation à 0 Hz. L'extrapolation de ces courbes à 0 Hz permet ensuite de déterminer la viscosité du bitume à taux de cisaillement nul. A noter que les allures générales des courbes modélisées sont loin de celles des courbes expérimentales, sauf aux fréquences basses, ce qui permet une bonne approche des valeurs réelles à 0 Hz.

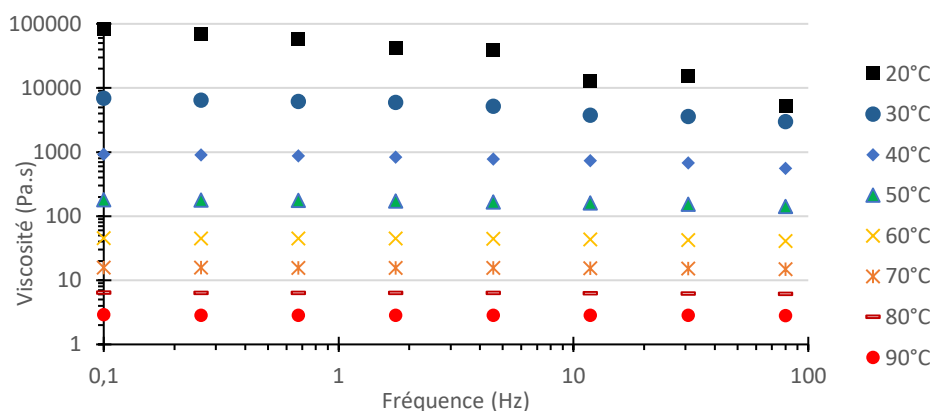


Figure 14 : Courbes viscosité vs fréquence pour une plage de température de 20 à 90 °C.

Les données obtenues figurent dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Valeurs obtenues avec l'extrapolation à 0 Hz.

Température (°C)	20	30	40	50	60	70	80	90
Viscosité (Pa.s), extrapolation des essais expérimentaux entre 20 et 90 °C	83881,0	6788,7	928,2	181,2	45,5	15,8	6,4	2,9

IV.2.2. Relations entre la viscosité, la température et le temps de fin de mouillage

Dans un deuxième temps, la courbe isochrone de la viscosité estimée à 0 Hz en fonction de la température est tracée (Figure 15). Le fait de choisir une fréquence nulle traduit l'écoulement du bitume à différentes températures sous chargement statique. Cette représentation confirme la susceptibilité thermique du bitume.

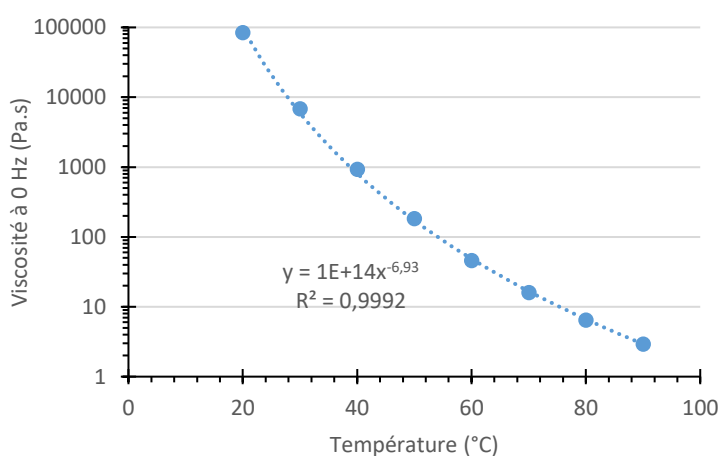


Figure 15 : Courbe isochrone obtenue pour la plage de températures comprise entre 20 et 90°C.

L'équation simulant la viscosité à 0 Hz en fonction de la température est alors donnée par :

$$\eta = 1.10^{14} \times T^{-6,93} \quad \text{(Equation 6)}$$

Avec η la viscosité (Pa.s) et T la température (°C). Les résultats de viscosité extrapolés des essais et calculés en utilisant l'équation 7 sont résumés dans le Tableau 10.

Tableau 10 : Résultats des viscosités extrapolées des essais et calculés avec l'équation 7.

Température (°C)	20	30	40	50	60	70	80	90	
Viscosité (Pa.s)	Calculs avec l'Equation 7	98481,8	5929,8	807,6	172,0	48,6	16,7	6,6	2,9
	Extrapolation des essais expérimentaux entre 20 et 90 °C	83881,0	6788,7	928,2	181,2	45,5	15,8	6,4	2,9
Ecart types entre les 2 résultats (Pa.s)	10324,3	607,3	85,3	6,5	2,2	0,6	0,1	0,01	

En reliant pour chaque température les données de τ obtenues lors des essais de mouillabilité, et des viscosités calculées dans la sous-partie précédente, il est possible de tracer la droite reliant τ et la viscosité (Figure 16).

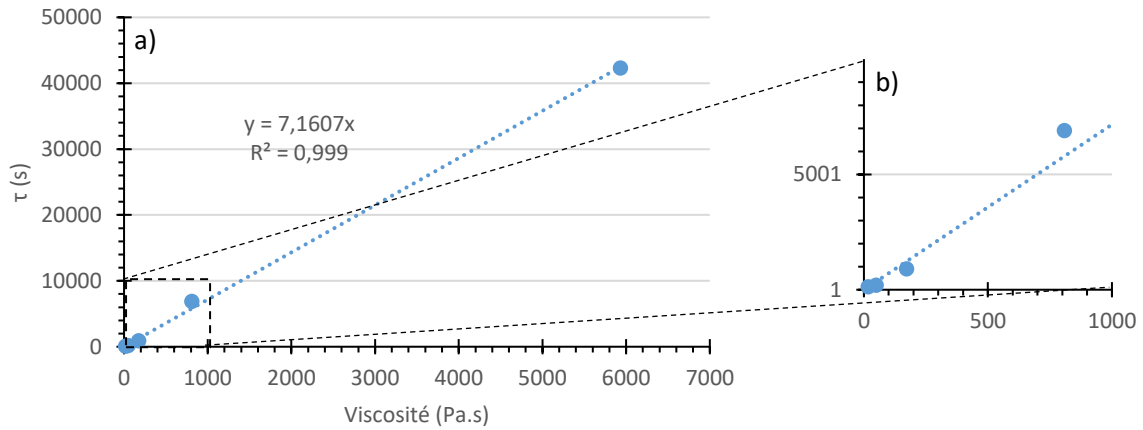


Figure 16 : τ en fonction de la viscosité calculée. a) Totalité des points, b) Zoom en partie basse gauche du graphique (a).

L'équation reliant τ et la viscosité pour le bitume étudié est la suivante :

$$\tau = 7,1607 \times \eta \quad \text{(Equation 7)}$$

IV.2.3. Temps de fin de mouillage théoriques

Les temps de fin de mouillage théoriques dans l'enrobé sont calculés de la façon suivante : la viscosité est calculée à partir de la relation 6 en fixant T à 10 ou 35 °C (en accord avec les paramètres de mûrissement utilisés dans les chapitres précédents). L'équation 7 permet ensuite d'en déduire τ . Finalement τ illustrant le temps de demi-vie du mouillage, il est multiplié par deux pour obtenir l'ordre grandeur du temps de mouillage.

Le Tableau 11 présente les résultats obtenus. Théoriquement, la fin du mouillage aurait lieu après plus de 5 années pour un mûrissement à une température de 10 °C et en 8 heures pour un mûrissement à 35 °C.

Tableau 11 : Temps de fin de mouillages calculés pour le bitume 160/220.

Température de mûrissement (°C)	Viscosité estimée à 0 Hz (Pa.s)	τ (s)	Temps de fin de mouillage ($2 * \tau$) (s)	Temps de fin de mouillage (h)	Temps de fin de mouillage (j)	Temps de fin de mouillage (année)
10	$12 \cdot 10^6$	$8600 \cdot 10^4$	$17200 \cdot 10^4$	$48 \cdot 10^3$	1991	5,5
35	2038	$1,5 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^4$	8,1	0,3	-

IV.2.4. Parallèle avec l'enrobé GE

Pour pouvoir comparer les temps de fin de mouillage théoriques au comportement des enrobés étudiés pendant la thèse, ce processus (obtention des valeurs de viscosité à 0 Hz et obtention de l'équation reliant viscosité et température) est finalement reproduit avec le bitume extrait d'un échantillon à temps initial de mûrissement. En particulier, le liant extrait de l'échantillon à t_0 du groupe B (un des enrobés mûris en laboratoire utilisés dans le reste de l'étude) est étudié. Le groupe A à l'état initial n'est pas testé car il est jugé équivalent au groupe B. La courbe de viscosité en fonction de la température obtenue par l'extrapolation des valeurs viscosité/fréquence est montrée en Figure 17. Les viscosités à 0 Hz sont ici plus élevées que celles du bitume 160/220 car le liant utilisé pour le mélange du groupe B est de grade plus dur (70/100).

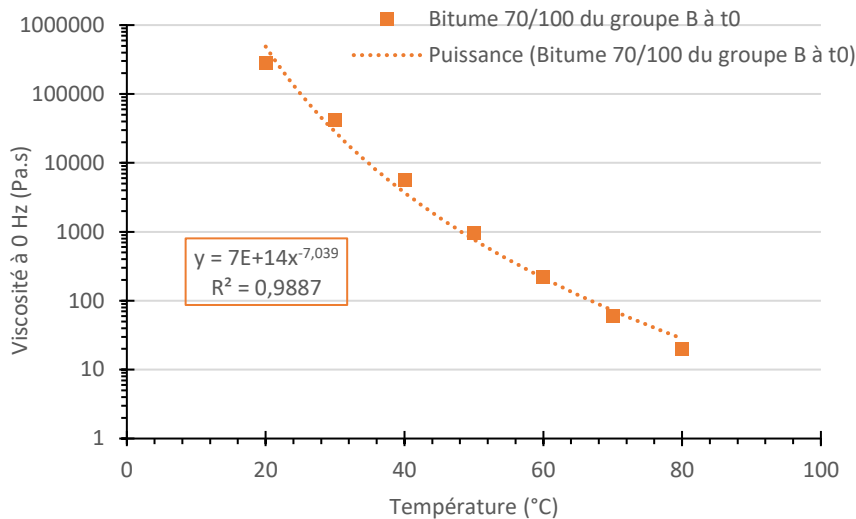


Figure 17 : Viscosité extrapolée à 0 Hz en fonction de la température.

Cette fois-ci, l'équation obtenue est la suivante :

$$\eta = 7.10^{14} \times T^{-7,039} \quad \text{(Equation 8)}$$

Toute la démarche de détermination du temps de fin de mouillage dans cette partie est basée sur un bitume de grade 160/220. Dans le reste de l'étude, le bitume utilisé pour les mélanges mûris en laboratoire (hors matériaux récupérés sur chantier) est de grade 70/100. Il est supposé que l'équation 8, liée seulement à la viscosité du liant, s'applique à tous les types de bitumes, quel que soit leur grade. Ceci permet donc l'utilisation de l'équation 8 dans la suite de ces calculs.

Les résultats pour le bitume extrait du groupe B sont résumés dans le Tableau 12.

Tableau 12 : Temps de fin de mouillages calculés pour le liant extrait d'un échantillon du groupe B au temps initial de mûrissement.

Groupe	Température (condition de mûrissement) (°C)	Viscosité à 0 Hz (Pa.s)	τ (s)	Temps de fin de mouillage ($2 * \tau$) (s)	Temps de fin de mouillage (h)	Temps de fin de mouillage (j)	Temps de fin de mouillage (année)
Bitume 70/100 extrait de B à t0	10	64.10^6	459.10^6	919.10^6	255.10^3	11.10^3	29,1
	35	9484	68.10^3	136.10^3	37,7	1,6	

Les ordres de grandeurs de temps de fin de mouillage calculés ici sont plus élevés que ceux obtenus pour le bitume 160/220 car le liant extrait est de base de grade 70/100. Il est donc plus dur et plus visqueux, ce qui limite ses mouvements et donc son étalement sur le granulat dans les mêmes conditions de mûrissement à 10 ou 35°C.

A 10 °C, la viscosité est telle que le temps d'étalement du bitume sur le granulat pourrait atteindre presque 30 ans pour arriver à un état d'équilibre alors qu'à 35 °C 2 jours suffiraient.

Ces ordres de grandeurs apparaissent cohérents avec le comportement des enrobés (groupes A et B). En effet, une augmentation rapide du module en début de phase 35 °C – 20 %HR pourrait en partie être expliquée par un mouillage rapide du bitume sur le granulat. A l'inverse, un temps d'étalement extrêmement long c'est-à-dire de plusieurs années (29 ans pour une température de mûrissement de 10°C) conduirait à une évolution plus lente du module (voire une stagnation pour une échelle de temps

de quelques mois), ce qui a été remarqué sur les mélanges A et B en conditions 10 °C- -80 %HR (Chapitre 3). Ceci pourrait d’ailleurs expliquer les résultats de (Lambert 2018) qui explique que l’hygrométrie a une influence sur la cinétique du mûrissement, mais pas sur la valeur finale du module de l’enrobé.

Cependant, il faut noter qu’en début de mûrissement, les éprouvettes présentent une teneur en eau non nulles. La présence d’eau pourrait retarder le mouillage du liant à la surface des granulats et induire des temps d’étalements plus longs, d’où l’augmentation graduelle du module pendant les 2 premiers mois de mûrissement et la corrélation eau-module vue en Chapitre 3 (partie *Evolution du pseudo-module oedométrique avec la teneur en eau*). De plus, l’enrobé présente une compacité d’environ 90%. Cette compacité doit également limiter le mouvement du bitume dans la microstructure.

Finalement, un temps de fin de mouillage relativement court (moins de 2 jours à 35 °C, Tableau 12) permettrait un ré-étalement du bitume relativement rapide. A l’échelle des éprouvettes, ce ré-étalement rapide se traduirait par un retrait géométrique (perte de hauteur, comme vu en Chapitre 3) survenant peu de temps après les pertes en eau aux conditions 35 °C – 20 %HR. A l’inverse en conditions 10 °C et 80 %HR, le temps de ré-étalement vu en Tableau 12 est beaucoup plus long (plusieurs années), ce qui aurait pour conséquence une rétractation des éprouvettes beaucoup plus lente à 10 °C – 80 %HR.

Bilan

Ce chapitre présente une interprétation visant à mieux comprendre l’influence de l’eau sur les contacts liant-granulat dans le temps.

La première partie de ce chapitre consistait en l’exposition de l’hypothèse liant les propriétés géométriques de l’enrobé à ses propriétés mécaniques.

Pour rappel, le Tableau 13 (issu du Chapitre 3) donne les réactions en hauteur et en teneur en eau des éprouvettes sous les différents paramètres de mûrissement utilisés.

Tableau 13 : Récapitulatif des effets de conditions climatiques sur l’eau et la hauteur des éprouvettes.

Conditions dans l’enceinte climatique	35 °C – 20 %HR	10 °C – 80 %HR
Evolution de l’eau	séchage	humidité résiduelle/reprise hydrique
Evolution de la hauteur	rétractation	tendance à la stagnation

La Figure 18 résumé les conséquences d’un séchage et d’une reprise en eau dans l’enrobé GE.

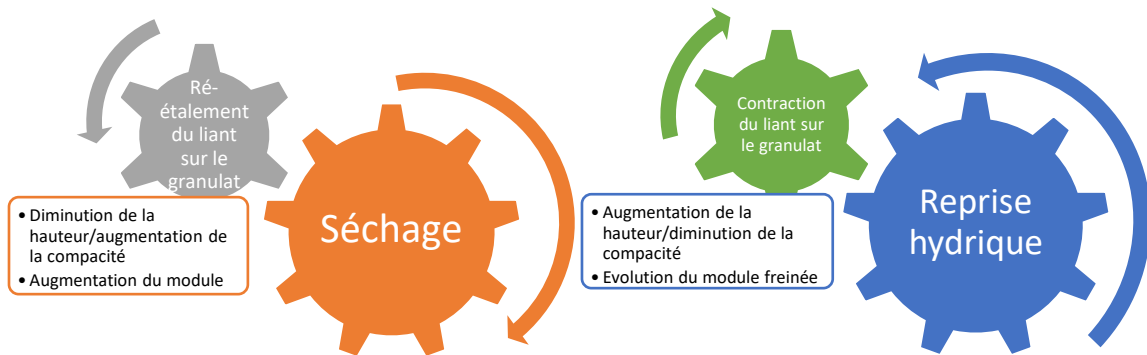


Figure 18 : Schématisation des mécanismes de séchage et de reprise hydrique ainsi que les conséquences sur l'enrobé.

Dans un second temps une étude de la mouillabilité à partir de systèmes modèles liant/substrat a été réalisée dans différentes conditions hydrique et de température. Les résultats montrent que la température de mûrissement a un impact sur la cinétique de mouillage mais n'influence pas l'angle de contact à l'équilibre pour un système modèle liant/substrat donnée. De plus après une nouvelle introduction d'eau dans le système pour simuler un épisode pluvieux, la goutte de bitume se rétracte moins (Figure 10 et Figure 11). Cela pourrait expliquer les évolutions des modules parfois observées sur les mélanges pendant une remontée forte d'humidité puis un séchage (Chapitre 3). Finalement, les ordres de grandeur de temps de fin de mouillage calculés (quelques heures à 35 °C à plusieurs années à 10 °C) paraissent logiques avec les évolutions de module des mélanges. Ceci pourrait d'ailleurs apporter un éclairage sur le fait que même une fois la GE sèche, le module continue d'évoluer (Serfass et al. 2010) : la réorganisation du liant sur le granulat après départ de l'eau pourrait se poursuivre pendant plusieurs années ; le module pourrait alors continuer à évoluer jusqu'à la stabilisation de la structure.

Le système simplifié bitume-verre-eau a permis de mieux comprendre l'influence de l'eau et de la température de conditionnement dans l'évolution des contacts liant-granulat et par extension dans l'évolution du mélange. La température influence surtout la vitesse d'étalement du bitume sur le granulat et donc la cinétique de rigidification du mélange, tandis que l'humidité influencerait surtout sur la forme des contacts liant-granulat et donc sur la rigidité du mélange. Il faut cependant faire attention et ne pas généraliser au comportement des enrobés car le système étudié dans ce chapitre est ici simplifié : conditions de planéité et faible rugosité, système libre non contraint comme dans une matrice granulaire de type mastic. En effet la démarche vise à obtenir un ordre de grandeur des cinétiques lié au mécanisme d'étalement du bitume sur le substrat. Une question demeure de plus concernant l'influence de l'état de l'eau : après compactage, il reste très peu d'eau dans les éprouvettes, même en conditions humides ; l'évolution du mélange et des contacts liant-granulat ne seraient-ils dont pas plutôt régis par l'eau sous forme de gaz ?

D'autres mécanismes entrent en jeu dans le mûrissement d'un mélange granulaire traité à l'émulsion de bitume : l'un d'eux est le vieillissement du liant, qui est étudié dans le Chapitre 6.

Références

- Cantot, J. 2019. « Contribution à l'étude de la tenue à l'eau des enrobés : Approche expérimentale multi échelle en laboratoire, d'un système modèle aux mélanges compactés ». Thèse de doctorat, Nantes: Ecole Centrale de Nantes.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Serfass, J-P., X. Carbonneau, F. Delfosse, et J-P. Triquigneaux. 2010. « Comportement et évaluation de graves-émulsion ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 889.

Table des illustrations

Figure 1 : Le pont de bitume peut être assimilé à un prisme.....	180
Figure 2 : Allongement/rétrécissement du pont de bitume avec l'eau.	181
Figure 3 : Schématisation du principe des essais possibles.	182
Figure 4 : Exemple de courbes expérimentale et théorique pour un essai de mouillage à 50 °C. L'état initial est ramené à 93°	184
Figure 5 : Distribution des valeurs d'angle de contact bitume-verre à chaque relevé de temps.	185
Figure 6 : Valeurs de θ_s et τ pour les 4 essais.	185
Figure 7 : Cellule de mesure thermo-régulée (remplie d'eau ici).	186
Figure 8: Angle de contact en fonction du temps, pour différentes températures de mouillage.	186
Figure 9 : Constante de temps τ liée à la cinétique de mouillage en fonction de la température d'essai.	187
Figure 10 : Evolution de la goutte et de l'angle de contact à 0, 1, 5, 37 et 72h. Les angles mesurés valent : a) 23.7 et 27.7°, b) 33.5 et 28.2°, c) 40.9 et 36.3°, d) 47.5 et 39.2°, e) 50.3 et 41,1°.	188
Figure 11 : Graphique de l'évolution de l'angle de contact moyen à 0, 1, 5, 37 et 72h.....	188
Figure 12 : Enrobage des granulats puis découpe.....	190
Figure 13 : Evolution de l'angle de contact bitume-substrat dans le temps pour trois substrats différents.	190
Figure 14 : Courbes viscosité vs fréquence pour une plage de température de 20 à 90 °C.	191
Figure 15 : Courbe isochrone obtenue pour la plage de températures comprise entre 20 et 90°C... ..	192
Figure 16 : τ en fonction de la viscosité calculée. a) Totalité des points, b) Zoom en partie basse gauche du graphique (a).....	193
Figure 17 : Viscosité extrapolée à 0 Hz en fonction de la température.	194
Figure 18 : Schématisation des mécanismes de séchage et de reprise hydrique ainsi que les conséquences sur l'enrobé.....	196

Liste des tableaux

Tableau 1 : Etapes d'essais.	183
Tableau 2 : Conditions des essais de répétabilité.	184
Tableau 3 : Essais réalisés à différentes températures de mouillage.	186
Tableau 4 : Angles finaux et temps de demi-vie obtenus des essais à différentes températures de mouillage.....	187
Tableau 5 : Etapes suivies durant l'essai de plusieurs cycles de démouillages.....	188
Tableau 6 : Etapes de polissage utilisées (Cantot 2019).	189
Tableau 7 : Etapes suivies pour tester la minéralogie.....	190
Tableau 8 : Valeurs de θ_s et τ calculés pour les trois substrats testés.....	190

Chapitre 5 : Evaluation de la cinétique de mouillage liant-granulat

Tableau 9 : Valeurs obtenues avec l'extrapolation à 0 Hz.....	192
Tableau 10 : Résultats des viscosités extrapolées des essais et calculés avec l'équation 7.	192
Tableau 11 : Temps de fin de mouillages calculés pour le bitume 160/220.	193
Tableau 12 : Temps de fin de mouillages calculés pour le liant extrait d'un échantillon du groupe B au temps initial de mûrissement.....	194
Tableau 13 : Récapitulatif des effets de conditions climatiques sur l'eau et la hauteur des éprouvettes.	195

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

La vraie science est une ignorance qui se sait.
Michel de Montaigne

Contenu

Introduction.....	202
I. Evaluation des indices d'oxydation carbonyle (CO) et sulfoxyde (SO) des liants extraits des mélanges	202
I.1. Eprovettes mûries en laboratoire	202
I.2. Eprovettes carottées sur le démonstrateur à l'échelle 1	204
II. Rhéologie du liant.....	207
II.1. Eprovettes mûries en laboratoire	207
II.1.1. Evolution de la rhéologie avec le temps de mûrissement	207
II.1.2. Représentation dans l'espace de Black	214
II.2. Eprovettes carottées sur le démonstrateur à l'échelle 1	217
II.2.1. Evolution de la rhéologie des liants extraits avec le temps de mûrissement sur site.....	217
II.2.2. Représentation dans les espaces de Black et Cole-Cole	219
II.2.3. Comparaison des évolutions liant-enrobé	220
Bilan.....	221
Références.....	222
Table des illustrations.....	222
Liste des tableaux.....	224

Introduction

En tant que constituant de l'enrobé, le liant occupe *a priori* une part importante dans l'évolution du comportement d'une GE dans le temps (comportement thermo-dépendant (Lambert 2018), ou encore rigidification de l'enrobé parallèlement à celle du liant (Serfass et al. 2010)). Il est donc nécessaire de l'étudier afin d'identifier les mécanismes physico-chimiques entrant en jeu pendant le mûrissement et de comprendre les conséquences sur les propriétés du mélange.

Dans ce chapitre, les niveaux d'oxydation de liants extraits d'enrobés GE sont mesurés. Ensuite l'évolution des propriétés rhéologiques des liants extraits de GE est caractérisée à l'aide des modules de cisaillement et des angles de phase en fonction du temps de mûrissement.

Pour rappel et contrairement aux suivis des mélanges par essais œdométriques et évaluation du pourcentage en vide notamment (Chapitre 3), l'extraction du liant d'un mélange est un procédé destructif. Dans ce chapitre, les évolutions sont donc obtenues sur des éprouvettes différentes à chaque fois.

Pour information, l'influence du procédé de récupération sur les propriétés du matériau est analysée en annexe 1.6.

Les différentes dénominations en fonction du type de matériau et de mûrissement sont rappelées en Figure 1, issue du Chapitre 2.

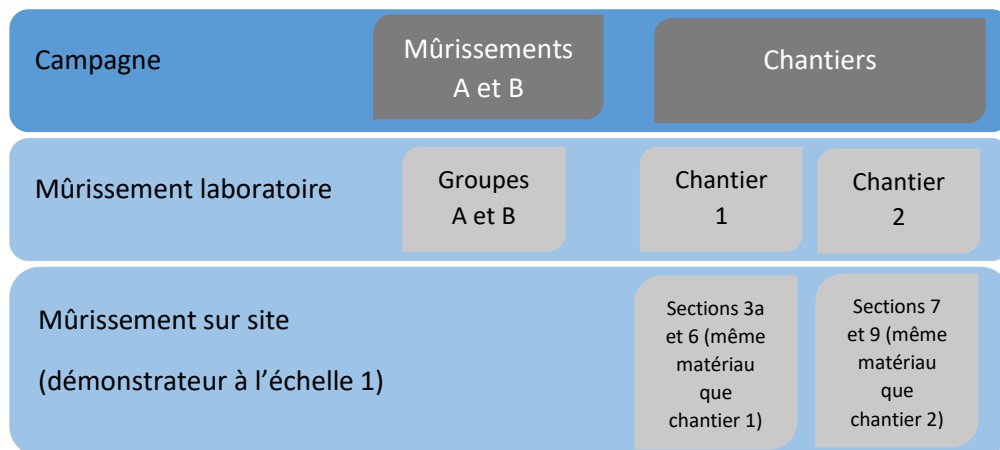


Figure 1 : Schématisation des différentes dénominations utilisées dans ce mémoire de thèse.

I. Evaluation des indices d'oxydation carbonyle (CO) et sulfoxyde (SO) des liants extraits des mélanges

Les indices carbonyle (CO) et sulfoxyde (SO) permettent de quantifier le niveau d'oxydation du liant extrait. Ils sont mesurés à l'aide d'un spectromètre infra-rouge à transformée de Fourier selon le protocole détaillé dans le Chapitre 2.

I.1. Eprouvettes mûries en laboratoire

Les évolutions des indices CO et SO des éprouvettes des campagnes « Mûrissements A et B » (groupes A et B) et « Chantiers » (chantier 1 et 2) au cours du mûrissement en enceinte climatique sont présentés ici. Pour rappel, les éprouvettes des groupes A et B (campagne « Mûrissements A et B ») ont

été fabriquées en laboratoire (mélanges, compaction, etc...) alors que les mélanges des chantier 1 et chantier 2 (campagne « Chantiers ») ont été fabriqués en usine d'enrobage pour le démonstrateur à l'échelle 1 puis récupérés à l'état foisonné dans les vis du finisseur. Tous les mélanges ont été compactés en laboratoire dans des moules cylindriques de 120 mm de diamètre. La Figure 2 présente les évolutions des indices CO en fonction du temps de mûrissement pour les quatre lots d'échantillons tandis que la Figure 3 présente l'évolution des indices SO.

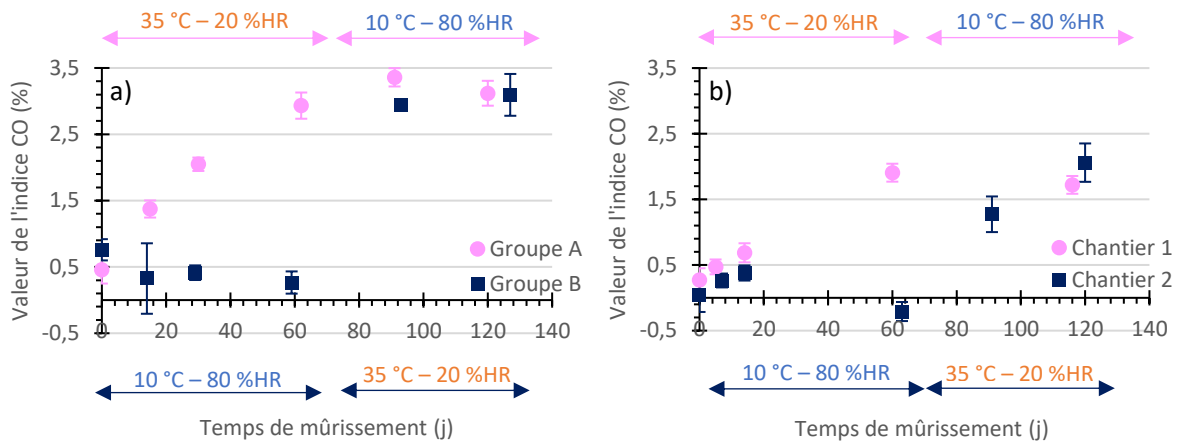


Figure 2 : Indices CO a) Groupes A et B, b) Chantiers 1 et 2. Les points sont obtenus en moyennant les 5 mesures réalisées (voir Chapitre 2) et les barres d'erreurs représentent les écarts type entre les 5 mesures pour chaque point.

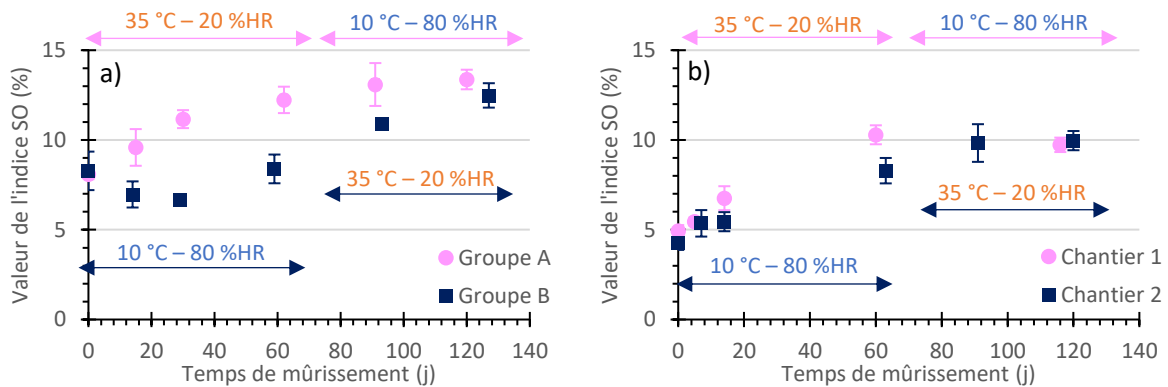


Figure 3 : Indices SO a) Groupes A et B, b) Chantiers 1 et 2. Les points sont obtenus en moyennant les 5 mesures réalisées (voir Chapitre 2) et les barres d'erreurs représentent les écarts type entre les 5 mesures pour chaque point.

Les valeurs de l'indice sulfoxyde (SO) évoluent plus rapidement que celles de l'indice carbonyle (CO) car les sulfures sont très réactifs et réagissent donc en premier (« A Review of the Fundamentals of Asphalt Oxidation » 2009) (sur les quatre mois : augmentation générale de plus de 5% pour l'indice SO, alors qu'inférieure à 3% pour l'indice CO).

Des tendances générales se dégagent des évolutions des indices CO et SO pour les quatre lots de liants extraits. Sous conditions à 35 °C-20 %HR, le liant s'oxyde (augmentation significative de la valeur des indices, augmentation supérieure à 1.6% pour l'indice CO et supérieure à 4% pour l'indice SO sauf chantier 2) alors qu'il est plutôt stable en conditions à 10 °C-80 %HR (stagnation des indices, sauf pour l'indice SO du chantier 2). Ces observations montrent, que le niveau d'oxydation des liants augmente avec la température d'étuvage et les conditions d'hygrométrie faible. Les données obtenues montrent de plus que les états finaux sont identiques à la fin du mûrissement en laboratoire pour les lots de

chacune des deux campagnes. Ceci montre qu'à notre échelle de temps de 4 mois en laboratoire dans des conditions maîtrisées, l'ordre des traitements thermo-hydriques utilisés 2 mois « chaud et sec » puis 2 mois « froid et humide » ou inversement appliqués à des graves-émulsions après fabrication en laboratoire et en usine puis compactage ne semble pas avoir d'impact sur l'oxydation du liant. En revanche c'est bien durant le traitement à 35°C – 20%HR que le phénomène d'oxydation se produit.

L'évolution de l'indice SO du chantier 2 est différente des autres. En effet l'indice augmente tout le long du mûrissement, même en conditions 10°C – 80 %HR. Le bitume de ce mélange est différent de celui du chantier 1, ce qui pourrait justifier cette différence.

Pour information, des analyses calorimétriques ont été réalisées sur les liants extraits des groupes A et B. La température de transition vitreuse (T_g) et la teneur en fraction cristallisable (FC) ont été mesurées tout le long du mûrissement. Aucune évolution significative n'a été remarquée pour ces deux paramètres, les diagrammes correspondants figurent donc en annexe 6.4. La littérature montre que la teneur en fraction cristallisable augmente avec le vieillissement (Le Guern et al. 2010). Le fait que ce ne soit pas visible ici montre que le vieillissement du liant est encore très faible.

1.2. Eprouvettes carottées sur le démonstrateur à l'échelle 1

En parallèle de cette approche de mûrissement en laboratoire, les niveaux d'oxydation des mélanges mis en œuvre et mûris sur le démonstrateur à l'échelle 1 ont été déterminés. Les résultats sont présentés sur la Figure 5. Ils montrent les résultats obtenus pour les sections 3a et 6 (Figure 5-a) puis les sections 7 et 9 (Figure 5-b). Pour rappel, les structures des sections sont visibles sur la Figure 4 . Les points nommés « matériau non recouvert » désignent des matériaux GE récupérés du démonstrateur sans distinction de section avant recouvrement par une couche de surface.

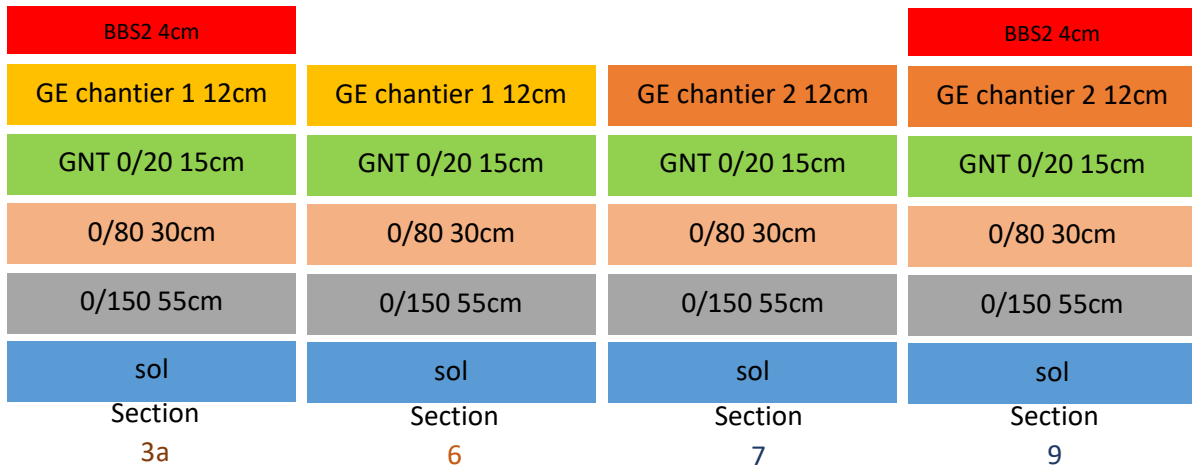


Figure 4 : Schématisation des sections étudiées dans cette partie.

Aux temps étudiés (au bout de 127 jours pour les sections 3a et 6 et 224 pour les sections 7 et 9), les indices CO atteints sont similaires pour les sections 3a et 6 d'une part (2.4 et 2.7% respectivement), et 7 et 9 d'autre part (1.4 et 1.2% respectivement). La couche de surface n'a donc, pour le moment, pas d'incidence sur l'oxydation des matériaux.

Les oxydations obtenues sont par ailleurs différentes entre les deux chantiers (autour de 2.5% pour le chantier 1 –sections 3a et 6- et 1.3% pour le chantier 2 –sections 7 et 9-). Aucune explication précise ne peut être donnée pour justifier cette différence. Il peut être simplement rappelé que les bitumes

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

ne sont pas les mêmes et que la teneur en liant et la compacité sont très différentes sur les deux chantiers.

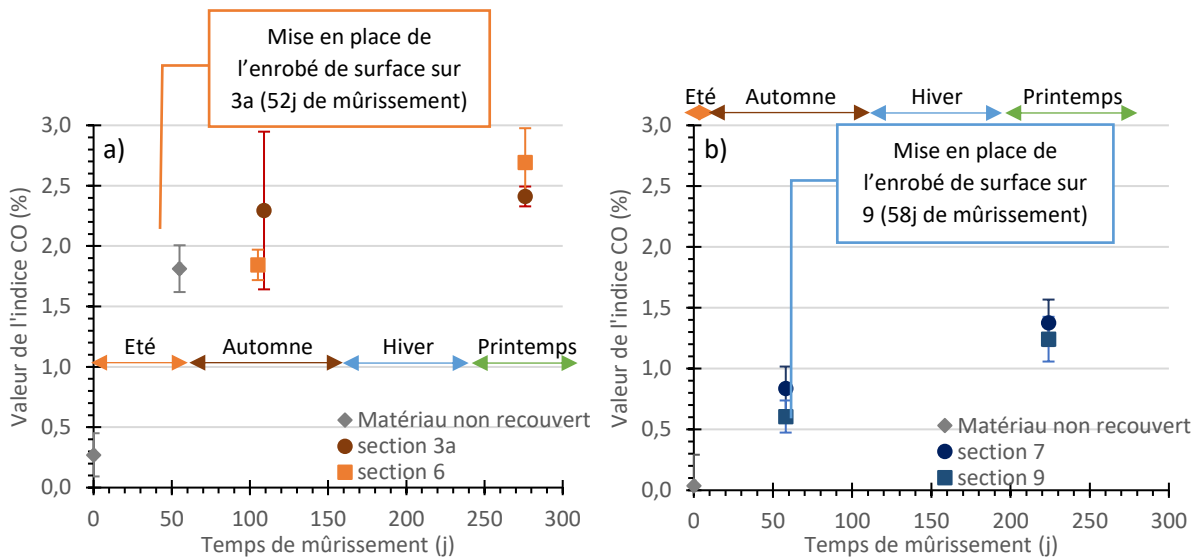


Figure 5 : Evolutions des indices CO des éprouvettes carottées sur chantier. a) Chantier 1 grave-émulsion mise en œuvre le 17 juillet 2020, b) Chantier 2 grave-émulsion mise en œuvre le 7 septembre 2020. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les 5 échantillons testés pour chaque temps de mûrissement étudié.

La Figure 6 illustre les évolutions d'indices SO des éprouvettes carottées sur les sections 3a et 6 (chantier 1, Figure 6-a) puis les sections 7 et 9 (chantier 2, Figure 6-b) dans le temps. Les indices SO des quatre sections augmentent tout le long du mûrissement. Au bout de 276 jours de mûrissement, les indices SO des sections 3a et 6 atteignent 11.6 et 13.1% respectivement. Les indices des sections 7 et 9 atteignent 10.3 et 9.8%. Les conclusions à donner sont les mêmes que pour la Figure 5 : les valeurs d'oxydation finales des sections sont comparables pour chaque chantier, et les sections 3a et 6 s'oxydent plus rapidement que les sections 7 et 9.

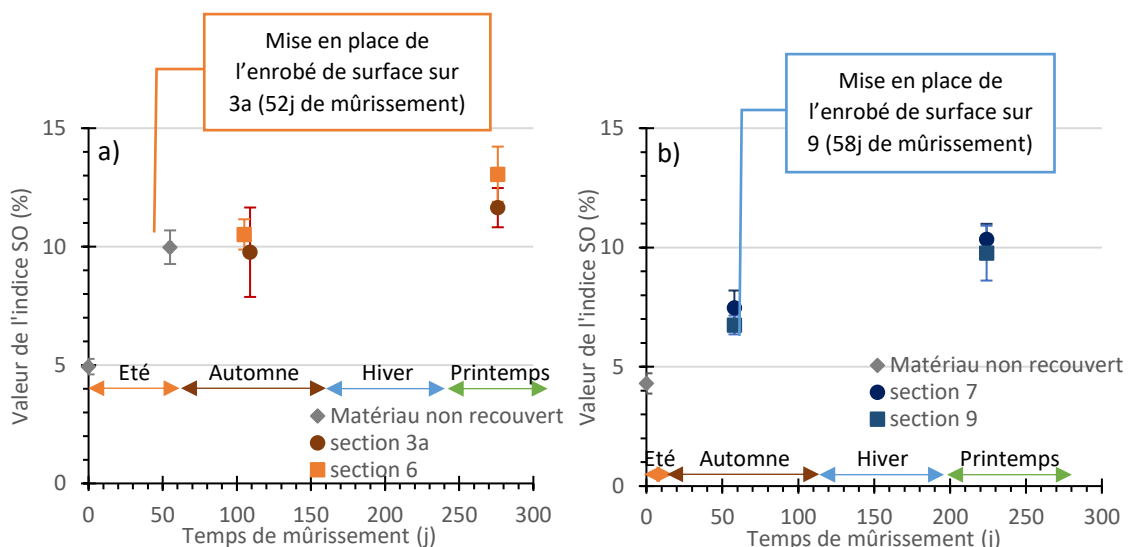


Figure 6 : Evolutions des indices SO des éprouvettes carottées sur chantier. a) Chantier 1 grave-émulsion mise en œuvre le 17 juillet 2020, b) Chantier 2 grave-émulsion mise en œuvre le 7 septembre 2020. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les 5 échantillons testés pour chaque temps de mûrissement étudié.

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

Contrairement aux enrobés mûris en laboratoire qui ont tendance à moins s'oxyder à 10 °C et 80 %HR, les matériaux issus du démonstrateur semblent s'oxyder depuis leur mise en œuvre tout le long du mûrissement sur site. La Figure 7 est un rappel du Chapitre 3, montrant la répartition des températures observées de juillet (mise en œuvre sections 1 à 6, chantier 1) à décembre 2020. L'oxydation des mélanges sur tout le long du mûrissement peut être expliquée par le fait que la température en milieu de couche de grave-émulsion est majoritairement au-dessus de 20°C avec de longues périodes au-dessus de 30°C. Or, il a été vu que le liant s'oxyde moins voire pas du tout quand soumis à une température basse (en l'occurrence 10 °C).

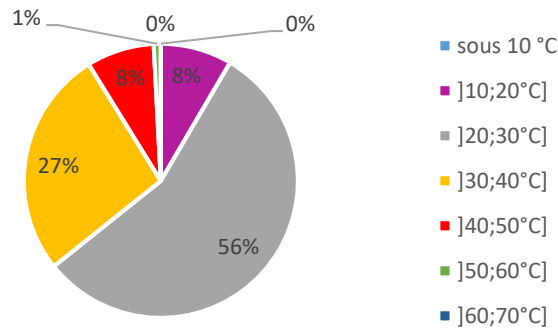


Figure 7 : Proportion de températures de juillet à décembre 2020, en milieu de couche de grave-émulsion (à 6 cm de profondeur), section 6.

En comparant les résultats des Figure 5 et Figure 6 (échantillons carottés) aux résultats obtenus des échantillons laboratoires (Figure 2-b et Figure 3-b) à des temps similaires (autour de 120 jours de mûrissement), le liant du chantier 1 s'est oxydé de manière équivalente entre les échantillons laboratoire et chantier (autour de 1.5% pour CO et 10% pour SO).

Les échantillons chantier du chantier 2 (sections 7 et 9) ne s'oxyde pas de manière équivalente aux échantillons laboratoire : malgré un indice SO équivalent entre chantier et laboratoire, l'indice CO mesuré sur chantier au bout de 224j n'atteint pas encore les valeurs observées en laboratoire au bout de 120j (2.1%). Pour l'indice CO, 224j *in situ* correspondrait à environ 1 mois à 35 °C – 20 %HR en enceinte climatique.

Il est pour l'instant difficile d'obtenir des informations sur l'influence des saisons sur l'oxydation de la GE, les temps étudiés sont trop courts et l'étude ne dispose pas d'assez de données. En particulier, il faudrait des données prises pendant l'hiver pour les comparer aux conditions à 10 °C-80 %HR en enceinte climatique et pouvoir juger de la pertinence de ces dernières.

Pour information, une étude sur le suivi de l'évolution des indices CO et SO de liant obtenu par séchage d'une émulsion sous différentes températures de conditionnement, et leur comparaison avec les évolutions d'indices de liants extraits de GE figure en annexe 1.4. Cette étude permet de quantifier les différences de cinétique d'oxydation en fonction de la température et du type de matériau (film d'émulsion séchée ou enrobé).

II. Rhéologie du liant

La rhéologie permet ici d'obtenir des informations sur la rigidité du liant (au travers de la norme du module complexe) et sa capacité à dissiper les contraintes (à travers l'angle de phase). Dans cette partie, les évolutions du module de cisaillement $|G^*|$ et de l'angle de phase δ à 20 °C et 10 Hz sont présentées et mises en parallèle avec les conditions de mûrissement.

II.1. Eprouvettes mûries en laboratoire

II.1.1. Evolution de la rhéologie avec le temps de mûrissement

II.1.1.1. Evolution du module de cisaillement

La Figure 8 présente les évolutions de module de cisaillement $|G^*|$ dans le temps, pour les quatre lots d'éprouvettes (groupes A, B, chantier 1 et chantier 2).

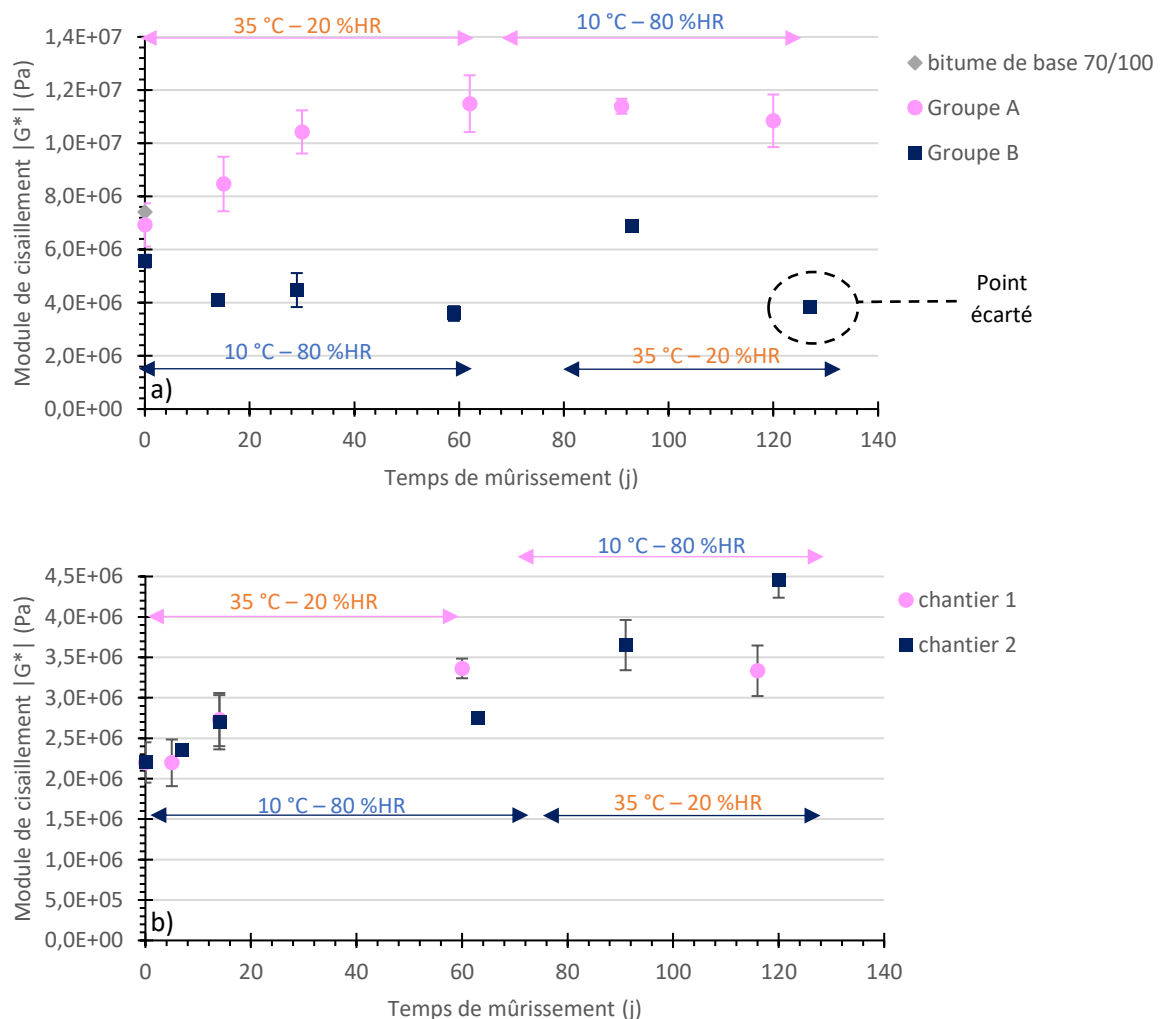


Figure 8 : Evolutions des modules de cisaillement des liants extraits des deux campagnes, essais à 20 °C et 10 Hz, a) « Mûrissements A et B », b) « Chantiers ». Les points sont obtenus en moyennant les valeurs des deux essais (voir Chapitre 2, deux essais pour deux géométries) et les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais.

Pour remarque, le point noté « bitume de base 70/100 » en Figure 8-a représente la valeur obtenue (7 MPa) pour le bitume utilisé pour les mélanges des groupes A et B. Le module mesuré est proche de

ceux des liants extraits des groupes A et B à l'état initial (0 jours de mûrissement, 7 et 6 MPa respectivement). Ceci montre que les étapes d'émulsification, de mélange avec le squelette granulaire et de lyophilisation/extraction ne semblent pas avoir d'impact sur la rhéologie du liant.

En outre, le dernier point du groupe B (127 ; $3,83.10^6$) pose question. Durant la période où le liant de ce point a été extrait, l'Asphalt Analysator rencontrait des problèmes techniques. Le liant aurait subi un traitement non conforme ce qui expliquerait pourquoi ce point est extrêmement écarté des autres. De plus une baisse aussi importante de module avec le temps n'a jamais été observée dans la littérature, à la connaissance des auteurs. En outre, en analyse infra-rouge aucune anomalie entre le liant à 0j, celui à 59j et celui à 127j n'est visible (apparition d'aucun pic supplémentaire), la possibilité de solvant résiduel n'est donc pas la cause de cette forte baisse de module (Figure 9). Dans la suite de ce chapitre, les données à 127 jours du lot d'éprouvettes B ne seront donc pas présentées.

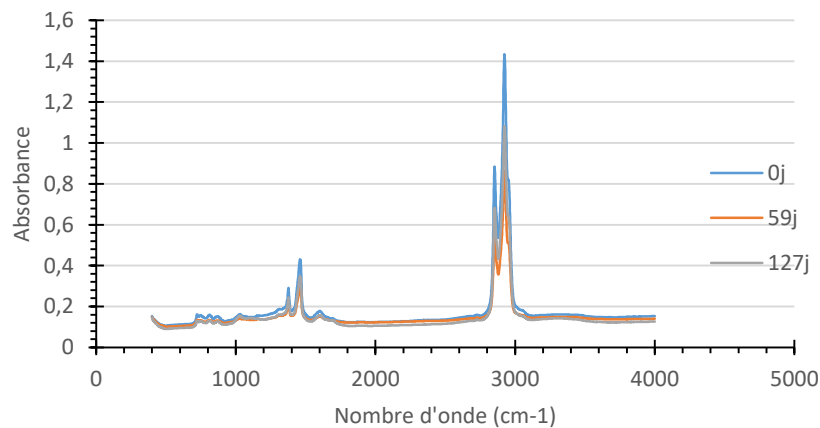


Figure 9 : Spectres IR des liants extraits du groupe B à 0, 59 et 127 jours de mûrissement.

Les niveaux de modules mesurés pour les deux campagnes (« Mûrissements A et B » et « Chantiers ») sont différents (Figure 8) : le bitume utilisé pour les mélanges des groupes A et B est un grade 70/100 tandis que celui des chantiers 1 et 2 est de grade 160/220, moins consistant. Il est donc cohérent d'obtenir des valeurs plus faibles pour les modules de cisaillement des chantiers 1 et 2.

Des tendances se dégagent en fonction des conditions en enceinte climatique.

Une phase 35 °C – 20 %HR amène une augmentation du module. En effet le module de cisaillement passe de 7 MPa (en début de mûrissement) à environ 12 MPa en bout de 2 mois pour les éprouvettes du groupe A. Les éprouvettes du groupe B débutent à 4 MPa (après 60 jours de mûrissement à 10°C) et atteignent 7 MPa un mois après (à 93j). Concernant les éprouvettes chantier, le chantier 1 gagne environ 1 MPa pendant les deux premiers mois, et le chantier 2 en gagne presque 2 sur les deux derniers mois de mûrissement.

Les conditions en phase 10 °C-80 %HR donnent des résultats plus difficiles à analyser. Pour juger de la différence ou non entre deux points, l'écart type σ entre les deux valeurs les plus éloignées obtenues sur les essais (2 essais par groupe, comme expliqué en Chapitre 2) au temps initial est calculé. Les points au temps initial des groupes A et B sont jugés similaires car les mélanges ont été faits avec le même bitume et dans des conditions identiques. Cet écart type est ensuite ajouté et soustrait à la valeur v du point considéré. Un point est jugé significativement différent du point considéré s'il n'est pas compris dans l'intervalle $[\sigma-v ; \sigma+v]$. Pour le groupe A et le chantier 1 dans les conditions égales à 10 °C – 80 %HR (deux derniers mois), les modules de cisaillement n'évoluent pas. En revanche, les données acquises à 10 °C – 80 %HR pour les échantillons du groupe B et du chantier 2 (deux premiers mois) sont jugés significativement différents. Le module de cisaillement du liant du groupe B semble

légèrement diminuer avec le temps et celui du chantier 2 augmenter légèrement (surtout sur le premier mois). Dans tous les cas, un traitement à 10 °C – 80 %HR amène soit une évolution du liant faible, soit pas d'évolution du tout.

Finalement, sans prendre en compte le dernier point du groupe B (à 127j) et en émettant l'hypothèse que l'augmentation de module du groupe B reste sur la même trajectoire jusqu'à la fin du mûrissement, les états des liants extraits des échantillons des groupes A et B pourraient aller vers des propriétés similaires au bout des 4 mois. L'ordre des traitements pourrait alors être jugé comme n'influençant pas les propriétés finales du matériau.

Les évolutions des modules de cisaillement en fonction de la fréquence pour les quatre lots d'éprouvettes figurent en annexe 6.1.1.

II.1.1.2. Comparaison du pseudo module œdométrique de la GE et du module de cisaillement du liant ($|G^|$)*

II.1.1.2.1. Première analyse dimensionnelle sur le lien entre le module du liant et le module de l'enrobé à froid

En considérant un matériau composite isotrope, constitué de deux phases élastiques G (granulats) et L (liant), de rigidités très différentes. Le module de la phase L $E_L(t)$ est supposé croître dans le temps. $E(t)$ est le module résultant, à l'instant t, du volume élémentaire représentatif (VER) du matériau composite.

Le module $E_G(t)$ (module des granulats) est quasi-infini devant $E_L(t)$, $E(t)$ peut alors a priori s'écrire en fonction de $E_L(t)$ et de la « géométrie interne » des phases G et L :

$$E(t) = f(E_L(t), \text{facteurs géométriques}) \quad (\text{Equation 1})$$

Les facteurs géométriques n'ayant par définition que des dimensions égales à des puissances de longueurs, le théorème de Vaschy-Buckingham permet de factoriser la relation précédente :

$$E(t) = E_L(t) \times g(\text{facteurs géométriques}) \quad (\text{Equation 2})$$

Sans réarrangement géométrique, le module du matériau devrait croître proportionnellement au module de la phase L. Un écart expérimental entre l'évolution de l'enrobé et celle du liant indiquerait que la seule augmentation de module de la phase L (rigidification du liant avec le temps) ne suffit pas à expliquer l'augmentation du module $E(t)$ (de l'enrobé) et que d'autres phénomènes ont lieu dans le matériau avec le temps. Notamment, des facteurs géométriques pourraient évoluer dans le temps (réarrangement du liant sur les granulats).

II.1.1.2.2. Interpolation des données rhéologiques

Les essais rhéologiques des liants extraits ont été réalisés à 20 °C. Pour comparer ces résultats avec les pseudo-modules œdométriques mesurés à 15 °C, les données ont été interpolées de la manière suivante.

Comme expliqué dans le Chapitre 2, les essais au rhéomètre sont menés sur des plages de températures allant généralement de -10 à 80 °C par pas de 10 °C. Les points mesurés de $|G^*|$ en fonction de la température sont alors tracés entre 10 et 40 °C et modélisés par des équations de type polynôme de degré 3. La Figure 10 donne l'exemple des courbes obtenues pour le groupe A.

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

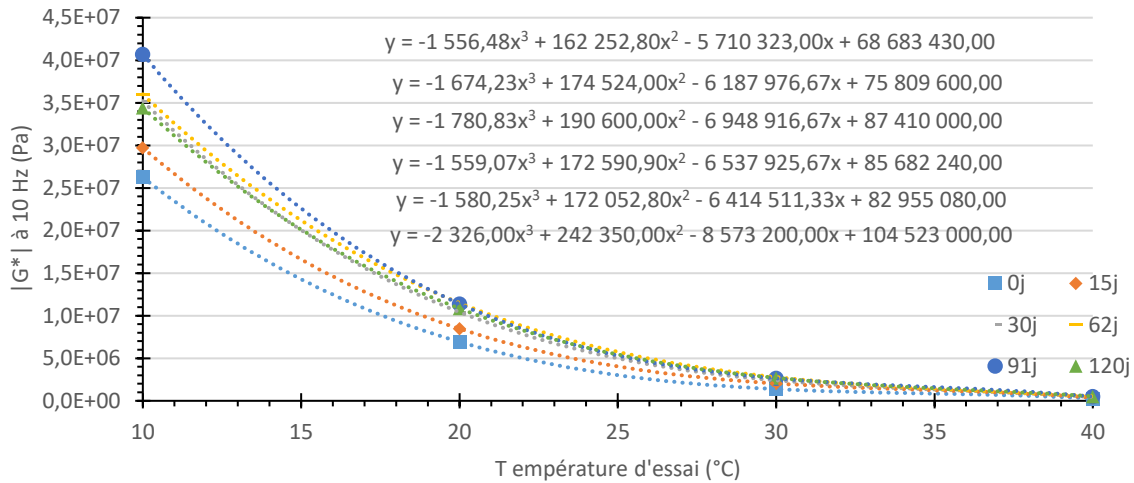


Figure 10 : Module de cisaillement à 10 Hz en fonction de la température d'essai pour différents temps de mûrissement, groupe A. Les points représentent les valeurs obtenues en essais, les courbes en pointillés représentent leurs courbes de tendance. Les équations données sont les équations des courbes de tendance, renseignées de haut en bas allant du temps de mûrissement le plus court au temps le plus long.

Les valeurs à 15 °C pour chaque temps de mûrissement sont finalement déduites des polynômes et utilisées dans la suite de cette partie. Elles sont présentées dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Valeurs de $|G^*|$ (Pa) calculées pour les quatre lots à 15 °C et 10 Hz.

Temps de mûrissement (j)	0	15	30	62	91	120
Groupe A	$1.43 \cdot 10^7$	$1.66 \cdot 10^7$	$2,00 \cdot 10^7$	$2.12 \cdot 10^7$	$2.26 \cdot 10^7$	$1.01 \cdot 10^7$
Temps de mûrissement (j)	0	14	29	59	93	
Groupe B	$1.20 \cdot 10^7$	$9.76 \cdot 10^6$	$8.84 \cdot 10^6$	$7.48 \cdot 10^6$	$1.40 \cdot 10^7$	
Temps de mûrissement (j)	0	5	14	60	116	
Chantier 1	$5.26 \cdot 10^6$	$4.83 \cdot 10^6$	$5.99 \cdot 10^6$	$7.65 \cdot 10^6$	$7.11 \cdot 10^6$	
Temps de mûrissement (j)	0	7	14	63	91	120
Chantier 2	$5.62 \cdot 10^6$	$6.37 \cdot 10^6$	$6.80 \cdot 10^6$	$7.46 \cdot 10^6$	$8.73 \cdot 10^6$	$1.06 \cdot 10^7$

II.1.1.2.3. Comparaisons liants-mélanges

Les coefficients $\frac{\text{Module final}}{\text{Module initial}}$ permettent de quantifier les variations de modules. Un coefficient proche de 1 montre une stagnation du module, inférieur à 1 une diminution et supérieur à 1 une rigidification. Comme pour les coefficients du Chapitre 3, ils sont calculés sur les valeurs moyennes obtenues sur les éprouvettes de chaque lot.

Le Tableau 2 et la Figure 11 résument les coefficients des modules de cisaillement des liants extraits et des pseudo modules œdométriques des enrobés des campagnes « Mûrissements A et B » et « Chantiers ». Comme expliqué plus haut, la valeur à 127 jours de mûrissement du liant du groupe B n'entre pas en compte dans ces calculs, les valeurs des coefficients « mûrissement total (sur les 4 mois) » et « seconde modalité de mûrissement (2 derniers mois) » du groupe B sont donc calculés sur une période plus courte et apparaissent alors plus faibles. Les valeurs de pseudo module œdométrique sont tirées du Chapitre 3.

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

Tableau 2 : Coefficients final/initial des liants extraits ainsi que des mélanges des groupes A, chantier 1, B et chantier 2. Essais à 15 °C et 10 Hz (extrapolation pour les modules de cisaillement des liants). Pour rappel, la première modalité pour les lots groupe A et chantier 1 est 35 °C – 20 %HR et la seconde est 10 °C – 80 %HR. Pour les lots groupe B et chantier 2 la première est 10 °C – 80 %HR et la seconde est 35 °C – 20 %HR. Le dernier point du groupe B (à 127 jours de mûrissement) n'a pas été pris en compte dans les calculs de module de cisaillement.

Type de module	Phase	Groupe A	Chantier 1	Groupe B	Chantier 2
$\frac{ G^* _{final}}{ G^* _{initial}}$	Mûrissement total (sur les 4 mois)	1.41	1.35	1.16	1.89
	Première modalité de mûrissement (2 premiers mois)	1.48	1.45	0.62	1.33
	Seconde modalité de mûrissement (2 derniers mois)	0.95	0.93	1.87	1.42
$\frac{ \tilde{E}^{*oedo} _{final}}{ \tilde{E}^{*oedo} _{initial}}$	Mûrissement total (sur les 4 mois)	1.96	1.58	2.88	2.13
	Première modalité de mûrissement (2 premiers mois)	2.02	1.49	2.02	1.89
	Seconde modalité de mûrissement (2 derniers mois)	0.97	1.06	1.43	1.13

Code couleur : 35 °C – 20 %HR, 10 °C – 80 %HR.

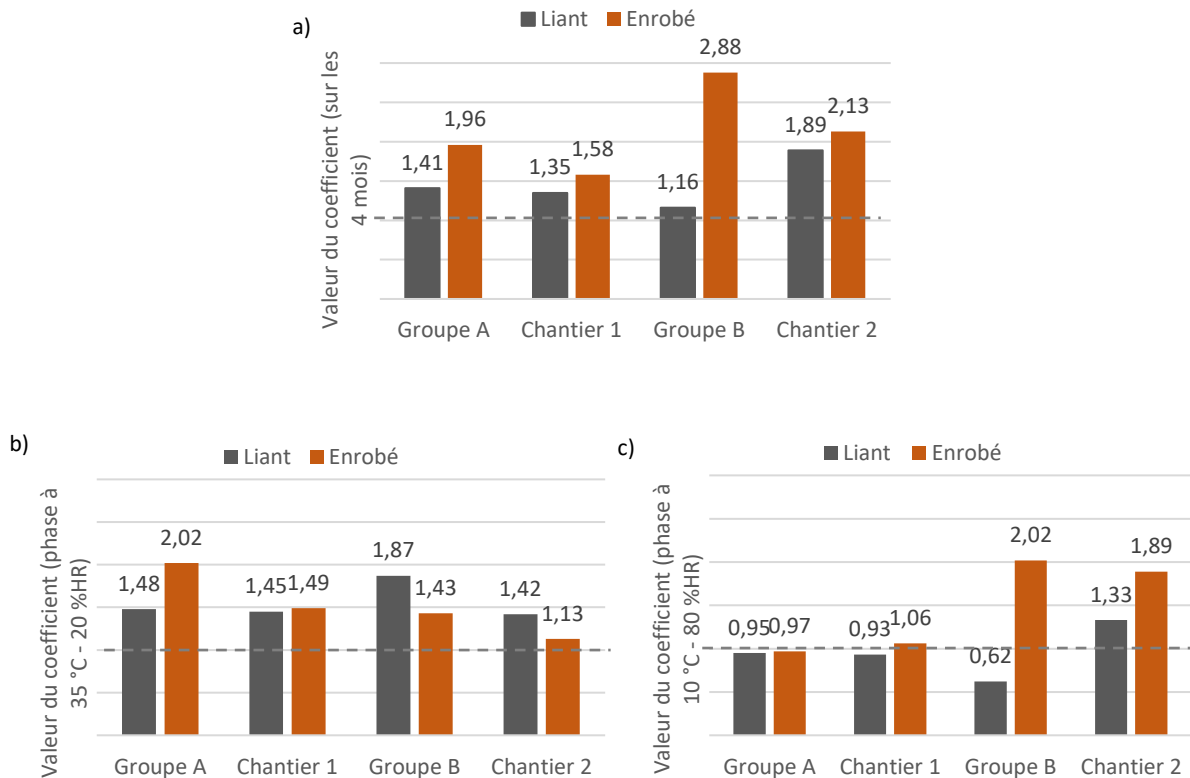


Figure 11 : Comparaisons des coefficients de rigidification entre le liant et l'enrobé. a) Sur les 4 mois de mûrissement en enceinte climatique, b) Sur la phase à 35 °C - 20 %HR, c) Sur la phase à 10 °C - 80 %HR.

De manière générale, le module de la GE augmente plus rapidement sur les 4 mois que celui du liant. De plus il ne diminue jamais, contrairement au liant (groupe B), ce qui montre que la contribution du liant n'explique pas à elle seule la rigidification du mélange durant son mûrissement. Concernant les conditions en enceinte climatique, les coefficients (cisaillement et pseudo-œdométriques) sont en moyenne plus élevés durant la phase chaude que durant la phase froide (sauf pour $|\tilde{E}^{*oedo}|$ des lots groupe B et chantier 2). Ceci illustre une plus forte augmentation en conditions 35 °C-20 %HR des deux types de modules (pseudo-module œdométrique et module de cisaillement) qu'en conditions 10 °C-80 %HR.

Les éprouvettes du chantier 1 possèdent des coefficients particulièrement proches entre le liant et l'enrobé sur les deux modalités. Cela pourrait être justifié par la faible proportion en liant dans le mélange¹. En effet, en suivant l'hypothèse émise dans le Chapitre 5 selon laquelle la mouillabilité du liant joue une part importante dans la rigidification du mélange, il y aurait ici moins de réarrangements géométriques possibles entre le liant et le granulat à cause de la faible proportion en liant. De manière générale, l'évolution d'une GE serait en majorité induite par celle du liant, que ce soit par son vieillissement ou son réarrangement géométrique sur le granulat (une grave non traitée non soumise à sollicitations n'évolue pas). La faible proportion en liant du chantier 1 amènerait alors des coefficients d'évolutions très similaires entre l'enrobé et le liant.

Les coefficients des lots groupe A et chantier 1 montrent une augmentation des modules à 35 °C – 20 %HR et une stagnation à 10 °C – 80 %HR pour les deux types de modules (cisaillement ou pseudo-œdométrique). Par contre, pour les lots groupe B et chantier 2 (mûrissements sous conditions 10 °C-80 %HR puis 35 °C-20 %HR), la présence d'une phase froide et humide en premier permet de découpler certains effets. En effet en conditions 10 °C – 80 %HR, la rigidité du liant n'évolue pas voire diminue (comme vu en Figure 8). Une rigidification de la GE serait donc due à un ou plusieurs autres phénomènes. Ici c'est le cas quand la phase froide et humide est en première modalité (groupe B et chantier 2) : le liant évolue peu voire baisse parallèlement à une forte augmentation de la rigidité de l'enrobé qui est environ multipliée par 2. A ce stade -2 premiers mois- les éprouvettes sèchent malgré l'humidité ambiante forte (voir Chapitre 3). En suivant l'hypothèse de l'évolution de la mouillabilité avec l'eau (Chapitre 5), ce phénomène pourrait conduire à une rigidification de l'enrobé mais pas forcément du liant.

Pour des conditions à 35 °C – 20 %HR en seconde modalité de mûrissement (groupe B et chantier 2), la rigidification du liant est plus importante que celle de l'enrobé. Il a été vu que les éprouvettes perdent *a priori* la majeure partie de leur eau lors des deux premiers mois de mûrissement, quelle que soit les conditions extérieures. Un séchage induirait un réarrangement du liant sur le granulat (étalement) et donc une augmentation de la rigidité. Au passage à une phase chaude et sèche en seconde partie de mûrissement, il reste peu d'eau dans les éprouvettes et la majorité du réarrangement aurait déjà eu lieu en première partie de mûrissement. Comme le mûrissement est selon toute vraisemblance une addition des effets du vieillissement du liant couplé à son réarrangement sur le granulat, l'augmentation du module de l'enrobé serait donc moins forte que celle du liant.

II.1.1.3. Evolution de l'angle de phase δ

La Figure 12 montre les évolutions d'angles de phase δ en fonction du temps de mûrissement pour les quatre lots d'échantillons.

¹ Le mélange du chantier 1 comporte environ 1% en moins de bitume que prévu au départ.

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

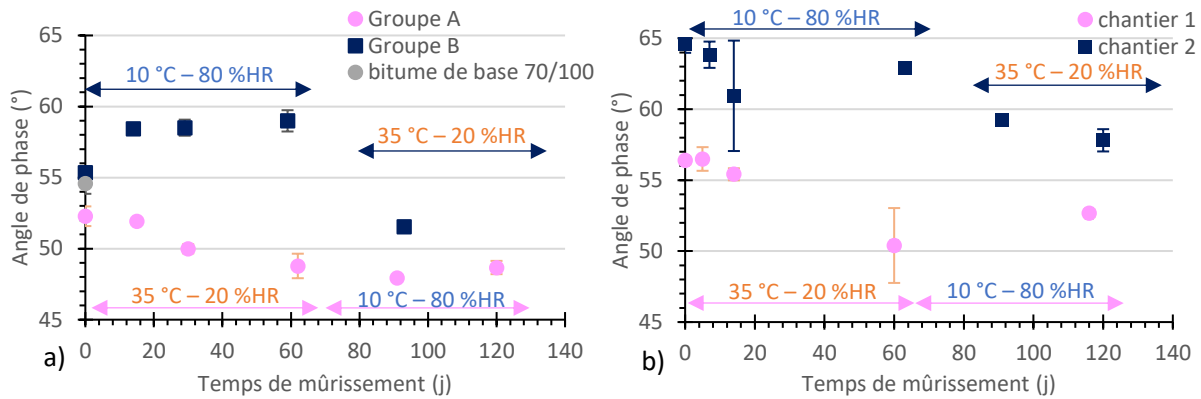


Figure 12 : Evolutions des angles de phase des liants extraits des deux campagnes, essais à 20 °C et 10 Hz, a) « Mûrissements A et B », b) « Chantiers ». Les points sont obtenus en moyennant les valeurs des deux essais (voir Chapitre 2, deux essais pour deux géométries) et les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais.

Une fois de plus, en Figure 12-a, le point noté « bitume de base 70/100 » représente la valeur d'angle obtenu pour le bitume utilisé dans les mélanges des groupes A et B. L'angle mesuré est proche de ceux des liants extraits des groupes A et B à l'état initial, ce qui montre ici encore que les étapes subies par le matériau avant étude du liant extrait ne semblent pas impacter sa rhéologie.

La même méthode que précédemment est utilisée pour juger des différences entre les points des groupes A et B. Concernant les chantiers 1 et 2, l'approche est similaire, à la différence que l'écart σ est calculé sur chaque lot séparément. Les bitumes utilisés pour les mélanges proviennent de raffineries différentes, il ne serait pas juste de les traiter ensemble.

Les angles des deux campagnes sont dans le même ordre de grandeur. Ils évoluent entre environ 48° et 65°.

De manière générale, les conditions à 35 °C – 20 %HR amènent une diminution de δ sur les quatre lots (pertes de 6° pour le groupe A et le chantier 1, 7° pour B et 5° pour le chantier 2), quelle que soit la position de la phase dans le mûrissement. En conditions 10 °C – 80 %HR, il est plus délicat de donner une tendance générale. En effet, les différents lots donnent des résultats contradictoires. Pour le groupe A (10 °C – 80 %HR pendant les deux derniers mois), il n'y a pas de différence significative entre les points pour ces conditions de mûrissement. Pour le chantier 1 (qui a subi le même type de mûrissement que le groupe A), il semble y avoir une légère remontée de l'angle au passage aux conditions 10 °C et 80 %HR. Les valeurs d'angles du groupe B (10 °C – 80 %HR pendant les deux premiers mois) paraissent légèrement augmenter avec le temps tandis que celles du chantier 2 (même type de mûrissement que le groupe B) diminuent lentement.

La phase 35 °C-20 %HR amène donc la même réaction que pour l'enrobé : une baisse de l'angle (voir Chapitre 3). Ceci était attendu puisque le comportement rhéologique de l'enrobé est lié au comportement du liant. Les angles de phase du liant sont en outre plus élevés que ceux des mélanges granulaires. Ceci est expliqué par la présence de granulats qui donnent au matériau granulaire un caractère plus élastique.

De manière générale, des temps de mûrissement plus longs auraient probablement pour conséquences des tendances plus marquées dans les évolutions des angles de phase, c'est-à-dire une baisse plus importante du déphasage en conditions 35 °C et 20 %HR. Des temps d'observation plus longs permettraient aussi de conclure quant à l'influence des conditions à 10 °C et 80 %HR sur l'évolution du déphasage.

II.1.2. Représentation dans l'espace de Black

II.1.2.1. Courbes de Black aux temps initiaux et finaux

Dans les espaces de Cole-Cole, aucune tendance significative n'est apparente. La représentation Cole-Cole ne semble donc pas adaptée dans l'étude du mûrissement des échantillons étudiés. Il a donc été choisi d'utiliser la représentation de Black pour étudier les évolutions des liants extraits. Les graphiques en Cole-Cole sont visibles en annexe 6.2.1.

Il a été vu dans la littérature (voir partie bibliographique) que le vieillissement du liant est accompagné par un abaissement de l'angle de phase pour un même module dans la courbe de Black, aussi décrit comme une « courbe moins concave » (Poulikakos et al. 2016; Ferrotti et al. 2018).

Ici, il est difficile de conclure clairement sur l'évolution de la rhéologie du liant avec le temps de mûrissement, les différences entre liant à 0j et en fin de mûrissement étant peu visible dans cette représentation (exemple pour le groupe A en Figure 13). Les échelles de temps étudiées sont sans doute trop faibles pour percevoir une évolution forte.

Les courbes de Black des autres lots sont en annexe 6.3.1.

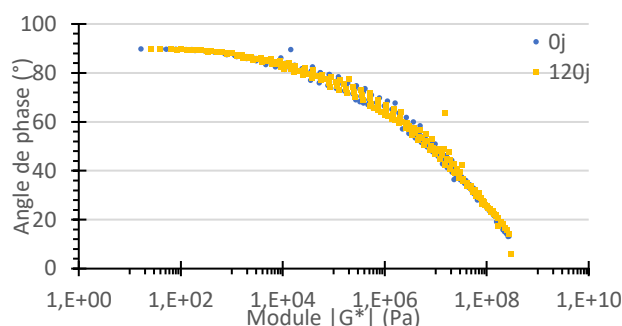


Figure 13 : Evolution des courbes de Black du groupe A au temps initial et en fin des 4 mois de mûrissement. Les points correspondent à toutes les températures testées.

II.1.2.2. Approfondissement pour les points à 20 °C 10 Hz

Les courbes de Black entières sont difficiles à étudier. Pour mieux apprécier ce phénomène, les points à des fréquence et température identiques (20 °C et 10 Hz) et à différents temps de mûrissement sont comparés entre eux.

Avec le mûrissement, les points à une même fréquence et température d'essai évoluent dans l'espace de Black. Les Figure 14, Figure 15, Figure 16 et Figure 17 présentent les points obtenus aux essais à 20 °C et 10 Hz pour tous les temps de mûrissements testés, pour les quatre lots.

Lorsque les premières conditions de mûrissement sont 35 °C et 20 %HR (Figure 14 et Figure 15, deux premiers mois), les angles diminuent tandis que les modules augmentent (durcissement du matériau, (Gauthier et al. 2010)). Le liant se rigidifie et gagne en élasticité sous des conditions de type 35 °C-20 %HR. Les deux mois suivants, à 10 °C – 80 %HR montrent une stagnation des caractéristiques du liant pour le groupe A et une remontée de l'angle pour le chantier 1. A noter que les barres d'erreurs pour le point à 60 jours du chantier 1 sont grandes (sur l'angle de phase) par rapport à celles des autres points (ceux des autres lots compris).

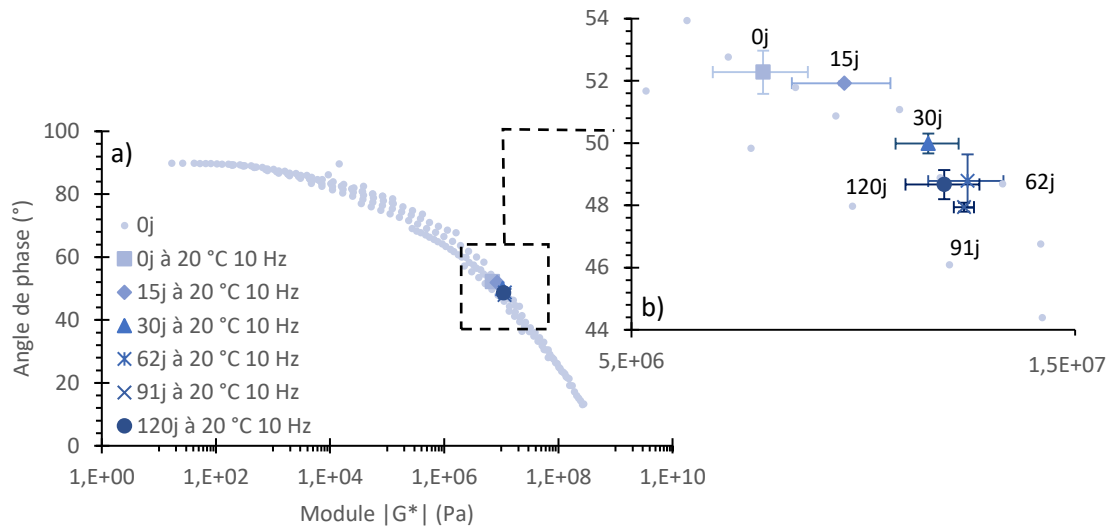


Figure 14 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du groupe A à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz.

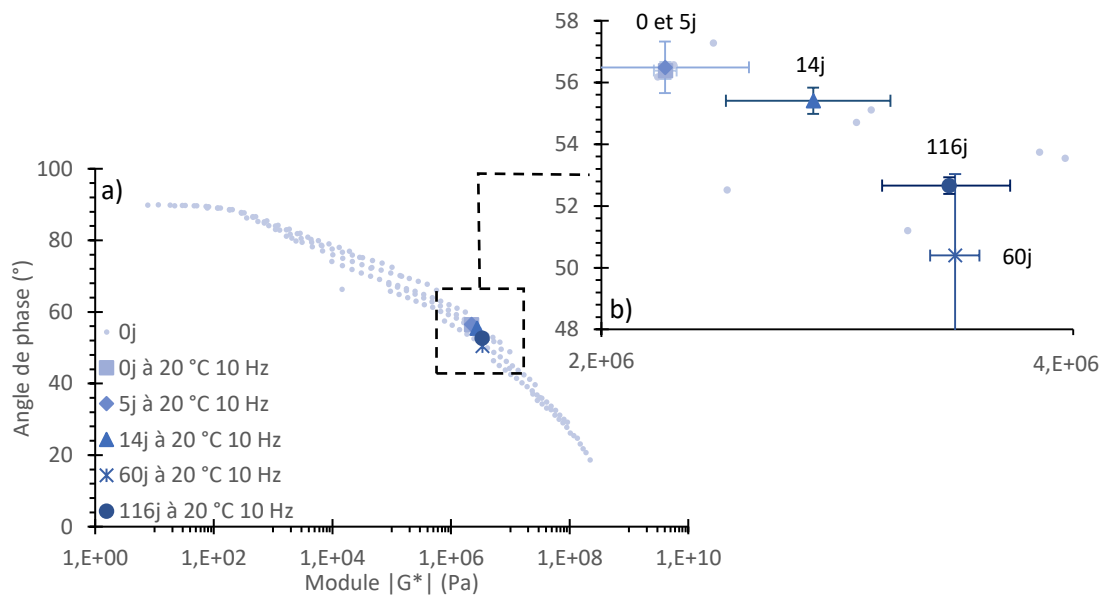


Figure 15 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du chantier 1 à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz.

Concernant les Figure 16 et Figure 17, qui montrent les résultats des lots groupe B et chantier 2, la première phase (10 °C – 80 %HR) est marquée par le durcissement du liant des éprouvettes chantier 2 et la remontée de l'angle et baisse du module du groupe B. Ce phénomène (remontée de l'angle et baisse du module) n'a jamais, à la connaissance des auteurs de ce manuscrit, été observé dans le cadre du mûrissement d'un enrobé ; probablement car les propriétés physico-chimiques d'un liant extrait d'une GE (de composition simple, sans ciment ou recyclés) mûrie à température plus basse n'ont, une fois de plus à la connaissance des auteurs, jamais été étudiées. Ce phénomène équivaldrait à une liquéfaction du liant (ou rajeunissement). Il est cependant difficile de conclure ici quant à l'influence

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

du froid et d'une haute humidité sur les performances du liant puisque les deux matériaux étudiés ayant subi les mêmes conditions de mûrissement ont des réactions opposées.

Cependant, une évolution significative vers un état de solide élastique des liants des deux lots est observé pour les deux derniers mois de mûrissement à 35 °C – 20 %HR.

D'autre part, le liant du groupe B en fin de mûrissement (93j) est plus rigide et plus élastique qu'à son état initial. Ceci implique une certaine réversibilité des mécanismes se produisant en phase 10 °C-80 %HR.

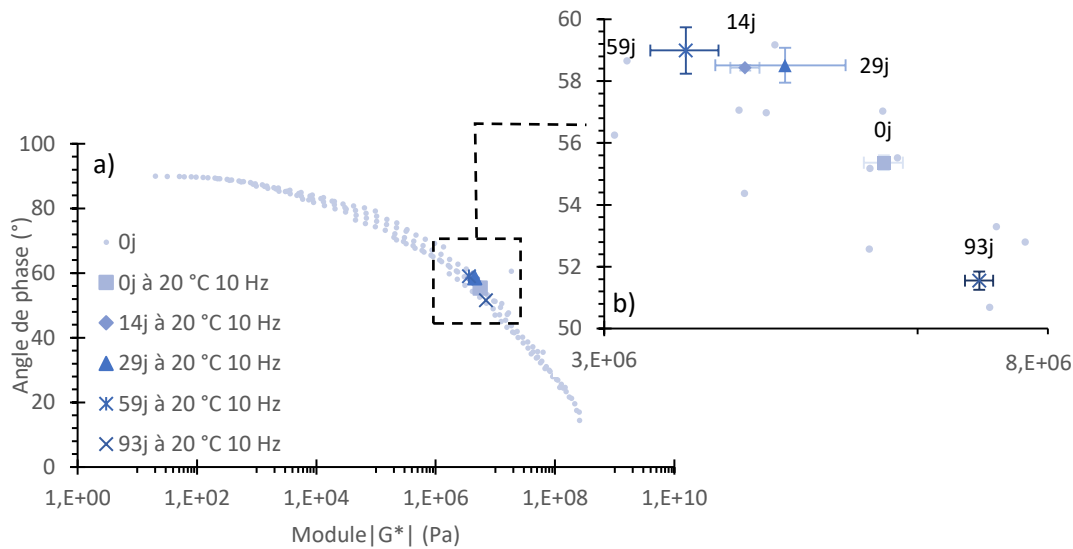


Figure 16 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du groupe B à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz.

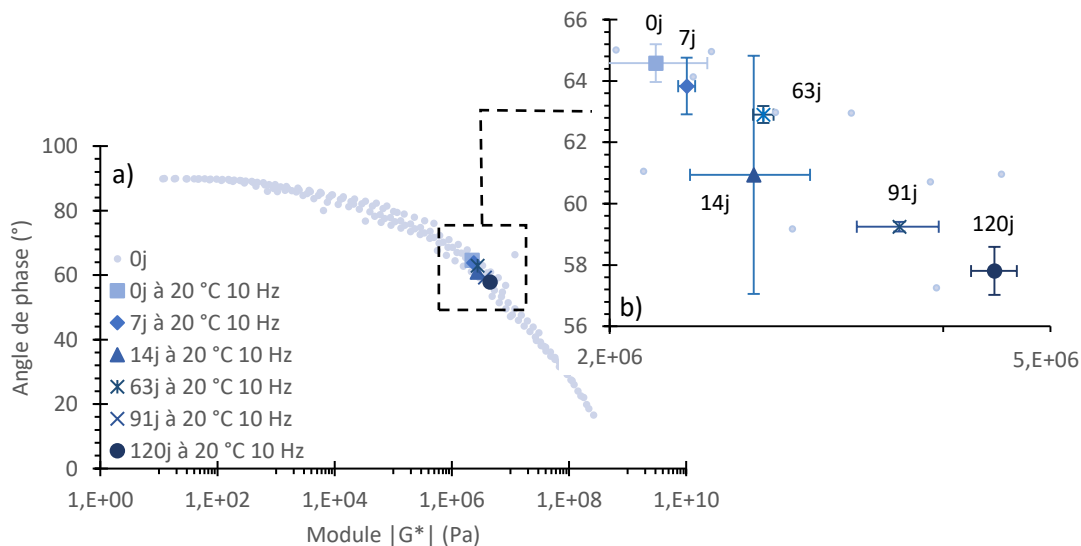


Figure 17 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du chantier 2 à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz.

De manière générale, les propriétés du liant varient moins quand la phase froide arrive en second : une phase à 10 °C-80 %HR en seconde partie de mûrissement semble freiner l'évolution du liant. Une

phase froide et humide en première partie de mûrissement permet une évolution de l'angle et du module (Figure 16 et Figure 17, lots groupe B et chantier 2), alors qu'en seconde partie de mûrissement seul l'angle varie (chantier 1, Figure 15), voire aucun des deux paramètres (groupe A, Figure 14).

Ceci montrerait que certains mécanismes physico-chimiques ont lieu plus rapidement quand la phase chaude et sèche arrive pendant les 2 premiers mois. Ces mécanismes ayant déjà eu lieu, les 2 derniers mois (en phase froide et humide) verraient le liant peu évoluer. Or, quand c'est la phase froide et humide qui a lieu pendant les 2 premiers mois, ces mécanismes ne seraient pas déclenchés –ou pas immédiatement- et permettraient une évolution du liant en phase froide et humide puis aussi durant la phase suivante (chaude et sèche).

II.2. Eprouvettes carottées sur le démonstrateur à l'échelle 1

II.2.1. Evolution de la rhéologie des liants extraits avec le temps de mûrissement sur site

La Figure 18 montre les évolutions de la norme du module de cisaillement $|G^*|$ à 20 °C et 10 Hz pour les sections 3a et 6 (Figure 18-a) et 7 et 9 (Figure 18-b) (pour rappel, les structures sont visibles en Figure 4). La Figure 19 présente le profil de température en milieu de GE en section 6 de juillet à décembre 2020.

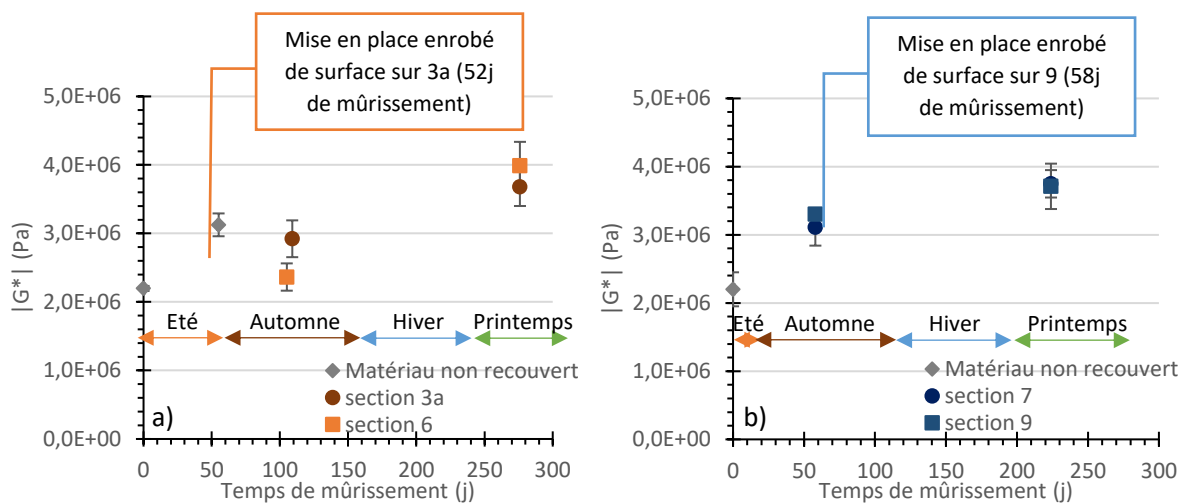


Figure 18 : Evolutions des modules de cisaillement pour les chantiers 1 (mise en place GE le 17 juillet 2020) (a) et 2 (mise en place GE le 7 septembre 2020) (b). Essais à 20 °C, 10 HZ. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux essais à 20 °C pour chaque point.

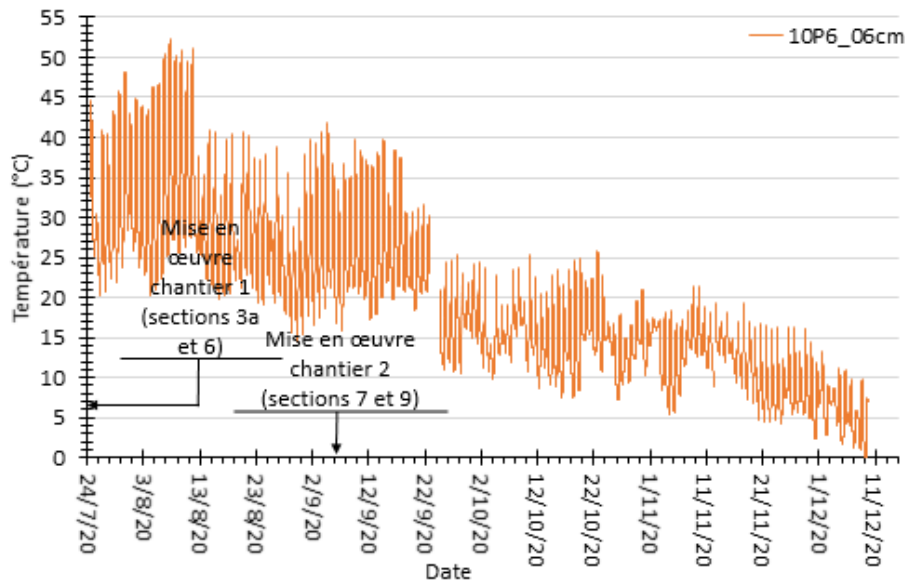


Figure 19 : Profil de températures au milieu de la couche de GE dans la section 6 entre juillet et décembre 2020. Mise en œuvre de la GE chantier 1 le 17 juillet 2020, mise en œuvre de la GE chantier 2 le 7 septembre 2020.

Les évolutions des liants des sections 3a et 6 sont très proches : leurs états finaux sont similaires. Il en est de même pour les sections 7 et 9. Pour le moment, une couche d'enrobé à chaud en surface n'influence pas la cinétique d'évolution du module de cisaillement du liant. Ceci peut être expliqué par le fait que depuis leur mise en œuvre, les deux matériaux (sections 3a et 6 d'une part, et 7 et 9 d'autre part) ont subi des températures similaires : les températures entre juillet et septembre (début de mûrissement des deux chantiers et températures les plus élevées, donc période la plus propice à la rigidification) sont proches (Figure 19) ce qui aurait engendré une évolution du liant similaire d'un point de vue rhéologique dans toute la suite du mûrissement.

De plus les matériaux des chantiers 1 (sections 3a et 6) et 2 (sections 7 et 9) évoluent de la même manière : leurs modules sont de même ordre de grandeur à des temps comparables tout le long du mûrissement (alors que le liant du chantier 1 s'oxyde plus rapidement que celui du chantier 2, ce qui montre qu'une oxydation n'a pas forcément pour conséquence une rigidification).

En outre, en comparant ces résultats avec ceux des éprouvettes de mêmes matériaux mûries en laboratoire, il peut être remarqué que les valeurs obtenues pour les éprouvettes laboratoire en fin de mûrissement (environ 120 jours) et pour les éprouvettes carottées du démonstrateur (276 et 224 jours) sont de même ordre de grandeur.

Les modules des liants augmentent tout le long du mûrissement, tout comme les modules des mélanges (Chapitre 3). Le Tableau 3 dans la suite de ce chapitre donne plus de détails quant à la comparaison de ces deux évolutions.

Les évolutions de module de cisaillement avec la fréquence de mesure des 4 sections figurent en annexe 6.1.2.

La Figure 20 présente les évolutions des angles de phase des sections 3a et 6, et 7 et 9.

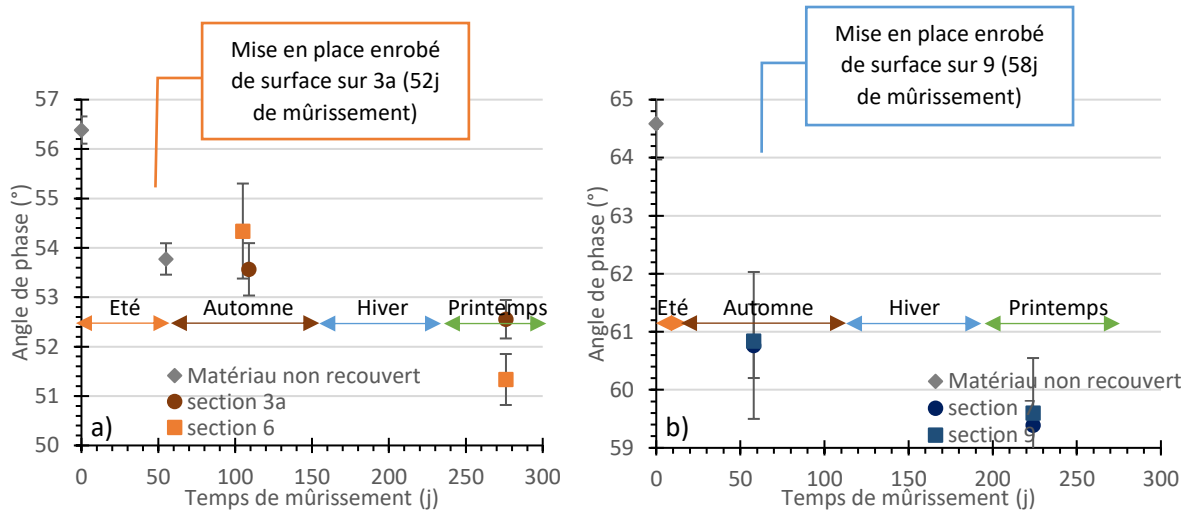


Figure 20 : Evolutions des angles de phase pour les chantiers 1 (mise en place GE le 17 juillet 2020) (a) et 2 (mise en place GE le 7 septembre 2020) (b). Essais à 20 °C, 10 Hz. Les barres d'erreurs (non visibles ici car très petites) représentent les écarts types entre les deux essais à 20 °C pour chaque point.

Comme pour le module de cisaillement, les angles des sections 3a et 6 d'une part, 7 et 9 d'autre part, sont similaires tout au long du mûrissement. L'implantation d'une couche de surface, au bout de quelques mois, n'a pas eu d'impact sur l'évolution du liant dans la GE (du point de vue du module et de l'angle de phase).

Les angles diminuent avec le temps, comme vu pour les éprouvettes laboratoire en conditions 35 °C et 20 %HR. Il faudrait disposer de données à plus long terme pour mieux comprendre l'effet des saisons et du temps sur l'évolution des liants récupérés du démonstrateur.

Finalement, les angles obtenus sur les liants extraits (essai rhéologiques) sont plus élevés que ceux mesurés sur les mélanges carottés (essais œdométriques) (Chapitre 3), pour la même raison que sur les éprouvettes laboratoire : le granulat apport au mélange de l'élasticité. Les données recueillies des angles de phase des mélanges sont trop peu nombreuses pour être comparées aux angles des liants extraits.

II.2.2. Représentation dans les espaces de Black et Cole-Cole

Aucune évolution significative n'est visible entre les derniers échantillons carottés sur le démonstrateur et les matériaux aux temps initiaux sur les courbes de Black entières. C'est pourquoi, comme pour les éprouvettes mûries en laboratoire, les points à 20 °C et 10 Hz sont étudiés.

Les courbes de Black entières figurent en annexe 6.3.2.

La Figure 21 illustre l'évolution des liants extraits des matériaux carottés avec le temps. Il a été vu que les résultats entre les sections 3a et 6 et entre les sections 7 et 9 sont proches, c'est pourquoi seules les données des sections 6 et 7 sont présentées ici.

Le liant évolue vers un état plus élastique et rigide (diminution d'angle de phase et augmentation de module) dans les deux cas avec le temps (pour rappel ces deux sections sont à nu).

Chapitre 6 : Evolution du liant au cours du mûrissement

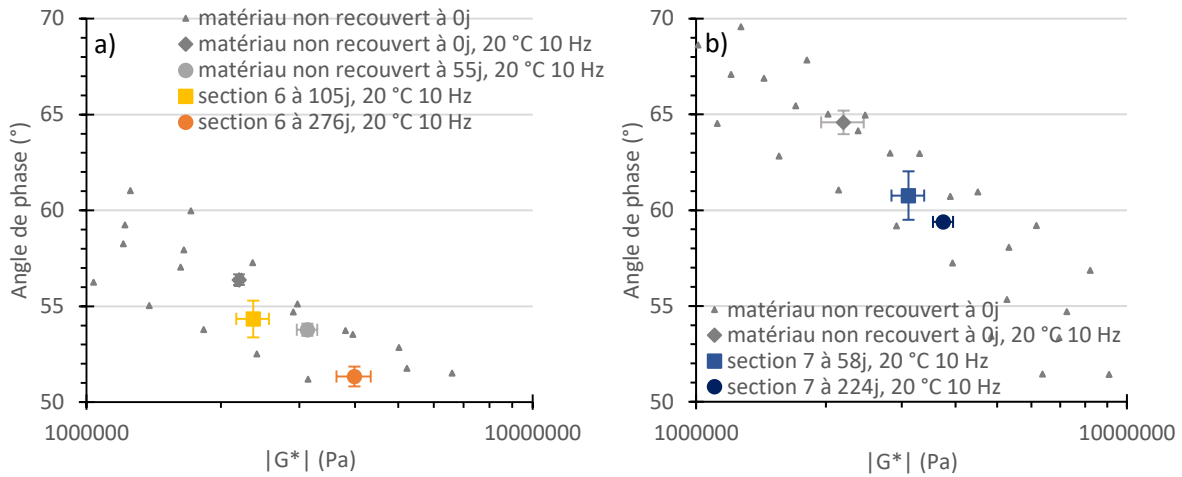


Figure 21 : Points des essais à 20 °C 10 Hz obtenus à différents temps de mûrissement sur le démonstrateur. a) Section 6, b) Section 7.

La littérature montre qu'une diminution du module de perte pour un même module de stockage sur les courbes Cole-Cole traduit un vieillissement du matériau (Ferrotti et al. 2018). Les variations de courbes de Cole-Cole dans le temps des matériaux chantier ne sont pas significatives. Les courbes correspondantes sont présentées en annexe 6.2.2.

Une représentation de Black semble donc plus facile à étudier, en comparant les points à des mêmes fréquence et température.

II.2.3. Comparaison des évolutions liant-enrobé

Les coefficients d'évolution $\frac{\text{Module final}}{\text{Module initial}}$ (Tableau 3) sont une fois de plus utilisés ici, pour comparer les évolutions entre la rigidification de l'enrobé et du liant des éprouvettes carottées. Les données $\frac{|\tilde{E}^{*oedo}|_{final}}{|\tilde{E}^{*oedo}|_{initial}}$ des éprouvettes carottées proviennent du Chapitre 3. Les valeurs $\frac{|G^*|_{final}}{|G^*|_{initial}}$ à 15 °C des éprouvettes carottées sont déduites des essais de rhéologie de la même manière que pour les éprouvettes mûries en laboratoire.

Tableau 3 : Coefficients final/initial des liants extraits ainsi que des mélanges des sections 3a, 6, 7 et 9. Essais à 15 °C et 10 Hz (extrapolation pour les modules de cisaillement des liants).

Type de module	Section 3a	Section 6	Section 7	Section 9
$\frac{ G^* _{final}}{ G^* _{initial}}$	1.28	1.63	1.17	1.08
$\frac{ \tilde{E}^{*oedo} _{final}}{ \tilde{E}^{*oedo} _{initial}}$	1.03	1.15	1.51	1.33

Ici aussi, comme pour les échantillons mûris en enceinte climatique, le liant ne se rigidifie pas dans les mêmes proportions que l'enrobé. D'ailleurs, le module des liants extraits des sections 3a et 6 (chantier 1) évolue plus rapidement que le pseudo-module œdométrique des enrobés, alors que c'est l'inverse pour les sections 7 et 9 (chantier 2) (évolution plus forte pour l'enrobé que pour le liant). Ceci pourrait être expliqué par le manque de liant dans le mélange du chantier 1 (comme déjà noté en Chapitre 3), qui ne lui permettrait donc pas d'évoluer de manière importante. Il est pour le moment hasardeux

d'aller plus loin dans la comparaison liant-enrobé car les résultats de pseudo module oedométrique sont trop peu nombreux pour cette expérimentation sur démonstrateur.

Pour finir, une étude supplémentaire concernant le vieillissement (RTFOT+PAV) d'un liant 70/100 et sa comparaison avec le mûrissement des mélanges A et B est proposée en annexe 9.

Bilan

Différents points ont pu être abordés dans ce chapitre. Tout d'abord les indices d'oxydation des liants extraits des mélanges GE mûris en enceinte climatique ont montré que l'oxydation est significative en modalité de mûrissement 35 °C – 20 %HR, et stable en modalité 10 °C – 80 %HR. En supposant que c'est la température qui influence le plus l'oxydation (et pas l'humidité), une température plus élevée (35 °C) accélère l'oxydation, quand une température plus faible (10 °C) la freine. De plus les états finaux au bout de 4 mois des différents lots sont similaires pour chaque campagne.

Les niveaux d'oxydation des éprouvettes carottées augmentent tout le long du mûrissement. Les sections de même chantier obtiennent des valeurs d'indices CO et SO semblables (valeurs semblables entre les sections 3a et 6, et entre les sections 7 et 9). Les cinétiques d'oxydation sont cependant différentes entre les chantiers : les sections 3a et 6 s'oxydent plus rapidement que les sections 7 et 9.

Dans un deuxième temps, plusieurs tendances ont pu être dégagées des essais de rhéologie. Des conditions à 35 °C et 20 %HR ont pour conséquence une augmentation du module $|G^*|$. L'influence des conditions à 10 °C et 80 %HR est plus difficile à cerner mais de manière générale elles ralentissent l'évolution de la rhéologie du liant. En outre les états finaux des lots de chaque campagne semblent aller vers des propriétés similaires au bout des 4 mois de mûrissement. L'ordre des phases ne paraît, là encore, pas avoir d'influence sur le mûrissement de la GE.

En comparant les évolutions de pseudo module oedométrique des GE et de module de cisaillement du liant, il a été vu qu'en conditions 35 °C et 20 %HR ils augmentent tous les deux. Sur les 4 mois de mûrissement, le module de la GE croît plus vite que celui du liant et ne diminue jamais alors que le module de cisaillement du liant oui. Ceci implique que l'évolution du liant seul ne suffit pas à expliquer complètement celle de l'enrobé. D'autres mécanismes doivent entrer en jeu, d'où l'hypothèse émise en Chapitre 5 sur l'influence du départ de l'eau dans le réarrangement du liant sur le granulat.

Des conditions à 35 °C – 20 %HR amènent une diminution des angles de phase tandis que des conditions à 10 °C – 80 %HR conduisent à des résultats différents entre les lots d'éprouvettes. L'angle de phase de l'enrobé évolue similairement sous des conditions 35 °C-20 %HR, ce qui était attendu puisque le comportement visqueux de l'enrobé est associé au liant. L'angle de phase du liant est de manière générale plus élevé que celui de l'enrobé car les granulats dans le mélange lui confèrent un caractère plus élastique que le liant.

Les courbes de Black montrent un durcissement du liant plus rapide en phase à 35 °C-20 %HR. Le liant évolue moins quand la phase 10 °C-80 %HR est en deuxième partie de mûrissement qu'en première. Ceci montre que certains mécanismes reliés au mûrissement s'activent plus rapidement en phase 35 °C-20 %HR.

Concernant les liants des éprouvettes carottées, une fois de plus la couche de surface n'a pas d'impact sur le mûrissement des mélanges. Les liants durcissent tout le long du mûrissement et ont entamé un début de vieillissement, seulement visible dans l'espace de Cole-Cole.

Références

- « A Review of the Fundamentals of Asphalt Oxidation ». 2009. In *Transportation Research Circular*. E-C140. Transportation Research Board of the National Academies.
- Ferrotti, G., H. Baaj, J. Besamusca, M. Bocci, A. Cannone-Falchetto, J. Grenfell, B. Hofko, L. Porot, L. Poulidakos, et Z. You. 2018. « Comparison between Bitumen Aged in Laboratory and Recovered from HMA and WMA Lab Mixtures ». *Materials and Structures* 51 (6): 150. <https://doi.org/10.1617/s11527-018-1270-4>.
- Gauthier, G., D. Bodin, E. Chailleux, et T. Gallet. 2010. « Non Linearity in Bituminous Materials during Cyclic Tests ». *Road Materials and Pavement Design* 11 (sup1): 379-410. <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690339>.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Le Guern, M., E. Chailleux, F. Farcas, S. Dreessen, et I. Mabile. 2010. « Physico-Chemical Analysis of Five Hard Bitumens: Identification of Chemical Species and Molecular Organization before and after Artificial Aging ». *Fuel* 89 (11): 3330-39. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2010.04.035>.
- Poulidakos, L. D., B. Hofko, L. Porot, X. Lu, H. Fischer, et N. Kringos. 2016. « Impact of temperature on short- and long-term aging of asphalt binders ». In , 1:6-9.
- Serfass, J-P., X. Carbonneau, F. Delfosse, et J-P. Triquigneaux. 2010. « Comportement et évaluation de graves-émulsion ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 889.

Table des illustrations

Figure 1 : Schématisation des différentes dénominations utilisées dans ce mémoire de thèse.	202
Figure 2 : Indices CO a) Groupes A et B, b) Chantiers 1 et 2. Les points sont obtenus en moyennant les 5 mesures réalisées (voir Chapitre 2) et les barres d'erreurs représentent les écarts type entre les 5 mesures pour chaque point.	203
Figure 3 : Indices SO a) Groupes A et B, b) Chantiers 1 et 2. Les points sont obtenus en moyennant les 5 mesures réalisées (voir Chapitre 2) et les barres d'erreurs représentent les écarts type entre les 5 mesures pour chaque point.	203
Figure 4 : Schématisation des sections étudiées dans cette partie.	204
Figure 5 : Evolutions des indices CO des éprouvettes carottées sur chantier. a) Chantier 1 grave-émulsion mise en œuvre le 17 juillet 2020, b) Chantier 2 grave-émulsion mise en œuvre le 7 septembre 2020. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les 5 échantillons testés pour chaque temps de mûrissement étudié.	205
Figure 6 : Evolutions des indices SO des éprouvettes carottées sur chantier. a) Chantier 1 grave-émulsion mise en œuvre le 17 juillet 2020, b) Chantier 2 grave-émulsion mise en œuvre le 7 septembre 2020. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les 5 échantillons testés pour chaque temps de mûrissement étudié.	205
Figure 7 : Proportion de températures de juillet à décembre 2020, en milieu de couche de grave-émulsion (à 6 cm de profondeur), section 6.	206
Figure 8 : Evolutions des modules de cisaillement des liants extraits des deux campagnes, essais à 20 °C et 10 Hz, a) « Mûrissements A et B », b) « Chantiers ». Les points sont obtenus en moyennant les valeurs des deux essais (voir Chapitre 2, deux essais pour deux géométries) et les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais.	207
Figure 9 : Spectres IR des liants extraits du groupe B à 0, 59 et 127 jours de mûrissement.	208
Figure 10 : Module de cisaillement à 10 Hz en fonction de la température d'essai pour différents temps de mûrissement, groupe A. Les points représentent les valeurs obtenues en essais, les courbes	

en pointillés représentent leurs courbes de tendance. Les équations données sont les équations des courbes de tendance, renseignées de haut en bas allant du temps de mûrissement le plus court au temps le plus long. 210

Figure 11 : Comparaisons des coefficients de rigidification entre le liant et l'enrobé. a) Sur les 4 mois de mûrissement en enceinte climatique, b) Sur la phase à 35 °C - 20 %HR, c) Sur la phase à 10 °C - 80 %HR. 211

Figure 12 : Evolutions des angles de phase des liants extraits des deux campagnes, essais à 20 °C et 10 Hz, a) « Mûrissements A et B », b) « Chantiers ». Les points sont obtenus en moyennant les valeurs des deux essais (voir Chapitre 2, deux essais pour deux géométries) et les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais..... 213

Figure 13 : Evolution des courbes de Black du groupe A au temps initial et en fin des 4 mois de mûrissement. Les points correspondent à toutes les températures testées. 214

Figure 14 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du groupe A à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz. 215

Figure 15 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du chantier 1 à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz. 215

Figure 16 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du groupe B à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz. 216

Figure 17 : Points des essais à 20 °C 10 Hz du chantier 2 à différents temps de mûrissement. La courbe bleu clair représente la courbe de Black au temps initial à toutes les températures et toutes les fréquences testées. Chaque point est une moyenne sur les deux essais de rhéologie, les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux résultats d'essais. a) Diagramme total, b) Zoom sur les points à 20 °C 10 Hz. 216

Figure 18 : Evolutions des modules de cisaillement pour les chantiers 1 (mise en place GE le 17 juillet 2020) (a) et 2 (mise en place GE le 7 septembre 2020) (b). Essais à 20 °C, 10 HZ. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les deux essais à 20 °C pour chaque point..... 217

Figure 19 : Profil de températures au milieu de la couche de GE dans la section 6 entre juillet et décembre 2020. Mise en œuvre de la GE chantier 1 le 17 juillet 2020, mise en œuvre de la GE chantier 2 le 7 septembre 2020. 218

Figure 20 : Evolutions des angles de phase pour les chantiers 1 (mise en place GE le 17 juillet 2020) (a) et 2 (mise en place GE le 7 septembre 2020) (b). Essais à 20 °C, 10 Hz. Les barres d'erreurs (non visibles ici car très petites) représentent les écarts types entre les deux essais à 20 °C pour chaque point. 219

Figure 21 : Points des essais à 20 °C 10 Hz obtenus à différents temps de mûrissement sur le démonstrateur. a) Section 6, b) Section 7..... 220

Liste des tableaux

Tableau 1 : Valeurs de $ G^* $ (Pa) calculées pour les quatre lots à 15 °C et 10 Hz.	210
Tableau 2 : Coefficients final/initial des liants extraits ainsi que des mélanges des groupes A, chantier 1, B et chantier 2. Essais à 15 °C et 10 Hz (extrapolation pour les modules de cisaillement des liants). Pour rappel, la première modalité pour les lots groupe A et chantier 1 est 35 °C – 20 %HR et la seconde est 10 °C – 80 %HR. Pour les lots groupe B et chantier 2 la première est 10 °C – 80 %HR et la seconde est 35 °C – 20 %HR. Le dernier point du groupe B (à 127 jours de mûrissement) n’a pas été pris en compte dans les calculs de module de cisaillement.....	211
Tableau 3 : Coefficients final/initial des liants extraits ainsi que des mélanges des sections 3a, 6, 7 et 9. Essais à 15 °C et 10 Hz (extrapolation pour les modules de cisaillement des liants).	220

Conclusion générale

ἔν οἶδα ὅτι οὐδὲν οἶδα
Je sais que je ne sais rien.
Socrate

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce mémoire de thèse s'articule autour de 6 parties. Tout d'abord une synthèse bibliographique a permis de mieux cerner la spécificité des graves-émulsion, de leur composition à leur évolution mécanique. Il a été vu que les conditions climatiques influencent majoritairement leur mûrissement, les performances optimales étant obtenues plus rapidement pour des conditions plutôt chaudes et sèches. A long terme, le mélange vieillit ce qui se traduit par une évolution de la rhéologie du liant extrait et de son niveau d'oxydation. De plus des protocoles de mûrissement ont été développés et les résultats montrent une difficulté de faire murir rapidement les mélanges en laboratoire par rapport au comportement *in situ*.

Les différents essais permettant la caractérisation des mélanges et des liants ont été décrits dans le second chapitre. En complément les matériaux utilisés dans le cadre de ce travail ont été également détaillés ; ils proviennent d'une part de mélanges fabriqués et mûris en laboratoire, et d'autre part d'enrobés fabriqués en usine. Les matériaux fabriqués en usine ont été mûris de deux façons différentes : soit en enceinte climatique dans le laboratoire, soit mis en place sur un démonstrateur à l'échelle 1 de 50 m de long sur le site de l'Université Gustave Eiffel.

Dans le troisième chapitre qui traite des évolutions mécaniques des mélanges en laboratoire et sur chantier, il a été montré qu'au cours du mûrissement, les évolutions des géométries des éprouvettes et de la teneur en eau des mélanges conduisent à une rigidification des mélanges. Il existe cependant une influence des conditions climatiques sur la cinétique de cet accroissement. Ainsi le module œdométrique d'un mélange augmente plus rapidement pour un mûrissement à 35°C et 20 %HR qu'à 10 °C et 80 %HR. Des conditions froides et humides freinent donc l'évolution du comportement mécanique de la grave-émulsion et son mûrissement. Les résultats issus du comportement des mélanges du démonstrateur entreposés en extérieur ont mis en lumière certaines différences importantes par rapport à un mûrissement en laboratoire : la température dans la couche de grave-émulsion est très variable et peut atteindre des valeurs très élevées (supérieures ou égales à 50 °C) sur des temps très courts (quelques heures), ce qui pourrait amener une rigidification différente du matériau par rapport à un mûrissement en laboratoire, sous conditions thermiques constantes mais à températures plus faibles (35 ou 10 °C) sur de longues périodes.

Dans une quatrième partie, le mûrissement a été modélisé à partir des données expérimentales de module œdométrique en utilisant le modèle de Huet et Sayegh. Une variable quantifiant le mûrissement, appelée χ , a été introduite et l'équation d'évolution du mûrissement ($\frac{d\chi}{dt}$) a été factorisée à l'aide de deux fonctions $f(\chi)$, $g(\theta)$: l'une $f(\chi)$ dépendant de la valeur du mûrissement elle-même à l'instant considéré, l'autre $g(\theta)$ dépendant de la température actuelle. Il a été donné différentes formes aux équations constituant cette factorisation. Elles permettent de prévoir le mûrissement du matériau pour n'importe quel historique de température appliqué au mélange granulaire, depuis sa mise en œuvre. Trois modes d'évolution ont été introduits, dont deux avec loi d'Arrhénius pour $g(\theta)$, couplés à une fonction $f(\chi)$ avec ou sans seuil. Le troisième mode d'évolution reprend la fonction $f(\chi)$ sans seuil et suppose par ailleurs la cinétique de mûrissement régie par la valeur de viscosité apparente du mélange, en reliant la fonction $g(\theta)$ à la fonction de susceptibilité thermique déduite du principe d'équivalence temps/température. Ce troisième modèle serait pressenti comme le plus représentatif des mécanismes de rigidification des GE à court terme, qui fait l'objet de la thèse.

Par la suite dans un cinquième chapitre, une première évaluation de la mouillabilité en fonction du temps a été mise en place. A partir d'un système modèle associant une goutte de bitume et une surface minérale fixée initialement dans un état non mouillé (93°), l'étalement de la goutte et sa cinétique de mouillage ont été observés. Il a été montré que l'augmentation de la température d'essai accélère

Conclusion générale

l'étalement du liant sur le substrat, mais n'influe pas sur la valeur de l'angle de contact final à l'équilibre. Les temps d'étalement pour atteindre ce même état d'équilibre à 35 °C et à 10 °C pourraient expliquer en partie les différentes cinétiques de rigidification de la grave-émulsion dans les mêmes conditions de température.

Finalement dans un sixième chapitre, l'évolution des propriétés du liant extrait au cours du mûrissement a été évaluée et comparée avec celle de l'enrobé. Le liant s'oxyde et durcit lorsque l'enrobé mûrit à 35 °C et 20 %HR. Toutefois, l'évolution du liant seul ne permet pas d'expliquer le comportement de l'enrobé. Cela renforce l'idée que l'évolution de la répartition du liant dans le mélange granulaire (phénomènes de mouillage étudiés dans le Chapitre 5) au cours du mûrissement contribue à l'augmentation du module de l'enrobé. Concernant l'étude des mélanges issus des planches expérimentales du démonstrateur, la caractérisation des liants montre que les produits évoluent au cours des 9 premiers mois de mûrissement et adoptent un comportement intermédiaire entre le matériau mûri 60 jours en laboratoire à 35 °C – 20 %HR et celui à 10 °C – 80 %HR.

Le mûrissement est donc un phénomène multifactoriel (Figure 1), incluant au moins un réarrangement géométrique du matériau et une rigidification du liant par un vieillissement. Le réarrangement géométrique se produit avec le départ de l'eau et doit permettre l'étalement du liant sur la surface du granulat, ce phénomène étant d'autant plus rapide que la température est élevée. Conjointement à cet étalement, une densification de l'éprouvette a lieu, réduisant sa hauteur et sa teneur en vide. Pour le moment, il est difficile de préciser le phasage de ces mécanismes. A un âge plus mûr, la mobilité du liant est plus faible. L'effet de son vieillissement pourrait alors à terme être prépondérant sur l'augmentation de module de l'enrobé.

Il peut être noté que l'évolution géométrique de l'enrobé diminuerait avec le temps même après réintroduction d'eau dans la structure (après intempéries par exemple). De fait, le liant gagne en rigidité en vieillissant, ce qui empêcherait ses mouvements et donc un réarrangement géométrique de l'enrobé.

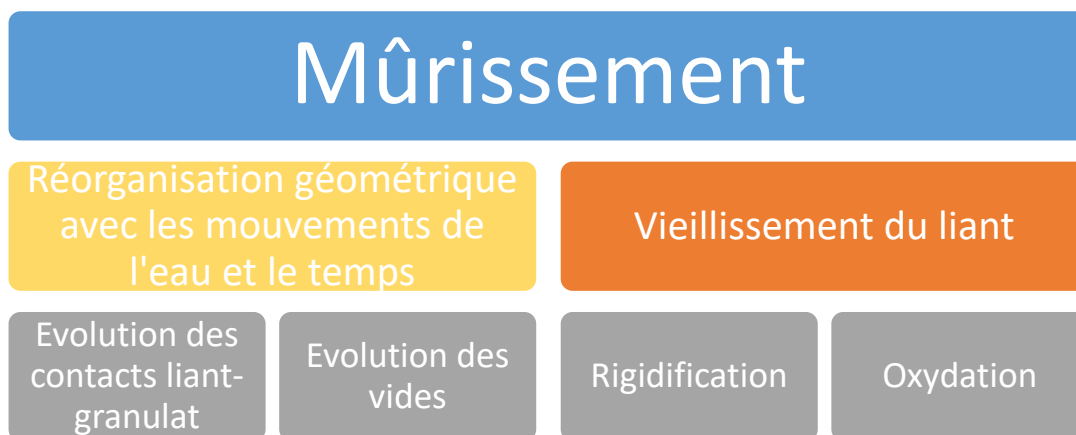


Figure 1 : Schématisation holistique des phénomènes régissant le mûrissement.

Ce travail de thèse a aussi mis en avant des différences entre les résultats de mûrissement laboratoire, et ceux issus de chantiers. Notamment, les retours d'expérience de chantier indiquent que le module d'un enrobé élaboré à froid est toujours supérieur quand le produit a été mis en place avant l'été plutôt qu'après (voire en fin de saison à l'automne). Ce constat n'a pas été fait dans l'étude de laboratoire.

Conclusion générale

Les modules obtenus en fin de mûrissement (4 mois) sont similaires quel que soit le séquençage des conditions de mûrissement : 35°C – 20 %HR et 10 °C – 80 %HR. Pour l'expliquer, les niveaux de sollicitations mécaniques et climatiques entre les mûrissements de chantier et de laboratoire semblent être en cause.

En effet, sur route les matériaux de chaussée sont sollicités en continu par le passage de véhicules. Cela peut être bénéfique et permettre de densifier le mélange avec un gain de compacité dans le cas de chaussées à faible et moyen trafic.

Lorsqu'un chantier est mis en œuvre juste avant la saison estivale, la température extérieure et la plus faible viscosité du liant permettraient un séchage du mélange plus rapide et le développement d'un phénomène de mouillage du liant plus aisé, d'autant plus important sous un trafic modéré par définition peu endommageant. Avec le temps, le liant vieillit et se rigidifie, ce qui limiterait les réarrangements géométriques à l'échelle de l'enrobé.

De la même façon, un chantier réalisé après l'été ou à l'automne permettrait alors peu de mouvements significatifs entre le liant et le granulat (ou trop lents sur une période trop courte). Ensuite dans les premiers mois après la mise en œuvre, le liant devient de plus en plus consistant (Béghin et al. 2012). Cela limiterait sa déformabilité que des températures plus élevées au cours de l'été de l'année suivante ne pourraient pas compenser. En conséquence les réarrangements favorables à une augmentation de la quantité et une amélioration de la qualité des points de contact entre liant et squelette granulaire ne pourraient pas se développer conduisant à une rigidité du mélange plus faible comparativement au même produit mis en œuvre avant l'été.

Une autre raison pourrait être le profil de températures sous lequel le matériau est soumis. En laboratoire, le mûrissement est habituellement réalisé dans des enceintes climatiques à des températures fixes pour une certaine période. Sur des chantiers réels, la température fluctue énormément (alternance jour-nuit, saisons, etc). Elle peut être beaucoup plus basse mais aussi plus haute que la température du mûrissement recommandée en France (35°C). En effet la moitié des températures relevées de juillet à décembre 2020 dans la couche de GE (6cm de profondeur) sont comprises entre 20 et 30 °C et peuvent atteindre plus de 50 °C (sur des temps très courts). Ces niveaux de température pourraient permettre d'expliquer pourquoi les comportements à court terme des mélanges en laboratoire et sur site sont différents.

Perspectives :

Influence des conditions de mûrissement

Pour compléter l'étude des cinétiques de mûrissement des mélanges à l'émulsion en fonction des conditions environnementales imposées (température, hygrométrie, durée), les études à poursuivre devraient se focaliser d'abord sur l'adaptation de conditions de laboratoire plus représentatives des conditions de mise en œuvre/service in situ et ensuite sur le découplage des phénomènes thermique et hydrique.

Dans le premier cas, les sollicitations climatiques réelles (par exemple : pics de chaleur observés sur le démonstrateur, cf. Chapitre 3) pourraient être utilisées en ajout d'un traitement classique basé sur une isotherme. Ce nouveau protocole pourrait permettre par exemple d'activer par la température des phénomènes physico-chimiques impliquant le liant ou bien d'expliquer pourquoi le liant extrait du

Conclusion générale

lot B semble perdre en rigidité au cours du murissement en laboratoire dans la période froide et humide. De même le recours à des conditions couplées de type chaud humide ou froid sec permettrait de compléter cette approche. En complément, la caractérisation spatiale et temporelle de la présence de l'eau dans le mélange à l'aide d'outil comme l'imagerie à résonance magnétique pourrait être utilisée.

Dans le second cas, Il faudrait réaliser des mûrissements sous différentes conditions successives de températures à humidité constante et inversement (humidités variables et température identique). Ceci permettrait de mieux découpler leurs effets sur le liant et l'enrobé afin d'affiner notre variable de murissement et de distinguer la contribution de la température et de l'hygrométrie dans la modélisation du comportement mécanique.

Murissement à l'échelle de l'interface liant/substrat

Pour mieux appréhender les effets de l'eau à l'interface liant-granat au cours du murissement, il faudrait en outre rapprocher le système simplifié détaillé dans le Chapitre 5 avec un système réel. En effet les essais menés et décrits dans le Chapitre 5 mettent en jeu une goutte de bitume (de diamètre relativement élevé par rapport à une goutte d'émulsion) sur une lame de verre poli alors que dans un système réel, le bitume est dispersé dans le squelette granulaire constitué de roches présentant des pétrographies hétérogènes et des surfaces rugueuses. En complément, des essais avec un brouillard humide plutôt que de l'eau pourraient être réalisés pour simuler différentes conditions climatiques de type pluie.

Comportement mécanique du mélange et sa modélisation

Concernant le modèle de mûrissement émis au Chapitre 4 basé sur le modèle de Huet & Sayegh, ainsi que sur la définition de la variable χ et de sa loi d'évolution, celui-ci constitue une première contribution à la modélisation de l'évolution de la rigidité des grave-émulsions avec le temps et les conditions environnementales. Ces éléments nécessitent d'être encore précisés et consolidés sur la base d'études en laboratoire ou à échelle 1 portant sur différentes compositions de grave-émulsion et des conditions de mûrissement plus variées en température et en temps. Le démonstrateur (sections expérimentales de GE soumises au passage de charges roulantes) récemment construit sur le campus de Nantes de l'Université Gustave Eiffel permettra de contribuer à ces recherches à une échelle pluriannuelle.

Du point de vue expérimental, les essais œdométriques réalisés entre 15 et 35 °C devraient être étendus de -25 °C à 35 °C. Cela permettrait d'abord de compléter le comportement thermomécanique des mélanges dans l'espace de Black ou de Cole-Cole comme cela a été réalisé par les essais de compression dynamique sinusoïdale sur des échantillons cohésifs et mûris. Ensuite à partir de ces données, les paramètres du modèle de Huet & Sayegh pourraient être calculés afin d'évaluer leur dépendance à l'état de mûrissement et la prendre en compte dans la détermination de la variable de mûrissement χ .

Conclusion générale

Rationaliser le dimensionnement des structures incorporant des mélanges à l'émulsion

Les mondes scientifique et industriel manquent encore de données pour permettre le dimensionnement des matériaux grave-émulsion dans leur ensemble. Avec les travaux effectués dans la thèse de Marion Lambert (Lambert 2018) et le contenu de cette présente thèse, le comportement en place et sous chargement routier des GE est toutefois aujourd'hui mieux connu. La loi de comportement introduite par (Lambert 2018) permet de déterminer à un instant donné de la vie d'une chaussée avec GE les sollicitations structurelles au passage de charges roulantes (chemins de contraintes, déformations). Les travaux présents permettent d'entrevoir l'évolution de ces sollicitations à long terme en fonction du mûrissement des GE (ex : passage d'états essentiellement en contraction verticale et compression dans les trois directions vers des états en extension et traction horizontales). Désormais, le principal volet restant à investiguer en laboratoire et *in situ* pour aller vers une méthode de dimensionnement des chaussées avec GE structurelle est la connaissance de la résistance mécanique à long terme des GE sous ces sollicitations répétées en grand nombre et variables dans le temps. Pour ce faire, les essais sur démonstrateur débutés pendant la thèse doivent donc être prolongés et leurs résultats analysés sur plusieurs années de mûrissement de la structure. Des essais en laboratoire de caractérisation de l'endommagement des GE pourront être définis en parallèle. Le dimensionnement pourra alors résulter de la comparaison entre ces propriétés de résistance à la fatigue des GE et les amplitudes de sollicitations de trafic attendues sur chaussée. Ces avancées permettront de mieux cerner le domaine d'application des GE en fonction notamment de l'intensité des trafics à supporter et de leur formulation, avec ajout éventuel de ciment, tout en conservant le caractère éco-compatible de cette technique.

Evaluation environnementale

Les mélanges à froid ont fait l'objet d'évaluation énergétique, au moyen des logiciels ECORCE (Goyer et al. 2012) et SEVE (Routes de France 2021), et environnementales (relargage d'espèces chimiques dans le sol) (Salem, Verloo, et Boodt 1985). Cependant, un travail de veille doit être poursuivi d'abord sur les évolutions des pratiques routières incorporant ces mélanges (dont il est nécessaire d'élargir l'utilisation générale) ; ensuite sur la formulation des mélanges à froid (nouveaux liants, incorporation de ciment, tensioactifs et additifs biosourcés, recyclage...) tout en s'attachant à développer l'économie circulaire et préserver les ressources non renouvelables comme l'eau potable.

Références

- Béghin, A., L. Wendling, X. Carbonneau, C. d. L. Roche, F. Delfosse, V. Gaudefroy, L. Odie, J-M. Piau, et J-P. Triquigneaux. 2012. « Comportement et étude des graves-émulsion, coopération public-privé: Mûrissement et évolution temporelle des propriétés de l'enrobé et des caractéristiques de liant ». *Revue générale des routes et de l'aménagement (RGRA)* 902.
- Goyer, S., M. Dauvergne, L. Wendling, V. Gaudefroy, et C. Ropert. 2012. « Environmental data of cold mix using emulsified bitumen for a better selection of road materials ». In , 1-12.
- Lambert, M. 2018. « Comportement mécanique évolutif des enrobés bitumineux à l'émulsion : étude expérimentale et modélisation ». Thèse de doctorat, Limoges: Université de Limoges.
- Routes de France. 2021. « Eco comparateur/SEVE ». 13 octobre 2021.
<https://www.routesdefrance.com/les-actions-de-la-profession/developpement-durable/eco-comparateurseve/>.
- Salem, N., M. Verloo, et M. D. Boodt. 1985. « Effects of bituminous emulsions on retention and release of some chemical elements in two soil samples ». *Geoderma* 35: 241-49.

Annexes

Je suis de ceux qui pensent que la science est d'une grande beauté. Un scientifique dans son laboratoire est non seulement un technicien : il est un enfant placé devant des phénomènes naturels qui l'impressionnent comme des contes de fées.

Marie Curie

Contenu

Annexes	234
Annexe 1.....	238
1) Composition du mélange utilisé pour l'essai préliminaire sur la vérification de l'incidence de la lyophilisation	238
2) Caractérisation de l'émulsion utilisée pour l'essai préliminaire sur la vérification de l'incidence de la lyophilisation	238
3) Masses d'eau retirée avec la lyophilisation en fonction du temps	239
4) Influence de la température sur l'oxydation : suivi de l'évolution des indices CO et SO de liant obtenu par séchage d'émulsion	239
Entreposage des échantillons sous conditions extérieures régulées.....	240
Résultats	241
5) Caractérisation de l'émulsion utilisée pour l'observation de l'évolution des indices d'oxydation sous différentes températures.....	243
6) Vérification de l'influence de la lyophilisation sur les paramètres étudiés	243
Annexe 2.....	245
Pénétrabilité et TBA du bitume utilisé lors des essais au tensiomètre.....	245
Annexe 3.....	246
1) Caractérisation des émulsions des groupes A et B	246
2) Courbe granulométrique des mélanges A et B	246
3) Compacités des éprouvettes des groupes A et B en fin de campagne au banc gamma.....	246
Annexe 4.....	248
1) Pénétrabilité et TBA des liants extraits des matériaux chantier 1 et 2 prélevés en vis de finisseur	248
2) Données sur les bitumes fournies par Colas	248
3) Caractérisation de l'émulsion du chantier 1, campagne « Chantiers ».....	253
4) Courbe granulométrique des chantiers 1 et 2	254
5) Rapports d'essais Colas	255
6) Schémas d'implantation des capteurs sur les sections du démonstrateur test	277
7) Compacité des éprouvettes « Chantiers » chantier 2 mûries en laboratoire, en fin de campagne	280
8) Compacité des éprouvettes chantiers carottées	281
Annexe 5 : démonstration de la relation entre le module E utilisé usuellement et le module œdométrique	290
Annexe 6.....	290
1) Module en fonction de la fréquence.....	290
1.1. Module de cisaillement des éprouvettes mûries en laboratoire	290

Annexes

1.2. Module de cisaillement des matériaux mûris sur chantier	291
1.3. Pseudo module œdométrique des éprouvettes mûries en laboratoire	292
2) Diagrammes de Cole-Cole	294
2.1 Eprouvettes mûries en laboratoire	294
2.2. Matériaux mûris sur chantier	295
3) Diagrammes de Black	296
3.1. Eprouvettes mûries en laboratoire	296
3.2. Matériaux mûris sur chantier	298
4) Evolution de la T_g et de la FC des groupes A et B	298
Annexe 7 : Méthode itérative de Newton (utilisée en chapitre 4) :	299
Annexe 8 : Solution du problème de minimisation du chapitre 4 :	300
Annexe 9 : Etudes supplémentaires concernant le vieillissement d'un liant 70/100 et comparaisons avec le mûrissement des mélanges A et B	301
1) Pénétrabilité et point de ramollissement bille-anneau (TBA).....	302
2) Indices d'oxydation.....	302
3) Rhéologie.....	303
4) Calorimétrie.....	304
Annexe 10 : Evolutions des angles de phase des enrobés mûris en laboratoire	304
1) Répétabilité entre les éprouvettes.....	304
2) Effet des conditions d'essai sur l'angle de phase	305
Effet de la température	305
Effet de la fréquence	306
Effet de la force	306

Annexe 1

1) Composition du mélange utilisé pour l'essai préliminaire sur la vérification de l'incidence de la lyophilisation

Pénétrabilité et TBA du bitume (grade 70/100) , selon les normes NF EN 1426 et 1427.

Tableau 1 : Pénétrabilité et TBA du bitume utilisé pour l'essai préliminaire sur la vérification de l'incidence de la lyophilisation.

Pénétrabilité (1/10 mm)	TBA (°C)
68	47,0

Acide (HCl) 12 kg/t émulsion (erreur de choix de dosage) et tensioactif (diamine) 4 kg/t émulsion

Ratio bitume/phase aqueuse : 65/35

Granulat de la Noubleau (type RD26) :

10/14 : 20%,

4/6 : 20%,

0/4 : 60%

Vides visés : 15%

Emulsion : 7%

Eau finale : 6,3%.

2) Caractérisation de l'émulsion utilisée pour l'essai préliminaire sur la vérification de l'incidence de la lyophilisation

Résidu sur tamis (NF EN 1429) : $R_{0,500} = 0,00\%$ et $R_{0,160} = 0,41\%$

Teneur en eau (balance dessiccatrice) : 32,33%

Pseudo viscosité STV (NF EN 12846-1) : 10s

Indice de rupture BV Sikaisol (NF EN 13075-1) : 115

pH : 0,47

Granulométrie (mesurée sur un échantillon d'émulsion au microscope optique) :

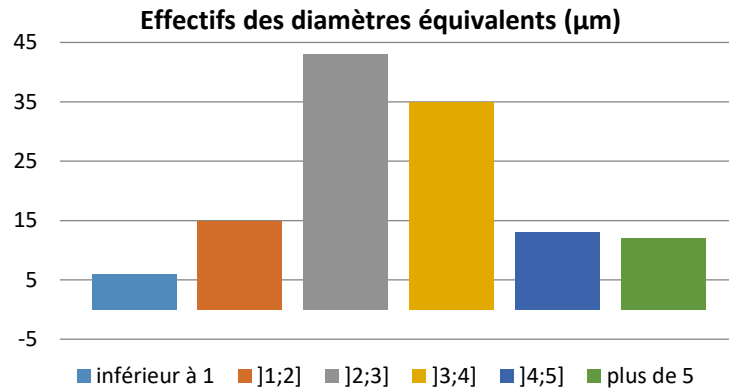


Figure 1 : Granulométrie de l'émulsion.

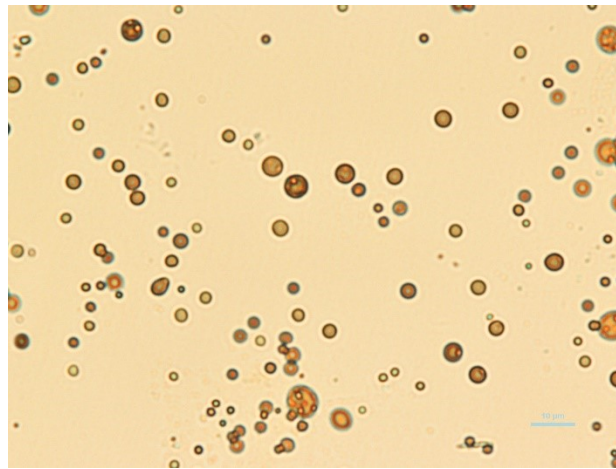


Figure 2 : Image en microscopie optique de l'émulsion diluée.

3) Masses d'eau retirée avec la lyophilisation en fonction du temps

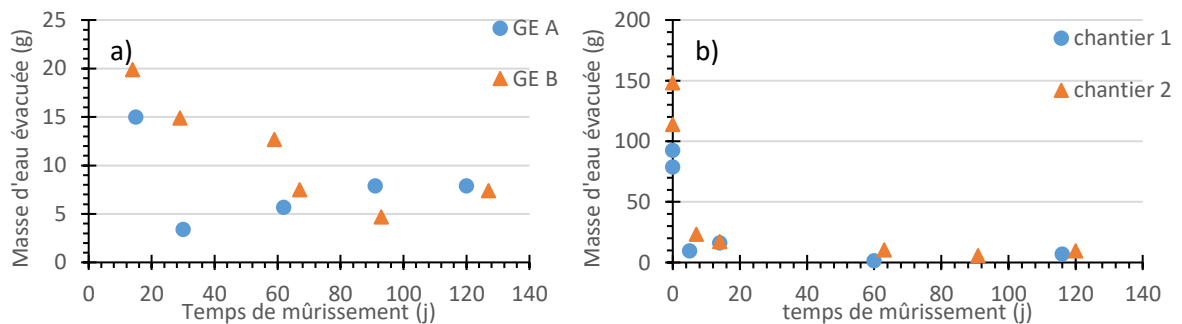


Figure 3 : Masses d'eau évacuées pendant la lyophilisation en fonction du temps, a) Campagne "Mûrissements A et B", b) Campagne « Chantiers ».

4) Influence de la température sur l'oxydation : suivi de l'évolution des indices CO et SO de liant obtenu par séchage d'émulsion

L'étude présentée ici a pour but d'évaluer l'impact de la température sur l'oxydation d'un liant et de la comparer à celle de liants extraits d'enrobés.

Entreposage des échantillons sous conditions extérieures régulées

Le liant observé dans cette sous-partie est issu d'une émulsion de bitume 70/100 séchée suivant la norme NF EN 13074-1. La caractérisation de l'émulsion utilisée figure en annexe 1.5. Trois échantillons de ce liant sont utilisés et répartis à 3 températures différentes (18, 25 et 35 °C) sous hygrométrie régulée. Le liant à 18 °C est entreposé dans une boîte hermétique avec des sels de Chlorure de Magnésium ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) en salle thermo-régulée, celui à 25 °C dans une enceinte climatique à 25 °C et 32 %HR et celui à 35 °C est rangé dans une boîte hermétique avec des sels de Chlorure de Magnésium dans une étuve à 35 °C. Les sels sont disposés avec de l'eau dans des contenants en plastique avec les échantillons d'émulsion séchée. Ils permettent la régulation de l'hygrométrie. Théoriquement des valeurs autour de 32-34 %HR sont obtenues avec ce type de sels, sous les températures testées.

En début d'essai, les boîtes hermétiques ne contenaient qu'un seul contenant de sels et l'hygrométrie résultante n'était pas suffisamment faible (Figure 4).

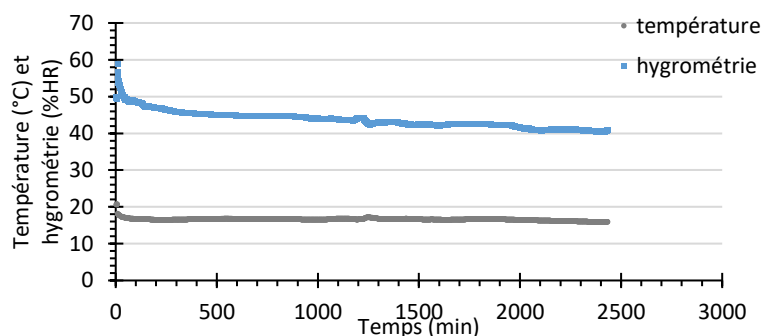


Figure 4 : Relevés d'hygrométrie et température sur 2 jours dans la boîte entreposée en salle thermo-régulée.

Un second contenant a donc été ajouté dans chaque boîte hermétique, ce qui a induit une baisse plus rapide de l'hygrométrie mais une asymptote similaire autour de 40 %HR (Figure 5). L'hygrométrie grâce au Chlorure de Magnésium à cette température ne semble pas pouvoir atteindre une valeur plus basse, elle est donc jugée satisfaisante.

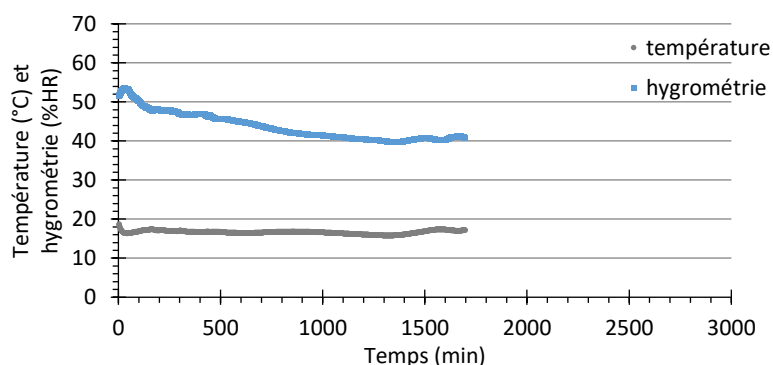


Figure 5 : Relevés d'hygrométrie et température sur environ 1 jour et demi dans la boîte entreposée en salle thermo-régulée, après ajout d'un second contenant de sels de Chlorure de Magnésium.

Pour information, la Figure 6 montre un relevé de températures dans la salle thermo-régulée à 18 °C sur une plus longue période. Les mesures ont été réalisées par le service métrologie du laboratoire et montrent que la régulation est correcte.

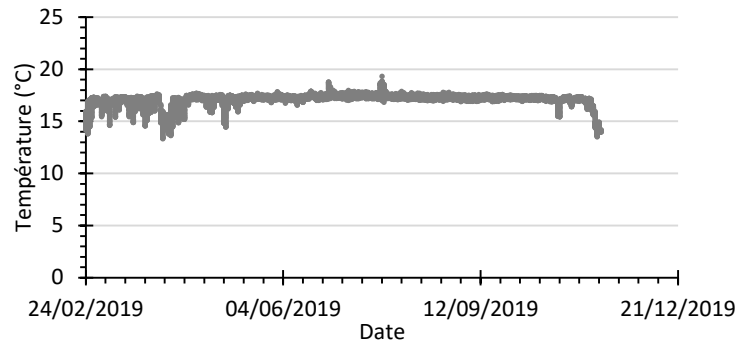


Figure 6 : Relevé de mesures dans la salle thermo-réglée par la métrologie.

Enfin la Figure 7 donne les mesures de température et hygrométrie obtenues dans la boîte entreposée à 35 °C. Les valeurs sont stables et correspondent aux paramètres voulus.

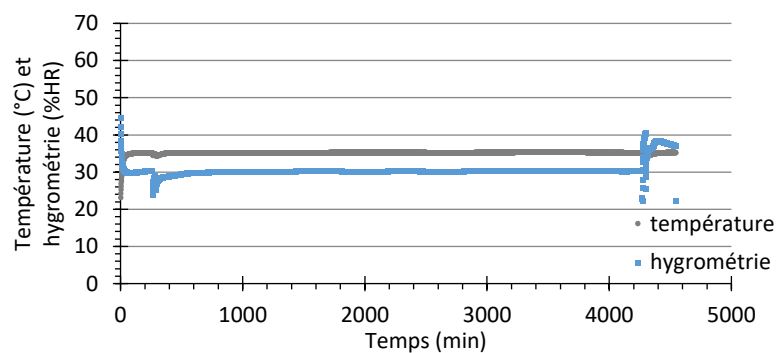
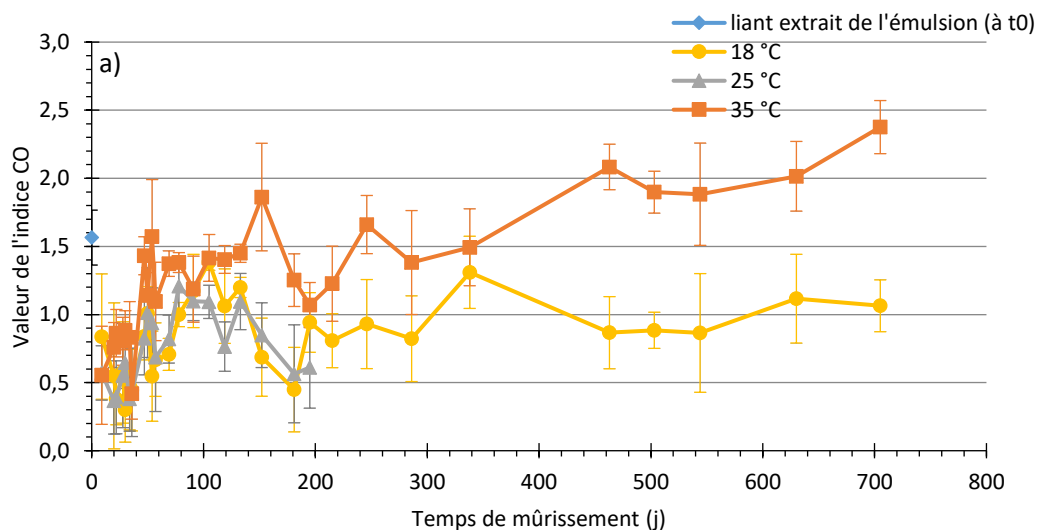


Figure 7 : Relevé d'hygrométrie et température sur environ 3 jours et demi dans la boîte entreposée à 35 °C en étuve.

Résultats

Les trois liants sont régulièrement testés en IR en transmission en prélevant une fine couche de bitume en surface. La Figure 8 présente les résultats obtenus.



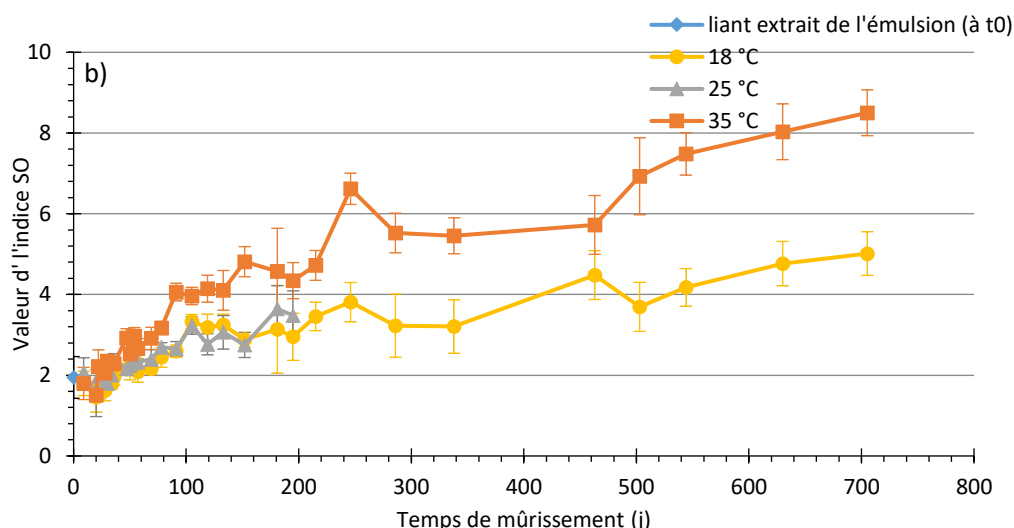


Figure 8 : Indices CO (a) et SO (b) mesurés sur les trois liants étudiés en fonction du temps. Les points sont obtenus en moyennant les 5 mesures réalisées (voir chapitre 2) et les barres d'erreurs représentent les écarts type entre les 5 mesures pour chaque point.

L'échantillon à 25 °C a été stoppé autour de 200 jours car l'enceinte dans lequel il était entreposé devait être libérée. Cela ne pose pas de problème car ses résultats sont très proches de ceux de l'échantillon disposé à 18 °C.

Les deux indices atteignent des valeurs plus élevées pour la température la plus élevée (35 °C). En effet, à 705 jours l'indice CO a atteint 2,4% à 35 °C pour environ 1% à 18 °C. Concernant l'indice SO, il atteint 8,5% à 35 °C et 5% à 18 °C au même temps. Une plus haute température accélère donc l'oxydation.

Les valeurs initiales d'oxydation entre le liant à 35 °C étudié dans cette sous-partie et ceux extraits des mélanges sont différentes, il est donc plus simple de comparer les variations d'indices plutôt que les valeurs en elles-mêmes (variation=indice final – indice initial). Le Tableau 2 récapitule les comparaisons à environ 60 jours d'entreposage ou de mûrissement à 35 °C entre les différents liants étudiés dans cette thèse. La valeur initiale de l'indice CO du liant séché d'émulsion utilisée dans les calculs ci-dessous est prise à 9 jours (0,55 %).

Tableau 2 : Variations d'indices SO et CO avec le temps de conservation et le mûrissement, au bout d'environ 60 jours.

Variations (final-initial)	Liant séché d'émulsion (57 jours)	Liant extrait du groupe A (62 jours)	Liant extrait du chantier 1 (60 jours)
Indice CO (%)	0,55	2,47	1,64
Indice SO (%)	0,88	4,13	5,36

Les variations des trois liants ne sont pas équivalentes. Les variations du liant séché d'émulsion sont extrêmement faibles par rapport à celles des mélanges. Les valeurs du liant n'atteignent d'ailleurs toujours pas celles de la GE à plus de 700 jours sous conditions contrôlées (sauf pour la valeur d'indice CO du chantier 1). Plusieurs raisons peuvent expliquer ce phénomène. Tout d'abord les liants des trois essais (les deux campagnes et l'essai étudié ici) sont différents. Ils pourraient donc réagir différemment à l'oxydation. Ensuite le film de bitume dans les mélanges GE est réparti sur le granulat sous forme de film beaucoup plus mince que celui disposé seul sous les différentes températures testées. Il est donc plus sujet à l'oxydation.

La comparaison entre l'oxydation de l'enrobé et celle du liant issu de l'émulsion reste difficile car la mise en œuvre de l'enrobé et l'extraction du liant amènent d'autres inconnues et différences avec le

liant de l'émulsion. Peuvent être citées l'impact de l'enrobage (même s'il se fait à température ambiante pour les enrobés à froid) ou encore la réaction des fonctions CO et SO avec le solvant d'extraction.

5) Caractérisation de l'émulsion utilisée pour l'observation de l'évolution des indices d'oxydation sous différentes températures

Teneur en eau (balance dessiccatrice) : 32,86%

Pseudo viscosité STV (NF EN 12846-1) : 24s

Indice de rupture BV Sikaisol (NF EN 13075-1) : 91

pH : 1,73

6) Vérification de l'influence de la lyophilisation sur les paramètres étudiés

Pour permettre une extraction complète du liant du mélange au perchloroéthylène, il est nécessaire qu'il soit complètement sec. La méthode usuelle, impliquant un séchage en étuve du matériau, risque d'amener un vieillissement supplémentaire du liant. La lyophilisation est donc une alternative testée ici, permettant de retirer l'eau du mélange sans avoir recours à un chauffage.

Pour vérifier que le procédé de lyophilisation n'apporte pas de biais et de vieillissement, un essai préliminaire de mûrissement pendant 27 jours en enceinte climatique a été mis en place. Un temps de mûrissement de 27 jours à 35 °C et 20 % d'humidité relative (HR) a été choisi pour sécher et faire mûrir un échantillonnage de grave-émulsion. Au terme de ce temps le liant a été extrait et ses propriétés évaluées. Deux échantillons ont été testés : un échantillon non lyophilisé et un échantillon lyophilisé. Les Figure 9, Figure 10 et Figure 11 montrent la comparaison des résultats obtenus entre les liants extraits de ces deux échantillons. Les paramètres étudiés pour cette étude sont le niveau d'oxydation, le module de cisaillement et l'angle de phase aux petites déformations, la température de transition vitreuse et la teneur en fraction cristallisable. Le matériau est constitué de bitume de grade 70/100, dans une émulsion à 65/35 de ratio bitume/phase aqueuse. La composition du mélange est présentée en annexe 1.1 et la caractérisation de l'émulsion en annexe 1.2.

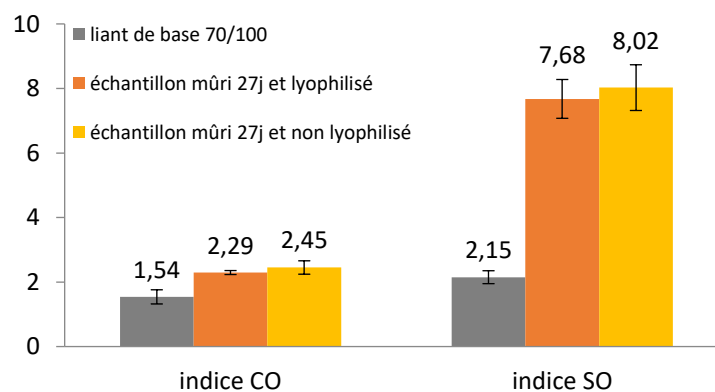


Figure 9 : Indices d'oxydation des trois liants testés pour l'étude préliminaire.

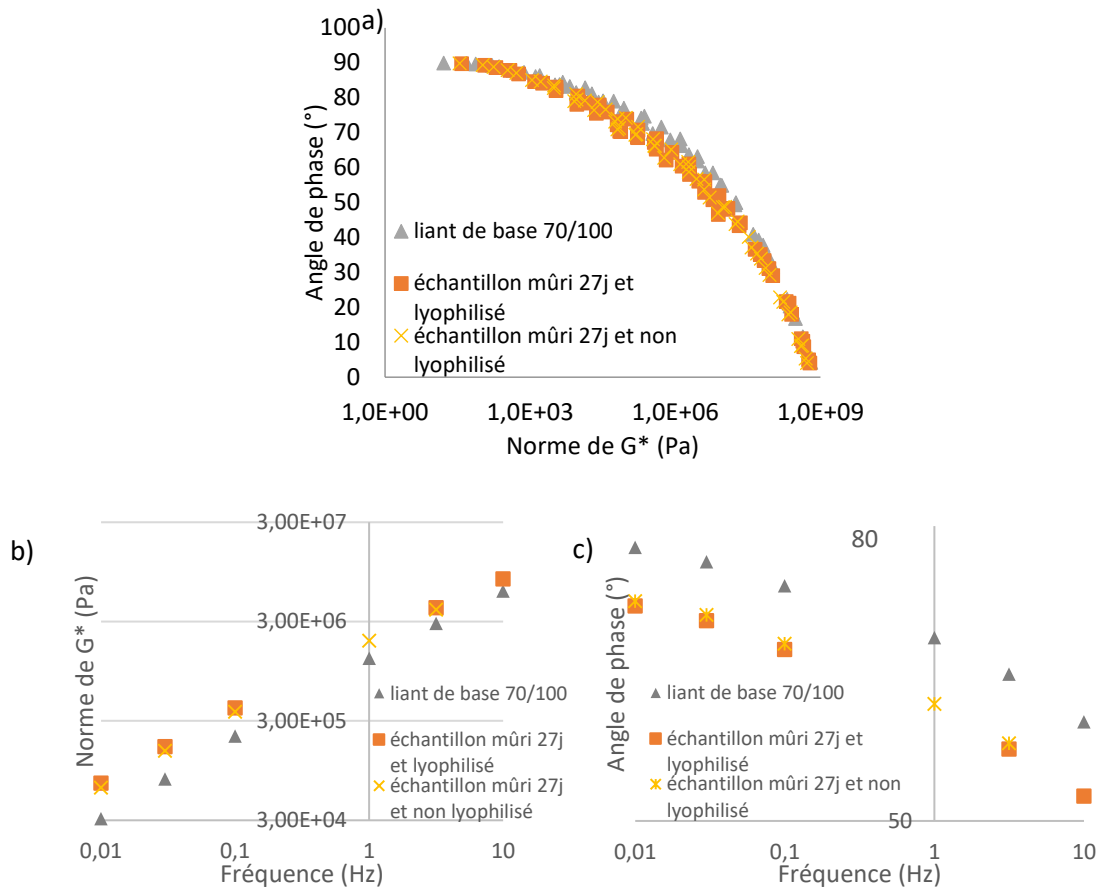


Figure 10 : a) Diagrammes de Black, b) Courbes de la norme de G* en fonction de la fréquence, essai à 20 °C, c) Courbes de l'angle de phase en fonction de la fréquence, essai à 20 °C. Pour le liant de base (n'ayant pas été émulsifié ni mélangé) ainsi que des deux échantillons étudiés.

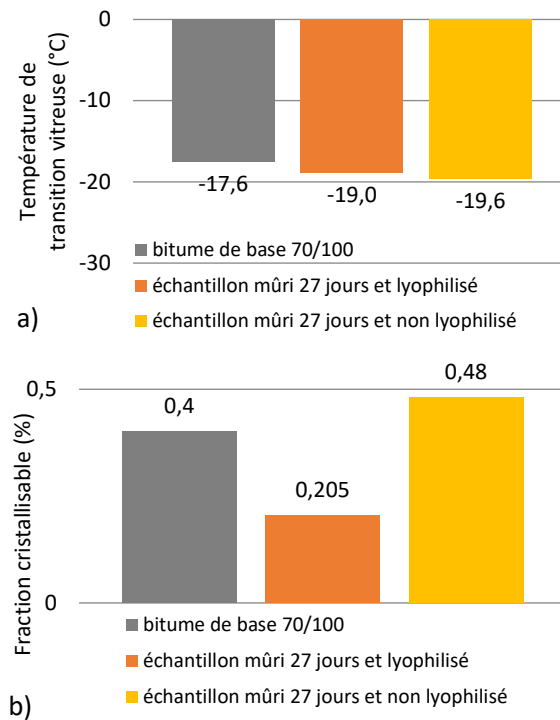


Figure 11 : Température de transition vitreuse (a) et fraction cristallisable (b) des trois liants testés pour l'étude préliminaire.

Les résultats obtenus indiquent que le liant après lyophilisation et extraction s'est oxydé, a gagné en module de cisaillement et perdu en angle de phase par rapport au bitume de base. Ses niveaux d'oxydation atteignent 2.3% pour l'indice CO et 7.7% pour l'indice SO. Son module de cisaillement est de 8 MPa alors que celui du bitume de base est de 6 MPa. Il a de plus perdu 7° en angle de phase par rapport au bitume de base.

Les Figure 9, Figure 10 et Figure 11 montrent qu'il n'y a pas de différences significatives entre le comportement du liant lyophilisé et celui du liant non lyophilisé, à même temps de mûrissement. Pour les paramètres étudiés, la lyophilisation ne semble pas avoir d'incidence sur le liant plus que le processus usuel faisant intervenir la chauffe de l'enrobé avant extraction. Pour remarque, les teneurs en fractions cristallisables (Figure 11-b) sont trop faibles (inférieures à 0.5%) pour juger leurs variations significatives.

Annexe 2

Pénétrabilité et TBA du bitume utilisé lors des essais au tensiomètre

Essais sur bitume 160/220 selon les normes EN NF 1426 et 1427.

Tableau 3 : Pénétrabilité et TBA du bitume utilisé lors des essais au tensiomètre.

Pénétrabilité à 25 °C (1/10 mm)	187
Température bille/anneau (°C)	39,5

Annexe 3

1) Caractérisation des émulsions des groupes A et B¹

Résidu sur tamis (NF EN 1429) : $R_{0,500} = 0,00\%$

Teneur en eau (balance dessiccatrice) : 33,77%

Pseudo viscosité STV (NF EN 12846-1) : 10 s

Indice de rupture BV Sikaisol (NF EN 13075-1) : 159

Granulométrie (granulomètre laser) :

Tableau 4 : Granulométrie des émulsions des groupes A et B.

Moyennes sur 2 essais	Dx(10) (µm)	Dx(50) (µm)	Dx(90) (µm)
	1,41	2,63	8,21

pH : 1,2

2) Courbe granulométrique des mélanges A et B

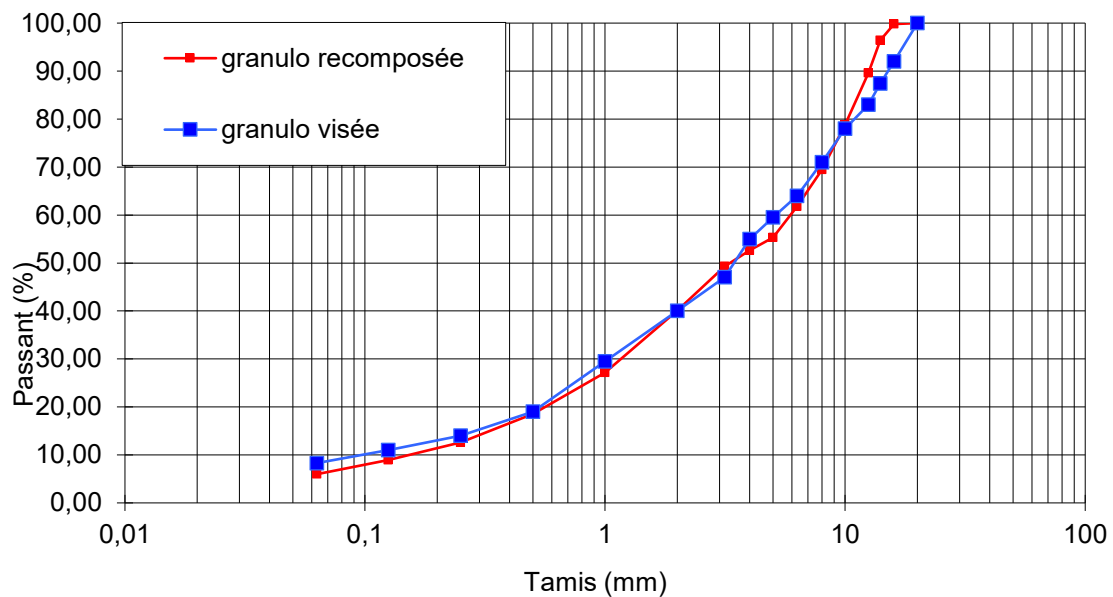


Figure 12 : Courbe granulométrique des mélanges A et B (issue des travaux de (Lambert 2018)).

3) Compacités des éprouvettes des groupes A et B en fin de campagne au banc gamma

Tableau 5 : Pourcentages en vides des éprouvettes de la campagne de mûrissements A et B.

GE A	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3
% de vides	11,19	8,9	11,24

¹ Seule l'émulsion du groupe B a été caractérisée

GE B	Eprouvette 1	Eprouvette 2
% de vides	9,6	10,0

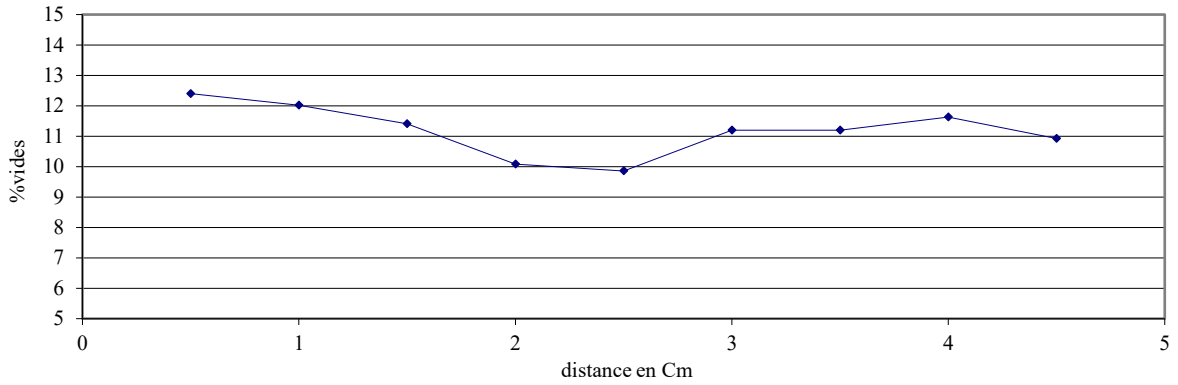


Figure 13 : Evolution dans la longueur de la compacité de l'éprouvette 1 du groupe A (il manque les bords).

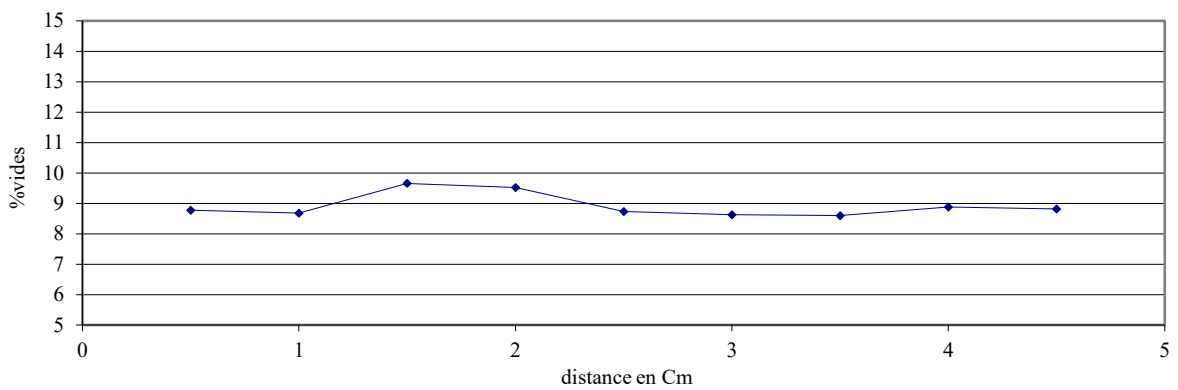


Figure 14 : Evolution dans la longueur de la compacité de l'éprouvette 2 du groupe A (il manque les bords).

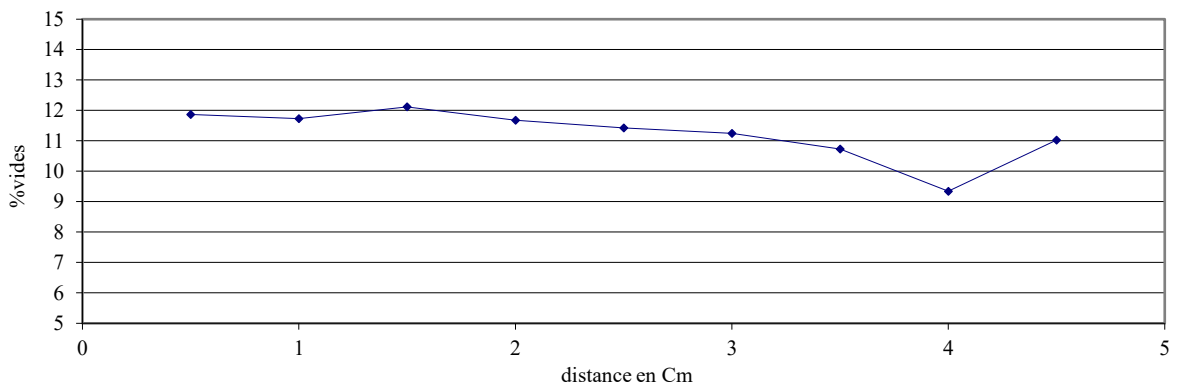


Figure 15 : Evolution dans la longueur de la compacité de l'éprouvette 3 du groupe A (il manque les bords).

Annexes

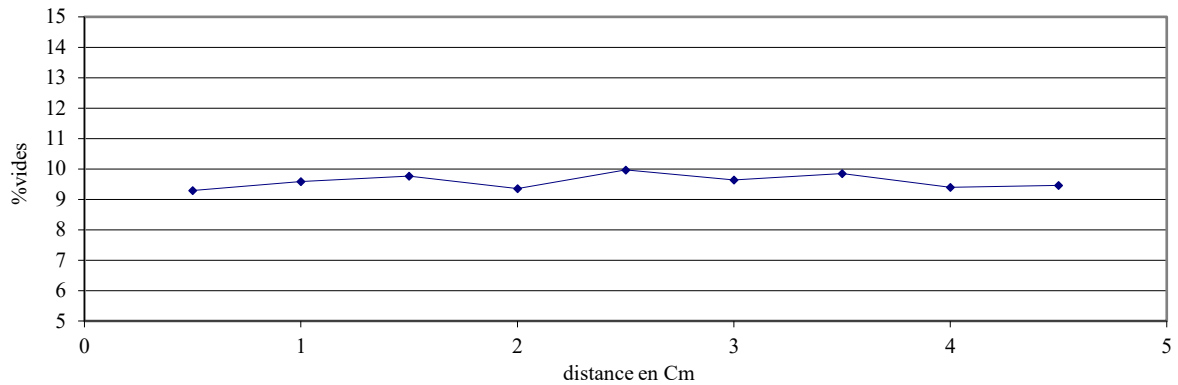


Figure 16 : Evolution dans la longueur de l'éprouvette 1 du groupe B (il manque les bords).

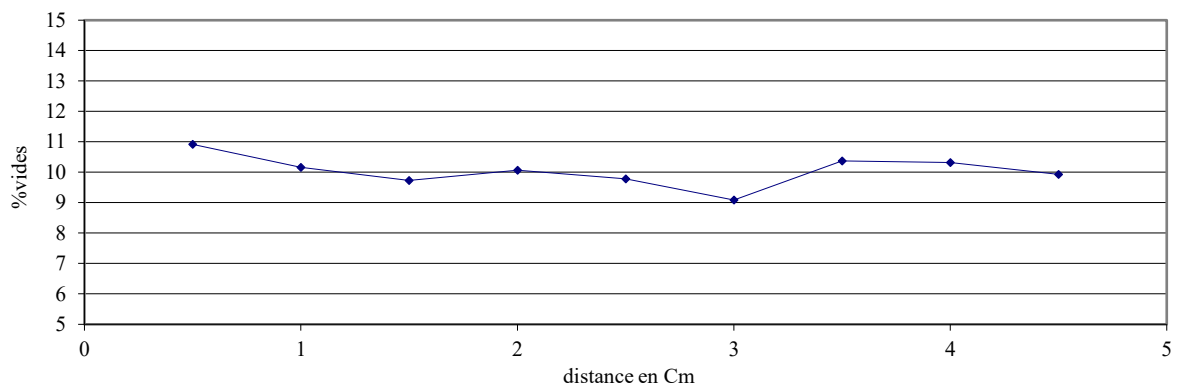


Figure 17 : Evolution dans la longueur de l'éprouvette 2 du groupe B (il manque les bords).

Annexe 4

1) Pénétrabilité et TBA des liants extraits des matériaux chantier 1 et 2 prélevés en vis de finisseur

Tableau 6 : Pénétrabilités, TBA et grades déduits des liants obtenus après extraction sur les matériaux prélevés en vis de finisseur.

	Chantier 1	Chantier 2
Pénétrabilité (1/10 mm)	97	136
TBA (°C)	46,2	41,8
Grade	70/100	100/150

Attention : ces résultats portent sur les liants extraits. Les grades peuvent donc être altérés à cause de l'émulsification et de l'enrobage par rapport aux bitumes de base.

2) Données sur les bitumes fournies par Colas

Albarán de Entrega.
Documento de control para el transporte de mercancías por carretera.



20201305326



Expedidor N.I.F. ESA48053243 C.A.E. ES00048H1001W PETROLEOS DEL NORTE, S.A. T. RF. PETRONOR(H10B) SAN MARTIN, 5 48550 Muskiz (Vizcaya)	Destinatario COLAS CENTRE OUEST USINE AIRVAULT (000000100585796) 5 RUE DES SABLIERES 79600 AIRVAULT Deux-Sèvres(FR)	C.A.E./N.I.F. I.I.E.E. N.I.F. FR75329338883	Nº Documento Entrega ALB 1305326-2020 Transportista/Cargador Contractual N.I.F. ESA56992083 BILOGISTIK (H009) AVDA. IPARRAGUIRRE 58, 1ª PLANTA 48980-Santurtzi; Vizcaya(ES)
Suministrador N.I.F. ESA28201523 REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A. (4AY2) C/ MENDEZ ALVARO, 44 28045 - MADRID; Madrid(ES) Referencia: 000000170784301	Duración del Transporte 14 Horas 00 Minutos	Empresa Colaboradora/Transportista Efectivo N.I.F. ESB95645206 ANCOA XXI, S.L. PUERTO DE BILBAO, MUELLE AZ-1 48508-Zierbena; Vizcaya(ES)	
Lugar y fecha de emisión Muskiz 4646845 Fecha/hora de despacho 15/07/2020 15:53	Condiciones de Suministro:	Pormenores del Transporte 3 CAMION CISTERNA ES 8980KRP ES R2335BDC Tara 14560 Bruto 39860 Neto 25300	

Compartimento	Producto Descripción	Nombre Comercial del Producto	Aditivo	Referencia Cliente	Ref. Lín. Car.	Volumen (Litros) 7º 15º	Peso (Kilos)	Tanque	Densidad 7º 15º	Temp.	Referencia
1		Bitume 160/220 Grane			1	27384 24929	25300	YTK639 0000013512	0,9239 1,0149	162,60	000000000000010

414

Certificado Recepción Destinatario Nombre, Apellidos, NIF y Cargo del Firmante (Firma) Empresa del Firmante (Sello)		Declaración del Conductor El Conductor declara: 1. Que ha presenciado las comprobaciones hechas por el Cargador antes, durante y después de la carga, relacionadas en el Anexo II del R.D. 917/2014. 2. Que ha recibido y leído antes de la carga, informándose de su contenido, las Instrucciones Escritas para el producto transportado, redactadas siguiendo el formato detallado en ADR 5.4.3. 3. Que el vehículo tras su carga se encuentra en buenas condiciones para iniciar su ruta.	
Autorización Cambio Lugar de Entrega Nuevo Nombre, Dirección, NIF y CAE. Solicitado por (Nombre y Dirección Empresa/Administración): COLAS CENTRE OUEST USINE AIRVAULT 5, Rue des Sablères - CS 70012 79600 AIRVAULT Tél.: 05 49 70 21 87 - Fax: 05 49 70 21 89		Otras Observaciones de Recepción, Anomalías de Producto Observaciones de carácter Legal o Administrativo: REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A. garantiza que los productos suministrados cumplen las especificaciones incluidas en PG.3 del MOPU. El expedidor entrega el producto cumpliendo las citadas especificaciones pero declina toda responsabilidad una vez que este haya sido manipulado o utilizado.	
Nombre, Apellidos y Firma del Conductor UNAI CAGICEDO REMIS (ES30666758F)		Autorizando el uso de la firma digitalizada 7/13/2020 3:53:28 PM	

PETROLEOS DEL NORTE, S.A. inscrita en el Registro Mercantil de Bilbao. Tomo 392 General. Libro 146. Sección 3ª. Folio 166. Hoja 1.624. Inscripción 1ª. Fecha 3-12-1988. ESA48053243

2 CLIENTE

5

Albarán de Entrega.
Documento de control para el transporte de mercancías por carretera.



20201305340



Expedidor N.I.F. ESA48053243 C.A.E. ES00048H1001W PETROLEOS DEL NORTE, S.A. T. RF. PETRONOR(H10B) SAN MARTIN, 5 48550 Muskiz (Vizcaya)	Destinatario COLAS CENTRE OUEST USINE AIRVAULT (000000100585796) 5 RUE DES SABLIERES 79600 AIRVAULT Deux-Sèvres(FR)	C.A.E./N.I.F. I.I.E.E. N.I.F. FR75329338883	Nº Documento Entrega ALB 1305340-2020 Transportista/Cargador Contractual N.I.F. ESA28201523 REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A. (4AY2) C/ MENDEZ ALVARO, 44 28045-MADRID; Madrid(ES)
Suministrador N.I.F. ESA28201523 REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A. (4AY2) C/ MENDEZ ALVARO, 44 28045 - MADRID; Madrid(ES) Referencia: 000000170784416	Duración del Transporte 14 Horas 00 Minutos	Empresa Colaboradora/Transportista Efectivo N.I.F. FR78352451074 NATIONAL CALSAT (I015) ROUTE D'ESPALION 12850-Onet-le-Château, Aveyron(FR)	
Lugar y fecha de emisión Muskiz 6946825 Fecha/hora de despacho 15/07/2020 17:30	Condiciones de Suministro:	Pormenores del Transporte 3 CAMION CISTERNA FR FE442XF FR CP956KT Tara 13920 Bruto 39780 Neto 25860	

Compartimento	Producto Descripción	Nombre Comercial del Producto	Aditivo	Referencia Cliente	Ref. Lín. Car.	Volumen (Litros) 7º 15º	Peso (Kilos)	Tanque	Densidad 7º 15º	Temp.	Referencia
1		Bitume 160/220 Grane			1	27993 25480	25860	YTK639 0000013512	0,9238 1,0149	162,90	000000000000010

Certificado Recepción Destinatario Nombre, Apellidos, NIF y Cargo del Firmante (Firma) Empresa del Firmante (Sello)		Declaración del Conductor El Conductor declara: 1. Que ha presenciado las comprobaciones hechas por el Cargador antes, durante y después de la carga, relacionadas en el Anexo II del R.D. 917/2014. 2. Que ha recibido y leído antes de la carga, informándose de su contenido, las Instrucciones Escritas para el producto transportado, redactadas siguiendo el formato detallado en ADR 5.4.3. 3. Que el vehículo tras su carga se encuentra en buenas condiciones para iniciar su ruta.	
Autorización Cambio Lugar de Entrega Nuevo Nombre, Dirección, NIF y CAE. Solicitado por (Nombre y Dirección Empresa/Administración): COLAS CENTRE OUEST USINE AIRVAULT 5, Rue des Sablères - CS 70012 79600 AIRVAULT		Otras Observaciones de Recepción, Anomalías de Producto Observaciones de carácter Legal o Administrativo: REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A. garantiza que los productos suministrados cumplen las especificaciones incluidas en PG.3 del MOPU. El expedidor entrega el producto cumpliendo las citadas especificaciones pero declina toda responsabilidad una vez que este haya sido manipulado o utilizado.	
Nombre, Apellidos y Firma del Conductor MOHAMMED ALMOUDIHANE (FR020315100041)		Autorizando el uso de la firma digitalizada 7/13/2020 3:30:20 PM	

PETROLEOS DEL NORTE, S.A. inscrita en el Registro Mercantil de Bilbao. Tomo 392 General. Libro 146. Sección 3ª. Folio 166. Hoja 1.624. Inscripción 1ª. Fecha 3-12-1988. ESA48053243

2 CLIENTE

7

514

Bulletin d'analyse



OIRE - C.I. - Muskiz

T. RF. PETRONOR
SAN MARTIN, 5
48550 Muskiz (Vizcaya)

andeur: REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A.
ant: COLAS CENTRE OUEST
5 RUE DES SABLIERES
79600 AIRVAULT Deux-Sèvres(FR)

Produit: Bitume 160/220 Granel
Le date de fabrication: 09/07/2020 Date d'expiration: 09/07/2022
N° de certificat: 0000013512
Specification: B1622-RED
N° d'échantillons: 201714676
Réservoir: YTK639

Code de client:
Votre Référence:

Commande: 000000170784416
Bordereau de livraison: 2020 - 1305340
Enregistrement de citeme: CP956KT

Quantité: 25,860.00 KGS
Le numéro de sacs: Granel
Le poids Net par sac: N/A

Caractéristique	Unité	Méthode	Résultat	Bornes
DENSIDAD RELATIVA 25/2	-	EN_15326	1.016	
Tª ALMACENAMIENTO LABORAT	°C	EN_12594	130	
Tª PREPARACION LABORATORI	°C	EN_12594	130	
PENETRACION A 25°C	mm/10	EN_1426	173	
PUNTO DE REBLANDECIMIE	°C	EN_1427	40.0	
INDICE DE PENETRACION	-	EN_12591_Anexo	-0.7	
PUNTO DE FRAGILIDAD FRAAS	°C	EN_12593	-27	
TESTIGO QC	-	S/M	ALMACENADO	
TESTIGO ORIGEN	-	S/M	No	

NOTES:

Requeriments speciaux de client

Observations

Muskiz, mercredi 15 juillet 2020

Chef de Laboratoire



Bulletin d'analyse

LABORATOIRE - C.I. - Muskiz

Adresse à: T. RF. PETRONOR
SAN MARTIN, 5
48550 Muskiz (Vizcaya)

Commandeur: REPSOL LUBRICANTES Y ESPECIALIDADES, S.A.
Agent: COLAS CENTRE OUEST
5 RUE DES SABLIERES
79600 AIRVAULT Deux-Sèvres(FR)

Produit: Bitume 160/220 Granel

Le date de fabrication: 09/07/2020

Date d'expiration: 09/07/2022

N° de certificat: 0000013512

Specification: B1622-RED

N° d'échantillons: 201714676

Réservoir: YTK639

Code de client:

Votre Référence:

Commande: 000000170784301

Quantité: 25,300.00 KGS

Ordre de livraison: 2020 - 1305326

Le numéro de sacs: Granel

Enregistrement de citerne: R2335BDC

Le poids Net par sac: N/A

Caractéristique	Unité	Méthode	Résultat	Bornes
DENSIDAD RELATIVA 25/2	-	EN_15326	1.016	
ALMACENAMIENTO LABORATORIO	°C	EN_12594	130	
PREPARACION LABORATORIO	°C	EN_12594	130	
TEMPERATURA A 25°C	mm/10	EN_1426	173	
PUNTO DE REBLANDECIMIENTO	°C	EN_1427	40.0	
INDICE DE PENETRACION	-	EN_12591_Anexo	-0.7	
PUNTO DE FRAGILIDAD FRAAS	°C	EN_12593	-27	
TESTIGO QC	-	S/M	ALMACENADO	
TESTIGO ORIGEN	-	S/M	No	

NOTES:

Requeriments speciaux de client

Observations

Muskiz, mercredi 15 juillet 2020

Chef de Laboratoire



Annexes

590

RAFFINERIE DE DONGES
 TOTAL RAFFINAGE FRANCE
 TOTAL MARKETING FRANCE
 Siège social : 562 AVENUE DU PARC DE L ILE
 92000 NANTERRE
 SIREN : 531 680445
 RCS NANTERRE



MARCHANDISES DANGEREUSES UN3257
 LIQUIDE TRANSPORTE A CHAUD
 N.S.A.(BITUME) 9, III, (D)

10
0333-CPR-450008
EN 12591:2009
Bitume_160/220 Bitume Routier
Information sur / More informations : www.bitumen.total.com

Date : 04/09/2020 09:18
 N° Badge : 04339804525572
 N° BT : 833502
 N° AC : 0592909
 Nom du Produit : Bitume_160/220
 Code Produit : 5010
 Poids Brut : 40080
 Poids Net : 28260

591

RAFFINERIE DE DONGES
 TOTAL RAFFINAGE FRANCE
 TOTAL MARKETING FRANCE
 Siège social : 562 AVENUE DU PARC DE L ILE
 92000 NANTERRE
 SIREN : 531 680445
 RCS NANTERRE



MARCHANDISES DANGEREUSES UN3257
 LIQUIDE TRANSPORTE A CHAUD
 N.S.A.(BITUME) 9, III, (D)

10
0333-CPR-450008
EN 12591:2009
Bitume_160/220 Bitume Routier
Information sur / More informations : www.bitumen.total.com

Date : 04/09/2020 10:40
 N° Badge : 20390599814148
 N° BT : 833508
 N° AC : 0583790
 Nom du Produit : Bitume_160/220
 Code Produit : 5010
 Poids Brut : 44140
 Poids Net : 28500

549

RAFFINERIE DE DONGES
 TOTAL RAFFINAGE FRANCE
 TOTAL MARKETING FRANCE
 Siège social : 562 AVENUE DU PARC DE L ILE
 92000 NANTERRE
 SIREN : 531 680445
 RCS NANTERRE



MARCHANDISES DANGEREUSES UN3257
 LIQUIDE TRANSPORTE A CHAUD
 N.S.A.(BITUME) 9, III, (D)

10
0333-CPR-450008
EN 12591:2009
Bitume_160/220 Bitume Routier
Information sur / More informations : www.bitumen.total.com

Date : 03/09/2020 17:26
 N° Badge : 17473646974468
 N° BT : 833483
 N° AC : 0578145
 Nom du Produit : Bitume_160/220
 Code Produit : 5010
 Poids Brut : 43540
 Poids Net : 28260

548

RAFFINERIE DE DONGES
 TOTAL RAFFINAGE FRANCE
 TOTAL MARKETING FRANCE
 Siège social : 562 AVENUE DU PARC DE L ILE
 92000 NANTERRE
 SIREN : 531 680445
 RCS NANTERRE



MARCHANDISES DANGEREUSES UN3257
 LIQUIDE TRANSPORTE A CHAUD
 N.S.A.(BITUME) 9, III, (D)

10
0333-CPR-450008
EN 12591:2009
Bitume_160/220 Bitume Routier
Information sur / More informations : www.bitumen.total.com

Date : 04/09/2020 07:09
 N° Badge : 17473637602308
 N° BT : 833493
 N° AC : 0565432
 Nom du Produit : Bitume_160/220
 Code Produit : 5010
 Poids Brut : 43420
 Poids Net : 28260

Annexes

547

RAFFINERIE DE DONGES
 TOTAL RAFFINAGE FRANCE
 TOTAL MARKETING FRANCE
 Siège social : 562 AVENUE DU PARC DE L'ILE
 92000 NANTERRE
 SIREN : 531 690445
 RCS NANTERRE



MARCHANDISES DANGEREUSES UN3257
 LIQUIDE TRANSPORTE A CHAUD
 N.S.A.(BITUME) 9, III, (D)

10
0333-CPR-450008
EN 12591:2009
Bitume_160/220 Bitume Routier
Information sur / More informations : www.bitumen.total.com

Date : 04/09/2020 06:34
 N° Badge : 46290493358596
 N° BT : 833492
 N° AC : 0572645
 Nom du Produit : Bitume_160/220
 Code Produit : 5010
 Poids Brut : 40300
 Poids Net : 26440
 Poids PTAC : 41085
 Type enlevement : 11 Acquitté droits normaux
 Nom du Transporteur : SITM
 Immat. Tracteur : CD909PE
 Immat. Citerne : CW971AK
 N° ADR Conducteur : FR175579010
 Nom Conducteur : NICOLAS DUPAS
 Destinataire : POITOU EMULSIONS
 N° du Bac : P175
 DENSITE à 15°C : 1028,5
 PENETRABILITE A 25°C : 215,000
 RAMOLLISSEMENT : 38,6

3) Caractérisation de l'émulsion du chantier 1, campagne « Chantiers »

Résidu sur tamis (NF EN 1429) : $R_{0,500} = 0,00\%$ et $R_{0,160} = 0,00\%$

Teneur en eau (balance dessiccatrice) : 39,7%

Pseudo viscosité STV (NF EN 12846-1) : 6 s

Indice de rupture BV Sikaisol (NF EN 13075-1) : 133

Granulométrie (granulomètre laser) :

Tableau 7 : Granulométrie de l'émulsion du chantier 1.

Moyennes sur 4 essais	Dx(10) (µm)	Dx(50) (µm)	Dx(90) (µm)
	1,33	6,43	31,1

pH : le pH-mètre ne fonctionnait plus au moment des essais

4) Courbe granulométrique des chantiers 1 et 2

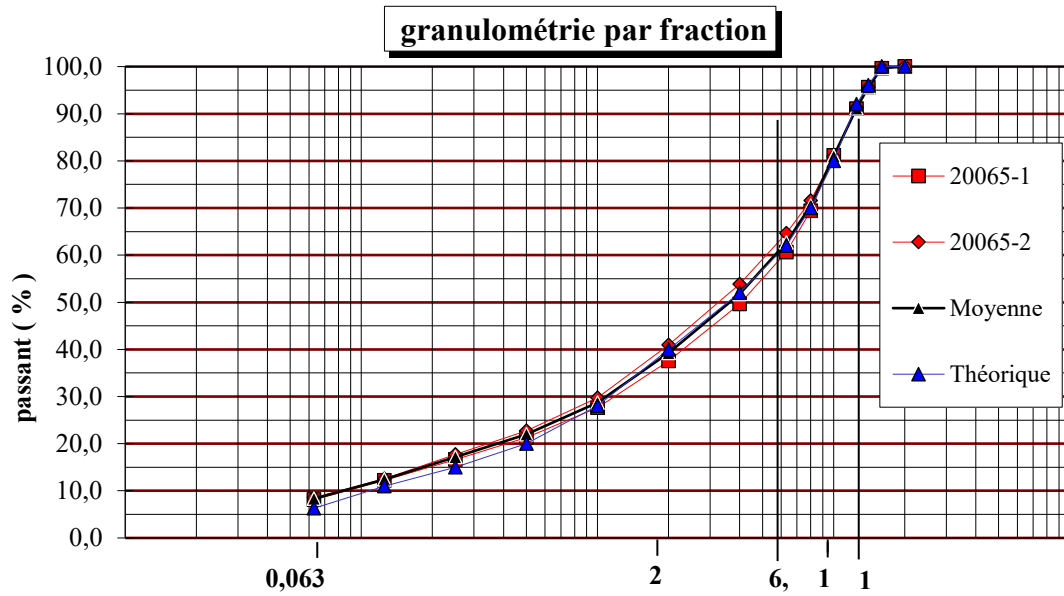


Figure 18 : Courbe granulométrique du chantier 1 (20065-1 et 20065-2 correspondent aux deux échantillons testés), NF EN 933-1.

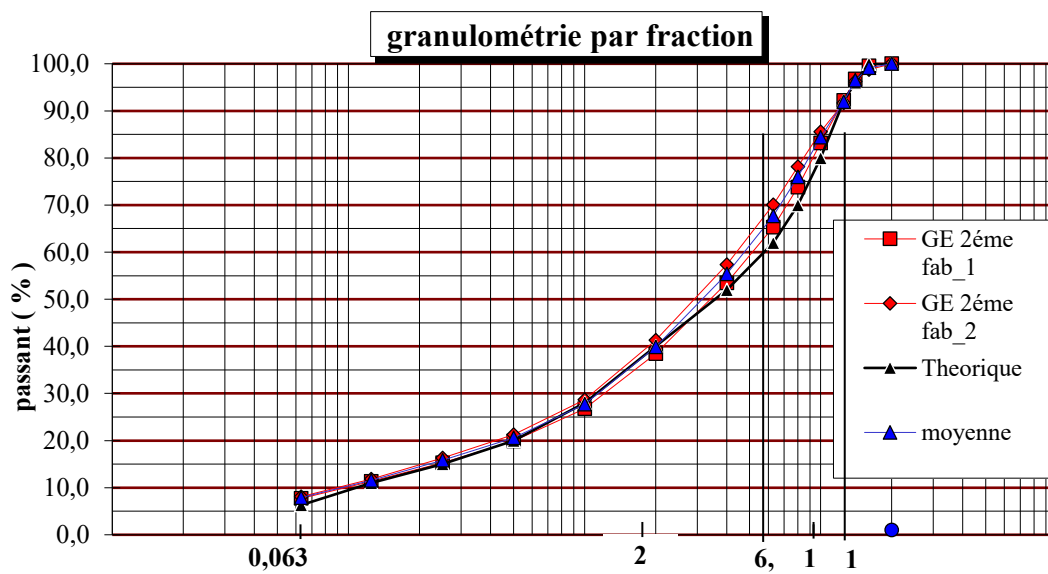


Figure 19 : Courbe granulométrique du chantier 2 (GE 2ème fab_1 et GE 2ème fab_2 correspondent aux deux échantillons testés), NF EN 933-1.

Annexes

Mvre (NF EN 12697-5) :

Tableau 8 : Mvre du chantier 1.

Masse volumique maximale moyenne (Mg/M ³)	ρ_{mv}	2,509
Masse volumique maximale théorique		2,474
Ecart		0,035

5) Rapports d'essais Colas



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de La Loire Sud - Poitou
Antenne de St Herblain
Quai Emile Cormerais - 44800 St Herblain

Rapport de prestation

Transmission par : Courrier électronique

Références

N° d'affaire : D44.20.REZE.070
Demandeur : COLAS NANTES
Destinataire(s) du rapport : V. METAYER - REZE
Références du chantier : Planche FABAC - Université Eiffel
Localisation du chantier : Bouguenais
Nature de l'intervention : Contrôle d'enrobés
Date d'intervention : 17/07/2020

Commentaire(s)

Contrôles des enrobés mis en œuvre :

Réalisation de 2 analyses sur les enrobés appliqués sur le chantier nommé ci-dessus :

- Teneur en liant moyenne 3,39% (théorique de 4,30%) : **NON-CONFORME**
- Granulométrie : conforme

Mise en œuvre d'enrobés

- Teneur en vide : 17% de vides (en adéquation avec les valeurs attendues sur ce type de produit)

Document(s) annexé(s)

 2 Rapports d'essais

Fait à St Herblain (44), le 15/09/2020


Le responsable des essais

JD. FICHET

Le responsable du Laboratoire

V. GUIBERT

Ce compte-rendu est constitué de 3 pages. Sauf autorisation préalable, il ne peut être reproduit que dans son intégralité. Les résultats obtenus ne sont en aucun cas généralisables.



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de La Loire Sud - Poitou
Antenne de St Herblain
Quai Emile Cormerais - 44800 St Herblain


Rapport d'essais

CONTRÔLE DE FABRICATION D'ENROBE par Asphaltanalysator

Teneur en liant (NF EN 12697-1 Méthode par extracteur à chaud (filtre à panier métallique) B.1.2)

Granulométrie (NF EN 12697-2)

Agrément Laboroute N°13-118



PARAMÈTRES DE CONTRÔLE			
Demandeur :	COLAS NANTES	Date du rapport d'essai :	15/09/2020
Destinataire :	V. METAYER - REZE	Date des essais :	25/08/2020
Nom de chantier :	Planche FABAC - Université Eiffel	N° d'affaire :	D44.20.REZE.070
Localisation du chantier :	Bouguenais	Responsable d'essai :	JD. FICHET
		Contrôle :	Externe

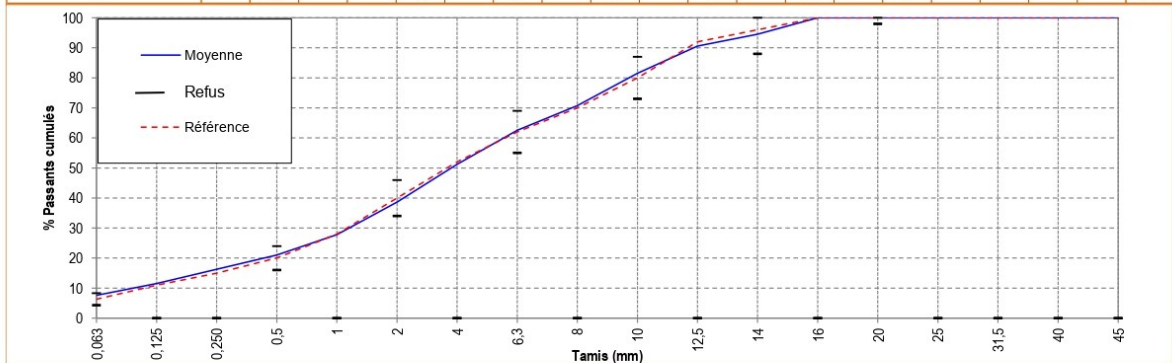
Entreprise : COLAS
Centrale : Poste à froid SAINT HERBLAIN
Couche : Roulement

Fraction	Granulats	Formule étudiée	Formule contrôlée
10/14	Vieilleville	21,0%	21,0%
6.3/10	Vieilleville	17,0%	17,0%
2/6.3	Vieilleville	20,0%	20,0%
0/2	Vieilleville	42,0%	42,0%
Emulsion	COLGRAVE (2000)	7,5%*	7,5%*
Bitume total	(résiduel)	4,30%	4,30%
		*en extérieur	*en extérieur

ENROBÉ	
GE 0/14 S cl 2 Vieilleville	
GE 0/14 S cl 2 Vieilleville	
MVR granulat = 2,64 t/m ³	MVR enrobé = 2,474 t/m ³

Date de prélèvement : 17/07/2020	Origine des spécifications : NF EN 13 108-21
--	--

GRANULOMETRIE - TENEUR EN LIANT																					
Echantillon	Heure	T (°C)	Tamis (mm)																	TL (%)	
			0,063	0,125	0,250	0,5	1	2	4	6,3	8	10	12,5	14	16	20	25	31,5	40		45
PLS-20-0605	11H50		7,8	12	17	21	28	40	53	64	72	82	90	94	100	100	100	100	100	100	3,44
PLS-20-0606	12H10		7,4	11	16	21	27	38	50	61	69	81	91	96	100	100	100	100	100	100	3,34
Moyenne			7,6	12	16	21	28	39	51	63	71	82	91	95	100	100	100	100	100	100	3,39
Ecart type			0,3	1	0	0	1	1	2	2	2	0	1	1							
Référence			6,3	11	15	20	28	40	52	62	70	80	92	96	100	100	100	100	100	100	4,30
V.S.S			8,3			24		46		69		87		100		100					4,80
V.S.I			4,3			16		34		55		73		88		98					3,80



CONFORMITE AUX SPECIFICATIONS

La teneur en liant est Non-conforme


<p>Commentaires : Teneur en eau + fluxant : 6,0% Homogénéité visuelle des matériaux désenrobés</p>	<p>Responsable des essais : JD. FICHET</p> 	<p>Validation : V. GUIBERT</p> 
<p>Dérogation Laboroute n°11 : Une teneur en eau est réalisée. Dérogation Laboroute n°12 : L'échantillon est prélevé et pesé chaud avant désenrobage.</p>		



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de La Loire Sud - Poitou
Antenne de St Herblain
Quai Emile Cormerais - 44800 St Herblain

Rapport de prestation

Transmission par : Courrier électronique

Références	
N° d'affaire :	D44.20.REZE.070
Demandeur :	COLAS NANTES
Destinataire(s) du rapport :	V. METAYER - REZE
Références du chantier :	Planche FABAC - Université Eiffel
Localisation du chantier :	Bouguenais
Nature de l'intervention :	Contrôle d'enrobés
Date d'intervention :	08/09/2020
Commentaire(s)	
<p>Contrôles des enrobés mis en œuvre :</p> <p>Réalisation de 2 analyses sur les enrobés appliqués sur le chantier nommé ci-dessus :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Teneur en liant moyenne : 4,26% (théorique de 4,30%) : conforme - Granulométrie : conforme <p>Mise en œuvre d'enrobés</p> <ul style="list-style-type: none"> - Teneur en vides : 16,5% de vides moyen (en adéquation avec les valeurs attendues sur ce type de produit) 	
Document(s) annexé(s)	
	2 Rapports d'essais

Fait à St Herblain (44), le 14/09/2020

Le responsable des essais

JD. FICHET

Le responsable du Laboratoire

V. GUIBERT

Ce compte-rendu est constitué de 3 pages. Sauf autorisation préalable, il ne peut être reproduit que dans son intégralité. Les résultats obtenus ne sont en aucun cas généralisables.



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de La Loire Sud - Poitou
Antenne de St Herblain
Quai Emile Comerais - 44800 St Herblain

Rapport d'essais

CONTRÔLE DE FABRICATION D'ENROBE par Asphaltanalysator

Teneur en liant (NF EN 12697-1 Méthode par extracteur à chaud (filtre à panier métallique) B.1.2)

Granulométrie (NF EN 12697-2)

Agrément Laboroute N°13-118



PARAMETRES DE CONTRÔLE			
Demandeur :	COLAS NANTES	Date du rapport d'essai :	14/09/2020
Destinataire :	V. METAYER - REZE	Date des essais :	08/09/2020
Nom de chantier :	Planche FABAC - Université Eiffel	N° d'affaire :	D44.20.REZE.070
Localisation du chantier :	Bouguenais	Responsable d'essai :	JD. FICHET
		Contrôle :	Externe

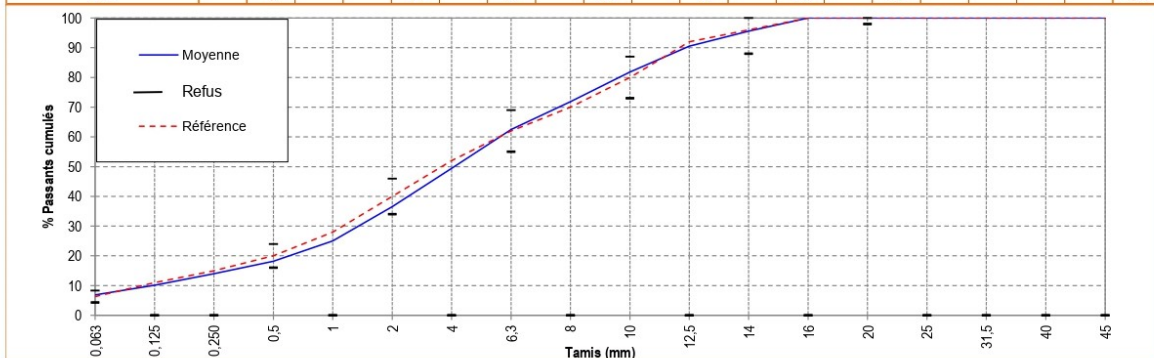
Entreprise : COLAS
Centrale : Poste à froid SAINT HERBLAIN
Couche : Roulement

Fraction	Granulats	Formule étudiée	Formule contrôlée
10/14	Vieilleville	21,0%	21,0%
6.3/10	Vieilleville	17,0%	17,0%
2/6.3	Vieilleville	20,0%	20,0%
0/2	Vieilleville	42,0%	42,0%
Emulsion	COLGRAVE (2000)	7,5%*	7,5%*
Bitume total	(résiduel)	4,30%	4,30%
		*en extérieur	*en extérieur

ENROBÉ	
GE 0/14 S cl 2 Vieilleville	
GE 0/14 S cl 2 Vieilleville	
MVR granulats = 2,64 t/m ³	MVR enrobé = 2,474 t/m ³

Date de prélèvement : 07/09/2020	Origine des spécifications : NF EN 13 108-21
--	--

GRANULOMETRIE - TENEUR EN LIANT																					
Echantillon	Heure	T (°C)	Tamis (mm)																	TL (%)	
			0,063	0,125	0,250	0,5	1	2	4	6,3	8	10	12,5	14	16	20	25	31,5	40		45
PLS-20-0766	13H30		6,6	10	13	18	25	36	47	60	69	80	89	94	100	100	100	100	100	100	4,08
PLS-20-0767	16H15		7,4	11	15	19	26	38	51	64	74	83	91	96	100	100	100	100	100	100	4,44
PLS-20-0768	16H30		6,6	10	14	18	24	36	50	63	73	83	91	96	100	100	100	100	100	100	4,25
Moyenne			6,9	10	14	18	25	37	49	63	72	82	91	96	100	100	100	100	100	100	4,26
Ecart type			0,5	1	1	1	1	1	2	2	3	2	1	1							
Référence			6,3	11	15	20	28	40	52	62	70	80	92	96	100	100	100	100	100	100	4,30
V.S.S			8,3			24		46		69		87		100							4,80
V.S.I			4,3			16		34		55		73		88		98					3,80



CONFORMITE AUX SPECIFICATIONS
La granulométrie et la teneur en liant sont conformes

<p>Commentaires : Teneur en eau + fluxant : 5,8% Homogénéité visuelle des matériaux désenrobés</p>	<p>Responsable des essais : JD. FICHET</p> 	<p>Validation : V. GUIBERT</p> 
<p>Dérogation Laboroute n°11 : Une teneur en eau est notifiée. Dérogation Laboroute n°12 : Un noté est prélevé et pesé chaud avant désenrobage.</p>		



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de La Loire Sud - Poitou
Antenne de St Herblain
Quai Emile Cormerais - 44800 St Herblain

Rapport de prestation

Transmission par : Courrier électronique

Références

N° d'affaire : D44.20.REZE.070
Demandeur : COLAS NANTES
Destinataire(s) du rapport : V. METAYER - REZE
Références du chantier : Planche FABAC - Université Eiffel
Localisation du chantier : Bouguenais
Nature de l'intervention : Contrôle d'enrobés
Date d'intervention : 08/09/2020

Commentaire(s)

Contrôles des enrobés mis en œuvre :

Réalisation de 2 analyses sur les enrobés appliqués sur le chantier nommé ci-dessus :

- Teneur en liant moyenne 4,53% (théorique de 4,30%) : conforme
- Granulométrie : conforme

Mise en œuvre d'enrobés

- Teneur en vides : 15,5% de vides (en adéquation avec les valeurs attendues sur ce type de produit)

Document(s) annexé(s)

 2 Rapports d'essais

Fait à St Herblain (44), le 14/09/2020

Le responsable des essais

JD. FICHET

Le responsable du Laboratoire

V. GUIBERT

Ce compte-rendu est constitué de 3 pages. Sauf autorisation préalable, il ne peut être reproduit que dans son intégralité. Les résultats obtenus ne sont en aucun cas généralisables.



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de La Loire Sud - Poitou
Antenne de St Herblain
Quai Emile Comerais - 44800 St Herblain

Rapport d'essais

CONTRÔLE DE FABRICATION D'ENROBE par Asphaltanalysator

Teneur en liant (NF EN 12697-1 Méthode par extracteur à chaud (filtre à panier métallique) B.1.2)

Granulométrie (NF EN 12697-2)

Agrément Laboratoire N°13-118 

PARAMETRES DE CONTRÔLE			
Demandeur :	COLAS NANTES	Date du rapport d'essai :	14/09/2020
Destinataire :	V. METAYER - REZE	Date des essais :	09/09/2020
Nom de chantier :	Planche FABAC - Université Eiffel	N° d'affaire :	D44.20.REZE.070
Localisation du chantier :	Bouguenais	Responsable d'essai :	JD. FICHET
		Contrôle :	Externe

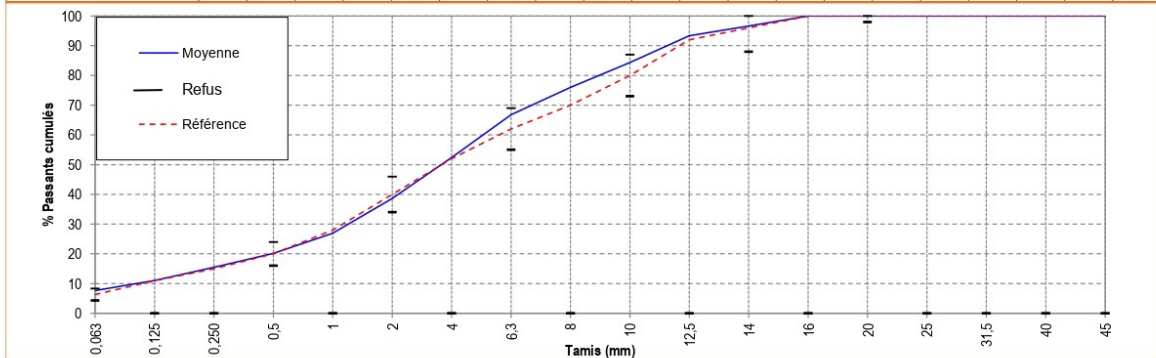
Entreprise : COLAS
Centrale : Poste à froid SAINT HERBLAIN
Couche : Roulement

ENROBÉ	
GE 0/14 S cl 2 Vieilleville	
GE 0/14 S cl 2 Vieilleville	
MVR granulat = 2,64 t/m ³	MVR enrobé = 2,474 t/m ³

Date de prélèvement : 08/09/2020	Origine des spécifications : NF EN 13 108-21
--	--

Fraction	Granulats	Formule étudiée	Formule contrôlée
10/14	Vieilleville	21,0%	20,5%
6.3/10	Vieilleville	17,0%	16,5%
2/6.3	Vieilleville	20,0%	20,0%
0/2	Vieilleville	42,0%	43,0%
Emulsion	COLGRAVE (2000)	7,5%*	7,5%*
Bitume total	(résiduel)	4,30%	4,30%
		*en extérieur	*en extérieur

GRANULOMETRIE - TENEUR EN LIANT																					
Echantillon	Heure	T (°C)	Tamis (mm)																	TL (%)	
			0,063	0,125	0,250	0,5	1	2	4	6,3	8	10	12,5	14	16	20	25	31,5	40		45
PLS-20-0781	15H35		7,9	11	16	21	28	40	53	67	76	84	94	96	100	100	100	100	100	4,58	
PLS-20-0782	18H00		7,4	11	15	20	26	38	52	67	76	85	93	97	100	100	100	100	100	4,48	
Moyenne			7,7	11	15	20	27	39	52	67	76	84	93	97	100	100	100	100	100	100	4,53
Ecart type			0,4	0	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0							
Référence			6,3	11	15	20	28	40	52	62	70	80	92	96	100	100	100	100	100	100	4,30
V.S.S			8,3			24		46		69		87		100		100					4,80
V.S.I			4,3			16		34		55		73		88		98					3,80



CONFORMITE AUX SPECIFICATIONS
La granulométrie et la teneur en liant sont conformes

<p>Commentaires : Teneur en eau + fluxant : 6,3% Homogénéité visuelle des matériaux désenrobés</p>	<p>Responsable des essais : JD. FICHET</p> 	<p>Validation : V. GUIBERT</p> 
<p>Dérogation Laboratoire n°11 : Une teneur en eau est notifiée. Dérogation Laboratoire n°12 : Un noté est prélevé et pesé chaud avant désenrobage.</p>		



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de la Loire Sud - Poitou
Antenne de SaintHerblain
Quai Emile Cormerais - 44800 Saint-Herblain

Rapport de prestation

Transmission par : Courrier électronique

Références

N° d'affaire : D44.20.REZE.070
Demandeur : COLAS REZE
Destinataire(s) du rapport : METAYER Vincent - REZE
Références du chantier : Planche FABAC - Université Eiffel
Localisation du chantier : Bouguenais
Nature de l'intervention : Contrôle fabrication d'enrobés
Date d'intervention : 07/09/2020

Commentaire(s)

Contrôles des enrobés mis en œuvre :

Réalisation d'1 analyse sur les enrobés appliqués sur le chantier nommé ci-dessus :

- Teneur en liant moyenne 5,97 % (théorique de 5,80 %) : conforme
- Granulométrie : conforme

Mise en oeuvre d'enrobés

- macrotecture :
- % de vides moyens : 4,8% (spécification NF P 98-150-1 : entre 4 et 8%)

Document(s) annexé(s)

2 Rapports d'essais

Fait à Saint-Herblain (44), le 15/09/2020

Le responsable des essais
JD. FICHET

Le responsable du Laboratoire
GUIBERT Vincent

Ce compte-rendu est constitué de 3 pages,. Sauf autorisation préalable, il ne peut être reproduit que dans son intégralité. Les résultats obtenus ne sont en aucun cas généralisables.



Direction Technique et Développement
Laboratoire Pays de la Loire Sud - Poitou
Antenne de SaintHerblain
Quai Emile Comerais - 44800 Saint-Herblain

Rapport d'essais

CONTRÔLE DE FABRICATION D'ENROBE par Asphaltanalysator

Teneur en liant (NF EN 12697-1 Méthode par extracteur à chaud (filtre à panier métallique) B.1.2)
Granulométrie (NF EN 12697-2)

Agrément Laboroute N°13-118



PARAMÈTRES DE CONTRÔLE			
Demandeur :	COLAS REZE	Date du rapport d'essai :	15/09/2020
Destinataire :	METAYER Vincent - REZE	Date des essais :	08/09/2020
Nom de chantier :	Planche FABAC - Université Eiffel	N° d'affaire :	D44.20.REZE.070
Localisation du chantier :	Bouguenais	Responsable d'essai :	JD. FICHET
		Contrôle :	Externe

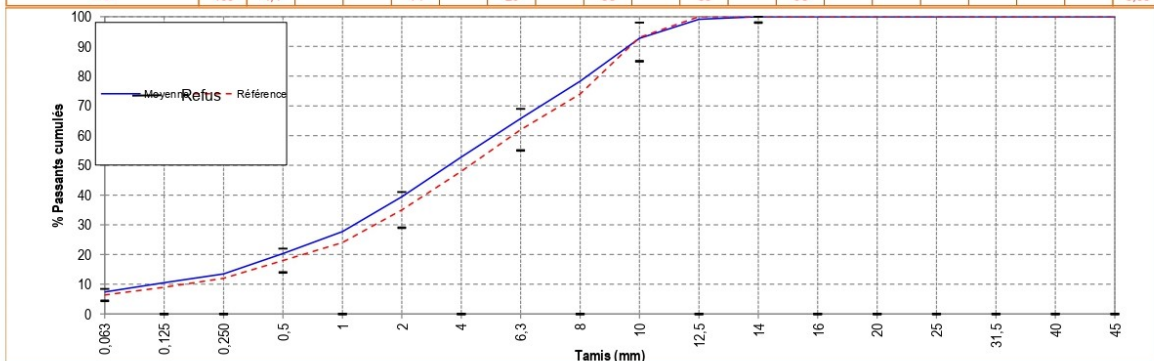
Entreprise : COLAS
Centrale : SATR
Couche : Roulement

Fraction	Granulats	Formule étudiée	Formule contrôlée
6,3/10	Rouans	39,9%	
2/6,3	Rouans	17,3%	
0/2	Rouans	25,0%	
0/4R	Cheviré	10,0%	
Fines d'apport			
Bitume d'apport		COLFLEX	
Bitume total		5,80%	

ENROBÉ	
EB10 roull/fai 50/70	
BBS2 0/10 Rouans	
MVR granulats = 2,62 t/m3	MVR enrobé = 2,404 t/m3

Date de prélèvement : 07/09/2020	Origine des spécifications : NF EN 13 108-21
--	--



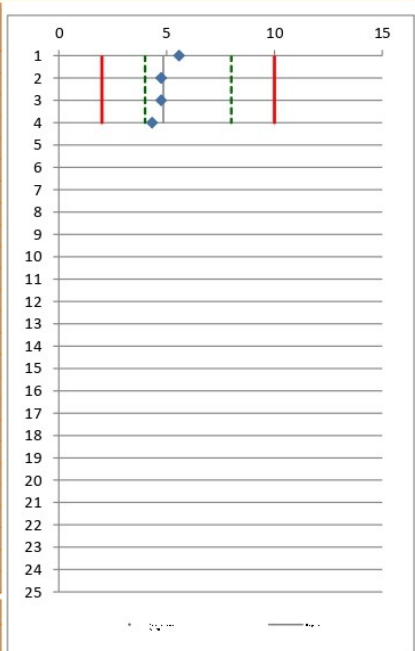


GRANULOMETRIE - TENEUR EN LIANT																				
Echantillon	Heure	T (°C)	Tamis (mm)																	TL (%)
			0,063	0,125	0,250	0,5	1	2	4	6,3	8	10	12,5	14	16	20	25	31,5	40	
PLS-20-0776	11H40	163	7,4	11	14	20	28	39	53	66	78	93	99	100	100	100	100	100	100	5,97
Moyenne		163	7,4	11	14	20	28	39	53	66	78	93	99	100	100	100	100	100	100	5,97
Ecart type			-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Référence		170	6,4	9	12	18	24	35	48	62	74	93	100	100	100	100	100	100	100	5,80
V.S.S		180	8,4			22		41		69		98		100						6,35
V.S.I		160	4,4			14		29		55		85		98						5,35



CONFORMITE AUX SPECIFICATIONS

La granulométrie et la teneur en liant sont conformes.

<p>Commentaires : Homogénéité visuelle des matériaux désenrobés</p>	<p>Responsable des essais : JD. FICHET</p> 	<p>Validation : GUILBERT Vincent</p> 
<p>Dérogation Laboroute n°11 : Une teneur en eau est notifiée. Dérogation Laboroute n°12 : Un échantillon est prélevé et pesé chaud avant désenrobage.</p>		

 Direction Technique et Développement Laboratoire Pays de la Loire Sud - Poitou Antenne de Saint-Herblain Quai Emile Cormerais - 44800 Saint-Herblain		<h3>Rapport d'essais</h3> <h2>Chaussées - Mesure de la masse volumique des matériaux en place</h2> <h3>Partie 1 : Mesure ponctuelle de la masse volumique moyenne apparente par gammadensimètre à transmission directe</h3> <p style="text-align: right;">NF P 98-241-1</p>		 Agrément Laboroute N°13-118																																																																																																																																																															
PARAMÈTRES DE CONTRÔLE																																																																																																																																																																			
Demandeur :	COLAS REZE	Date du rapport d'essai :	15/09/2020																																																																																																																																																																
Destinataire :	METAYER Vincent - REZE	N° d'affaire :	D44.20.REZE.070																																																																																																																																																																
Nom de chantier :	Planche FABAC - Université Eiffel	Responsable d'essai :	JD. FICHET																																																																																																																																																																
Localisation du chantier :	Bouguenais	Contrôle :	Externe																																																																																																																																																																
Entreprise : COLAS Centrale : SATR Couche : Roulement		<table border="1"> <thead> <tr> <th>Fraction</th> <th>Granulats</th> <th>Formule étudiée</th> <th>Formule contrôlée</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>6,3/10</td> <td>Rouans</td> <td>39,9%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>2/6,3</td> <td>Rouans</td> <td>17,3%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>0/2</td> <td>Rouans</td> <td>25,0%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>0/4R</td> <td>Chevire</td> <td>10,0%</td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="4">Fines d'apport</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Bitume d'apport</td> <td>COLFLEX</td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="2">Bitume total</td> <td>5,80%</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Fraction	Granulats	Formule étudiée	Formule contrôlée	6,3/10	Rouans	39,9%		2/6,3	Rouans	17,3%		0/2	Rouans	25,0%		0/4R	Chevire	10,0%		Fines d'apport				Bitume d'apport		COLFLEX		Bitume total		5,80%																																																																																																																																	
Fraction	Granulats	Formule étudiée	Formule contrôlée																																																																																																																																																																
6,3/10	Rouans	39,9%																																																																																																																																																																	
2/6,3	Rouans	17,3%																																																																																																																																																																	
0/2	Rouans	25,0%																																																																																																																																																																	
0/4R	Chevire	10,0%																																																																																																																																																																	
Fines d'apport																																																																																																																																																																			
Bitume d'apport		COLFLEX																																																																																																																																																																	
Bitume total		5,80%																																																																																																																																																																	
ENROBÉ																																																																																																																																																																			
EB10 roul/liaï 50/70																																																																																																																																																																			
BBS2 0/10 Rouans																																																																																																																																																																			
MVR granulat = 2,62 t/m3	MVR enrobé = 2,404 t/m3																																																																																																																																																																		
Date de contrôle : 07/09/2020	Origine des spécifications : NF P 98-150-1																																																																																																																																																																		
SPECIFICATION(S)																																																																																																																																																																			
La moyenne des valeurs doit être comprise entre Vi = 4 % et Vs = 8 %																																																																																																																																																																			
95 % des valeurs doivent être comprises entre Vi = 2 % et Vs = 10 %																																																																																																																																																																			
Date de mise en œuvre : 07/09/2020		Atelier de mise en œuvre : Voegel super 1800-2																																																																																																																																																																	
Epaisseur mise en œuvre : 4cm		Atelier de compactage : BW154AP - 2 lisses +3V																																																																																																																																																																	
Conditions météo : beau																																																																																																																																																																			
Appareil de mesure utilisé : Troxler 3430 - 65001																																																																																																																																																																			
Date du dernier calibrage :		Profondeur de mesure : Surface																																																																																																																																																																	
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Numéro</th> <th>Profil</th> <th>Position</th> <th>M.V.A (en g/cm3)</th> <th>Teneur en vides (en %)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>P1</td> <td></td> <td>2,27</td> <td>5,6</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>P1</td> <td></td> <td>2,29</td> <td>4,7</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>P2</td> <td></td> <td>2,29</td> <td>4,7</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>P2</td> <td></td> <td>2,30</td> <td>4,3</td> </tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr> <td colspan="2">Pourcentage de vides (%)</td> <td>Mini</td> <td>Maxi</td> <td>Moyenne</td> </tr> <tr> <td colspan="2"></td> <td>4,3</td> <td>5,6</td> <td>4,8</td> </tr> </tbody> </table>				Numéro	Profil	Position	M.V.A (en g/cm3)	Teneur en vides (en %)	1	P1		2,27	5,6	2	P1		2,29	4,7	3	P2		2,29	4,7	4	P2		2,30	4,3																																																																																																																														Pourcentage de vides (%)		Mini	Maxi	Moyenne			4,3	5,6	4,8
Numéro	Profil	Position	M.V.A (en g/cm3)	Teneur en vides (en %)																																																																																																																																																															
1	P1		2,27	5,6																																																																																																																																																															
2	P1		2,29	4,7																																																																																																																																																															
3	P2		2,29	4,7																																																																																																																																																															
4	P2		2,30	4,3																																																																																																																																																															
Pourcentage de vides (%)		Mini	Maxi	Moyenne																																																																																																																																																															
		4,3	5,6	4,8																																																																																																																																																															
																																																																																																																																																																			
CONFORTIÉ AUC SPECIFICATIONS																																																																																																																																																																			
Les résultats sont conformes aux spécifications de la NF P 98-150-1																																																																																																																																																																			
Commentaires :		Responsable des essais : JD. FICHET 	Validation : GUIBERT Vincent 																																																																																																																																																																



Fiche Technique Produit

Etude de Formulation de Mélange Hydrocarboné

NF P 98-150-2 NF P 98-121

Direction Technique et Développement
 Laboratoire d'études de Saint Herblain
 LVMH
 Qual Emile Cormerais
 44815 Saint-Herblain

Produit	Grave Emulsion 0/14 S Cl2 - Vieillevigne				Grave Emulsion 0/14 S Cl2
Date de l'étude	juin-20	Niveau de l'étude	1 et Module	Référence de l'étude	LEN 20 44 040
Centrale	St HERBLAIN	N° formule poste / Zéphyr		Laboratoire	LVMH

FORMULE D'ENROBE

COMPOSANTS	N° identifi	Formule % int	Formule % ext
10/14 Vieillevigne	PLS 20-0357	20,10	21,00
6,3/10 Vieillevigne	MAT20-0844	16,27	17,00
2/6,3 Vieillevigne	PLS 20-0355	19,14	20,00
0/2 Vieillevigne	PLS 20-0842	40,19	42,00
Liant d'apport (via COLGRAVE/ECOMAC)		4,30	4,50
		100%	100% Trémie + 4,5% Liant

MVRg (Mg/m³)
(NF EN 1097-6 & 7)

2,64

MVRe (Mg/m³)
(NF EN 12697-5 Méthode C)

2,474

Classe d'enrobage
(NF P98-257-1)

E2

Liant anhydre résiduel théorique :	4,3 % (dont 4,30% d'apport)	4,5 %
Liant anhydre résiduel conventionel :	4,3 %	4,5 %
Teneur en émulsion d'apport :	7,2 %	7,5 %

GRANULOMETRIE (NF EN 933-1)

Tamis (en mm)	31,5	20	14	12,5	10	8	6,3	4	2	1	0,5	0,25	0,125	0,063
Passant (en %)	100	100	96	92	80	70	62	52	40	28	20	15	11	6,3
Fuseau granulométrique	Mini (%)													
	Maxi (%)													

Spécifications NF P 98-121

CARACTERISTIQUES P.C.G (NF P 98-252)

Pourcentage de vides à 10 girations	17,5	≤ 20%
Pourcentage de vides à 100 girations	11,3	≤ 15%

SENSIBILITE A L'EAU (NF P 98-251-4, Modalité 1)

Résistance à l'air Cd (MPa)	3,51	≥ 3,5
i/C (%) 18°C	79,6	≥ 65%

RESISTANCE DEFORMATION PERMANENTE (NF EN 12697-22+A1)

Profondeur d'ornièrre en %	PND*	
Pourcentage de vide moyen des éprouvettes	PND*	

MODULE DE RIGIDITE (NF EN 12697-26 Annexe C)

Module complexe 10°C - 124ms (MPa)	2368	-
Module complexe 15°C - 124ms (MPa)	1172	-
		-
		-

Observations : *PND : Performance Non Déterminée	Responsable de l'essai :	Validé par :
	T.AURAY	Y.CARRIERE
	Technicien	Responsable LVMH



Détail des constituants

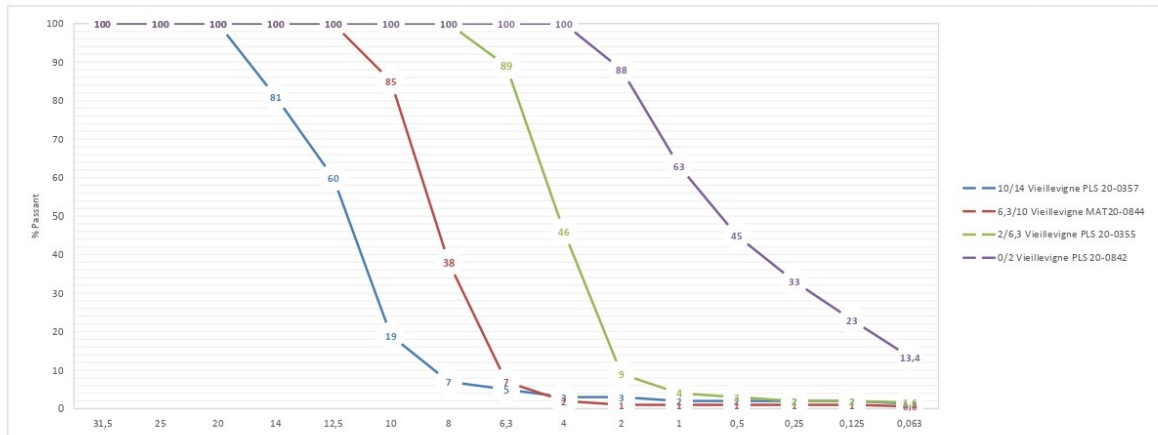
NF P 98-150-2

Direction Technique et Développement
 Laboratoire d'études de Saint-Herblain
LVMH
 Quai Emile Comerais 44815 Saint-Herblain

Produit	Grave Emulsion 0/14 S CI2 - Vieilleville			Grave Emulsion 0/14 S CI2		
Date de l'étude	jun-20	Niveau de l'étude	3	Référence de l'étude	LEN 20 44 040	
Centrale		N° formule poste		Laboratoire	LVMH	

Granulométrie & Teneurs en liant Granulats: NF EN 13043 & NF P 18-545 ; NF EN 1097-6 (Annexe G) ; Filler : EN 933-10 & EN 1097-7

Classe	Carière	Réception	31,5	25	20	14	12,5	10	8	6,3	4	2	1	0,5	0,25	0,125	0,063	%L	P.S.
10/14	Vieilleville	PLS20-0357	100	100	100	81	60	19	7	5	3	3	2	2	2	2	1,3		2,64
6,3/10	Vieilleville	MAT20-0844	100	100	100	100	100	85	38	7	2	1	1	1	1	1	0,6		2,64
2/6,3	Vieilleville	PLS20-0355	100	100	100	100	100	100	100	89	46	9	4	3	2	2	1,6		2,64
0/2	Vieilleville	PLS20-0842	100	100	100	100	100	100	100	100	100	88	63	45	33	23	13,4		2,64



Liant Emulsions : NF EN 13 808 ; Bitumes NF EN 12591 (purs) ou NF EN 14023 (modifiés)

Liant d'apport	
Emulsion COLGRAVE/ECOMAC	

Malaxage en laboratoire NF P 98-250-1

Malaxeur mécanique, vertical épicycloïdal (Alsthom)

Formule d'enrobé

Composants	Identification	Formule (%int)
10/14 Vieilleville	PLS 20-0357	20,10
6,3/10 Vieilleville	MAT20-0844	16,27
2/6,3 Vieilleville	PLS 20-0355	19,14
0/2 Vieilleville	PLS 20-0842	40,19
Liant d'apport (via COLGRAVE/ECOMAC)	4,3	

Observations	Responsable de l'essai :	Validé par :
	T.AURAY Technicien	Y.CARRIERE Responsable LVMH



Rapport d'essai ESSAI P.C.G

NF P 98-252

Direction Technique et Développement

Laboratoire d'études de Saint-
Herblain LVMHQuai Emile Cormerais 44815 Saint-
Herblain

Produit	Grave Emulsion 0/14 S C12 - Vieillevigne		
	Grave Emulsion 0/14 S C12		
Date d'essai	04/06/2020	Référence de l'étude	LEN 20 44 040

FORMULE DE L'ENROBE

COMPOSANTS	FORMULE ENROBE	N°Identification
10/14 Vieillevigne	20,1	PLS 20-0357
6,3/10 Vieillevigne	16,3	MAT20-0844
2/6,3 Vieillevigne	19,1	PLS 20-0355
0/2 Vieillevigne	40,2	PLS 20-0842
Bitume d'apport via COLGRAVE/ECOMAC	4,30	

Nombre malaxeur utilisé : 1

Type malaxeur utilisé : 3

Type PCG utilisé : 2

Angle en ° : 1

Vitesse en tr/min : 6

Force en N : 11700

Diamètre éprouvettes en mm : 160

Hauteur mini éprouvettes en mm : 150

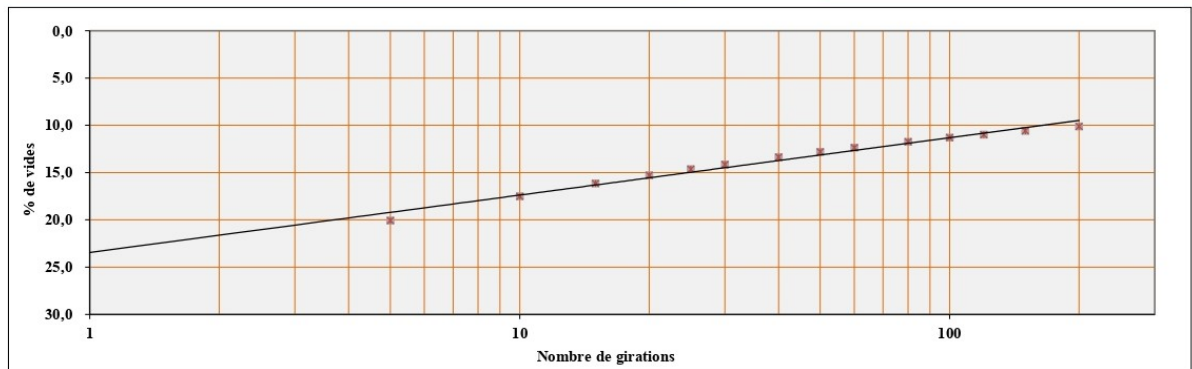
Température de l'essai en °C : 20

Teneur en eau du mélange : 6,5 %

Nombre de girations	5	10	15	20	25	30	40	50	60	80	100	120	150	200
% de vides moyen	20,1	17,5	16,2	15,3	14,6	14,2	13,4	12,8	12,4	11,7	11,3	11,0	10,6	10,1

RESULTATS	SPECIFICATIONS
Pourcentage de vides à 10 girations	17,5
Pourcentage de vides à 100 girations	11,3

MVRe (NF EN 12697-5 Méthode C)	2,474
NF EN 12697-10 : % vides : $V = V1 - k \cdot \ln(\text{ng})$	
% Vides à V1	23,4
Pente k	2,64



Observations	Responsable de l'essai :	Validé par :
	T. AURAY	Y. CARRIERE
	Technicien	Responsable LVMH



Rapport d'essai SENSIBILITE A L'EAU DES EPROUVETTES BITUMINEUSES

NF P 98-251-4 Modalité 1

Direction Technique et Développement

Laboratoire d'études de Saint-Herblain LVMH

Quai Emile Cormerais 44815 Saint-Herblain

Produit	Grave Emulsion 0/14 S CI2 - Vieilleville		
	Grave Emulsion 0/14 S CI2		
Date d'essai	23/06/2020	Référence de l'étude	LEN 20 44 040

FORMULE DE L'ENROBE

COMPOSANTS	FORMULE ENROBE	N°Identification
10/14 Vieilleville	20,1	PLS 20-0357
6,3/10 Vieilleville	16,3	MAT20-0844
2/6,3 Vieilleville	19,1	PLS 20-0355
0/2 Vieilleville	40,2	PLS 20-0842
Bitume d'apport via COLGRAVE/ECOMAC	4,30	

10 éprouvettes réalisées par

Compactage par compression

selon NF EN 12697-12 §6.2.1.4

Modalité de compactage : Modalité 1

Durée de conservation entre malaxage et essai : 14 j

Protocole de murissement : NF P 98-139 Annexe C :
Conservation sans immersion T18H50D7 + T18H50D7,
Conservation avec immersion : T18H50D7 + T18WD7

Détermination de la MVA par pesée hydrostatique NF EN 12697-6

RESULTATS		SPECIFICATIONS
M.V.R. de l'enrobé (Mg/m ³)	2,474	
M.V.a. géométrique (Mg/m ³)	2,217	
M.V.A. hydrostatique (Mg/m ³)	2,232	
% VIDES	9,8	≤ 12%
M.V.R.g. (Mg/m ³)	2,64	

Paramètres des lots d'éprouvettes

LOT SEC		LOT HUMIDE	
Diamètre moyen en mm	120,0	Diamètre moyen en mm	120,0
Hauteur moyenne en mm	140,3	Hauteur moyenne en mm	140,3
M.V.a moyenne en (Mg/m ³)	2,217	M.V.a moyenne en (Mg/m ³)	2,217

Essai de compression simple

RESULTATS		SPECIFICATIONS
Résistance à l'air Cd (MPa)	3,51	≥ 3,5
Résistance à l'eau Cw (MPa)	2,80	
Rapport i/C (%)	18°C 79,6%	≥ 65%

Observations	Responsable de l'essai :	Validé par :
	T. AURAY	Y.CARRIERE
	Technicien	Responsable LVMH



Rapport d'essai ESSAI MODULE DE RIGIDITE

NF EN 12697-26 Annexe C

Direction Technique et
Développement
**Laboratoire d'études de Saint-
Herblain LVMH**
Quai Emile Comerais 44815 Saint-
Herblain

Produit	Grave Emulsion 0/14 S Cl2 - Vieilleville		
	Grave Emulsion 0/14 S Cl2		
Date d'essai	24/06/2020	Référence de l'étude	LEN 20 44 040

FORMULE DE L'ENROBE

COMPOSANTS	FORMULE ENROBE	N°Identification
10/14 Vieilleville	20,1	PLS 20-0357
6,3/10 Vieilleville	16,3	MAT20-0844
2/6,3 Vieilleville	19,1	PLS 20-0355
0/2 Vieilleville	40,2	PLS 20-0842
Bitume d'apport via COLGRAVE/ECOMAC	4,30	

Nombre malaxeur utilisé : 1
Type malaxeur utilisé : 3
Type de compacteur : Compacteur giratoire
Selon la norme : NF EN 12697-31
Machine utilisée : CRT - module Type NU4
Protocole de mûrissement selon NF P 98-139 Annexe E : T35H20D14
Age des éprouvettes (jours) : 14

N° d'éprouvettes	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	moyenne
Masse volumique géométrique utilisée (Mg/m3)	2,128	2,128	2,134	2,131			2,128	2,128	2,134	2,131			2,130
Température d'essai (°C)	10	10	10	10			15	15	15	15			15
Temps de charge en ms	124	124	124	124			124	124	124	124			124
Déformation (µm)	5	5	5	5			5	5	5	5			5
Module de Rigidité (Mpa)	2228	2614	2274	2355			1300	1137	1072	1179			1770

RESULTATS	SPECIFICATIONS
Module complexe 10°C - 124ms (MPa)	2368 -
Module complexe 15°C - 124ms (MPa)	1172 -
Pourcentage de vides moyen	13,9 -

Observations	Responsable de l'essai :	Validé par :
	T. AURAY	Y.CARRIERE
	Technicien	Responsable LVMH

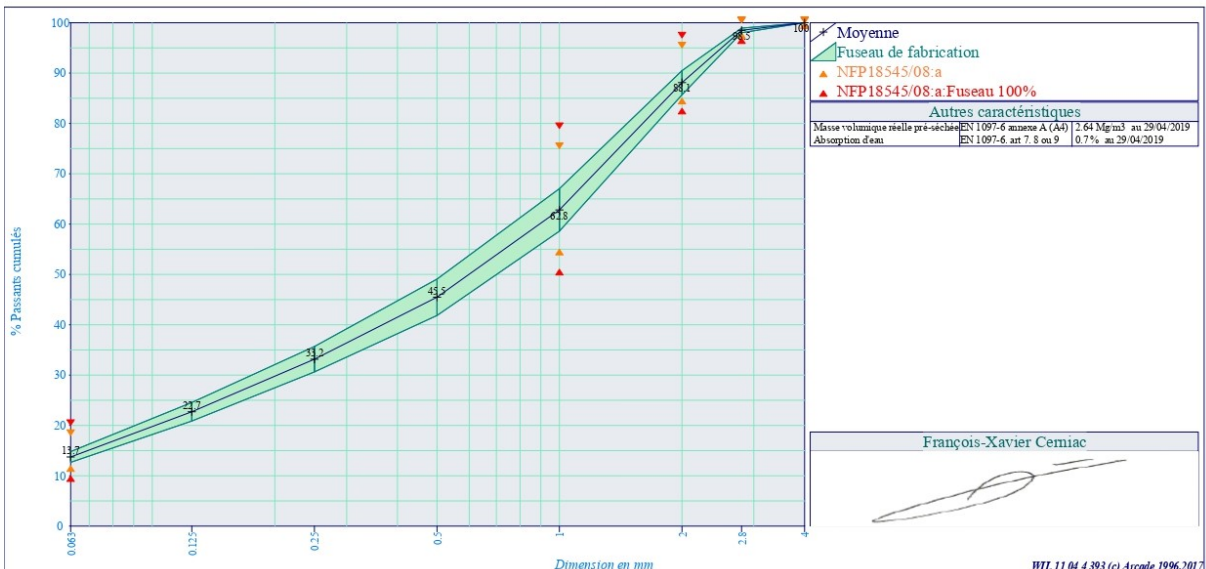
Sable 0/2

Péetrographie : Gneiss
Elaboration : Concassé tertiaire
Certification : Marquage CE2+

Partie contractuelle		
<i>Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage</i>		
Classe granulaire	Norme	Code
0 2	Norme NF P 18-545 Article 8 - EN 13043	a

	0.063	0.125	0.25	0.5	D/2	D	1.4D	2D	Ecs	f	MB	MBF	W
					1	2	2.8	4					
Etendue e	6				20	10				6			
Incertitude U	2				4	2	1		2	2	0.5	2	
V.S.S.+U	20.0				79	97				20.0	2.50	12.00	
V.S.S.	18.0				75	95				18.0	2.00	10.00	
V.S.I.	12.0				55	85	98	100	35	12.0			
V.S.I.-U	10.0				51	83	97		33	10.0			

Partie informative													
Résultats de production													
du 18/07/19 au 19/11/19													
	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	2.8	4	Ecs	f	MB	MBF	W
Maximum	15.3	25.1	36.8	50.0	68	92	99	100	38	15.3	1.13		2.3
Xf+1.25xEcart-types	14.8	24.6	35.7	49.1	67	90	99	100		14.8	1.16		1.7
Moyenne Xf	13.7	22.7	33.2	45.5	63	88	98	100	38	13.7	0.96	2.50	0.9
Xf-1.25xEcart-types	12.7	20.9	30.6	41.9	59	86	98	100		12.6	0.75		0.2
Minimum	12.6	21.0	30.5	41.8	59	86	98	100	38	12.6	0.65		0.3
Ecart-type	0.87	1.48	2.04	2.89	3.4	1.9	0.4	0.0	0.0	0.90	0.163		0.60
Nombre de résultats	15	15	15	15	15	15	15	15	2	15	15	1	13



 <p>CMGO Carrières et Matériaux du Grand Ouest</p>	<p>Carrière de Vieillevigne Le Patis 44116 Vieillevigne Tel:02.40.02.05.88 Fax:02.40.02.05.88</p>	<p>Fiche Technique Produit Engagement du 01/01/2020 au 30/06/2020</p>
--	--	--

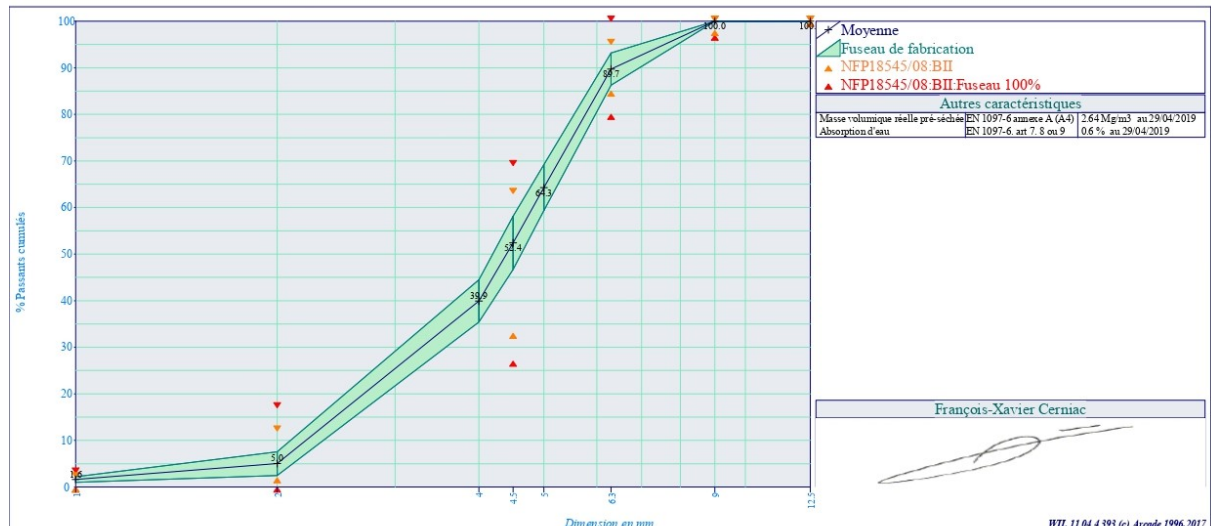
Gravillon 2/6.3 lavé

Pétrographie : Gneiss
Elaboration : Concassé Lavé
Certification : Marquage CE2+

Les essais LA et MDE sont réalisés sur la fraction 6.3/10 mm.

Partie contractuelle																	
<i>Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage</i>																	
Classe granulaire		Norme													Code		
2	6.3	Norme NF P 18-545 Article 8 - EN 13043													BII		
	d/2	d		D/1.4		D	1.4D	2D		f	FI	LA	LA+MDE	MBF	MDE	PSV	W
	1	2	4	4.5	5	6.3	9	12.5									
Etendue e		10		30		10											
Incertitude U	1	5		6		5	1		0.3	4	3	4	2	3	4		
V.S.S.+U	3	17		69		100			1.3	29	28	39	12.00	23			
V.S.S.	2	12		63		95			1.0	25	25	35	10.00	20			
V.S.I.		2		33		85	98	100								50.00	
V.S.I.-U		0		27		80	97									46.00	

Partie informative																
<i>Résultats de production</i>																
du 18/07/19 au 19/11/19																
	1	2	4	4.5	5	6.3	9	12.5	f	FI	LA	LA+MDE	MBF	MDE	PSV	W
Maximum	2	8	45	59	70	94	100	100	0.7	14						1.7
Xf+1.25xEcart-types	2	8	44	58	69	93	100	100	0.8							1.9
Moyenne Xf	2	5	40	52	64	90	100	100	0.5	14	18	26	2.50	8	52.00	1.2
Xf-1.25xEcart-types	1	2	35	47	59	86	100	100	0.2							0.4
Minimum	1	3	37	48	61	87	100	100	0.2	13						0.4
Ecart-type	0.5	2.0	3.6	4.6	3.9	2.8	0.0	0.0	0.20	1.0						0.60
Nombre de résultats	4	4	4	4	4	4	4	4	4	2	1	1	1	1	1	4



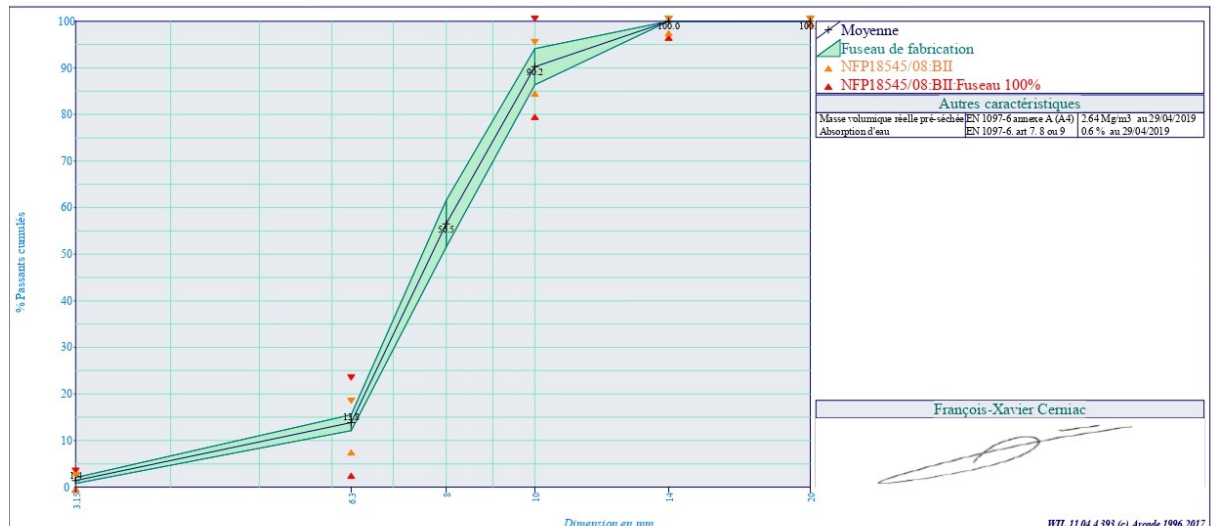
Gravillon 6.3/10 lavé

Pétrographie : Gneiss
Elaboration : Concassé Lavé
Certification : Marquage CE2+

Les essais LA et MDE sont réalisés sur la fraction 6.3/10 mm.

Partie contractuelle														
<i>Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage</i>														
Classe granulaire		Norme										Code		
6.3	10	Norme NF P 18-545 Article 8 - EN 13043										BII		
	d/2	d		D	1.4D	2D	f	FI	LA	LA+MDE	MBF	MDE	PSV	W
	3.15	6.3	8	10	14	20								
Etendue e		10		10										
Incertitude U	1	5		5	1		0.3	4	3	4	2	3	4	
V.S.S.+U	3	23		100			1.3	24	28	39	12.00	23		
V.S.S.	2	18		95			1.0	20	25	35	10.00	20		
V.S.I.		8		85	98	100							50.00	
V.S.I.-U		3		80	97								46.00	

Partie informative														
<i>Résultats de production</i>														
du 04/09/19 au 19/11/19														
	3.15	6.3	8	10	14	20	f	FI	LA	LA+MDE	MBF	MDE	PSV	W
Maximum	2	15	60	94	100	100	0.8	12						1.7
Xf+1.25xEcart-types	2	16	62	94	100	100	0.8							1.6
Moyenne Xf	1	14	57	90	100	100	0.5	12	18	27	2.50	9	52.00	1.2
Xf-1.25xEcart-types	1	12	52	86	100	100	0.2							0.8
Minimum	1	12	52	88	100	100	0.2	11						0.9
Ecart-type	0.5	1.4	4.0	3.1	0.0	0.0	0.30	1.0						0.40
Nombre de résultats	4	4	4	4	4	4	4	2	1	1	1	1	1	4



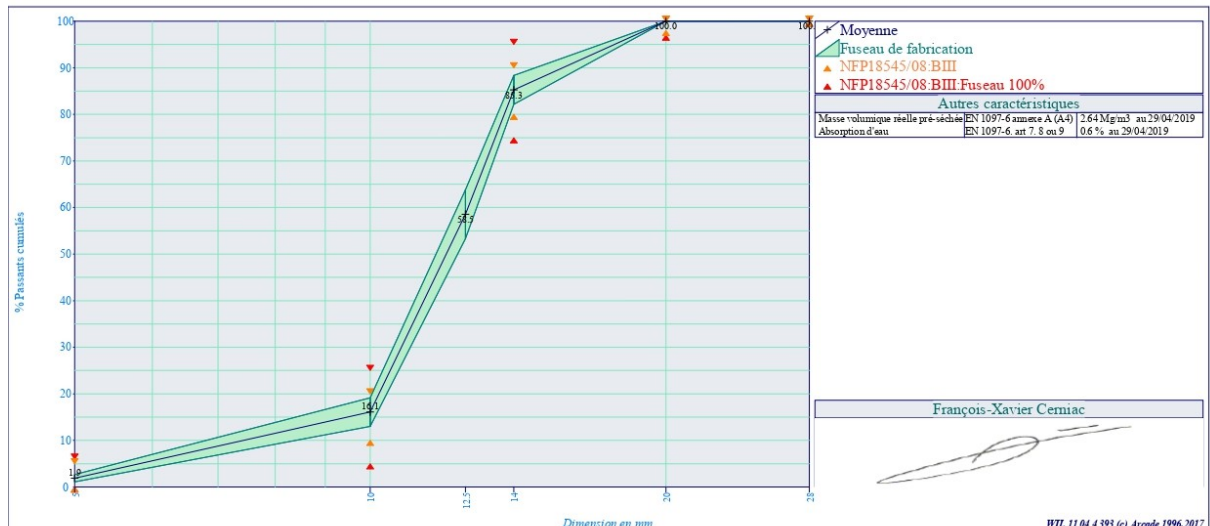
Gravillon 10/14

Pétrographie : Gneiss
Elaboration : Concassé tertiaire
Certification : Marquage CE2+

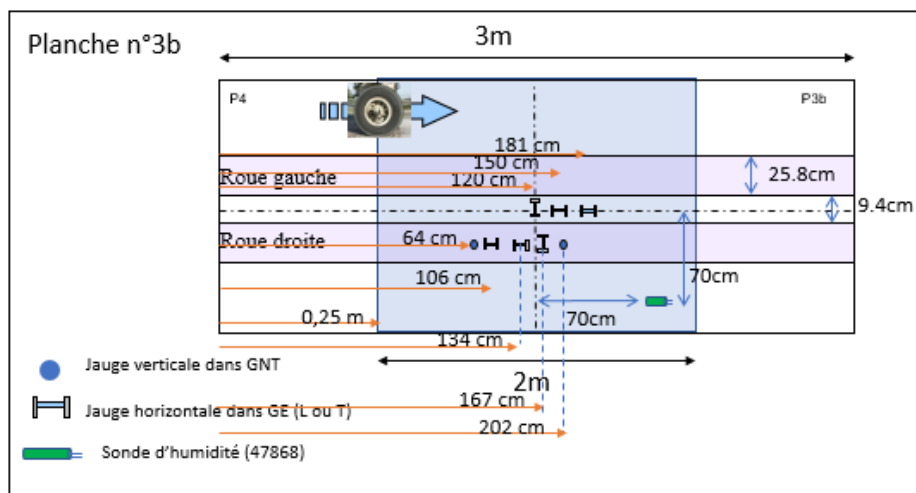
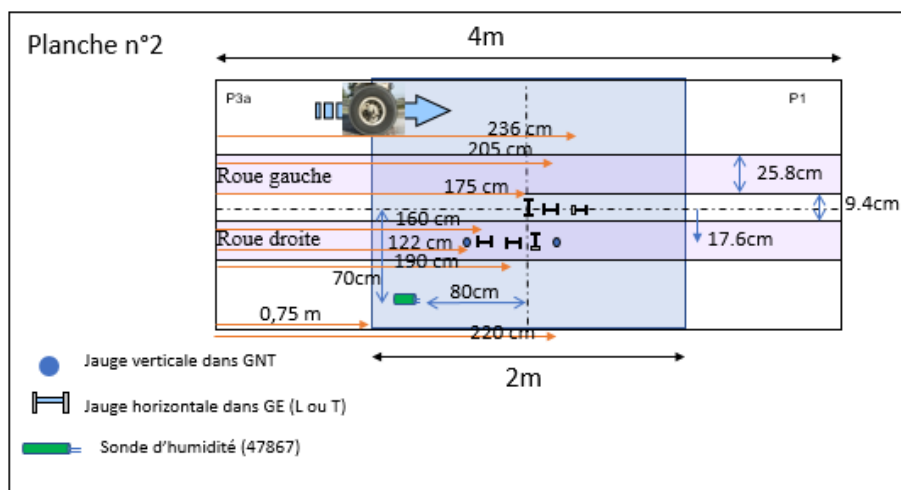
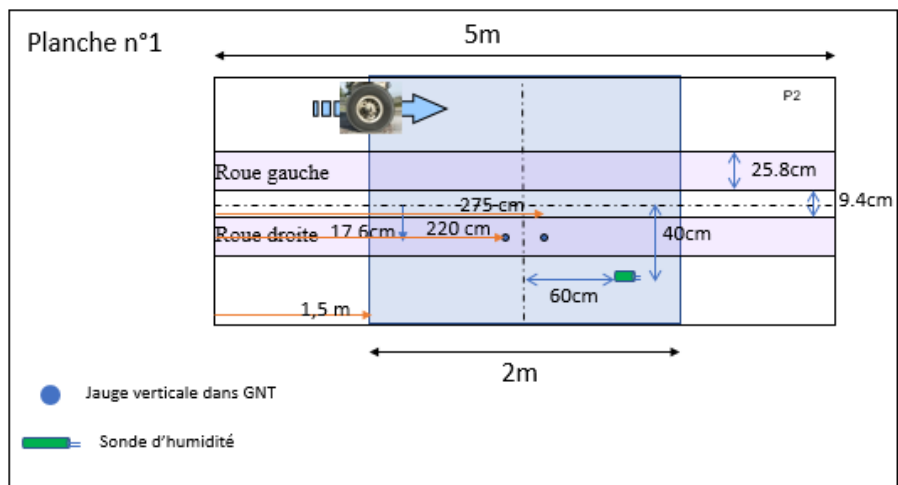
Les essais LA et MDE sont réalisés sur la fraction 6.3/10 mm.

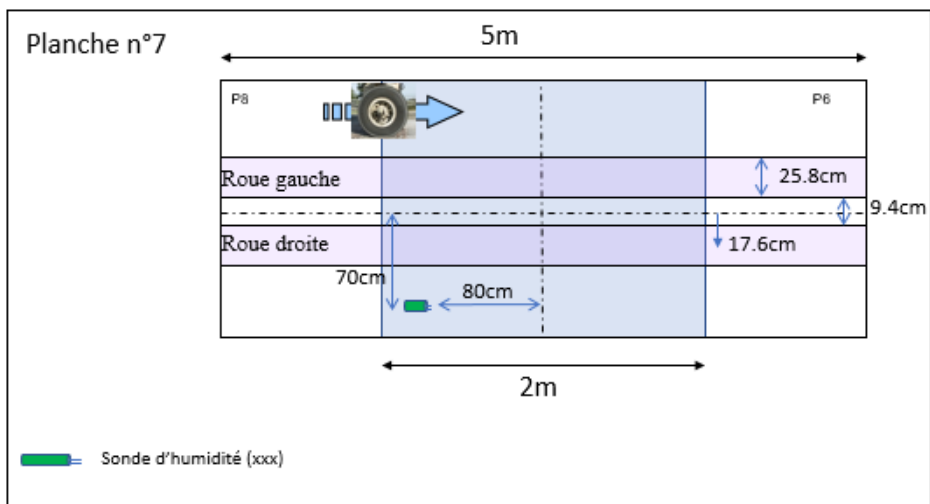
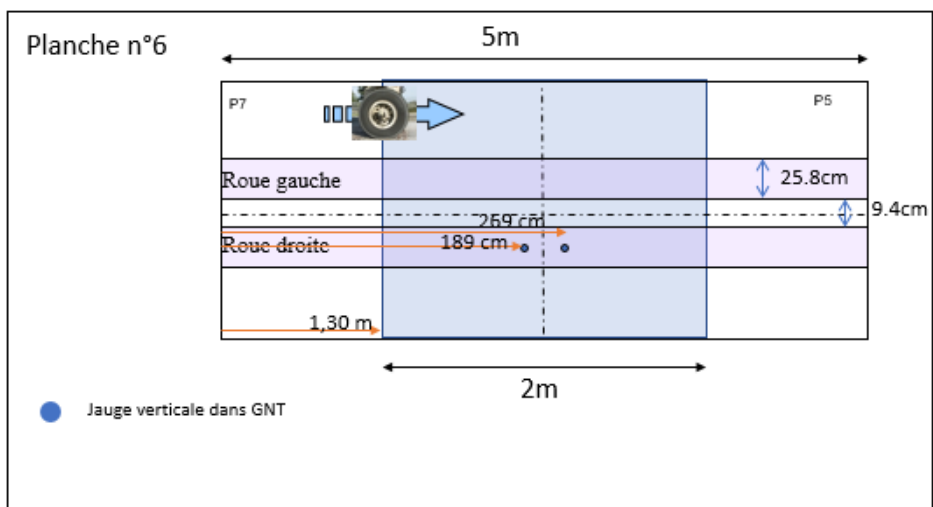
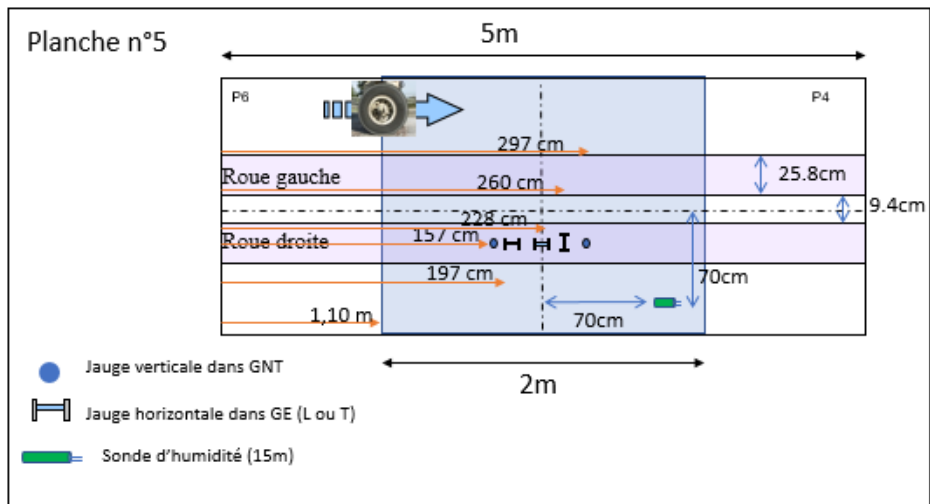
Partie contractuelle														
<i>Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage</i>														
Classe granulaire		Norme										Code		
10	14	Norme NF P 18-545 Article 8 - EN 13043										BIII		
	d/2	d		D	1.4D	2D	f	FI	LA	LA+MDE	MBF	MDE	PSV	W
	5	10	12.5	14	20	28								
Etendue e		10		10										
Incertitude U	1	5		5	1		0.6	4	3	4	2	3	4	
V.S.S.+U	6	25		95			2.6	29	28	39	12.00	23		
V.S.S.	5	20		90			2.0	25	25	35	10.00	20		
V.S.I.		10		80	98	100							50.00	
V.S.I.-U		5		75	97								46.00	

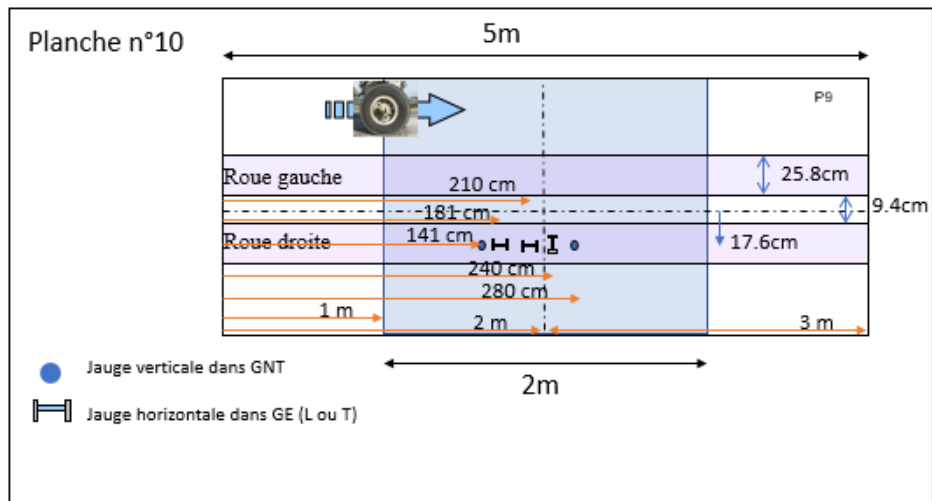
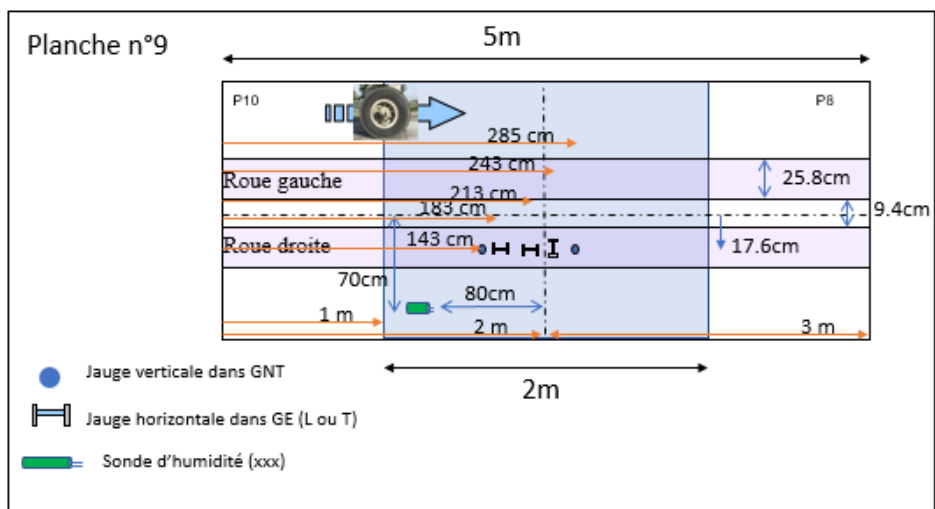
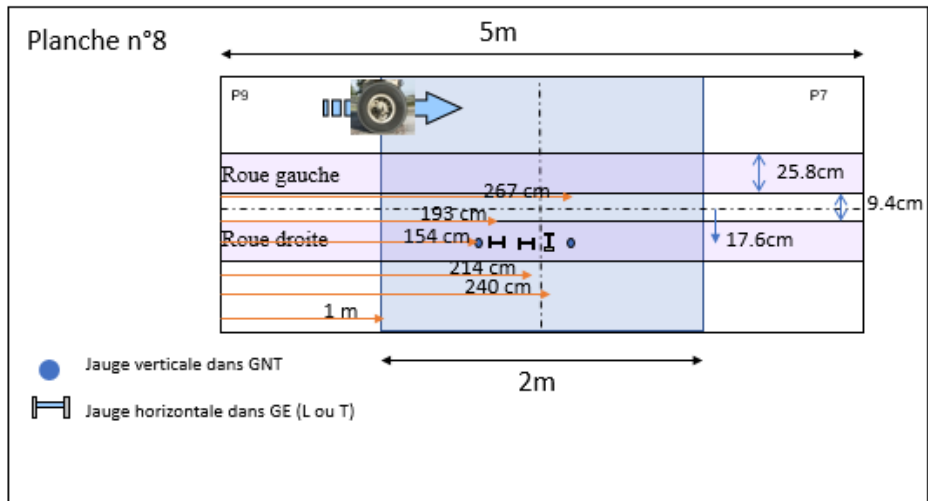
Partie informative														
<i>Résultats de production</i>														
du 30/01/19 au 07/05/19														
	5	10	12.5	14	20	28	f	FI	LA	LA+MDE	MBF	MDE	PSV	W
Maximum	3	20	64	88	100	100	1.0	10						0.7
Xf+1.25xEcart-types	3	19	64	88	100	100	0.7							0.6
Moyenne Xf	2	16	59	85	100	100	0.4	10	18	26	2.50	8	52.00	0.4
Xf-1.25xEcart-types	1	13	53	82	100	100	0.2							0.1
Minimum	1	12	54	80	100	100	0.3	9						0.2
Ecart-type	0.6	2.4	4.2	2.5	0.0	0.0	0.20	1.0						0.20
Nombre de résultats	15	15	15	15	15	15	15	2	1	1	1	1	1	15



6) Schémas d'implantation des capteurs sur les sections du démonstrateur test
 Les coordonnées en orange représentent les mesures faites au radar.







7) Compacité des éprouvettes « Chantiers » chantier 2 mûries en laboratoire, en fin de campagne

Tableau 9 : Pourcentages moyens en vides des éprouvettes de la campagne « Chantiers », chantier 2 mûri en laboratoire.

Chantier 2 % de vides	Eprouvette lab8	Eprouvette lab9	Eprouvette lab10
	9,4	8,4	8,2

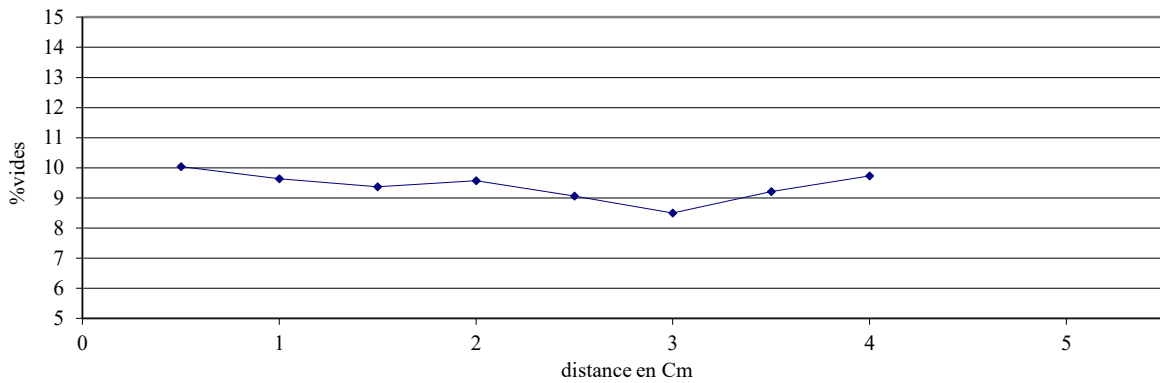


Figure 20 : Evolution dans la longueur de la compacité de l'éprouvette lab8 issue du chantier 2 (il manque les bords).

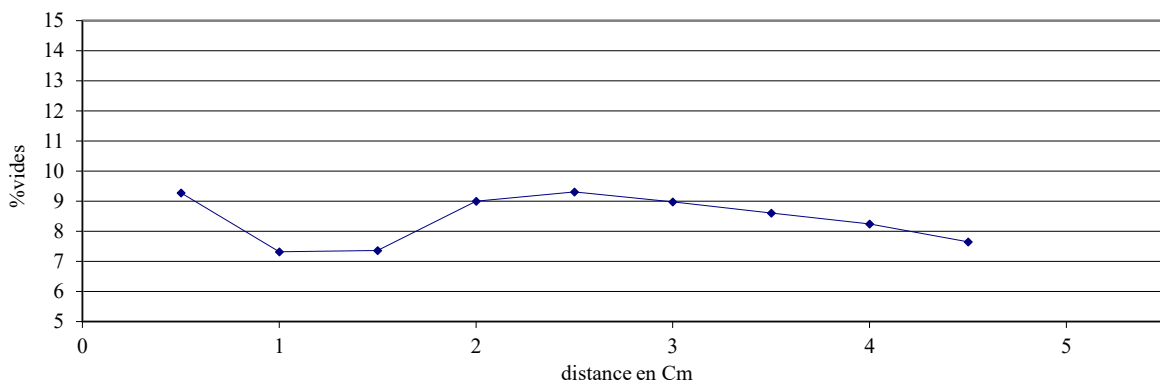


Figure 21 : Evolution dans la longueur de la compacité de l'éprouvette lab9 issue du chantier 2 (il manque les bords).

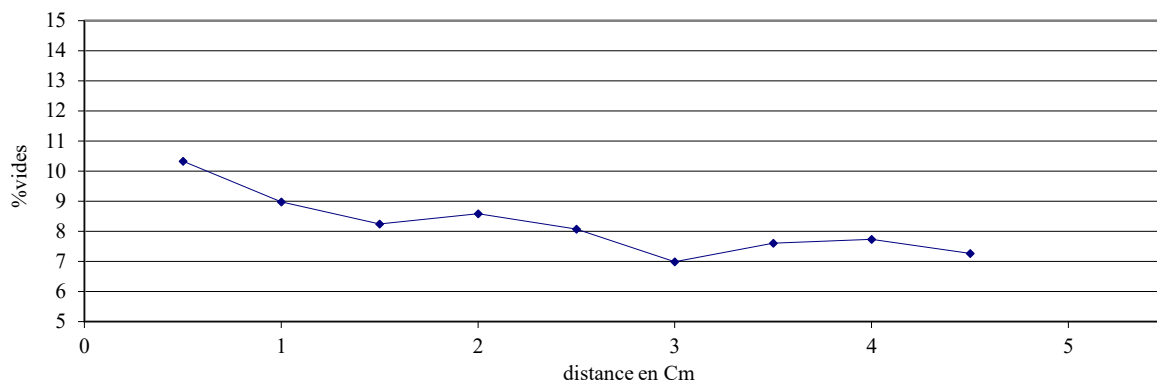


Figure 22 : Evolution dans la longueur de la compacité de l'éprouvette lab10 issue du chantier 2 (il manque les bords).

8) Compacité des éprouvettes chantiers carottées

Tableau 10 : Pourcentages moyens en vides des éprouvettes de la campagne « Chantiers », carottées sur chantier.

Eprouvette	3aE201	3aE202	3aE203	6E201	6E202	6E203	7E201	7E202	7E203	9E201	9E202	9E203
% de vides	15,2	15,3	14,9	15,1	15	14,5	16,9	16,7	16,9	16,3	15,8	15,6
Eprouvette	3aE211	3aE212	3aE213	6E211	6E212	6E213	7E211	7E212	7E213	9E211	9E212	9E213
% de vides	14,3	13,7	13,2	14,4	14,1	13,4	11,5	11,4	11	10,1	10,7	8,8

Annexes

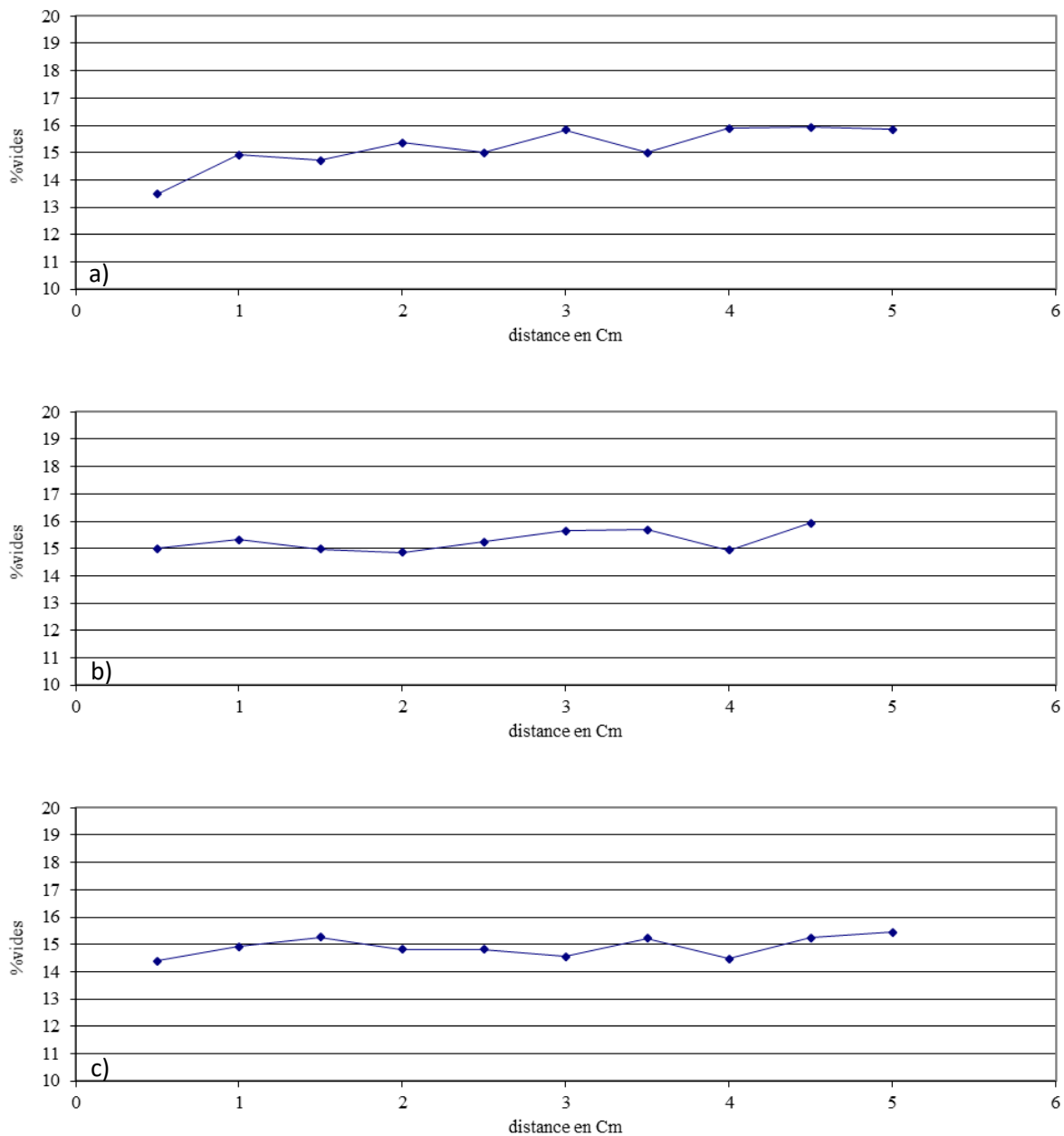


Figure 23 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (3aE201 (a), 3aE202 (b), 3aE203 (c)) carottée à 109j de mûrissement (03/11/2020) de la section 3a (chantier 1) (il manque les bords).

Annexes

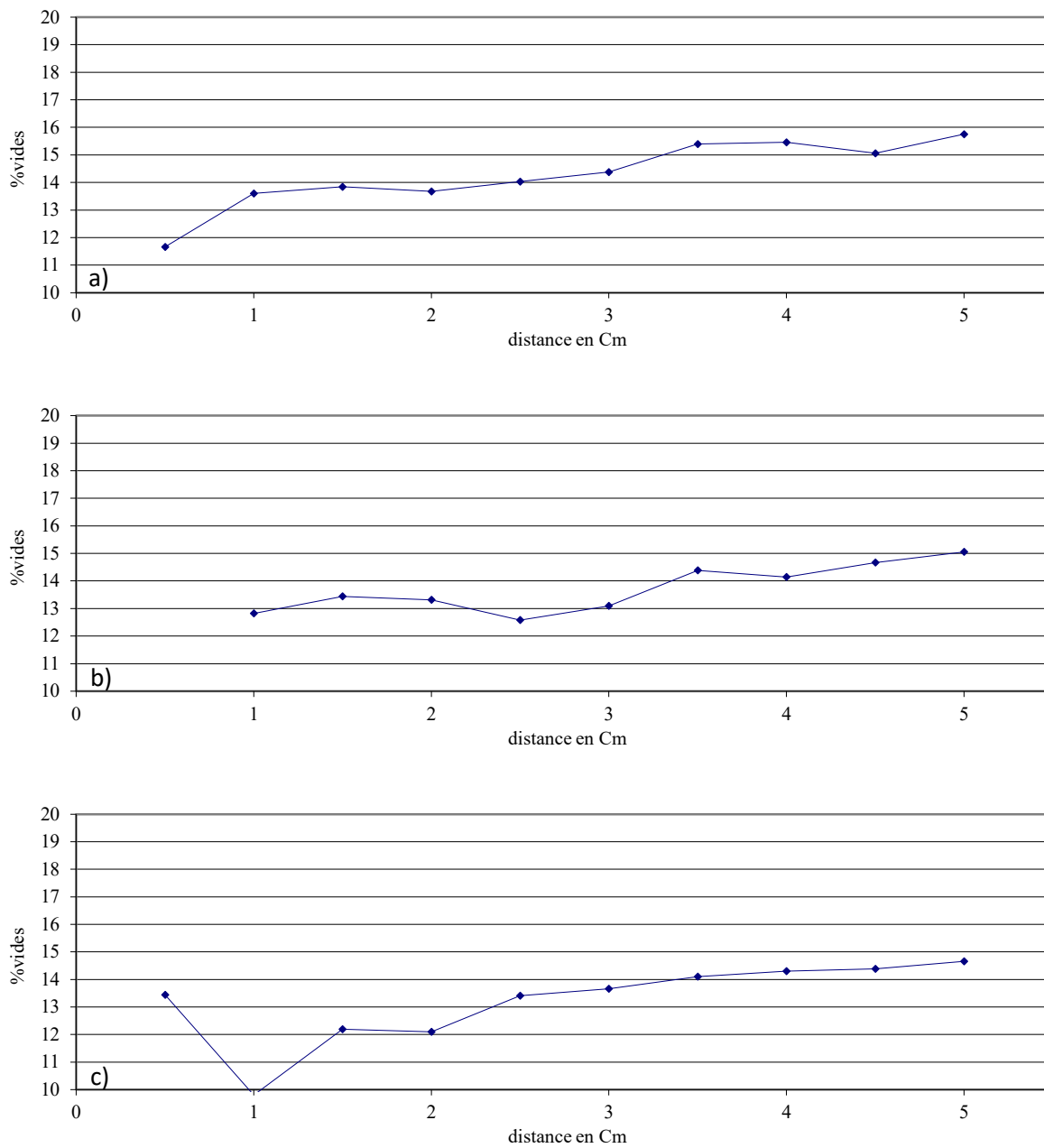


Figure 24 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (3aE211 (a), 3aE212 (b), 3aE213 (c)) carottée à 276j de mûrissement (19/04/2021) de la section 3a (chantier 1) (il manque les bords).

Annexes

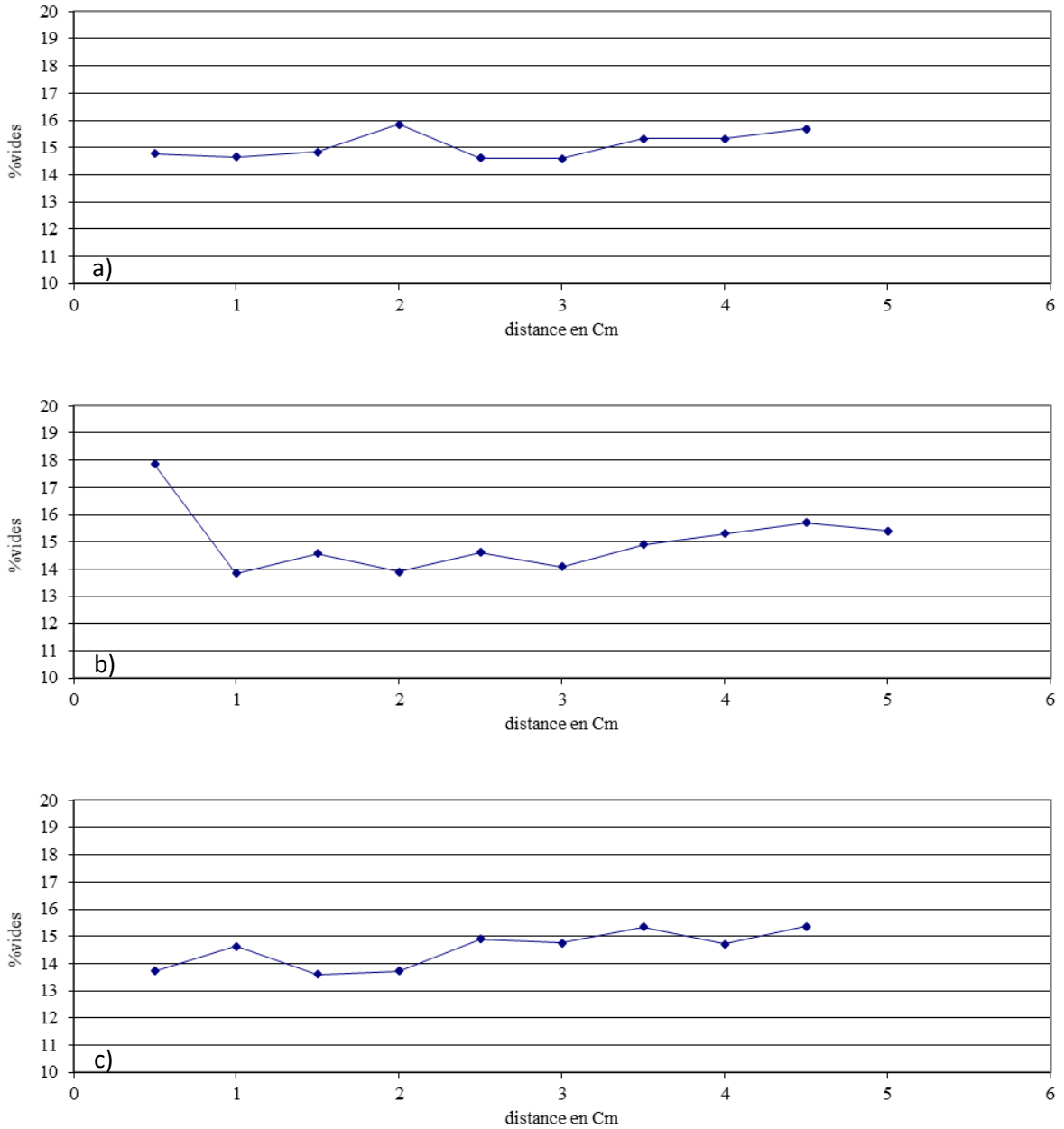


Figure 25 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (6E201 (a), 6E202 (b), 6E203 (c)) carottée à 105j de mûrissement (30/10/2020) de la section 6 (chantier 1) (il manque les bords).

Annexes

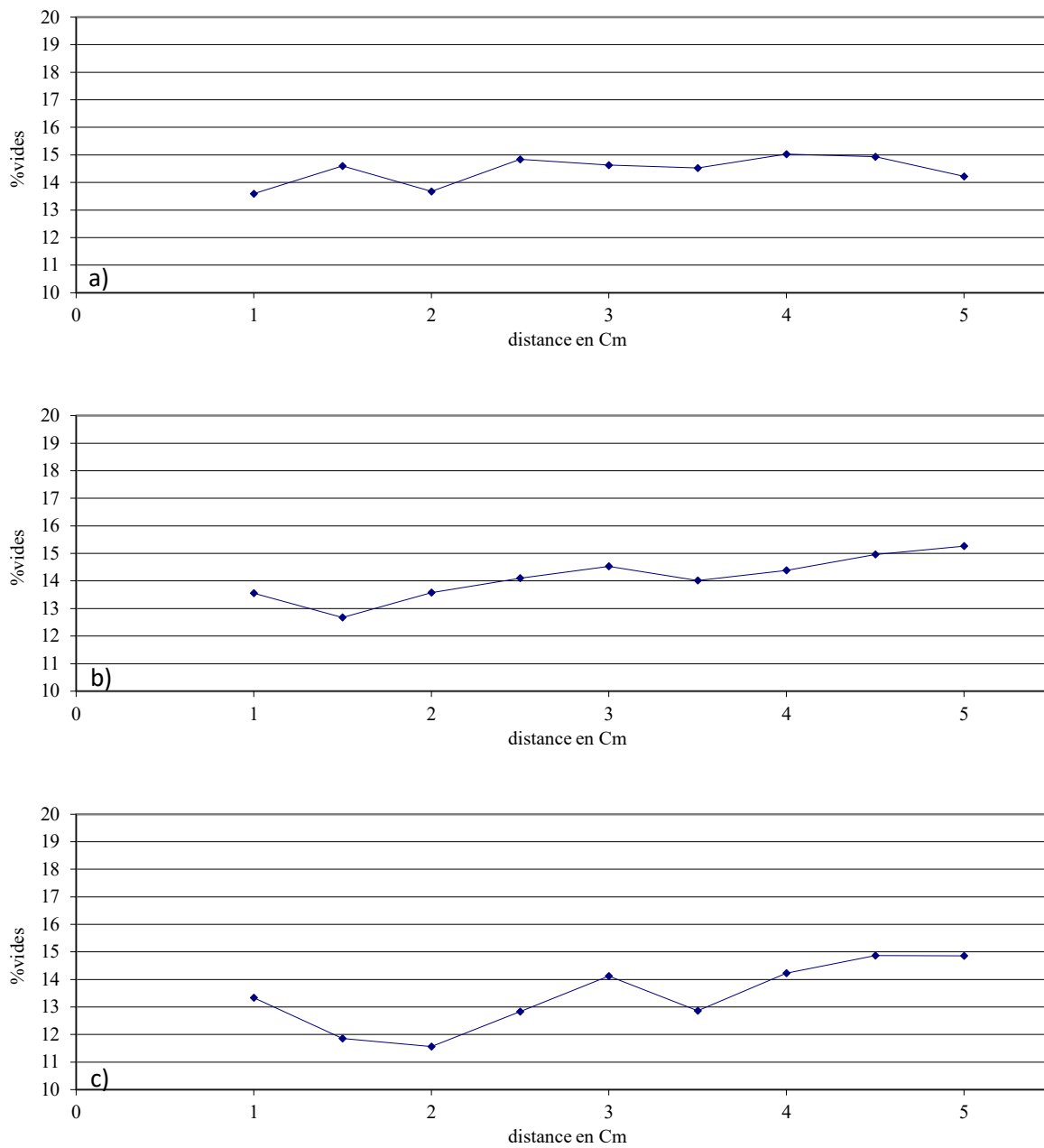


Figure 26 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (6E211 (a), 6E212 (b), 6E213 (c)) carottée à 276j de mûrissement (19/04/2021) de la section 6 (chantier 1) (il manque les bords).

Annexes

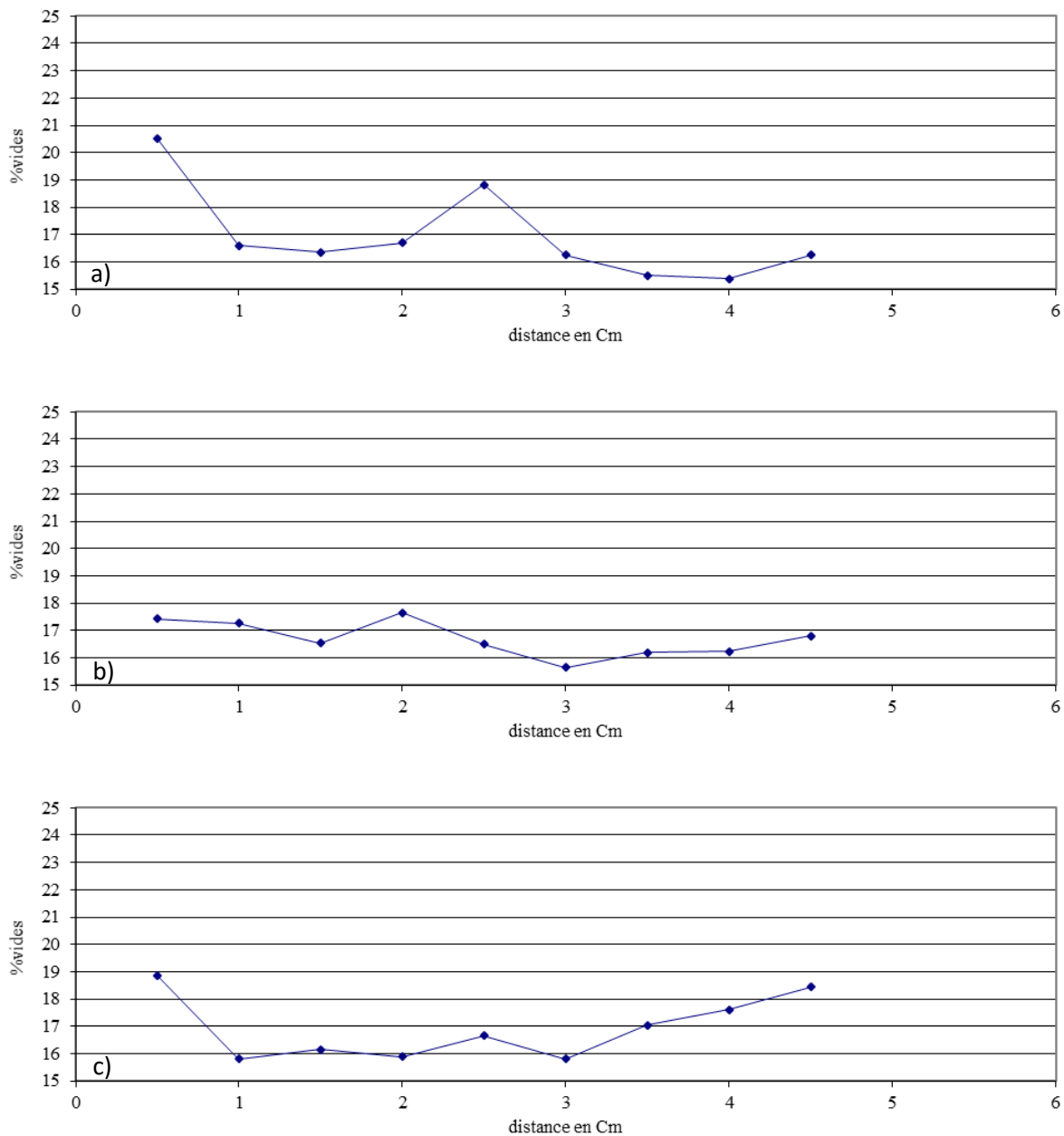


Figure 27 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (7E201 (a), 7E202 (b), 7E203 (c) carottée à 53j de mûrissement (30/10/2020) de la section 7 (chantier 2) (il manque les bords).

Annexes

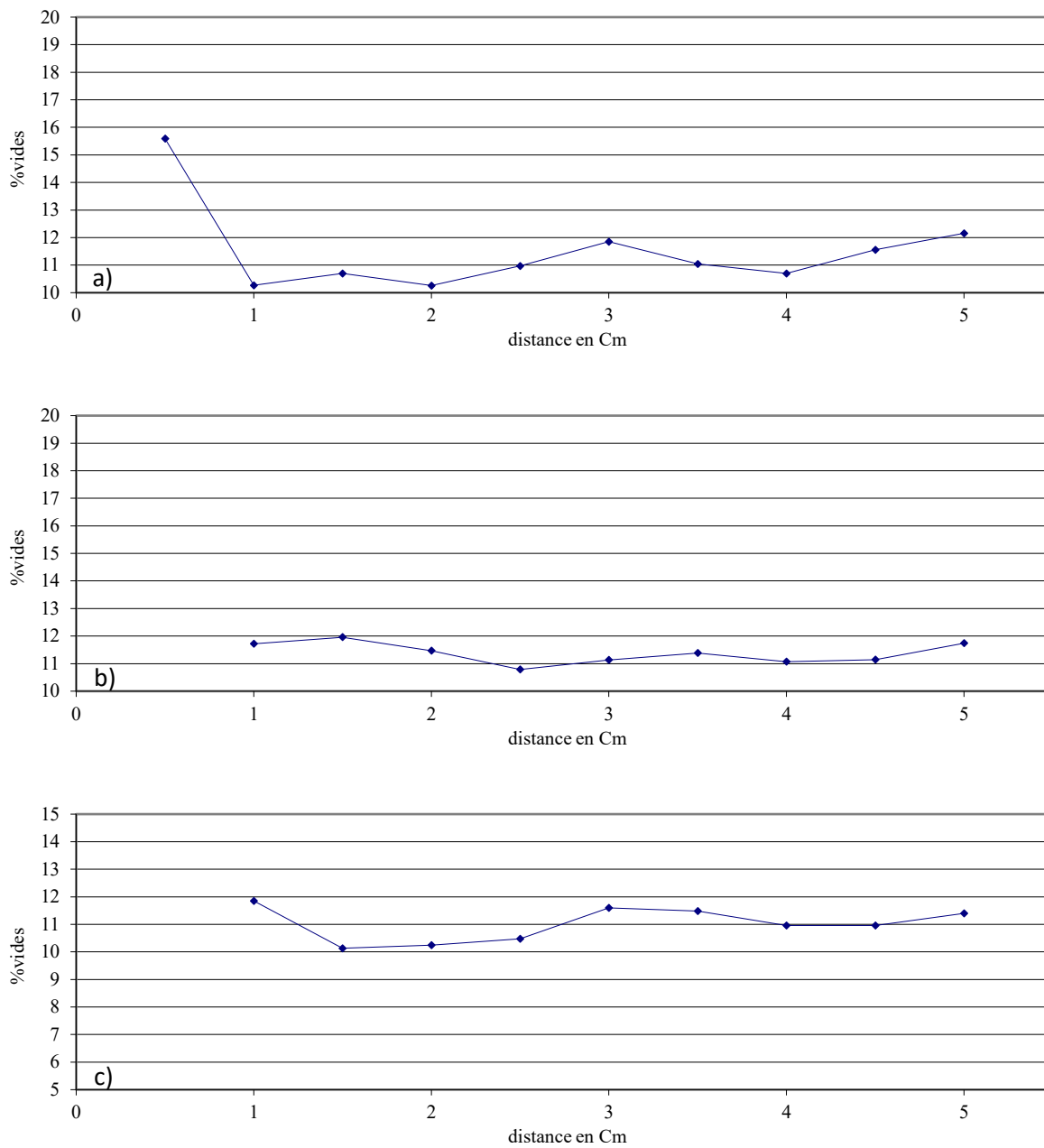


Figure 28 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (7E211 (a), 7E212 (b), 7E213 (c)) carottée à 224j de mûrissement (19/04/2021) de la section 7 (chantier 2) (il manque les bords).

Annexes

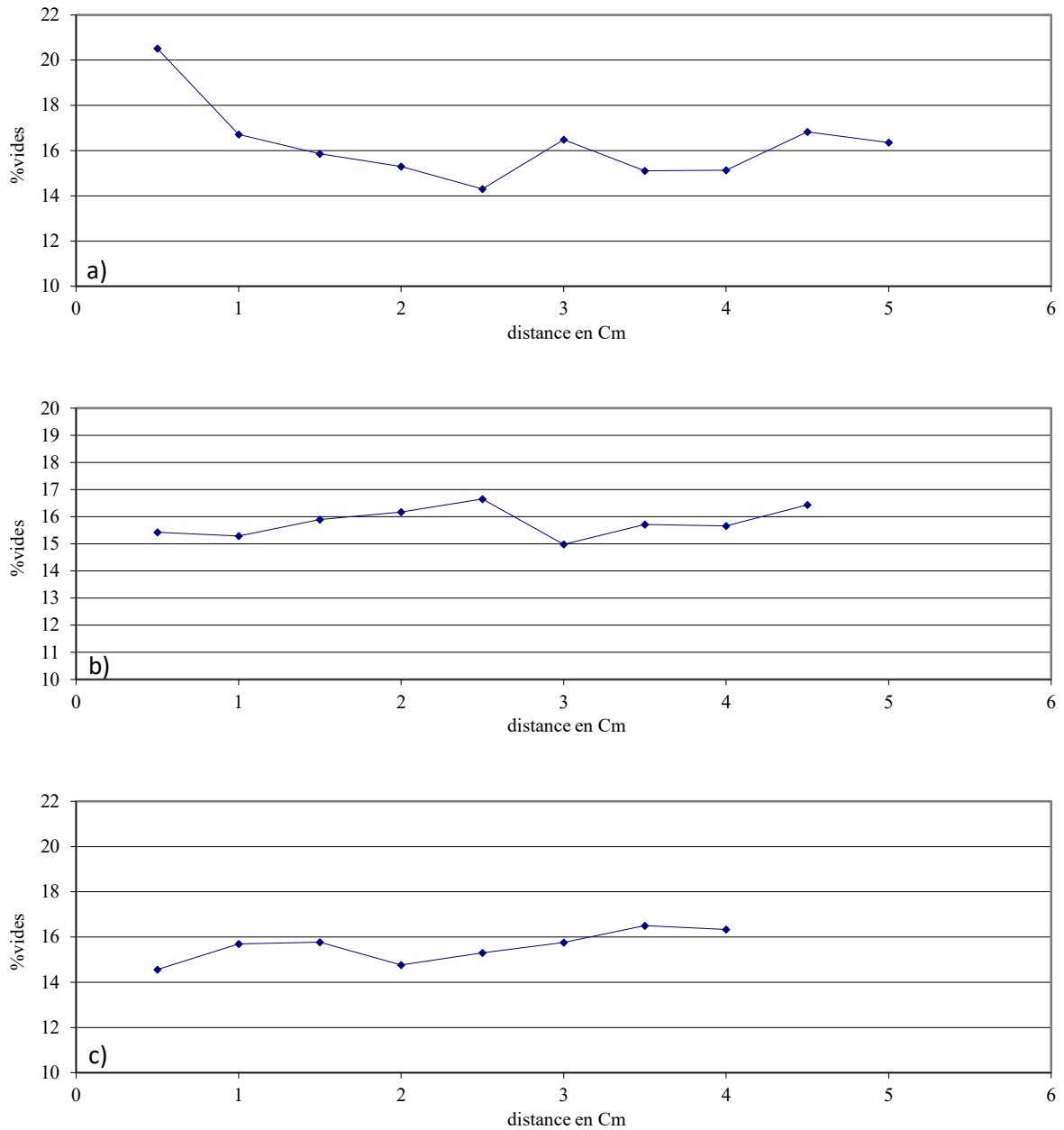


Figure 29 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (9E201 (a), 9E202 (b), 9E203 (c)) carottée à 53j de mûrissement (30/10/2020) de la section 9 (chantier 2).

Annexes

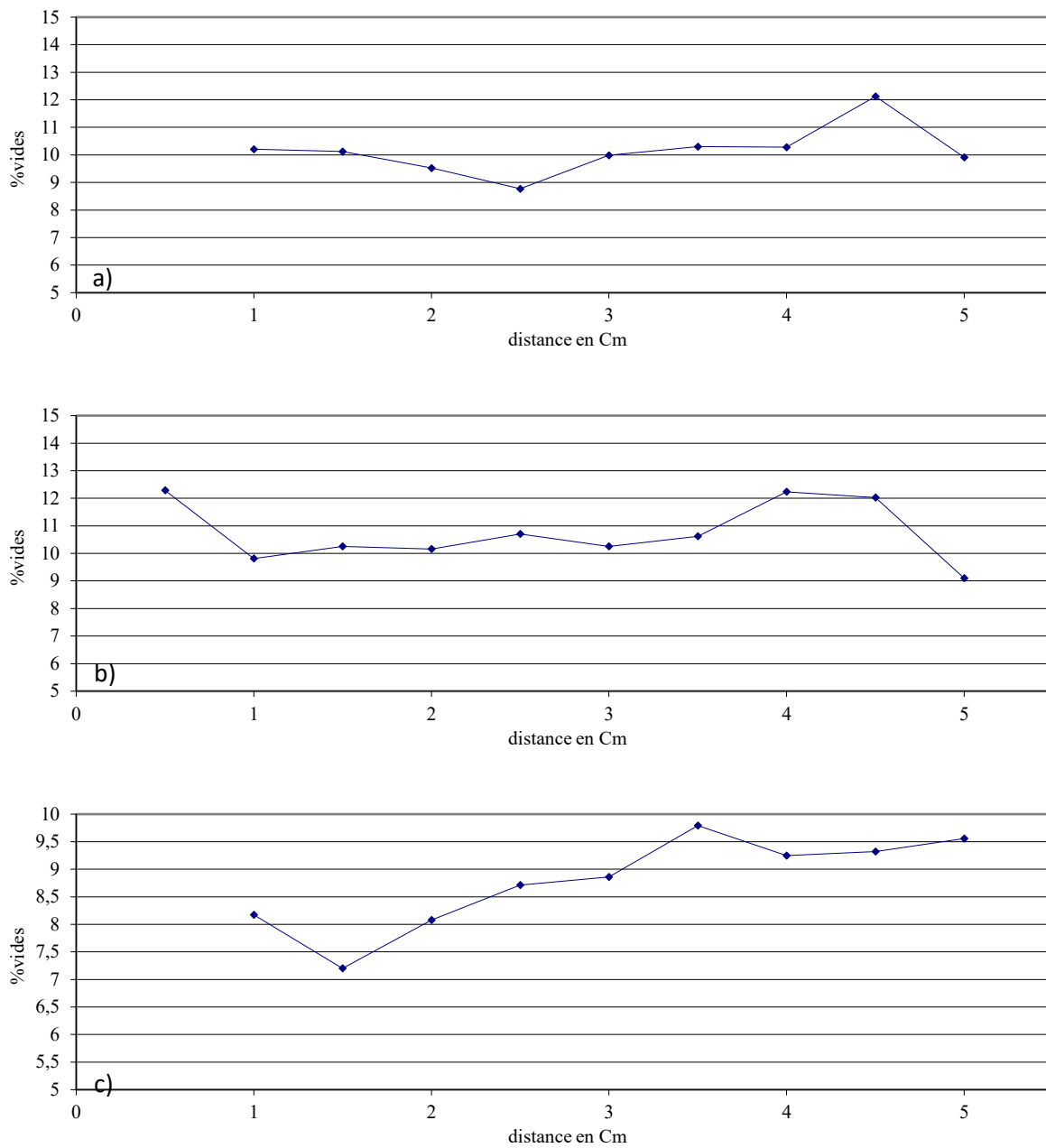


Figure 30 : Evolution dans la longueur de la teneur en vides des 3 éprouvettes (9E211 (a), 9E212 (b), 9E213(c)) carottée à 224j de mûrissement (19/04/2021) de la section 9 (chantier 2).

Annexe 5 : démonstration de la relation entre le module E utilisé usuellement et le module œdométrique²

Partons de la loi de Hooke tensorielle écrite sous la forme :

$$\sigma = \lambda \operatorname{tr}(\varepsilon)I + 2\mu \varepsilon \quad (1)$$

Avec : $\lambda = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)}$, $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$

Or, en mode de déformation œdométrique,

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz} \end{bmatrix}$$

D'où en considérant la composante σ_{zz} de (1) :

$$\sigma_{zz} = \lambda \varepsilon_{zz} + 2\mu \varepsilon_{zz} = (\lambda + 2\mu) \varepsilon_{zz} \quad (2)$$

Mais par définition :

$$E_{oedo} = \frac{\sigma_{zz}}{\varepsilon_{zz}} \quad (3)$$

On a donc :

$$\boxed{E_{oedo} = \lambda + 2\mu} \quad (4)$$

Ou encore :

$$E_{oedo} = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} + \frac{E(1-2\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}$$

Soit :

$$\boxed{E_{oedo} = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (5)$$

Annexe 6

1) Module en fonction de la fréquence

1.1. Module de cisaillement des éprouvettes mûries en laboratoire

Les figures suivantes présentent les évolutions des modules de cisaillement en fonction de la fréquence pour les quatre lots d'éprouvettes. Elles montrent une rigidification des quatre lots avec le temps de mûrissement (augmentation du module), sauf pour le module du groupe B qui diminue entre 0 et 59j, puis augmente jusqu'à 93j.

² Merci à Jean-Michel Piau pour cette démonstration.

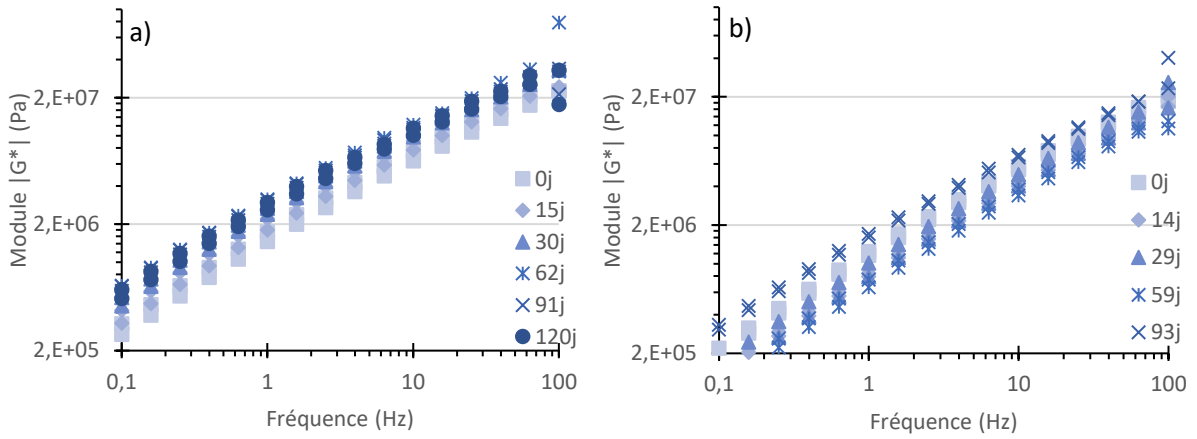


Figure 31 : Courbes des modules de cisaillement, essais à 20 °C. a) Groupe A, b) Groupe B.

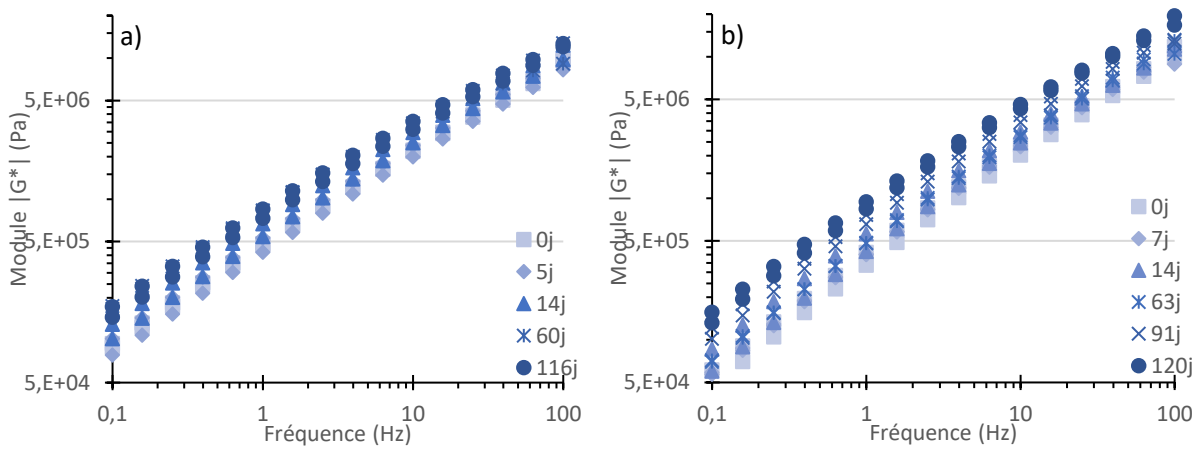
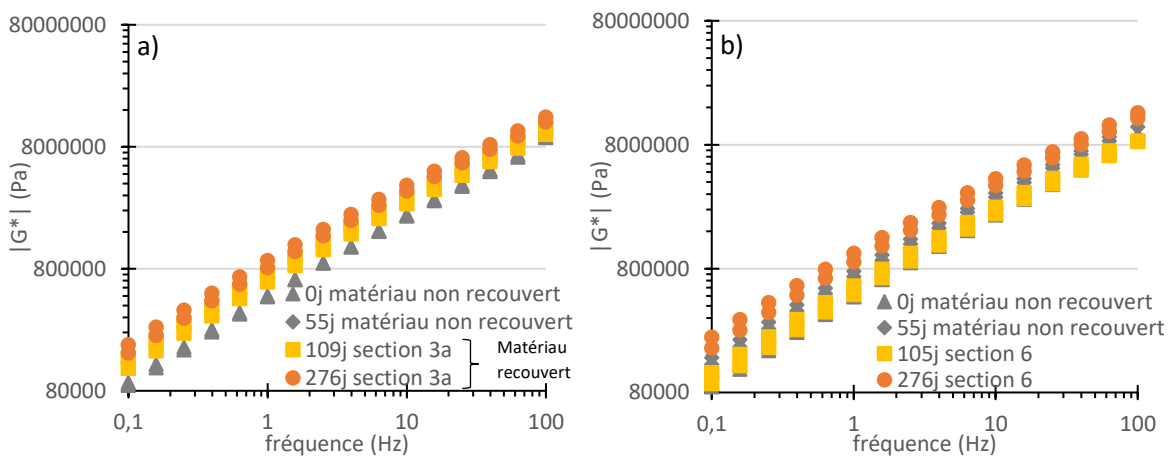


Figure 32 : Courbes des modules de cisaillement, essais à 20 °C. a) Chantier 1, b) Chantier 2.

1.2. Module de cisaillement des matériaux mûris sur chantier

La figure suivante montre une rigidification des liants tout au long du mûrissement pour les quatre sections.



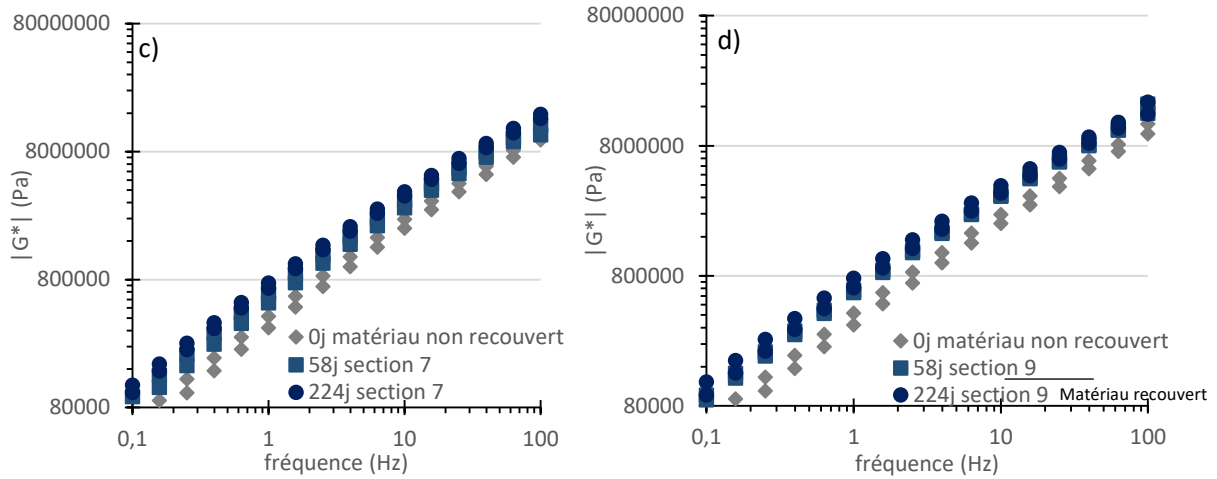
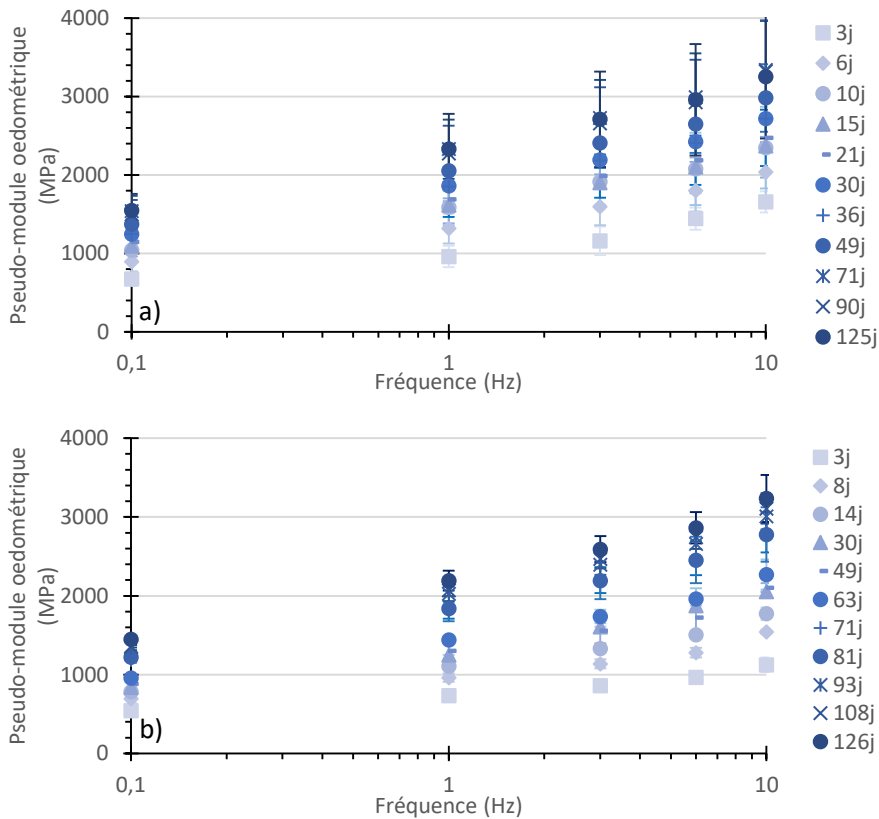


Figure 33 : Modules de cisaillement en fonction de la fréquence, pour différents temps de mûrissement. Essais à 20 °C. a) Section 3a, b) Section 6, c) Section 7, d) Section 9.

1.3. Pseudo module œdométrique des éprouvettes mûries en laboratoire

La figure suivante présente l'évolution du pseudo-module œdométrique $|\tilde{E}^{*oedo}|$ avec la fréquence, pour les différents temps de mûrissement testés. Tous les lots voient leur rigidité augmenter avec le temps et avec la fréquence. La faible évolution du chantier 1 (Figure 34-c) est une fois de plus due à sa faible teneur en liant.



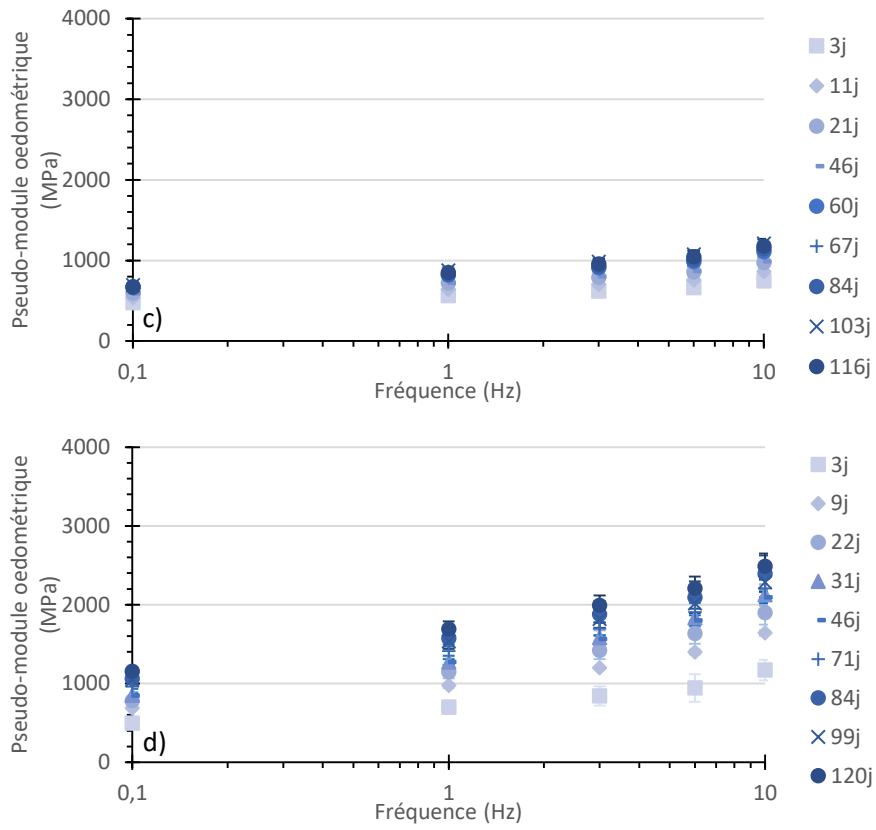


Figure 34 : Pseudo-module œdométrique en fonction de la fréquence, pour tous les temps de mûrissement testés. Essais à 15 °C et 9.5 kN. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les résultats des éprouvettes. a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.

2) Diagrammes de Cole-Cole

2.1 Eprouvettes mûries en laboratoire

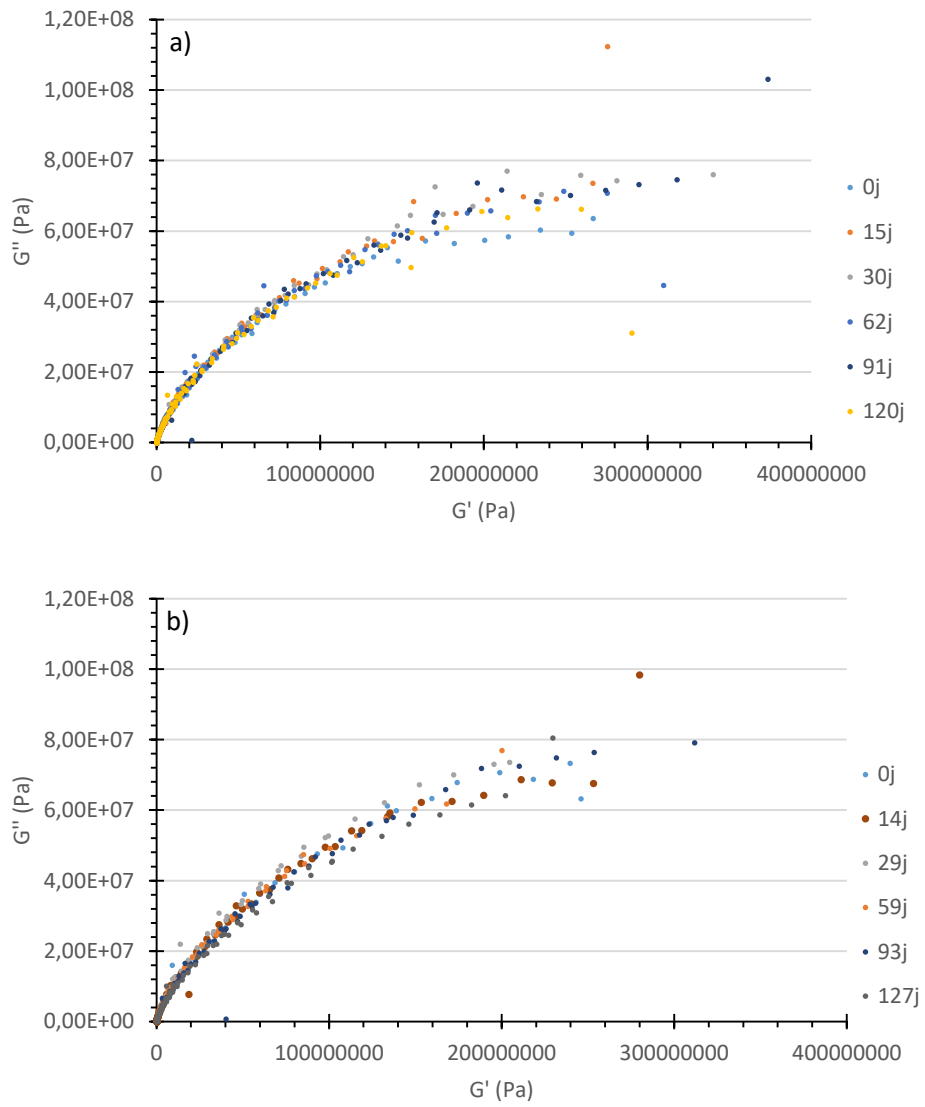


Figure 35 : Diagrammes Cole-Cole de la campagne "Mûrissements A et B". a) Groupe A, b) Groupe B.

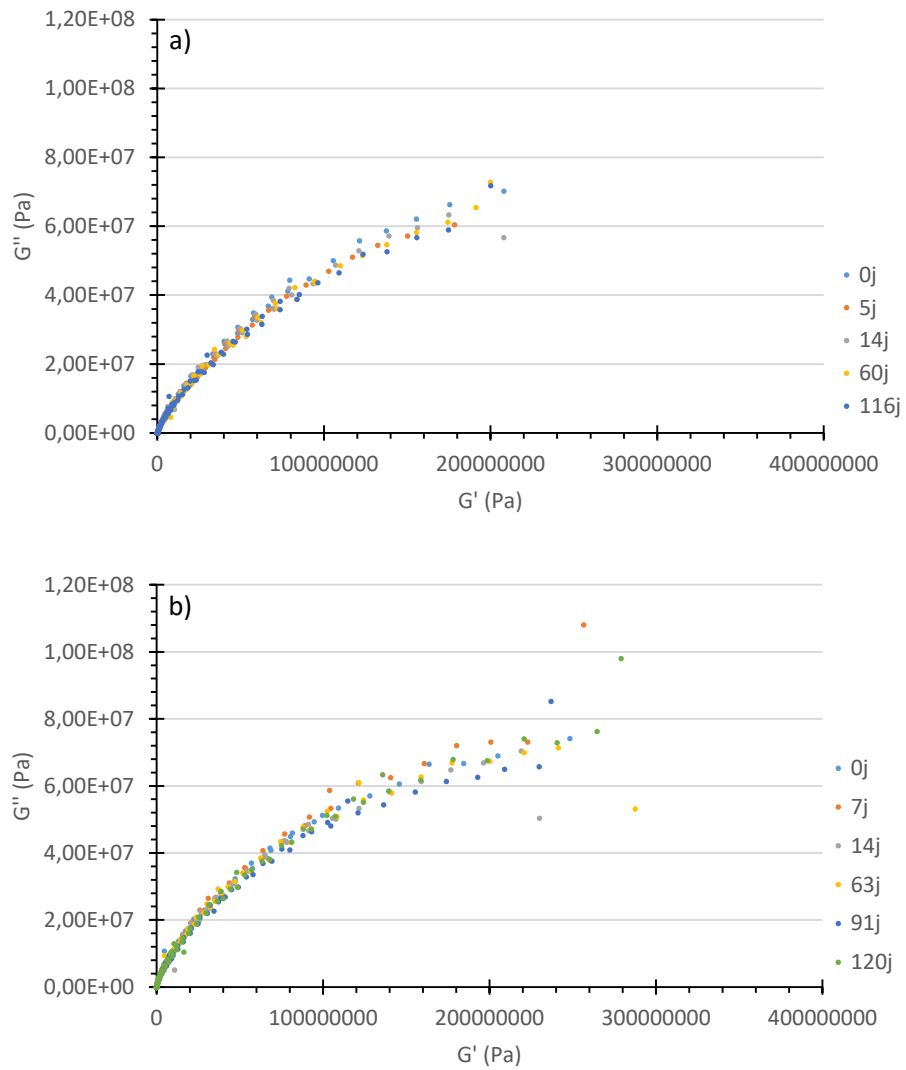
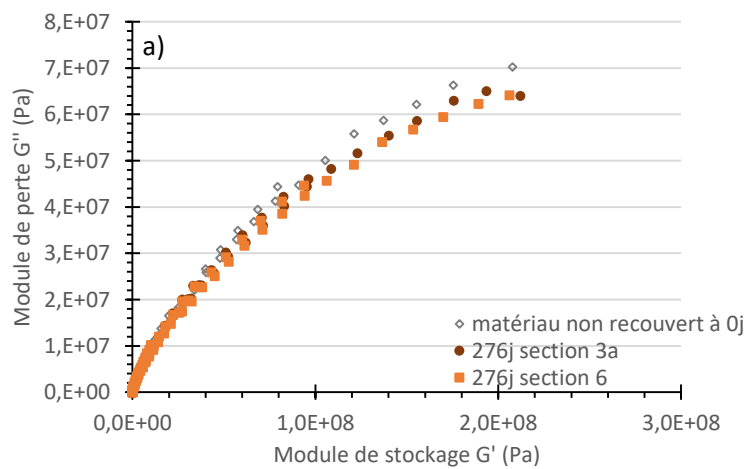


Figure 36 : Diagrammes Cole-Cole de la campagne "Chantiers". a) Chantier 1, b) Chantier 2.

2.2. Matériaux mûris sur chantier



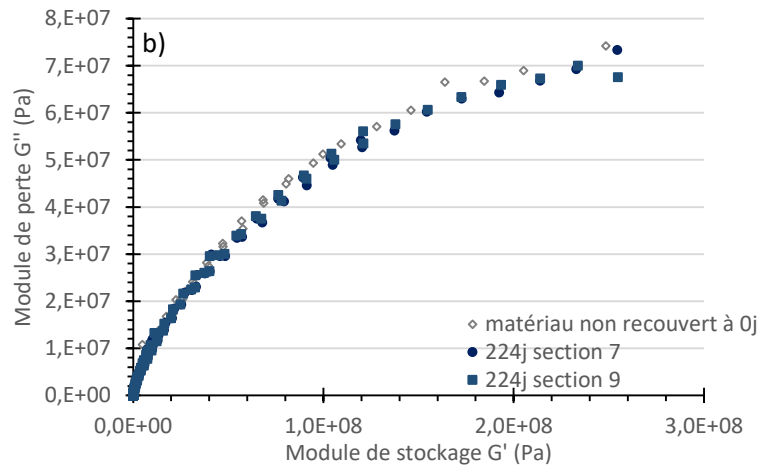


Figure 37 : Courbes de Cole-Cole aux temps initiaux et des derniers échantillons carottés des chantiers 1 (a) et 2 (b).

3) Diagrammes de Black

3.1. Eprouvettes mûries en laboratoire

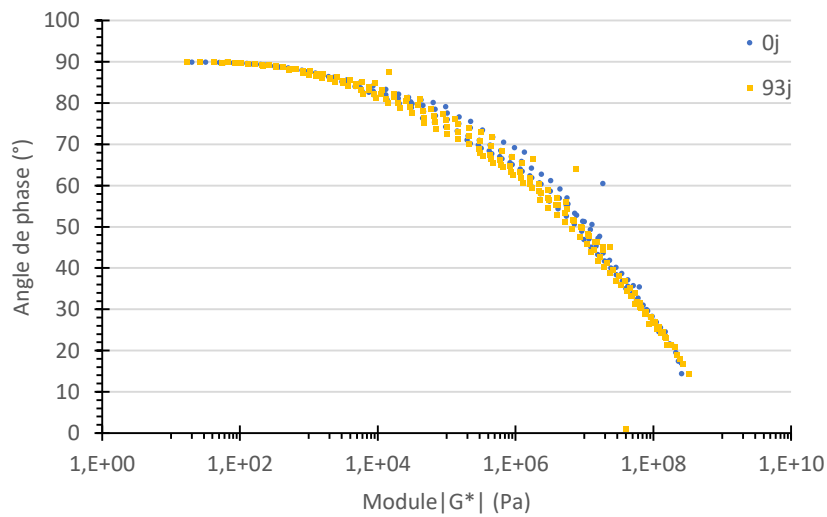


Figure 38 : Evolution des courbes de Black du groupe B au temps initial et en fin des 4 mois de mûrissement.

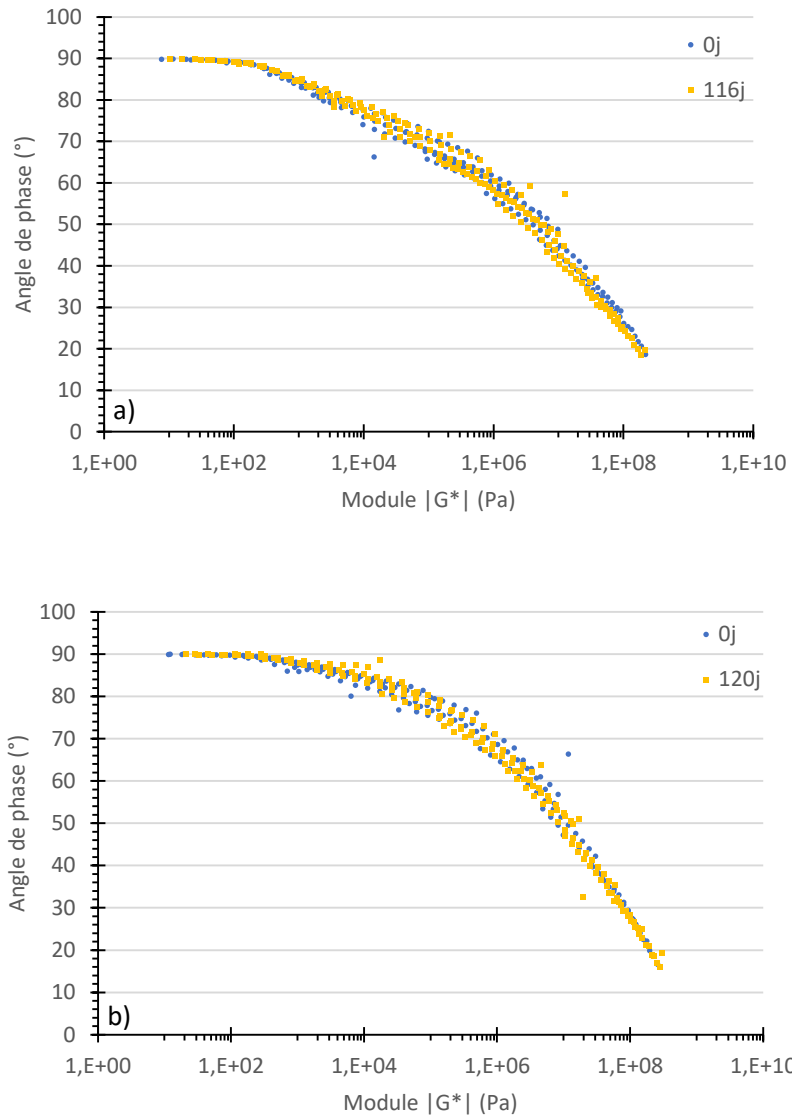


Figure 39 : Evolutions des courbes de Black des chantiers 1 et 2 au temps initial et en fin des 4 mois de mûrissement. Les points correspondent à toutes les températures testées. A) Chantier 1, b) Chantier 2.

3.2. Matériaux mûris sur chantier

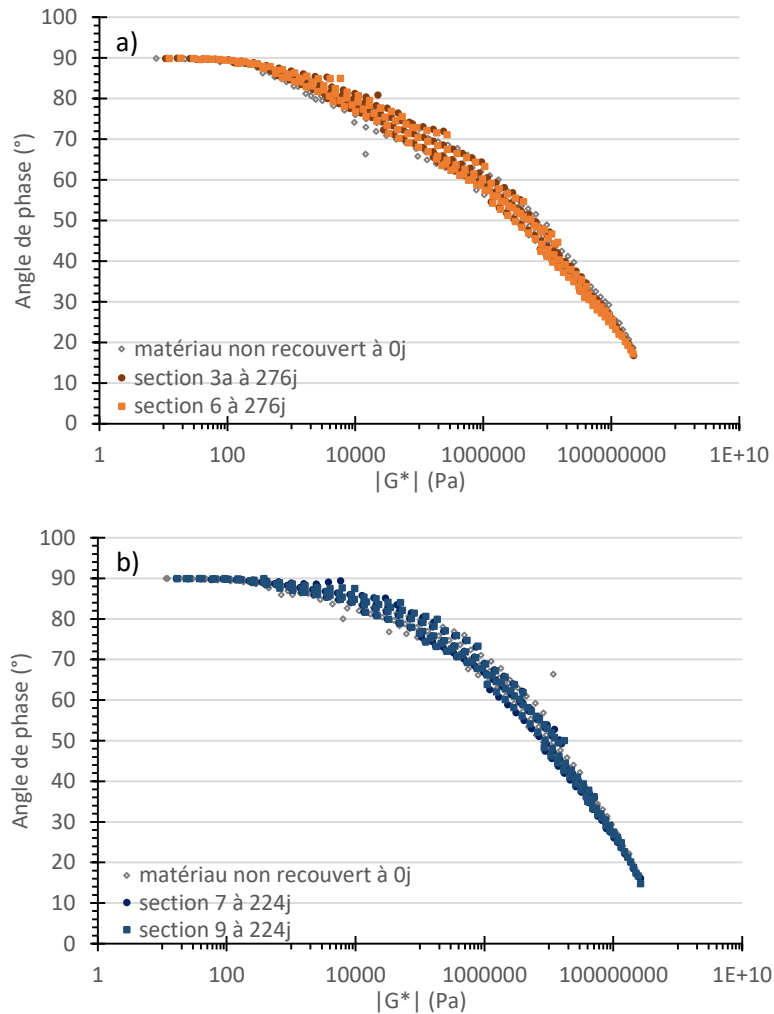


Figure 40 : Courbes de Black aux temps initiaux et des derniers échantillons carottés des chantiers 1 (a) et 2 (b).

4) Evolution de la T_g et de la FC des groupes A et B

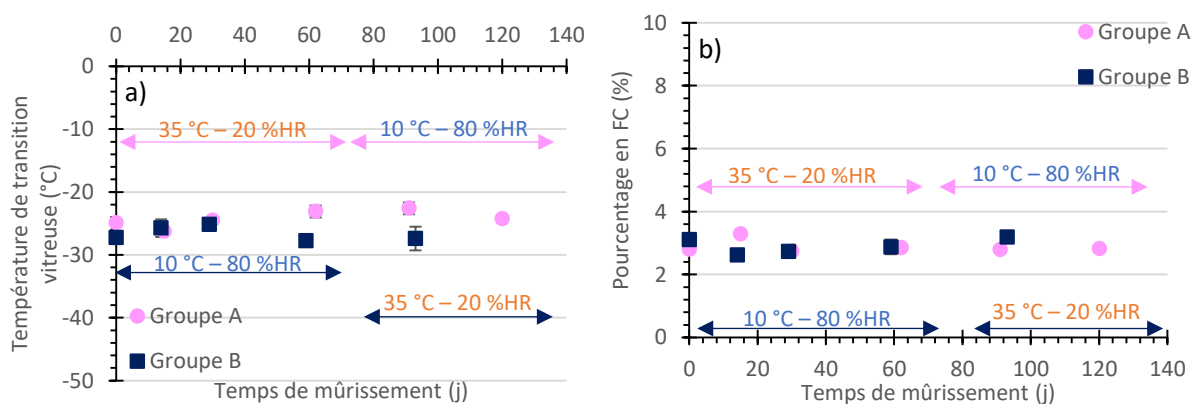


Figure 41 : Evolutions dans le temps de la température de transition vitreuse et de fraction cristallisable. Les barres d'erreurs représentent les écarts types entre les essais pour un même point. a) Température de transition vitreuse, b) Teneur en fraction cristallisable.

La fraction cristallisable est très faible (autour de 3%) et les évolutions de la T_g et de la FC sont faibles ; elles peuvent donc être considérées, à notre échelle, comme constantes.

En effet l'amplitude d'évolution du groupe A est de moins d'un degré (au départ -24.9°C , -23.1°C en fin de 2^{ème} mois, et enfin -24.3°C en fin de mûrissement). Cette faible amplitude est considérée non significative étant donné les procédures d'extraction du liant et de mesures qui peuvent donner de faibles incertitudes. De plus l'amplitude maximale (entre 15 et 91 jours de mûrissement, -26.2°C et -22.6°C respectivement) est proche de la différence entre les deux lots au temps initial (-24.9°C pour A et -27.3°C pour B) qui devrait être considérée comme négligeable puisque les deux groupes ont des compositions et procédures de mise en œuvre identiques.

L'évolution du groupe B (au départ -27.3°C , puis -27.8°C en fin de 2^{ème} mois et finalement -27.4°C) est elle aussi considérée non significative. L'amplitude maximale (mesurée entre 29 et 59 jours de mûrissement) est aussi jugée négligeable.

La température de transition vitreuse pour les deux groupes est jugée stable.

Annexe 7 : Méthode itérative de Newton (utilisée en chapitre 4)³ :

En considérant l'équation non linéaire en r , $|E_{H\&S}^*(r)| = C$, où C est une constante donnée. En général, cette équation ne peut pas être résolue analytiquement à cause de la présence des deux termes $(ir)^{-h}$ et $(ir)^{-k}$ dans l'expression de $E_{H\&S}^*$.

Il faut donc la résoudre numériquement en utilisant un algorithme itératif, tel que celui présenté ci-dessous dérivé de la méthode de Newton.

- Initialisation: par exemple, $r^{(0)} = 0.01$
- De l'itération # $iter$ à # $(iter + 1)$
 - *En supposant $r^{(iter)}$ connu:
 - Calculer $\delta r^{(iter)}$ comme:

$$\delta r^{(iter+1)} = -(|E_{H\&S}^*(r^{(iter)})| - C) / \frac{d|E_{H\&S}^*|}{dr}(r^{(iter)})$$
 - $r^{(iter+1)} = r^{(iter)} + \delta r^{(iter+1)}$
 - Aller à l'itération suivante, si $|\delta r^{(iter+1)}| > \varepsilon$, si non stop.

Figure 42 : Algorithme de Newton pour la résolution de l'équation non linéaire de r . Ici ε est la valeur seuil retenue comme point d'arrêt des itérations. Son ordre de grandeur est choisi petit par rapport à la valeur de r .

La dérivée $\frac{d|E_{H\&S}^*|}{dr}$ peut être calculée analytiquement par :

$$\frac{d|E_{H\&S}^*|}{dr} = \frac{Re\left(\frac{dE_{H\&S}^*}{dr} \overline{E_{H\&S}^*}\right)}{|E_{H\&S}^*|}$$

³ Merci à Jean-Michel Piau pour ces calculs.

avec:

$$\frac{dE_{H\&S}^*}{dr} = i \frac{(E_\infty - E_0)(h(ir)^{-h-1} + \delta k(ir)^{-k-1})}{(1 + (ir)^{-h} + \delta(ir)^{-k})^2}$$

Annexe 8 : Solution du problème de minimisation du chapitre 4⁴ :

La minimisation de la fonction T :

$$T(\alpha_n, \gamma) = \frac{1}{2} \sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} (\tau_{nj} - \alpha_n e^{-\gamma\theta_j})^2 \quad (\text{Equation A})$$

amène à résoudre les équations $\partial T / \partial \alpha_n = 0$ pour $n = 1, \dots, N_c$ et $\partial T / \partial \gamma = 0$, c'est-à-dire :

$$\sum_{j=1}^{N^\theta} (\tau_{nj} - \alpha_n e^{-\gamma\theta_j}) e^{-\gamma\theta_j} = 0 \quad \text{pour } n = 1, \dots, N_c$$

$$\sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} (\tau_{nj} - \alpha_n e^{-\gamma\theta_j}) \alpha_n \theta_j e^{-\gamma\theta_j} = 0$$

Les α_n peuvent alors être calculés à partir de l'expression :

$$\alpha_n = \alpha_n(\gamma) = \sum_{j=1}^{N^\theta} \tau_{nj} e^{-\gamma\theta_j} / \sum_{j=1}^{N^\theta} e^{-2\gamma\theta_j} \quad (\text{Equation B})$$

A condition que γ soit connu.

γ peut être obtenu de l'équation :

$$U(\gamma) = \sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} (\tau_{nj} - \alpha_n(\gamma) e^{-\gamma\theta_j}) \alpha_n(\gamma) \theta_j e^{-\gamma\theta_j} = 0$$

Ce jeu d'équation peut être résolu par l'algorithme à point fixe suivant :

- Initialisation
 - Choisir une valeur initiale $\gamma^{(0)}$ et calculer $\alpha_n^{(0)}$ de l'équation B telle que : $\alpha_n^{(0)} = \alpha_n(\gamma^{(0)})$
- De l'itération #iter à #iter+1
 - En supposant $\gamma^{(iter)}$ connu:
 - Calculer $\alpha_n^{(iter)}$ de l'équation B avec: $\alpha_n^{(iter)} = \alpha_n(\gamma^{(iter)})$
 - Calculer $\gamma^{(iter+1)}$ de la solution de: $U(\gamma^{(iter+1)}) = 0$

$$U(\gamma) = \sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} (\tau_{nj} - \alpha_n^{(iter)} e^{-\gamma\theta_j}) \alpha_n^{(iter)} \theta_j e^{-\gamma\theta_j} = 0$$

(voir ci-dessous)

⁴ Merci à Jean-Michel Piau pour ces calculs.

- Aller à l'itération suivante, si $|\gamma^{(iter+1)} - \gamma^{(iter)}| > \varepsilon$,
Si non stop.

Figure 43 : Algorithme à point fixe pour la minimisation de la fonction U.

La solution $\gamma^{(iter+1)}$ de l'équation $U(\gamma^{(iter+1)}) = 0$ peut être calculée avec l'algorithme usuel de Newton résumé ci-dessous.

- Initialisation: $\gamma^{(iter+1)(0)} = \gamma^{(iter)}$
- De l'itération # *iterbis* à # (*iterbis* + 1)
 - En supposant $\gamma^{(iter+1)(iterbis)}$ connu:
 - Calculer $\delta\gamma^{(iter+1)(iterbis+1)}$ comme:

$$\delta\gamma^{(iter+1)(iterbis+1)} = -U(\gamma^{(iter+1)(iterbis)}) / \frac{dU}{d\gamma}(\gamma^{(iter+1)(iterbis)})$$
 - où:

$$\frac{dU(\gamma)}{d\gamma} = \sum_{n=1}^{N^c} \sum_{j=1}^{N^\theta} \left(-\tau_{nj} + 2\alpha_n^{(iter)} e^{-\gamma\theta_j} \right) \alpha_n^{(iter)} \theta_j^2 e^{-\gamma\theta_j}$$
 - $\gamma^{(iter+1)(iterbis+1)} = \gamma^{(iter+1)(iterbis)} + \delta\gamma^{(iter+1)(iterbis+1)}$
 - Aller à l'itération suivante, si $|\delta\gamma^{(iter+1)(iterbis+1)}| > \varepsilon$,
Si non stop et retourner à la boucle d'itération de l'algorithme du point fixe.

Figure 44 : Algorithme de Newton pour résoudre l'équation de γ .

Remarque : Le problème peut aussi être plutôt résolu dans le domaine logarithmique en remplaçant dans l'équation A les τ_{nj} et $\tau^{mod} (= \alpha_n e^{-\gamma\theta_j})$ par leurs logarithmes. Ceci a l'avantage d'amener à une minimisation plus directe d'une forme quadratique avec $\ln \alpha_n$ et γ . Mais la distribution des différences obtenues entre les τ_{nj} et le modèle τ^{mod} avec cette méthode est moins satisfaisante qu'avec celle-ci-dessus. Les logarithmes favorisent l'ajustement de petites valeurs de τ_{nj} au détriment des plus élevées, contrairement à ce qui est voulu.

Annexe 9 : Etudes supplémentaires concernant le vieillissement d'un liant 70/100 et comparaisons avec le mûrissement des mélanges A et B

Le liant étudié ici est un liant 70/100, différent de ceux utilisés dans les deux campagnes d'essais. Il provient du même lot que le liant issu d'une émulsion séchée étudié en oxydation en annexe 1.4. Ce liant a subi un protocole RTFOT ainsi que RTFOT+PAV.

Le RTFOT (norme NF EN 12607-1) simule le malaxage du liant en centrale d'enrobage/vieillessement à très court terme (à chaud) et le PAV (norme NF EN 14769) accélère son vieillissement. Ces protocoles fonctionnent surtout pour les enrobés à chaud, ici ils peuvent servir de cadre de référence.

1) Pénétrabilité et point de ramollissement bille-anneau (TBA)

Tableau 11 : Résultats de pénétrabilité et TBA des trois liants.

	Liant de base (avant RTFOT)	Liant après RTFOT	Liant après RTFOT+PAV
Pénétrabilité (1/10 mm) (NF EN 1426)	78±1	49±0,3	34±1
TBA (°C) (NF EN 1427)	46,2±0,3	52,6±0,3	61,0±0,4

La TBA augmente avec le vieillissement tandis que la pénétrabilité diminue (Tableau 11) : le liant durcit avec le vieillissement.

2) Indices d'oxydation

Tableau 12 : Indices d'oxydation des trois liants.

	Liant de base	Liant après RTFOT	Liant après RTFOT+PAV
Indice CO (%)	1,54±0,22	2,85±0,10	3,78±0,17
Indice SO (%)	2,15±0,20	2,29±0,40	8,39±0,51

Les deux indices augmentent avec le vieillissement (Tableau 12) : le liant s'oxyde. L'indice SO augmente d'ailleurs de manière plus prononcée avec un traitement PAV. De plus il semble stagner avec un protocole RTFOT alors que l'indice CO a augmenté significativement. Il a été vu que les liaisons sulfoxyde sont plus réactives que les liaisons carbonyle (« A Review of the Fundamentals of Asphalt Oxidation » 2009). Le fait que l'indice CO ait évolué avec le RTFOT mais pas l'indice SO est peu commun.

En comparant ces résultats avec ceux des liants obtenus en séchant une émulsion et soumis à différentes températures (Annexe 1.4), le liant entreposé à 35 °C est celui qui se rapproche le plus de celui ayant subi les protocoles RTFOT et PAV. L'indice CO du liant à 35 °C n'atteint cependant pas la valeur obtenue en RTFOT, même après plus de 700 jours en enceinte. L'indice SO se rapproche de la valeur du RTFOT au bout d'une vingtaine de jour et du RTFOT+PAV (8,4 %) en toute fin d'essai : 8,5 % à 705 jours.

En émettant l'hypothèse que les propriétés du liant utilisé dans les mélanges des groupes A et B évoluent dans les mêmes proportions que celui étudié ici, plusieurs constatations peuvent être faites :

- L'indice d'oxydation CO du liant 70/100 après RTFOT (2,85 %) correspondrait à un mûrissement d'une soixantaine de jours à 35 °C – 20 %HR alors qu'un indice SO aussi bas (2.3 %) n'est pas visible dans les mélanges. L'indice SO des GE est déjà élevé même en tout début de mûrissement (autour de 8 %). Les propriétés initiales des deux liants sont donc différentes. En considérant plutôt les augmentations et non les valeurs en elles-mêmes (raisonnement en relatif), une augmentation d'environ 1.3 % d'indice CO correspondrait à presque 1 mois de mûrissement à 35 °C – 20 %HR alors que la variation de l'indice SO est négligeable.
- Après le protocole PAV, l'indice CO atteint 3.78 %. Une augmentation d'environ 2.3 % (de 1.54 liant de base à 3.78 % après RTFOT+PAV) serait obtenue entre 50 et 60 jours de mûrissement.

Concernant l'indice SO, une augmentation d'environ 6 % (de 2,15-2,3 à 8,4 % après RTFOT et PAV) montrerait sur le mélange un mûrissement d'environ 90 jours à 35 °C – 20 %HR si la cinétique restait identique.

Les différences de mûrissements équivalents entre les indices CO et SO montrent qu'un vieillissement de liant en laboratoire, utilisé usuellement pour les enrobés à chaud, n'est pas représentatif d'un mûrissement d'enrobé à froid. Cette différence pourrait être expliquée par la microstructure différente des enrobés à froid par rapport aux enrobés à chaud, amenant alors une oxydation différente du liant. De plus les indices SO élevés au temps initial vus sur les groupes A et B montrent que le liant avait déjà commencé à s'oxyder probablement pendant ou avant même le mélange. Ceci pourrait être dû au chauffage du liant pendant le mélange de l'émulsion, aux traitements qu'il a subis avant réception au laboratoire, ou à une plus grande propension à l'oxydation par rapport au liant étudié dans cette partie.

3) Rhéologie⁵

Comme constaté au Chapitre bibliographique, les courbes de Black et de Cole-Cole s'affaissent avec le vieillissement du liant (Figure 45). Ceci montre que le liant gagne en élasticité avec le temps (perte d'angle de phase δ et de module de perte $|G''|$). L'affaissement de la courbe après RTFOT+PAV est beaucoup plus significatif que celui observé pour les liants extraits des mélanges en fin de mûrissement.

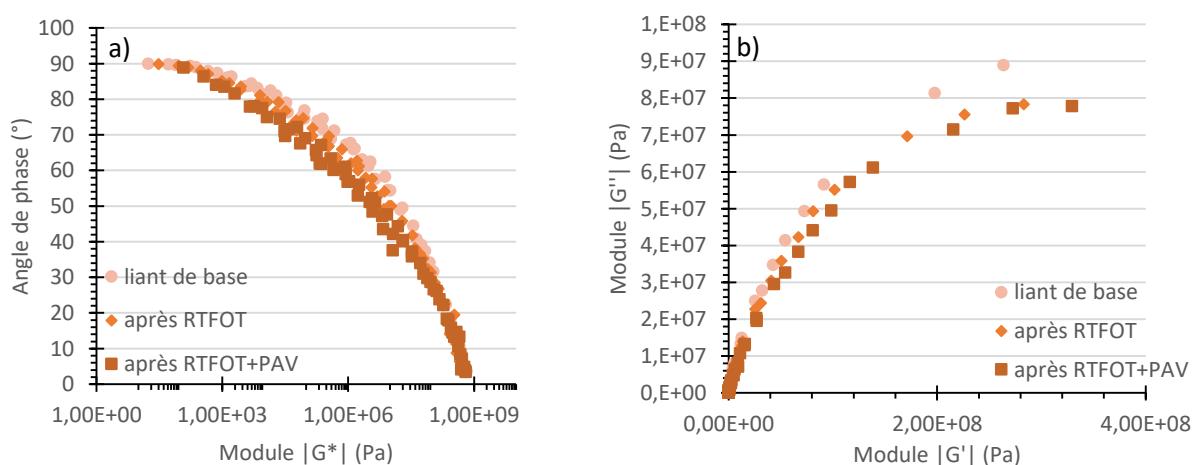


Figure 45 : Courbe de Black (a) et de Cole-Cole (b) des trois liants.

Le Tableau 13 donne les valeurs de module de cisaillement $|G^*|$ et d'angle de phase δ des liants étudiés.

Tableau 13 : Valeurs de module de cisaillement et d'angle de phase des trois liants, essais à 20 °C 10 Hz.

	Liant de base	Liant après RTFOT	Liant après RTFOT+PAV
$ G^* $ (Pa)	$7,67 \cdot 10^6$	$7,23 \cdot 10^6 \pm 0,17 \cdot 10^6$	$1,35 \cdot 10^7 \pm 0,26 \cdot 10^7$
δ (°)	58,2	$51,6 \pm 3,5$	$40,9 \pm 4,8$

⁵ Les essais de rhéologie ont été réalisés avec un DSR Kinexus Pro+ de Malvern.

Le module du liant stagne avec un traitement RTFOT et double de valeur après un PAV. L'angle de phase diminue avec les deux protocoles. Ceci montre que le liant se rigidifie avec le vieillissement laboratoire.

Les valeurs de module et d'angle de l'échantillon « liant de base » sont des mêmes ordres de grandeurs que celles des liants extraits des groupes A et B à 0 jours de mûrissement. Après RTFOT, le module est toujours du même ordre que celui des liants extraits à 0j mais l'angle correspondrait plutôt à une quinzaine de jours de mûrissement à 35 °C – 20 %HR. Les données de module après PAV sont proches de celles des liants extraits à 60 jours de mûrissement à 35 °C – 20 %HR (environ 10 MPa). Cependant, un angle de phase aussi bas n'a pas été observé lors des mûrissements de 4 mois. Une fois de plus, les résultats montrent qu'il y a une différence de vitesse d'évolution des différents paramètres du liant entre les mûrissements effectués et les essais de simulation de vieillissement du liant.

4) Calorimétrie

Tableau 14 : Températures de transition vitreuse et fractions cristallisables des trois liants.

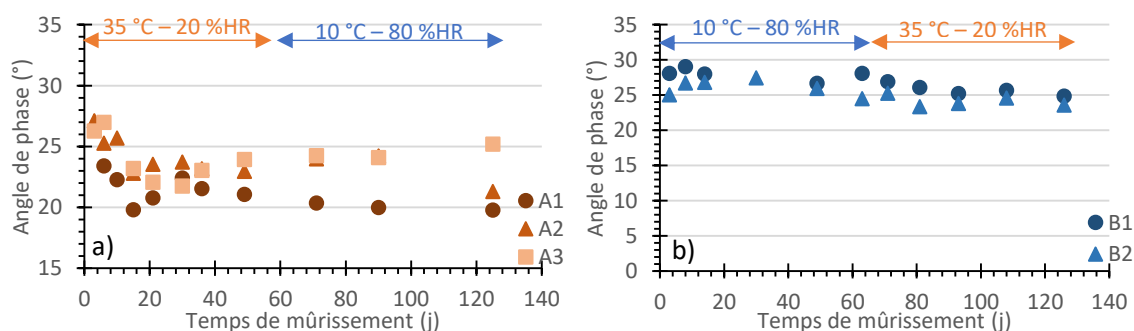
	Température de transition vitreuse (°C)	Fraction cristallisable (%)
Liant de base	-17,27	0,4
Après RTFOT	-22,25	0,1
Après RTFOT+PAV	-20,76	0,15

La température de transition vitreuse ne semble pas évoluer significativement avec le vieillissement (Tableau 14). La teneur en fraction cristallisable des liants étudiés est très basse. Ces deux paramètres ne semblent pas évoluer significativement, comme calculé et observé sur les liants extraits des groupes A et B.

Annexe 10 : Evolutions des angles de phase des enrobés mûris en laboratoire

1) Répétabilité entre les éprouvettes

La Figure 46 illustre les évolutions des angles de phase de \tilde{E}^{*oedo} de toutes les éprouvettes testées, à 15 °C 10 Hz et 9,5 kN. Elle montre qu'il y a une bonne répétabilité entre les éprouvettes au sein de chaque lot. Pour alléger la présentation des résultats, dans cette sous-partie ne seront donnés que les résultats portant sur les éprouvettes A2, B2, LAB2 et LAB9.



Annexes

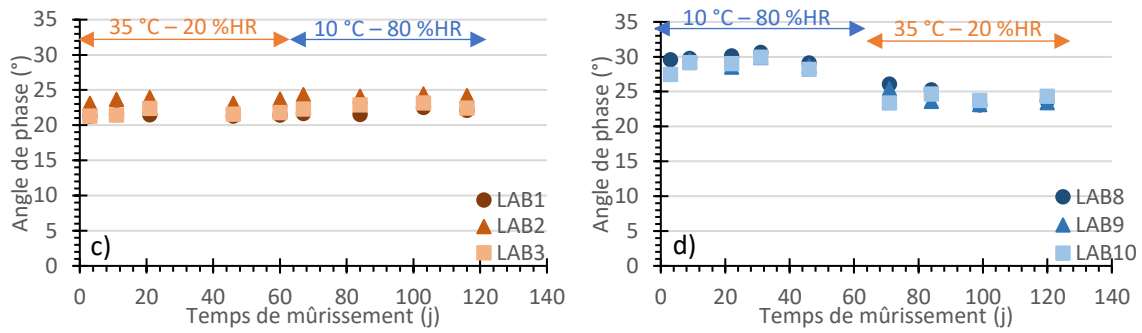


Figure 46 : Angle de phase en fonction du temps de mûrissement pour les différentes éprouvettes testées. Essais à 15 °C, 10 Hz et 9.5 kN. a) Groupe A, b) Groupe B, c) Chantier 1, d) Chantier 2.

2) Effet des conditions d'essai sur l'angle de phase

Effet de la température

L'angle de phase ne semble pas varier avec la température d'essai, pour tous les lots (Figure 47).

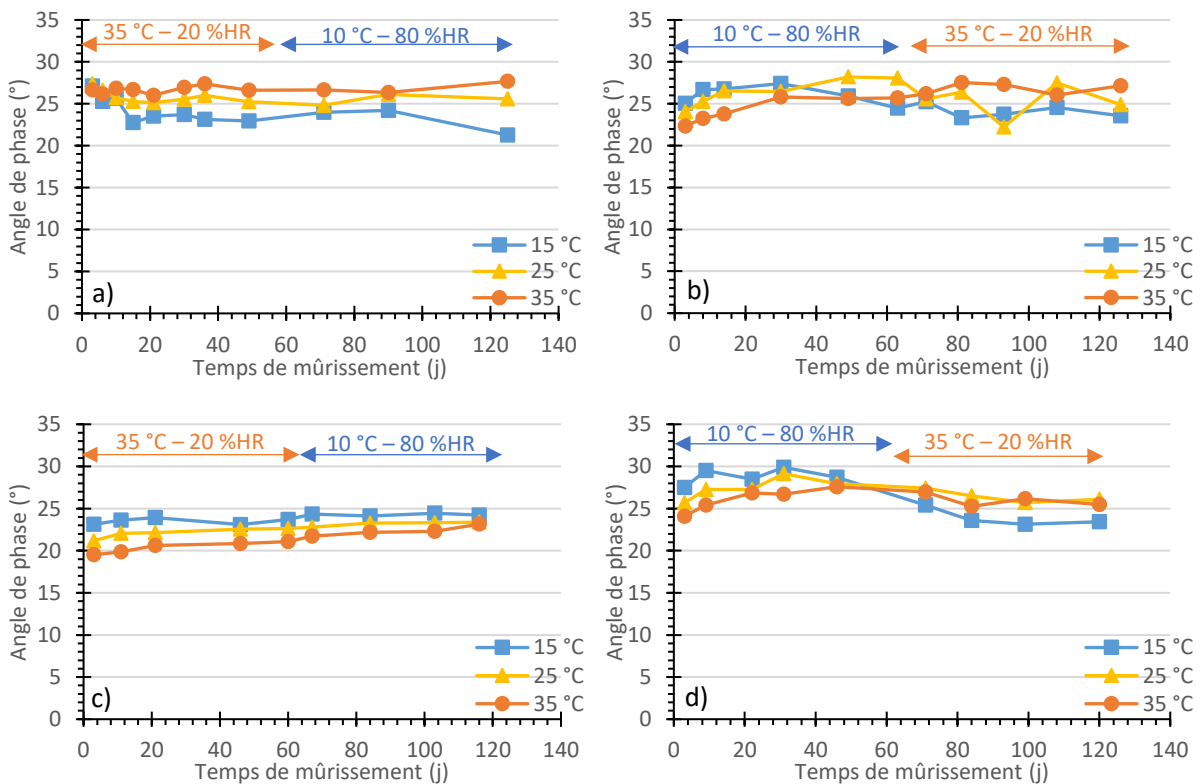


Figure 47 : Evolution de l'angle de phase avec le temps pour les trois températures d'essai $\theta_1^{oedo}=15\text{ °C}$, $\theta_2^{oedo}=25\text{ °C}$ et $\theta_3^{oedo}=35\text{ °C}$. Essais à 10 Hz et 9.5 kN. a) Groupe A éprouvette A2, b) Groupe B éprouvette B2, c) Chantier 1 éprouvette LAB2, d) Chantier 2 éprouvette LAB9.

Effet de la fréquence

La dépendance à la fréquence ne semble pas être identique pour tous les lots. De manière générale l'angle de phase semble légèrement augmenter avec la fréquence (Figure 48). Cependant il semble plus varier avec la fréquence sur le chantier 1 et perdre en dépendance pour le groupe B et le chantier 2 (l'angle varie plus avec la fréquence sur les 2 premiers mois). Il est difficile de conclure quant à la dépendance à la fréquence des éprouvettes GE car les quatre lots ont des réactions différentes aux essais.

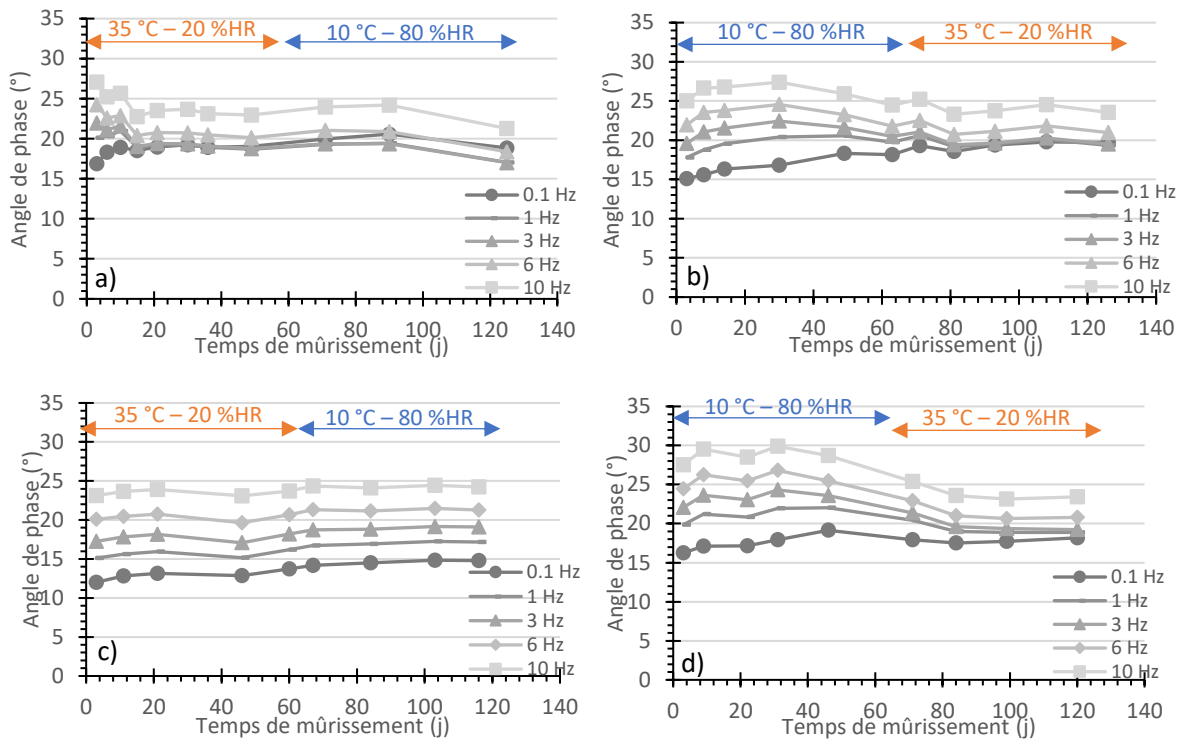
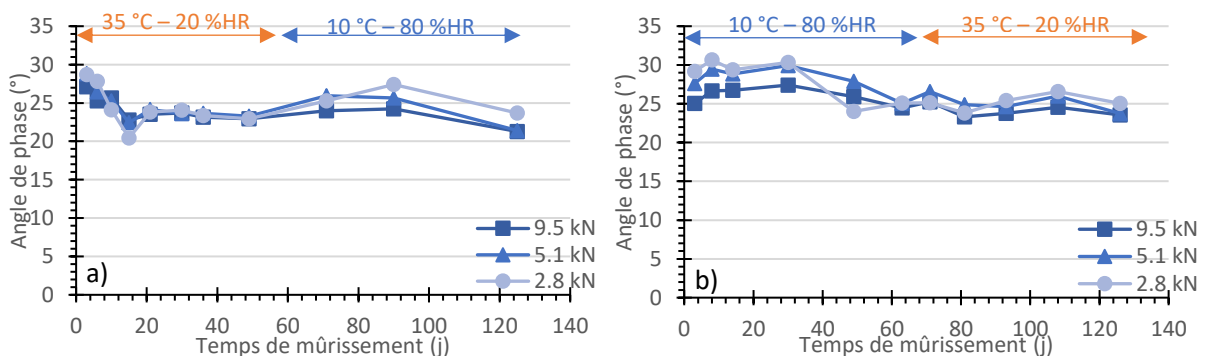


Figure 48 : Evolution de l'angle de phase avec le temps pour les cinq fréquences d'essai $f_1=0.1$ Hz, $f_2=1$ Hz, $f_3=3$ Hz, $f_4=6$ Hz et $f_5=10$ Hz. Essais à 15 °C et 9.5 kN. a) Groupe A éprouvette A2, b) Groupe B éprouvette B2, c) Chantier 1 éprouvette LAB2, d) Chantier 2 éprouvette LAB9.

Effet de la force

L'angle de phase des quatre lots varie très peu avec la force appliquée (Figure 49), les valeurs d'angles sont très proches entre elles au sein de chaque lot tout le long du mûrissement.



Annexes

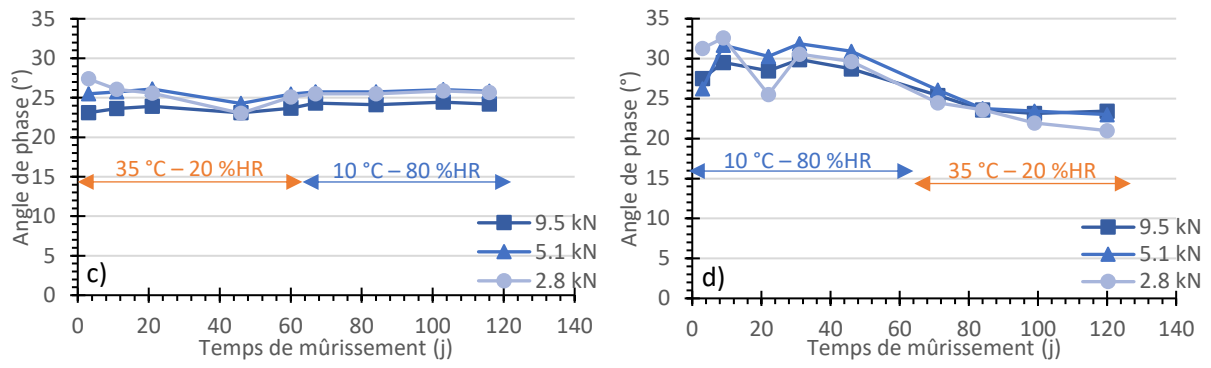


Figure 49 : Evolution de l'angle de phase avec le temps pour les trois amplitudes de force utilisées $|F_1^*|=2.8$ kN, $|F_2^*|=5.1$ kN et $|F_3^*|=9.5$ kN. Essais à 15 °C et 10 Hz. a) Groupe A éprouvette A2, b) Groupe B éprouvette B2, c) Chantier 1 éprouvette LAB2, d) Chantier 2 éprouvette LAB9.

Titre : Contribution à la compréhension du mûrissement des mélanges granulaires à l'émulsion de bitume

Mots clés : mûrissement, bitume, enrobé, rhéologie, module œdométrique, mouillabilité

Résumé : La thèse porte sur la « Contribution à la compréhension du mûrissement des mélanges granulaires à l'émulsion de bitume ». Le matériau étudié, la grave-émulsion (GE), est un enrobé bitumineux utilisé pour la construction et l'entretien des chaussées routières. Il est composé d'un squelette granulaire continu et de bitume sous la forme d'une émulsion directe huile dans eau. L'eau contenue dans l'émulsion permet au matériau lors de l'étape de fabrication de répartir le liant dans le squelette granulaire de façon homogène sans chauffer la masse granulaire, contrairement aux enrobés usuels élaborés « à chaud » et une mise en œuvre aisée en assurant une lubrification des contacts entre les granulats. En effet, les constituants des enrobés à chaud doivent être séchés et chauffés, ce qui demande de l'énergie et génère des fumées pouvant impacter l'environnement et les travailleurs sur chantier. La présence d'eau dans la GE lui confère néanmoins un comportement hautement évolutif avec le temps. Sa rigidité augmente dans une phase appelée « mûrissement ». Ce comportement est en partie lié au séchage du mélange mais n'est pas encore bien compris et reste un verrou scientifique qui limite le recours à cette technique routière à fort potentiel environnemental.

Pour mieux comprendre les mécanismes en jeu et les évolutions des propriétés de la GE lors du mûrissement, une méthodologie d'étude a été mise en place. Trois types de matériaux ont été soumis à différents essais : des échantillons fabriqués et mûris en laboratoire, des échantillons de matériaux récupérés sur chantier puis mûris en laboratoire, et des échantillons carottés sur chantier. Tout d'abord, des essais mécaniques de type œdométrique ont permis de suivre la rigidification du matériau avec le temps et en fonction de conditions climatiques maîtrisées. Ensuite, les liants des matériaux en cours de mûrissement ont été extraits et leurs niveaux d'oxydation ainsi que leur comportement rhéologique ont été mesurés. Pour tenter de mieux identifier les mécanismes mis en jeu dans le mûrissement, l'angle de contact entre une goutte de bitume déposée sur la surface d'une lame de verre a été mesuré afin d'évaluer les temps caractéristiques d'étalement du liant et de les comparer avec la cinétique de rigidification du mélange. Enfin en complément de cette approche expérimentale, une variable de mûrissement a été établie, permettant de modéliser l'évolution du module à partir des données expérimentales issues des campagnes d'essais mécaniques et du modèle de Huet et Sayegh.

Title : Contribution to the understanding of cold mix asphalt curing

Keywords : curing, bitumen, asphalt pavement, rheology, oedometric modulus, wettability

Abstract: This study deals with the "Contribution to the understanding of cold mix asphalt curing". The studied material, cold mix asphalt for base course namely grave-emulsion (GE), is a bituminous mixture for pavement composed of aggregates and emulsified bitumen (oil-in-water type). The water contained in the emulsion allows to disperse the binder in the aggregate backbone during the manufacturing step, and allows an easier mix implementation without heating aggregates, contrary to common hot mix asphalt process. Indeed, hot mix components have to be dried and heated, which requires a large amount of energy and generates fumes leading to stress environment and the workers on site. However the water presence gives a highly evolutive behaviour to the material with time. Its stiffness increases during a phase called "curing". This behaviour is partly linked to the mix drying but is not completely understood yet, and remains a scientific problem that restricts the use of this high environmental potential road technique.

To better understand the mechanisms involved during cold mix asphalt curing, a dedicated methodology has been implemented. Three types of materials were submitted to different tests: samples made and cured in laboratory, samples from loosed mix (from worksite) and then compacted and cured in lab, and samples cored on site. First of all, mechanical oedometric tests allowed the monitoring of the material stiffening with time and depending on controlled climatic conditions. Then, binders were extracted during curing and their oxidation levels and rheological behaviours were measured. In addition, the contact angle between a bitumen droplet and a glass substrate was measured to evaluate the spreading characteristic times of the binder and compare them to the mix stiffness kinetics. Finally, a curing variable was defined, allowing the modelling of the modulus evolution thanks to experimental data from test campaigns and the Huet and Sayegh model.