



**HAL**  
open science

# Etude du comportement des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre

Angélique Fabre Des Essarts

► **To cite this version:**

Angélique Fabre Des Essarts. Etude du comportement des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre. Matériaux. Université Paris-Est, 2016. Français. NNT : 2016PESC1110 . tel-01459288

**HAL Id: tel-01459288**

**<https://pastel.hal.science/tel-01459288>**

Submitted on 7 Feb 2017

**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.



## THÈSE

En vue de l'obtention du grade de  
Docteur de l'Université Paris - Est  
Spécialité : Science de l'ingénieur

Par

**Angélique Fabre des Essarts**

---

### **Etude du comportement des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre**

---

**Institut de Recherche en constructibilité (ESTP-IRC)**

#### **Jury**

Rapporteurs	Jean-Eric Poirier	Directeur Scientifique, Colas
	Patrick Richard	Directeur de Recherches, IFSTTAR
Examineur	Guillaume Ovarlez	Directeur de Recherches, CNRS
Directeur de Thèse	Jean-Noël Roux	Chercheur (HDR), Laboratoire Navier
Encadrants de Thèse	Anne Dony	Enseignant-chercheur, Ecole Spéciale des Travaux Publics
	Vincent Gaudefroy	Chargé de Recherches, IFSTTAR
Invités	Ivan Drouadaine	Directeur du Centre de Recherche de Mérygnac, Eurovia Management

A ma grand-mère,

A Mahaut,

# Remerciements

Je voudrais tout d'abord remercier Jean-Lou Lebrun de m'avoir accueilli au sein de l'IRC et de m'avoir fourni un cadre propice à la réalisation de cette thèse.

Je tiens ensuite à remercier l'ensemble des membres du jury pour le temps qu'ils ont accordé à mon travail : Jean-Eric Poirier et Patrick Richard en tant que rapporteurs, Guillaume Ovarlez en tant que président du jury et Ivan Drouadaine en tant qu'invité.

J'aimerais remercier mon directeur de thèse, Jean-Noël Roux, ainsi que Vincent Gaudefroy, qui ont suivi de loin l'ensemble de mes recherches.

Je suis très reconnaissante à Anne Dony de m'avoir fait confiance en me choisissant pour ce sujet de thèse, de m'avoir apporté un soutien sans faille pendant ces trois années, tant pour la mise en place des protocoles expérimentaux que pour la réalisation des essais et la rédaction du manuscrit.

Je remercie Stéphane Faucon-Dumont, ainsi que Paul Perdereau et Thierry Morvan de l'entreprise Eurovia, pour avoir travaillé avec nous dans le cadre d'un PIER (projet industriel, d'entrepreneuriat et de recherche). Je remercie également François Rudelle et Ronan Gueguen, les deux étudiants de l'ESTP qui ont mené à bien ce PIER.

Je voudrais également remercier les stagiaires qui ont travaillé avec moi pendant ces trois années de thèse : Pedro Rocha Bernardes, Chaffiaa Moussi et Mickaël Girondeau.

J'aimerais remercier tous les membres de l'ESTP avec lesquels j'ai passé de très bons moments et beaucoup rigolé autour de la machine à café : Daniel Mesureur, Bernard Montant, Andrea Kindinis, Yacine Allab, M. Bennabi, John Langevillier, Jessica Rad, Johan Colin, Céline Chevalier et Sabrina Perlo.

Je remercie également les super copines que j'ai rencontré pendant ces trois années à l'ESTP et avec lesquelles j'ai partagé et je partage encore plein de choses (notamment de longs déjeuners commérage !) : Amandine Luce, Claire Damblans, Oumeima Ben Maaouia, Maddy Vong et pour finir mes deux « boulettes » adorées Dafni Stavraka et Radja Elandaloussi.

Pour finir, un grand merci à mes parents, à ma sœur et à mon amoureux pour leur soutien et leur aide pour la préparation et l'organisation du pot de soutenance.

# Table des matières

<b>REMERCIEMENTS.....</b>	<b>2</b>
---------------------------	----------

<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE .....</b>	<b>15</b>
------------------------------------	-----------

<b>CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>18</b>
---	-----------

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>18</b>
<b>2. GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX BITUMINEUX .....</b>	<b>18</b>
2.1. LES ENROBÉS BITUMINEUX.....	18
2.2. LES ENROBÉS TIÈDES .....	31
<b>3. COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE DES MATÉRIAUX BITUMINEUX .....</b>	<b>35</b>
3.1. PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES DES BITUMES .....	35
3.2. PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES DES MASTICS .....	39
<b>4. EVALUATION DES ENROBÉS AUX TEMPÉRATURES DE MISE EN ŒUVRE .....</b>	<b>41</b>
4.1. MESURES DE COMPACITE SUR ENROBE.....	42
4.2. MESURES DE COUPLE SUR ENROBE.....	44
4.3. MESURE DE FORCE DE CISAILLEMENT SUR ENROBE.....	46
4.4. ESSAIS REALISES SUR LE LIANT .....	48
<b>5. CONCLUSIONS .....</b>	<b>50</b>

<b>CHAPITRE II : PRÉSENTATION DES MATÉRIAUX ET DES FORMULATIONS... 52</b>	
---	--

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>52</b>
<b>2. MATÉRIAUX DE BASE UTILISÉS .....</b>	<b>53</b>
2.1. LES LIANTS BITUMINEUX.....	53
2.2. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES .....	54
2.3. ADDITIF TIÈDE .....	56
2.4. LES HUILES DE SILICONE .....	58
<b>3. MESURES DE TENSIONNÉTRIE.....</b>	<b>58</b>
3.1. MESURES DES TENSIONS SUPERFICIELLES : « GOUTTE PENDANTE ».....	59
3.2. MESURES DES ANGLES DE CONTACT ENTRE LES DIFFERENTS MATERIAUX ET LA ROCHE NOUBLEAU .....	64
<b>4. FORMULATION ET FABRICATION DES MASTICS ET ENROBÉS DE L'ÉTUDE.....</b>	<b>68</b>

4.1. FORMULATION DES MASTICS .....	69
4.2. FORMULATION DES ENROBÉS .....	73
<b>5. CONCLUSIONS .....</b>	<b>75</b>

**CHAPITRE III : ETUDE DU COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE DES LIANTS ET MASTICS BITUMINEUX .....** **76**

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>76</b>
<b>2. MISE EN PLACE DES PROTOCOLES D’ESSAI .....</b>	<b>77</b>
2.1. ESSAIS EN RAMPE DE TAUX DE CISAILLEMENT .....	81
2.2. ESSAIS A TAUX DE CISAILLEMENT CONSTANT.....	84
<b>3. ESSAIS À L’ÉCHELLE DU LIANT .....</b>	<b>85</b>
3.1. RESULTATS DES ESSAIS DE VISCOSITE AVEC LES HUILES DE SILICONE.....	85
3.2. RESULTATS DES ESSAIS DE VISCOSITE SUR LES LIANTS BITUMINEUX .....	88
<b>4. ESSAIS À L’ÉCHELLE DU MASTIC.....</b>	<b>96</b>
4.1. PHENOMENE DE SEDIMENTATION .....	96
4.2. RESULTATS DES ESSAIS SUR MASTIC HUILEUX.....	102
4.3. RESULTATS DES ESSAIS SUR MASTIC BITUMINEUX .....	106
<b>5. CONCLUSIONS DU CHAPITRE.....</b>	<b>115</b>

**CHAPITRE IV : MANIABILITÉ .....** **116**

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>116</b>
<b>2. MESURE NORMALISÉE DE LA MANIABILITÉ D’UN ENROBÉ AU MANIABILIMÈTRE .....</b>	<b>117</b>
2.1. MATERIEL ET PROTOCOLE D’ESSAI NORMALISES .....	117
2.2. RESULTATS D’ESSAIS PRELIMINAIRES REALISES AVEC LE PROTOCOLE NORMALISE .....	121
<b>3. MODIFICATIONS ET COMPLÉMENTS DE PROCÉDURE .....</b>	<b>124</b>
3.1. VITESSE D’AVANCEMENT DU VERIN ET DE LA LAME DE POUSSEE.....	124
3.2. EVOLUTION DE LA TEMPERATURE DES ENROBES DANS LES MOULES .....	125
3.3. MAITRISE DE LA COMPACITE FOISONNEE DES ECHANTILLONS.....	126
3.4. INFLUENCE DE LA COMPACITE DES ECHANTILLONS .....	130
<b>4. CHOIX DE LA PROCÉDURE D’ESSAI, DES PARAMÈTRES ET MÉTHODE D’ANALYSE .....</b>	<b>136</b>
4.1. PROCEDURE D’ESSAI CHOISIE ET PARAMETRES ETUDIES.....	136
4.2. DESCRIPTION DE LA METHODE D’ANALYSE UTILISEE.....	138
<b>5. ANALYSE DES RÉSULTATS OBTENUS .....</b>	<b>139</b>
5.1. ANALYSE PRÉLIMINAIRE.....	139
5.2. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS SUR GRANULATS SEULS ET ENROBES MODELES.....	143

5.3. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS SUR ENROBES REELS.....	156
6. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE .....	162
7. CONCLUSIONS DU CHAPITRE.....	167
<b><u>CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET PERSPECTIVES .....</u></b>	<b>168</b>
<b><u>ANNEXE A : MESURES DE VISCOSITÉ EN RAMPE DE TAUX DE CISAILLEMENT RÉALISÉS SUR LES MASTICS MODÈLES M<sub>14%V</sub> ET M<sub>46%V</sub> ....</u></b>	<b>175</b>
<b><u>ANNEXE B : MESURES DE VISCOSITÉ EN RAMPE DE TAUX DE CISAILLEMENT RÉALISÉS SUR LES MASTICS RÉELS M<sub>35%V</sub> ET M<sub>46%V</sub> AU 35/50 + 0,3% A.....</u></b>	<b>177</b>
<b><u>ANNEXE C : PROCÉDURE DE COMPACTAGE À 80% À LA PRESSE MTS DES ÉCHANTILLONS D'ENROBÉ DANS UN MOULE RENFORCÉ POUR LES ESSAIS AU MANIABILIMÈTRE .....</u></b>	<b>179</b>
<b><u>ANNEXE D : FAISABILITÉ D'UNE MESURE DE LA MANIABILITÉ D'UN ENROBÉ PAR PCG MODIFIÉE .....</u></b>	<b>184</b>
<b><u>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</u></b>	<b>195</b>
<b><u>RÉSUMÉ.....</u></b>	<b>201</b>
<b><u>SUMMARY .....</u></b>	<b>202</b>

# Tables des figures

Figure 1 : Courbes granulométriques de BBSG 0/14 et 0/10 [Delorme et al., 2007] ..	20
Figure 2 : Classes de comportement des liants bitumineux [Di Benedetto et Corté, 2005a].....	22
Figure 3 : Dispositif de l’essai au mouton pendule [Di Benedetto et Corté, 2005a]....	24
Figure 4 : Courbe de cohésivité [Di Benedetto et Corté, 2005a] .....	24
Figure 5 : Mise en œuvre mécanisée à l’aide d’un finisseur (Chantier Colas).....	28
Figure 6 : Mise en œuvre manuelle autour d’un regard (Chantier Eurovia) .....	29
Figure 7 : Mise en œuvre manuelle après déversement à la brouette (Chantier Colas)	29
Figure 8 : Finitions manuelles après le passage du finisseur (Chantier Eurovia).....	30
Figure 9 : Compactage (Chantier Eurovia) .....	30
Figure 10 : Schéma emprisonnement bulles d’air lors de l’enrobage [Somé, 2012] ...	35
Figure 11 : Evolution de la viscosité du bitume selon la température [Di Benedetto et Corté, 2005a].....	38
Figure 12 : Presse à cisaillement giratoire et schéma de principe .....	42
Figure 13 : Asphalt Workability Device développé par l’Université du Massachusetts (Dartmouth) [Bennert et al., 2010].....	45
Figure 14 : Schéma du maniabilimètre Nynas [Brion et al., 1999].....	46
Figure 15 : Schéma du tribologue du Laboratoire Principal de Montlhéry, Colas Ile de France-Normandie [Pellevoisin et al., 2010] .....	48
Figure 16 : Asphalt Lubricity Test développé à l’Université du Wisconsin Madison [Hanz et al., 2010].....	49
Figure 17 : Courbes granulométriques des coupures Noubleau.....	55
Figure 18 : Courbes granulométriques des coupures Voutré.....	55
Figure 19 : Courbe granulométrique du sable roulé 0/4.....	56
Figure 20 : Tensiomètre à goutte .....	60

Figure 21 : Dispositif en laiton pour essais sur bitume à haute température.....	60
Figure 22 : Goutte pendante de l'huile de silicone v300.....	61
Figure 23 : Comparaison des tensions superficielles mesurées pour les bitumes purs 35/50 et 160/220.....	63
Figure 24 : Résultats de mesures de tensions superficielles sur des bitumes pur et additivés [Somé, 2012].....	64
Figure 25 : Evolution de l'angle de contact d'une goutte d'huile de silicone v60000 déposée sur un échantillon de roche Noubleau .....	67
Figure 26 : Evolution des angles de contact des liants bitumineux avec la température .....	68
Figure 27 : Courbe granulométrique de référence pour le BBSG 0/10.....	69
Figure 28 : Echantillons de mastics bitumineux pour les mesures de viscosité.....	72
Figure 29 : Rhéomètre CVOR Bohlin de l'ESTP-IRC, avec système de régulation de température.....	78
Figure 30 : Différentes géométries disponibles : a) cône/plan 4°/40mm, b) plan/plan 25mm, c) cylindre/ailette V14.....	78
Figure 31 : Echantillons pour mesures de viscosité .....	82
Figure 32 : Evolution de la viscosité des deux huiles silicones en fonction du taux de cisaillement et à 25°C, en plan/plan 25 mm.....	86
Figure 33 : Viscosités des huiles silicones mesurées avec différentes géométries.....	88
Figure 34 : Viscosité du 35/50 pur, de 80 à 160°C, mesurée en plan/plan 25 mm.....	89
Figure 35 : Viscosité du 35/50 + 0,3% A, de 80 à 160°C, mesurée en plan/plan 25 mm .....	89
Figure 36 : Viscosité du 160/220, de 80 à 160°C, mesurée en plan/plan 25 mm.....	90
Figure 37 : Viscosités du 35/50 pur mesurées avec différentes géométries, de 80 à 160°C.....	92
Figure 38 : Viscosités du 160/220 pur mesurées avec différentes géométries, de 80 à 160°C.....	92

Figure 39 : Mesures de viscosité sur bitume réalisées par N. Buèche en plan/plan et en cône/plan [Bueche, 2011] .....	93
Figure 40 : Evolution de la viscosité des liants étudiés en fonction de la température	94
Figure 41 : Evolution de la viscosité des liants de l'étude en fonction de la température .....	95
Figure 42 : Test de sédimentation en plan/plan 25 mm sur M <sub>35%v</sub> aux huiles v60000 et v300, à 1 s <sup>-1</sup> .....	99
Figure 43 : Test de sédimentation en plan/plan 25 mm sur M <sub>35%v</sub> 35/50, à 0,5 s <sup>-1</sup> .....	100
Figure 44 : Test de sédimentation en plan/plan 25 mm sur M <sub>35%v</sub> 160/220, à 0,5 s <sup>-1</sup> . 100	
Figure 45 : Evolution de la viscosité du mastic M <sub>35%v</sub> à l'huile v60000 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm .....	102
Figure 46 : Evolution de la viscosité du mastic M <sub>35%v</sub> à l'huile v300 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm .....	103
Figure 47 : Evolution du rapport de viscosité de l'huile de silicone v300 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm ...	105
Figure 48 : Evolution de la viscosité de l'huile de silicone v60000 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm .....	105
Figure 49 : Viscosités du M <sub>35%v</sub> 35/50 pur aux différentes températures, en plan/pan 25 mm.....	107
Figure 50 : Viscosités du M <sub>46%v</sub> 35/50 pur aux différentes températures, en plan/plan 25 mm.....	107
Figure 51 : Viscosités du M <sub>35%v</sub> 160/220 pur aux différentes températures, en plan/plan 25 mm.....	108
Figure 52 : Viscosités du M <sub>46%v</sub> 160/220 pur aux différentes températures, en plan/plan 25 mm.....	108
Figure 53 : Evolution de la viscosité mesurée sur des mastics à 100°C [Hesami, 2014] .....	109
Figure 54 : Comparaison des M <sub>35%v</sub> à l'huile v300 et au bitume 35/50 à 160°C.....	110
Figure 55 : Comparaison des M <sub>35%v</sub> à l'huile v60000 et au bitume 35/50 à 80°C.....	111

Figure 56 : Evolution de la viscosité du M <sub>35%v</sub> bitumineux (avec et sans additif) en fonction de la température, en plan/plan 25 mm .....	112
Figure 57 : Evolution de la viscosité du M <sub>46%v</sub> au 35/50 (avec et sans additif) en fonction de la température, en plan/plan 25 mm .....	112
Figure 58 : Evolution de la viscosité du bitume 35/50 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm.....	114
Figure 59 : Evolution de la viscosité du bitume 160/220 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm.....	114
Figure 60 : Maniabilimètre du laboratoire IRC-ESTP .....	118
Figure 61 : Déroulement d'un essai au maniabilimètre sur un enrobé.....	118
Figure 62 : Moules du maniabilimètre .....	119
Figure 63 : Goulotte de remplissage pour le petit moule du maniabilimètre .....	120
Figure 64 : Exemple donné par la norme d'enregistrements obtenus lors d'essais faits sur un matériau conditionné à des temps de maturation différents (NF P98-258-1) .....	121
Figure 65 : Evolution de la compacité des échantillons après arasement en fonction de la température .....	123
Figure 66 : Evolution de la force maximale en fonction de la température d'essai à v=1cm/s, dans le petit moule, pour le protocole normalisé.....	123
Figure 67 : Vérins de poussée du maniabilimètre pour balayer une vitesse de 0,01 cm/s à 4 cm/s.....	125
Figure 68 : Evolution de la température de l'échantillon d'enrobé dans les petit et grand moules en fonction du temps.....	126
Figure 69 : Tassement manuel de l'échantillon d'enrobé dans le moule après déversement à la goulotte .....	128
Figure 70 : Evolution de la force maximale en fonction de la température d'essai et de la vitesse de poussée, pour le petit moule et le protocole d'essai IRC-ESTP .....	129
Figure 71 : Evolution de la force maximale en fonction de la température d'essai et de la vitesse de poussée, pour le grand moule et le protocole d'essai IRC-ESTP .....	129
Figure 72 : Travail manuel après passage du finisseur.....	131

Figure 73 : Pièces constitutives du moule renforcé.....	132
Figure 74 : Compactage dans le moule renforcé à l'aide d'une presse MTS.....	133
Figure 75 : Mise en place du moule renforcé (sans la plaque de compactage et sans les parois amovibles) dans le grand moule du maniabilimètre.....	133
Figure 76 : Evolution de la maniabilité en fonction de la température pour des échantillons de BBSG 0/10 Noubleau au 35/50, compactés à 60 et à 80%, dans le petit moule, à 0,1 cm/s.....	135
Figure 77 : Différents indicateurs pour l'analyse des courbes de résultats au maniabilimètre.....	139
Figure 78 : Allures des courbes de résultats : a) courbe en pic, b) courbe en plateau, c) courbe en parabole .....	140
Figure 79 : Analyse d'un essai sur grand moule à $v = 1$ cm/s pour un BBSG 0/10 Noubleau au bitume 35/50 .....	141
Figure 80 : Analyse d'un essai sur grand moule à $v = 1$ cm/s pour un BBSG 0/10 Noubleau au bitume 35/50 .....	141
Figure 81 : Classement des allures de courbes en fonction des pentes .....	143
Figure 82 : Essais de maniabilité réalisés sur squelette granulaire Noubleau dans le grand moule.....	145
Figure 83 : Essais de maniabilité réalisés sur squelette granulaire Voutré dans le grand moule.....	145
Figure 84 : Variation de la largeur de l'échantillon et de la vitesse d'essai pour un enrobé à l'huile v300.....	147
Figure 85 : Variation de la largeur de l'échantillon et de la vitesse d'essai pour un enrobé à l'huile v2000.....	148
Figure 86 : Variation de la hauteur de poussée pour un enrobé à l'huile v300, sur grand moule à $v = 1$ cm/s .....	149
Figure 87 : Variation de la hauteur de poussée pour un enrobé à l'huile v2000, sur grand moule à $v = 1$ cm/s .....	149
Figure 88 : Variation de la longueur de l'échantillon pour un enrobé à l'huile v300, sur	

grand moule à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	150
Figure 89 : Variation de la longueur de l'échantillon pour un enrobé à l'huile v2000, sur grand moule à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	151
Figure 90 : Variation de la largeur de la plaque de poussée pour un enrobé à l'huile v300, dans le grand moule et à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	152
Figure 91 : Variation de la largeur de la plaque de poussée pour un enrobé à l'huile v2000, dans le grand moule et à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	153
Figure 92 : Essais réalisés sur un enrobé à l'huile v300 et à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	153
Figure 93 : Essais réalisés sur un enrobé à l'huile v2000 et à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	154
Figure 94 : Comparaison des configurations avec et sans déversement, pour l'enrobé à l'huile v300 dans le grand moule à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	155
Figure 95 : Comparaison des configurations avec et sans déversement, pour l'enrobé à l'huile v2000 dans le grand moule à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	155
Figure 96 : Evolution de la contrainte maximale de poussée en fonction de la température pour deux tailles de moule et deux vitesses .....	156
Figure 97 : Evolution de la force maximale de poussée en fonction de la température, dans le grand moule à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	158
Figure 98 : Evolution de la force maximale de poussée en fonction de la température, dans le petit moule à $v = 3 \text{ cm/s}$ .....	159
Figure 99 : Evolution de la force maximale en fonction de la température et de la nature du squelette granulaire, sur petit moule et à $v = 1 \text{ cm/s}$ .....	161
Figure 100 : Evolution de la force maximale en fonction de la température et de la nature du squelette granulaire, sur petit moule et à $v = 1 \text{ cm/s}$ , pour plusieurs teneurs en liant .....	162
Figure 101 : Evolution de la contrainte maximale en fonction du produit viscosité*vitesse .....	164
Figure 102 : comparaison des résultats obtenus sur enrobés au bitume 35/50 et au bitume 160/220, dans le petit moule à $v = 3 \text{ cm/s}$ .....	165
Figure 103 : comparaison des essais réalisés sur grand moule .....	166

Figure 104 : comparaison des essais réalisés sur petit moule .....	166
Figure 105 : Evolution de la viscosité du mastic $M_{14\%v}$ à l'huile v60000 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm .....	175
Figure 106 : Evolution de la viscosité du mastic $M_{14\%v}$ à l'huile v300 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm .....	176
Figure 107 : Evolution de la viscosité du mastic $M_{46\%v}$ à l'huile v300 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm .....	176
Figure 108 : Viscosités du $M_{35\%v}$ 35/50 + 0,3% A aux différentes températures, en plan/pan 25 mm .....	177
Figure 109 : Viscosités du $M_{46\%v}$ 35/50 + 0,3% A aux différentes températures, en plan/pan 25 mm .....	178
Figure 110. Matériel .....	179
Figure 111. Chemin pour ouvrir la méthode.....	179
Figure 112. Initialisation de la course de la poutre.....	180
Figure 113. Assemblage du moule renforcé et des parois amovibles.....	180
Figure 114. Assemblage .....	181
Figure 115. Mise en position de l'assemblage dans la presse .....	182
Figure 116. Ecran d'exécution de l'essai .....	182
Figure 117. Essai à 80% .....	183

# Liste des tableaux

Tableau 1 : caractérisation des bitumes purs utilisés.....	53
Tableau 2 : Masses volumiques des matériaux granulaires.....	56
Tableau 3 : Données fabricant des huiles de silicone de l'étude .....	58
Tableau 4 : Synthèse des différentes tensions superficielles mesurées .....	62
Tableau 5 : Pourcentages de diminution des tensions superficielles des deux bitumes	63
Tableau 6 : Synthèse des différents angles de contact mesurés sur roche Noubleau ...	66
Tableau 7 : Formulation du mastic M <sub>35%v</sub> .....	70
Tableau 8 : Formulation du mastic M <sub>46%v</sub> .....	70
Tableau 9 : Formulation du mastic M <sub>14%v</sub> .....	71
Tableau 10 : Mesures de pénétrabilité à 25°C sur les liants et les mastics bitumineux de l'étude .....	72
Tableau 11 : Mesures de TBA sur les liants et les mastics bitumineux de l'étude.....	73
Tableau 12 : Formule BBSG 0/10 Noubleau (N) avec 5,45 ppc de liant .....	74
Tableau 13 : Formule BBSG 0/10 Voutré (V) avec 5,84 ppc de liant .....	74
Tableau 14 : Formule BBSG 0/10 Noubleau et sables roulés (N+SR) avec 5,31 ppc de liant.....	74
Tableau 15 : Formule BBSG 0/10 Voutré (V) avec 5,45 ppc de liant .....	74
Tableau 16 : Températures de ramollissement des différents matériaux de l'étude .....	82
Tableau 17 : Comparaison des résultats obtenus en rampe ascendante et descendante de température, en plan/plan 25 mm .....	83
Tableau 18 : Conditions des mesures de viscosité dans des conditions de taux de cisaillement évolutifs (variables) ou constants.....	85
Tableau 19 : Viscosités moyennes et écarts-types pour les essais en rampe de taux de cisaillement sur les huiles silicones, en plan/plan 25 mm.....	86
Tableau 20 : Viscosités moyennes et écarts-types pour les essais en rampe de taux de	

cisaillement, en plan/plan 25 mm.....	90
Tableau 21 : Energies d'activation des différents liants bitumineux étudiés.....	96
Tableau 22 : Vitesses de sédimentation de la particule isolée de 50 µm en fonction de la viscosité du fluide.....	98
Tableau 23 : Baisses de viscosité engendrées par la sédimentation .....	101
Tableau 24 : Valeurs de viscosité à différents taux de cisaillement extraites des essais en rampe en plan/plan 25 mm .....	104
Tableau 25 : Caractéristiques géométriques des moules du maniabilimètre .....	119
Tableau 26 : Augmentation de la force maximale de poussée pour les différentes températures d'essai par rapport à 160°C .....	124
Tableau 27 : Augmentation de la force maximale de poussée pour les différentes températures d'essai par rapport à celle mesurée à 160°C, pour le protocole IRC-ESTP .....	130
Tableau 28 : Augmentation de la force maximale de poussée pour les différentes températures d'essai par rapport à celle mesurée à 160°C.....	135
Tableau 29 : Augmentation de la force maximale de poussée des essais à 80% par rapport à ceux à 60%, pour les différentes températures .....	136
Tableau 30 : Résultats d'essais de maniabilité réalisés sur BBSG 0/10 Noubleau, petit moule, $v = 0,1$ cm/s .....	142
Tableau 31 : Augmentation de la contrainte maximale de poussée des essais sur petit moule par rapport à ceux sur grand moule .....	157
Tableau 32 : Augmentation de la contrainte maximale de poussée des essais à $v = 3$ cm/s par rapport à ceux à $v = 1$ cm/s.....	157
Tableau 33 : Diminution de la force maximale de poussée des essais avec additif par rapport à sans additif, pour grand moule et $v = 1$ cm/s .....	159
Tableau 34 : Diminution de la force maximale de poussée des essais avec additif par rapport à sans additif, pour petit moule et $v = 3$ cm/s .....	159

# Introduction générale

L'importance des problèmes écologiques provoqués par l'activité humaine, ainsi que la réduction des énergies fossiles ont entraîné une prise de conscience mondiale sur la nécessité de réduire les émissions de gaz à effet de serre et d'économiser l'énergie. En grande partie responsables de la production de CO<sub>2</sub>, les secteurs de l'industrie et de la construction mettent au cœur de leurs recherches ces préoccupations environnementales en intégrant la notion de développement durable à leurs innovations technologiques et en mettant au point des modes de production économes. Le secteur de la construction routière ne fait pas exception à la règle et essaie d'apporter sa contribution à la réduction de la consommation d'énergie et des émanations polluantes.

Les matériaux bitumineux, majoritaires dans les structures de chaussées en France et dans le monde, sont dans la plupart des cas considérés comme de gros consommateurs d'énergie lors de leurs processus de fabrication. La technique dite des enrobés bitumineux à chaud, technique très utilisée pour les revêtements routiers, nécessite un chauffage des constituants (liant, granulats, filler) à des températures comprises entre 130 et 180°C selon le liant bitumineux utilisé. Mais la signature du protocole de Kyoto en décembre 1997 a marqué le début d'une nouvelle ère dans la fabrication et la mise en œuvre des enrobés à haute température. En effet, depuis le début des années 2000, les grandes entreprises routières axent leurs recherches sur l'abaissement des températures de fabrication et de mise en œuvre de ces enrobés à chaud (de 30 à 50°C), avec le souhait de ne pas impacter leurs caractéristiques performantielles. Ces nouveaux enrobés, appelés « tièdes » ou « semi-tièdes » [GNET 2015] selon que leur température de fabrication est supérieure ou inférieure à 100°C, représentent une étape importante et irréversible dans leur démarche de développement durable. Ils se fabriquent à des températures plus basses que les enrobés à chaud par un chauffage moins important des granulats (représentant environ 95% massique du mélange) mais en gardant en général les mêmes températures du liant bitumineux, selon les techniques.

De nombreux procédés « tièdes » (terme valable pour les tièdes et les semi-tièdes) ont ainsi été développés en visant en général trois objectifs communs :

- Economique : utilisation d'un matériel existant (centrale de fabrication, matériel de mise en œuvre...) avec éventuellement des adaptations,

- Technique : garantie de performances, immédiates et à long terme, équivalentes à celles des enrobés à chaud
- Environnemental : gain énergétique et réduction des gaz à effet de serre (chiffrables).

Pour être viables, ces procédés doivent s'appliquer sur tout type d'enrobés, tant pour les assises de chaussées que pour les couches de surface régulièrement remplacées, fabriqués avec des liants de différentes natures (purs ou modifiés), et pouvant intégrer ou non des agrégats d'enrobés (provenant du fraisage de couches de roulement et du concassage de plaques d'enrobé ou de déchets). Les procédés tièdes actuellement proposés permettent d'agir soit sur le liant (utilisation d'additifs réducteurs de viscosité, double enrobage...) soit sur l'interface liant-granulat (additifs tensioactifs, matériaux granulaires humides ou mousse de bitume ...) et permettraient ainsi d'assurer un enrobage satisfaisant et un enrobé suffisamment maniable à une température de fabrication et de mise en œuvre plus basse, tout en garantissant les propriétés classiques (compacité visée, sensibilité à l'eau, tenue à l'orniérage).

Si l'intérêt que représente le développement des enrobés tièdes est en grande partie énergétique, ils présentent également un intérêt pour les ouvriers en termes de confort grâce à des émanations moindres de fumée. Pourtant, malgré un développement de plus en plus important en France, les retours de chantier montrent une grande réticence de ces ouvriers lors de la mise en œuvre de ces enrobés tièdes. En effet, l'abaissement des températures de fabrication ont fait apparaître sur les chantiers routiers des problématiques qui n'existaient pas dans le cas des enrobés classiques à chaud, à savoir des problématiques de maniabilité lors de la mise en œuvre mécanisée, mais surtout manuelle, dues en grande partie aux propriétés visqueuses des liants bitumineux et à leur thermo susceptibilité. Ce travail de thèse s'inscrit dans une démarche de constructibilité en anticipant ces difficultés liées à la mise en œuvre. Dans cette thématique de la maniabilité des enrobés bitumineux tièdes, il vise à étudier leur comportement aux températures de mise en œuvre et à développer une démarche de caractérisation et d'évaluation de la maniabilité, évaluation que ne permet aucun des essais classiques de formulation pratiqués en France sur les enrobés à chaud. Actuellement les propriétés de compactibilité des enrobés sont déterminées en laboratoire par des essais à la Presse à Cisaillement Giratoire, outil indispensable pour la formulation des enrobés. Cet essai est sensible au squelette granulaire et à la teneur en liant mais non sensible aux abaissements de températures et /ou nature du liant bitumineux. La détermination de la maniabilité des enrobés, utile notamment pour développer les procédés tièdes, en fonction de la température

nécessite donc un autre outil ou une autre approche.

D'un point de vue expérimental, le travail sur enrobés nécessite des moyens importants, notamment en quantité de matériaux. Par ailleurs il est démontré que les liants bitumineux jouent un rôle primordial dans le comportement de l'enrobé lors de sa mise en œuvre ; une approche du comportement de celui-ci aux températures de fabrication et mise en œuvre peut donc sembler intéressante, en s'étudiant à différentes échelles, à savoir le liant bitumineux, le mastic (mélange de fines et de liant) et l'enrobé (mélange de gravillons, de sable, de fines et de liant). Enfin, la thermo-susceptibilité des liants bitumineux, ainsi que la nécessité de les manipuler à des températures élevées, rendent leur utilisation en laboratoire compliquée (régulation maîtrisée de la température, incidence du vieillissement dû à des réchauffages répétés, etc...). C'est pourquoi une approche avec des matériaux modèles remplaçant le liant bitumineux, tels que des huiles de silicone manipulables à température ambiante avec des viscosités comparables à celles du bitume à des hautes températures ciblées, a été utilisée pour multiplier les essais sur liant, mastic et enrobé, tout en retirant la contrainte température.

Le chapitre I du manuscrit est destiné à définir le cadre général de notre travail. Il consiste en une étude bibliographique sur les enrobés bitumineux, leur formulation et leur mise en œuvre, sur les enrobés bitumineux tièdes, sur les propriétés rhéologiques des liants et des mastics bitumineux, ainsi que sur les méthodes de caractérisation des enrobés aux températures de mise en œuvre. Cette étude bibliographique nous permettra en fin de chapitre de définir et présenter la démarche expérimentale globale de la thèse.

Le chapitre II sera consacré à la définition des différents matériaux de base choisis dans ce travail (bitumineux, granulaires, modèles), à leurs identifications faites, aux formulations retenues pour les mastics et les enrobés, ainsi qu'aux procédés de fabrication en laboratoires.

Ensuite, le chapitre III décrira les études rhéologiques menés sur les liants et les mastics, « réels et modèles », depuis la mise en place des protocoles de mesures jusqu'à l'analyse des comportements.

Pour finir, le chapitre IV se propose d'analyser l'aspect maniabilité en commençant par une étude de l'outil retenu (le maniabilimètre) et en continuant par l'analyse de l'influence de différents paramètres sur cette maniabilité et de leur corrélation avec la rhéologie.

# Chapitre I : Etude bibliographique

## 1. Introduction

Ce premier chapitre a pour objectif de faire un état de l'art sur la problématique de ce travail de thèse, dans le but de poser les bases documentaires, techniques et scientifiques de notre sujet de recherche, permettant de proposer une démarche expérimentale cohérente et la plus complète possible.

Dans un premier temps, nous nous intéresserons au matériau enrobé, en rappelant des généralités sur ses constituants, sa méthode de formulation française, ainsi que le principe de mise en œuvre sur chantier. Dans cette première partie, nous présenterons également l'enrobé tiède, son développement, ainsi que les avantages et limites que cette nouvelle technique.

Dans un second temps, nous étudierons les propriétés importantes à maîtriser lorsque l'on traite de la mise en œuvre des matériaux bitumineux, à savoir :

- Les propriétés rhéologiques des liants et des mastics (mélange du liant et des fines) bitumineux, aux températures de mise en œuvre ;
- Les propriétés de maniabilité à l'échelle de l'enrobé bitumineux.

Pour cela, la deuxième partie présentera un état de l'art des recherches publiées dans la littérature sur les propriétés rhéologiques des liants et mastics bitumineux, ainsi que sur la mesure de leur viscosité.

Puis dans une troisième partie, nous synthétiserons les essais utilisés classiquement pour caractériser l'enrobé aux températures de mise en œuvre.

## 2. Généralités sur les matériaux bitumineux

### 2.1. Les enrobés bitumineux

Les matériaux bitumineux sont des matériaux viscoélastiques thermo-susceptibles ayant des propriétés adhésives et cohésives, principalement utilisés dans la construction et l'entretien des chaussées. Ces matériaux sont composés principalement d'un liant hydrocarboné issu du raffinage du pétrole (généralement un bitume pur ou modifié) et de

fractions minérales de différentes tailles (filler, sable, gravillons). Les caractéristiques et les propriétés mécaniques des mélanges varient selon la composition volumétrique du mélange et dépendent de la taille du grain maximal, de la teneur en liant et de la teneur en vide du mélange. Pour les matériaux de chaussées fabriqués avec un liant bitumineux, le bitume représente en moyenne 5% de sa composition massique (soit environ 13% volumique), alors que le squelette granulaire représente environ 95% (87% volumique). Grâce à ses propriétés viscoélastiques, de cohésion et d'adhésion, le bitume permet de lier durablement les granulats entre eux et de donner ainsi à la chaussée une rigidité et une portance suffisante pour supporter les charges générées par le trafic routier et les contraintes climatiques (températures, rayons UV, pluie, ...).

### ***2.1.1. Les composants minéraux***

Le squelette granulaire de l'enrobé est constitué des composants minéraux. Ils représentent environ 95% en poids de l'enrobé soit 85-87% en volume. Leur choix, tant en nature qu'en proportion, est important et affecte directement les caractéristiques mécaniques et autres performances visées du mélange bitumineux, en fonction du type d'enrobé (propriétés acoustiques, d'adhérence, de tenue à l'eau, fatigue, module ...). Ces composants minéraux peuvent être classés selon leur provenance pétrographique en trois familles qui conviennent en général pour les usages routiers [USIRF, 2003] :

- Les roches éruptives qui proviennent de la solidification de la matière en fusion (granite, basalte, ...) ;
- Les roches sédimentaires qui sont issues de la lente superposition des dépôts et dont la qualité est variable, parmi lesquelles les roches siliceuses (sables, grès, ...) ;
- Les roches métamorphiques qui résultent du changement de la nature des roches sédimentaires sous l'effet de la pression et de la température.

Les méthodes d'obtention des composants minéraux peuvent varier :

- Extraction à partir d'une roche mère compacte en carrière. Il s'agit alors de matériaux concassés.
- Creusage d'un gisement de type gravière, alluvion fluviale ou lacustre. On parle dans ce cas de matériaux roulés ou semi-concassés.

Une fois extraits, les matériaux pierreux sont concassés et criblés afin de les fractionner en

coupures granulométriques. Ils sont ensuite lavés dans le but de les rendre propres et de maîtriser la teneur en éléments fins (filler).

Les granulats sont classifiés en différentes classes granulaires selon la taille des éléments. Une classe granulaire (d/D) est répertoriée par la taille en millimètre du plus petit grain d et du plus gros grain D qui la composent. On peut distinguer les classes granulaires suivantes, exprimées en mm :

- Filler < 0,063
- Sables 0/2 ou 0/4
- Gravillons 2/4, 2/6, 4/6, 6/10, 10/14, 10/20, 14/20

Le filler est constitué des éléments très fins, de diamètre inférieur à 63 microns. Il provient du dépoussiérage de granulats ou de production industrielle par mouture de roche. Le filler a une surface spécifique très élevée et il absorbe une part importante du liant. Le mélange du filler avec le liant constitue le mastic qui confère sa stabilité à l'enrobé. L'épaisseur du film de mastic est caractérisée par le module de richesse. La propreté du filler, en particulier sa faible teneur en argile, est primordiale afin de garantir un bon comportement mécanique [Di Benedetto et Corté, 2005a].

L'arrangement des différentes classes granulaires forme la courbe granulométrique d'un mélange bitumineux. La Figure 1 donne à titre d'exemple les fuseaux granulométriques maxi et mini de béton bitumineux semi-grenu (BBSG) 0/14 et 0/10, le BBSG 0/10 étant la formule de référence d'enrobé qui sera utilisée dans ce travail de thèse (cf Chapitre II).

Passant tamis en mm	Valeurs habituelles D = 14 mm			Valeurs habituelles D = 10 mm		
	Mini	Visée	Maxi	Mini	Visée	Maxi
10		78			97	
6.3	47	52	58	45	57	68
4		47			52	
2	25	31	35	27	34	39
0,063	6,3	6,8	7,2	6,3	6,7	7,2

Figure 1 : Courbes granulométriques de BBSG 0/14 et 0/10 [Delorme et al., 2007]

Différentes caractéristiques et performances des granulats peuvent être évaluées selon les exigences :

- Caractéristiques intrinsèques (liées à la nature des matériaux) :
  - Résistance à la fragmentation
  - Résistance à l'usure
  - Résistance au polissage
  - Résistance à l'altération
- Caractéristiques de fabrication (liées aux outils sur le site d'extraction/transformation) :
  - Granularité
  - Angularité
  - Forme des granulats
  - Propreté

Les granulats (sable et gravillons) doivent présenter des caractéristiques et performances spécifiques selon leur emploi.

### ***2.1.2. Le liant hydrocarboné***

Le bitume est un mélange d'hydrocarbures naturels ou pyrogénés, liquide, semi-solide ou solide, plus ou moins thixotrope, et complètement insoluble dans l'eau. Ces hydrocarbures peuvent provenir d'asphaltes naturels, mais ils proviennent principalement du raffinage du pétrole brut. Les asphaltes naturels sont des mélanges de bitume et de matières minérales en quantités plus ou moins importantes. Ils ne sont utilisés qu'en faible quantité dans la construction routière. On privilégie plutôt les bitumes issus des résidus de la distillation du pétrole brut [Shell, 1991].

Le bitume est un matériau thermoplastique et thermo-susceptible (Figure 2), c'est-à-dire qu'il conserve ses propriétés réversibles après chauffage, malgré un certain vieillissement (rigidification du bitume) et que sa consistance varie avec la température (il se ramollit s'il est chauffé au-dessus d'une certaine température, et redevient dur au-dessous). Cette modification de la consistance sur une large gamme de températures est particulièrement exploitée dans la construction routière. Liquides viscoélastiques à température ambiante, les liants bitumineux doivent être chauffés pour être fluidifiés pour permettre un enrobage des granulats lors de la fabrication et une bonne maniabilité du mélange lors de la mise en œuvre de l'enrobé (Figure

2).

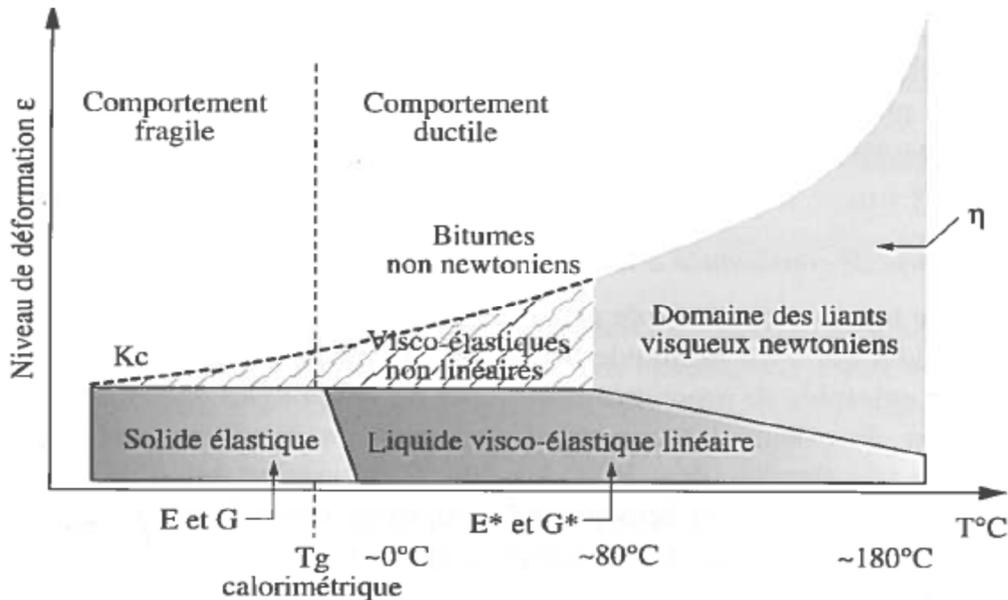


Figure 2 : Classes de comportement des liants bitumineux [Di Benedetto et Corté, 2005a]

Une autre propriété fondamentale d'un liant bitumineux est son pouvoir adhésif en présence d'un granulat minéral, obtenue après chauffage et séchage du granulat.

Les principaux constituants du bitume sont le carbone (80 à 88%) et l'hydrogène (8 à 12%). On note également la présence de faibles quantités de soufre (0 à 9%), d'oxygène (0 à 2%) et d'azote (0 à 2%), ainsi que des traces de nombreux métaux (fer, vanadium, nickel, ...) [Lesueur, 2009]. Un bitume est un matériau complexe ayant une structure colloïdale et est composé de deux fractions définies selon leur solubilité dans un hydrocarbure léger (classiquement heptane ou hexane) en grand excès :

- Les asphaltènes : Fraction précipitée par le solvant. La teneur en asphaltène varie entre 5 et 25% du bitume total.
- Les maltènes : Fraction soluble.

La chromatographie sur gel de silice ou d'alumine permet de séparer les maltènes en trois sous-familles en fonction de leur polarité : résines (propriétés adhésives très fortes), huiles saturées, huiles aromatiques. Ils se comportent comme un fluide parfaitement visqueux (fluide newtonien). La présence des asphaltènes confère au bitume des propriétés caractéristiques de

l'état colloïdal. Les asphaltènes ont tendance à adsorber la fraction aromatique la plus lourde de maltènes (les résines) et forment ainsi des corpuscules complexes (les micelles) qui sont en suspension dans une phase continue formée par les maltènes de bas poids moléculaire (les huiles). Si les maltènes contiennent suffisamment d'aromatiques, alors les forces d'adsorption des asphaltènes sont saturées et les micelles sont complètement mobiles au milieu de la phase dispersante (elles sont peptisées). La solution est alors à l'état de « sol ». S'il n'y a pas suffisamment d'aromatiques dans les maltènes, alors les micelles s'attirent mutuellement et deviennent moins mobiles. Elles forment un réseau au milieu de la phase intermicellaire. La solution est alors à l'état de « gel », la structure confère au bitume des propriétés élastiques. L'équilibre entre les états de « sol » ou « gel » dépend en particulier de la proportion en asphaltènes et de l'aromaticité des maltènes (la nature et la masse molaire) qui détermine le pouvoir de solvant des phases huileuses.

Il est important de rappeler les caractéristiques fondamentales d'un liant bitumineux qui permettront la mise en œuvre du matériau et les propriétés d'usage associées [USIRF, 2003] :

- La viscoélasticité : Il possède des propriétés mécaniques de rigidité, et en même temps de souplesse aux températures de service, et sa réponse aux sollicitations dépend de la température et du temps de chargement. Aux températures d'enrobage des enrobés à chaud, il se comporte pratiquement comme un liquide newtonien, garantissant ainsi un bon enrobage des granulats. Avec l'abaissement des températures de fabrication se pose la question du mouillage du bitume sur les granulats et de la qualité d'enrobage.
- L'adhésivité : L'adhésivité mécanique est la force par unité de surface nécessaire pour rompre l'assemblage liant-granat. Une bonne adhésivité est capitale car elle permet d'enrober les granulats et de les lier. Ce phénomène est relatif à la notion de tension superficielle. Si l'adhésivité n'est pas suffisante, elle peut être améliorée notamment par l'utilisation d'un adjuvant appelé « dope », tensio-actif ayant une partie hydrophile et une partie hydrophobe. Elle dépend du couple liant/granat mais aussi de la température [Somé, 2012]. L'adhésivité liant/granat est effective à deux niveaux : l'adhésivité active, lors de l'enrobage (granulats + bitume), et l'adhésivité passive, en présence d'eau, pour résister au désenrobage.
- La cohésivité : La cohésivité est une qualité importante qui empêche le bitume de se désunir trop facilement sous l'effet des sollicitations subies. C'est une caractéristique du liant indépendante du granulat et qui dépend de la température. On peut la mesurer

à l'aide de l'essai au mouton pendule (Figure 3) pour des températures comprises entre 10 et 50°C. L'appareil est constitué d'un balancier pesant qui vient heurter l'assemblage d'un cube métallique strié et collé sur un support rigide par un film de bitume de 1mm d'épaisseur : ce dispositif simule le granulat collé à la chaussée. A partir de la hauteur de chute et de la masse du balancier, on déduit l'énergie dissipée par la rupture, qui divisée par la surface de l'échantillon donne la cohésivité (Figure 4). Cet essai est principalement utilisé pour la qualification des liants bitumineux pour les techniques d'enduits superficiels d'usure (technique d'entretien de surface par répandage du liant suivi de gravillonnage).

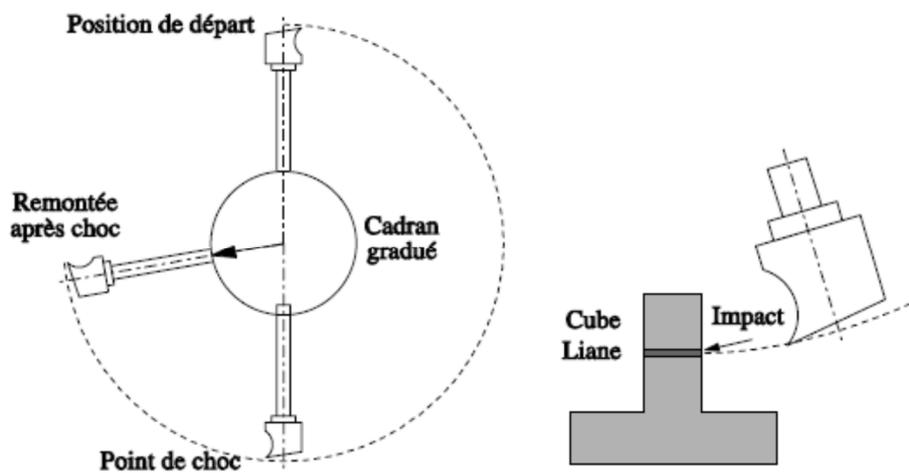


Figure 3 : Dispositif de l'essai au mouton pendule [Di Benedetto et Corté, 2005a]

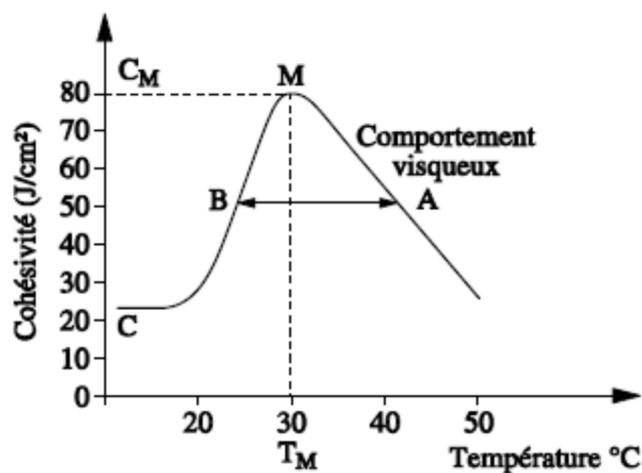


Figure 4 : Courbe de cohésivité [Di Benedetto et Corté, 2005a]

Le grade du bitume est défini en France, et en Europe par les essais de caractérisation conventionnels suivants :

- Pénétrabilité à 25 °C : Elle caractérise la consistance du liant à température ambiante par la mesure de l'enfoncement d'une aiguille pendant un temps défini, en 1/10 mm (NF EN 1426).
- Point de ramollissement Bille et Anneau : L'essai permet d'évaluer la température à laquelle le liant se ramollit pour une montée en température définie et sous la charge d'une bille donnée (NF EN 1427).

Les bitumes sont classifiés par grade dont l'expression est donnée par un intervalle de pénétrabilité (un bitume de grade 35/50 aura une pénétrabilité à 25°C comprise entre 35 et 50 1/10 mm, qui correspond à l'épaisseur d'enfoncement de l'aiguille de pénétrabilité). A chaque intervalle de pénétrabilité correspond un intervalle de température de ramollissement bille et anneau (TBA).

Malgré une teneur en bitume d'environ 5% en masse dans l'enrobé (13% en volume), les caractéristiques du liant influencent largement le comportement thermomécanique du mélange constitué de granulats et de liant [Di Benedetto et Corté, 2005a].

### ***2.1.3. Formulation et propriétés mécaniques***

La formulation des enrobés bitumineux consiste en un ajustement de la composition, ajustements qualitatifs et quantitatifs des granulats et du liant, qui permet d'optimiser les performances par rapport à un référentiel donné pour une famille d'enrobé donné. L'ajustement de la composition de l'enrobé pour en définir une formule est résumée dans le langage courant par le terme de formulation d'enrobé bitumineux.

#### *2.1.3.1. Teneur en liant optimale*

L'un des objectifs de l'épreuve de formulation est de définir une teneur en liant optimale afin d'assurer la cohésion du mélange et le bon enrobage de tous les grains du mélange par un film mince de bitume, et ce, tout en minimisant des problèmes de fluage et d'orniérage trop prononcés aux températures élevées (60°C environ). Pour déterminer cette teneur en liant optimale, on introduit la notion de surface spécifique des granulats, notée  $\Sigma$  et exprimée en m<sup>2</sup>/kg, c'est-à-dire la surface développée qu'auraient les granulats assimilés à des

sphères. Pour un mélange granulométrique donné, la formule suivante permet d'avoir une approximation de la surface spécifique  $\Sigma$  :

$$100\Sigma = 0,25G + 2,3S + 12s + 150f$$

avec : G : pourcentage de gravillons ( $\emptyset > 6,3$  mm)

S : pourcentage de gros sable ( $0,250$  mm  $< \emptyset < 6,3$  mm)

s : pourcentage de sable fin ( $0,063$  mm  $< \emptyset < 0,250$  mm)

f : pourcentage de filler ( $\emptyset < 0,063$  mm)

On peut remarquer que le pourcentage de filler a un poids important dans le calcul de la surface spécifique, et donc de la teneur en liant optimale, par rapport aux autres granulats. La teneur en liant optimale, fonction de la surface spécifique des granulats, est donnée par la formule empirique suivante :

$$p = \alpha k^5 \sqrt{\Sigma}$$

avec : p : teneur en liant (%)

$\alpha$  : facteur dépendant du type de granulats (2,65/masse volumique des granulats)

$\Sigma$  : surface spécifique des granulats ( $\text{m}^2/\text{kg}$ )

k : module de richesse (k variant de 2,75 pour les enrobés donnant le maximum de résistance à la déformation, à 3,5 pour les enrobés les plus souples). Le module de richesse est défini comme une grandeur proportionnelle à l'épaisseur conventionnelle du film de liant enrobant le granulat [Delorme et al., 2007].

### 2.1.3.2. Mise au point du mélange « prototype » et épreuve de formulation

Une fois les constituants de l'enrobé choisis (nature des granulats et des fines, type de liant, présence d'additifs, de dopes), il est nécessaire de concevoir le mélange hydrocarboné, en déterminant la dimension maximale du mélange granulaire, la combinaison de ses différentes fractions (et donc sa courbe granulométrique), ainsi que la teneur en liant à partir d'un module de richesse minimal souvent imposé par le type d'enrobé voulu. Ensuite, ce mélange « prototype » subit ce que l'on appelle l'épreuve de formulation. Cette épreuve correspond à la réalisation d'une série d'essais bien définis, dans un ordre bien défini, pour établir les caractéristiques du mélange hydrocarboné et vérifier si celles-ci répondent aux

prescriptions des normes, en fonction de la future utilisation sur chantier du mélange (couche de roulement ou de base, ...).

Il est possible de distinguer 4 niveaux d'essai pour l'épreuve de formulation [USIRF, 2003]. Le niveau 1 comprend l'étude du pourcentage de vides à la Presse à Cisaillement Giratoire (PCG) (NF EN 12697-31) et de la sensibilité à l'eau par l'essai Duriez (NF EN 12697-12) : l'essai à la PCG tient compte de la nature et de l'angularité des granulats et permet de valider la composition granulométrique du mélange vis-à-vis de la compactibilité (c'est-à-dire vérifier que sur le chantier il sera possible d'obtenir la compacité souhaitée avec la formulation retenue), tandis que l'essai Duriez permet d'évaluer la résistance du mélange à l'action de l'eau et peut indiquer une limite basse de teneur en liant. Dans certains cas (trafics faibles ou moyens), le niveau 1 suffit à valider un mélange. Le niveau 2 correspond à l'essai d'orniérage réalisé classiquement à 60°C (NF EN 12697-22+A1). Celui-ci permet de valider la nature du liant choisi et de donner une limite supérieure à sa teneur, et de vérifier l'effet des additifs vis-à-vis des déformations permanentes du matériau. Le niveau 3 introduit la détermination du module complexe (NF EN 12697-26) dans des conditions fixées, et le niveau 4 ajoute la prise en compte de la résistance à la fissuration par fatigue (NF EN 12697-24). Ces deux derniers essais sont indispensables pour le dimensionnement des chaussées.

Cette épreuve de formulation, qui est la méthode de formulation développée et utilisée en France, permet de valider un mélange hydrocarboné en termes de compactibilité, de tenue à l'eau, de tenue à l'orniérage, de module de rigidité et de résistance à la fatigue. Mais il apparaît que la notion de maniabilité du mélange lors de la mise en œuvre n'est pas mentionnée, à savoir son aptitude à être mis en place, mécaniquement ou manuellement, sans hétérogénéité. Si les problématiques de maniabilité existaient peu dans le cas des enrobés bitumineux fabriqués et mis en place à chaud, celles-ci sont apparues sur les chantiers avec le développement de procédés économes en énergie tels que les enrobés tièdes. Ces propriétés de maniabilité nécessitent donc une méthode d'évaluation et de caractérisation qui pourrait être à intégrer dans la méthode de formulation des enrobés bitumineux tièdes, comme cela a été fait pour les matériaux à l'émulsion.

#### ***2.1.4. Mise en œuvre***

Après la fabrication des enrobés en centrale d'enrobage, ceux-ci sont transportés sur le chantier par camion, bûché ou pas, puis mis en œuvre en trois étapes : l'application, la finition

et le compactage. L'étape d'application, ou répannage des enrobés, peut se faire de deux manières différentes selon les configurations du chantier : on parle de mise en œuvre mécanisée, le plus souvent à l'aide d'un finisseur (très rarement avec une niveleuse), ou bien de mise en œuvre manuelle (déversement à la brouette et étalement manuel).

Lors de la mise en œuvre mécanisée, qui n'est possible que si les chantiers sont accessibles par l'ensemble finisseur/camion, ces deux appareils avancent ensemble. Au fur et à mesure de l'avancement, le camion vide sa benne dans la trémie du finisseur qui étale l'enrobé à l'aide d'une vis de répartition et le pré-compacte à l'aide d'une table flottante ajustée à la largeur de la voie.



Figure 5 : Mise en œuvre mécanisée à l'aide d'un finisseur (Chantier Colas)

Dans certains cas de figures, la mise en œuvre mécanisée n'est pas possible, comme par exemple pour le répannage d'enrobés sur des trottoirs de faible largeur ou pour le travail autour des ouvrages singuliers que l'on trouve en zone urbaine (tampons, bouches à clés, caniveau, ...). Dans ces cas-là, la mise en œuvre se fait manuellement : les compagnons transportent l'enrobé à la brouette et le répannent à la pelle et à la raclette. En général, l'enrobé déversé de la brouette et qui va être manipulé manuellement a une compacité foisonnée qui avoisine les 60% (ce qui signifie en volume 40% de vide, 52% de matériaux granulaires et 8% de liant).



Figure 6 : Mise en œuvre manuelle autour d'un regard (Chantier Eurovia)



Figure 7 : Mise en œuvre manuelle après déversement à la brouette (Chantier Colas)

En ce qui concerne l'étape de finition, celle-ci est toujours manuelle. Elle intervient par exemple au niveau d'un raccordement entre deux voies après le passage du finisseur, pour éviter des bourrelets visibles, ou bien au niveau de la limite entre la voie qui vient d'être mise en œuvre et le trottoir, pour rendre celle-ci la plus nette possible. Lors des finitions qui interviennent après le passage du finisseur, l'enrobé manipulé manuellement a une compacité qui avoisine les 80% en raison du pré-compaction de la table du finisseur (ce qui signifie en volume 20% de vide, 70% de matériaux granulaires et 10% de liant).



Figure 8 : Finitions manuelles après le passage du finisseur (Chantier Eurovia)

La dernière étape de mise en œuvre est celle du compactage ; elle intervient peu après le répandage et les finitions, pour compacter la couche d'enrobé mise en place à la compacité définie au préalable et en assurer une bonne épaisseur. Cette étape est primordiale pour garantir en partie les performances de l'enrobé dans le temps.



Figure 9 : Compactage (Chantier Eurovia)

C'est au niveau des deux premières étapes de cette mise en œuvre qu'interviennent les propriétés de maniabilité des enrobés bitumineux. Les enrobés bitumineux à chaud ont toujours été fabriqués à des températures suffisamment élevées, permettant de garantir une maniabilité satisfaisante pour être mis en œuvre correctement, sans trop de difficulté pour les compagnons, et donc ils ne nécessitaient pas de caractérisation de cette maniabilité. Les abaissements de température liés au développement des enrobés tièdes ont naturellement incité les chercheurs et les industriels à s'y intéresser, surtout si l'on veut conserver les mêmes méthodes d'application et limiter d'éventuels défauts de mise en œuvre et d'éventuelles pathologies pour les ouvriers.

## **2.2. Les enrobés tièdes**

Les enrobés tièdes ont connu un essor important en France, et en Europe, au cours des années 2000, l'objectif principal étant de répondre aux exigences de développement durable croissantes, par la réduction des émissions de gaz à effet de serre et de la consommation énergétique. Dans ce processus, la signature du protocole de Kyoto en 1997 a sans aucun doute joué un rôle majeur pour de nombreux pays européens. Un autre facteur ayant favorisé l'émergence de ces procédés en Europe est le prix croissant de l'énergie, et en particulier du pétrole, ainsi que les exigences environnementales nationales très strictes.

### ***2.2.1. Définition***

On peut définir de manière générale les enrobés à faibles impacts comme des mélanges bitumineux dont la température de fabrication est inférieure à celle des enrobés à chaud traditionnels. Les enrobés à chaud ont une température de production qui se situe généralement entre 140 et 180 °C selon le grade du bitume utilisé. La dénomination d'enrobés à faibles impacts comprend : les enrobés tièdes, semi-tièdes, ainsi que les enrobés à froid que nous n'aborderons pas dans cette thèse. Ils sont classés en fonction des températures d'enrobage de la manière suivante :

- Enrobés à chaud : 140 à 180 °C
- Enrobés tièdes : 100 à 140 °C
- Enrobés semi-tièdes : 85 à 100 °C
- Enrobés à froid : 20 à 60 °C

Ces différents enrobés ont pour objectif d'abaisser les températures de fabrication, tout en conservant une maniabilité suffisante pour la mise en œuvre et le compactage, et en garantissant les mêmes performances mécaniques que les enrobés à chaud. Dans le guide *Abaissement de température des mélanges bitumineux* du GNET [GNET 2015], il est spécifié que les performances exigées pour les enrobés tièdes (regroupant enrobés tièdes et semi-tièdes) sont les mêmes que pour les enrobés à chaud, ainsi que les essais normalisés réalisés en laboratoire. De plus, l'exécution des travaux doit être menée de manière analogue.

### **2.2.2. Les procédés développés**

Dans le processus d'élaboration d'un enrobé tiède, il semble alors indispensable de garantir un bon mouillage du liant sur le granulat lors de la fabrication pour obtenir une bonne qualité d'enrobage, et ainsi garantir une bonne adhésion liant/granulat et une mise en œuvre correcte pour avoir les propriétés d'usage finales souhaitées après refroidissement. Différents procédés tièdes ont alors été mis au point avec pour objectif de permettre un bon enrobage et une bonne compactibilité. Ces procédés peuvent être classés de la manière suivante :

- Procédés recourant à une modification de la séquence d'enrobage ou enrobage séquentiel ; sans modification des éléments du mélange ;
- Procédés basés sur l'introduction d'eau ou la maîtrise de la teneur en eau afin d'obtenir un moussage in-situ du bitume (appelé moussabilité) ;
- Procédés basés sur la modification du liant ou de la tension superficielle entre liant et granulat, par l'ajout d'additifs.

De nombreux additifs (réducteurs de viscosité ou tensio-actifs) se sont développés et ont fait l'objet de nombreuses études mettant en avant ou non leur capacité à garantir un bon enrobage, une bonne maniabilité et une bonne compactibilité : le Sasobit [Banerjee et Prozzi, 2012] [Hurley et Prowell, 2005a] [Silva et al., 2009], l'Evotherm [Banerjee et Prozzi, 2012] [Hurley et Prowell, 2006] [Mazé et al., 2009], le Rediset [Banerjee et Prozzi, 2012], l'Aspha-Min [Hurley et Prowell, 2005b], le Cecabase [Banerjee et Prozzi, 2012], [Grampe et al., 2008] [Gonzalez Leon et al., 2009], l'Oléoflux [Durand et al., 2010] [Beduneau et al., 2009] [Romier et al., 2006] [Olard et Gaudefroy, 2011]. Ces études ou travaux de recherche relatifs à des procédés tièdes sont axés soit sur les liants bitumineux seuls, soit sur les enrobés seuls, soit sur les deux, en utilisant des outils de caractérisation en laboratoire et/ou des échantillons de chantier. En général, les recherches menées utilisent logiquement les mêmes référentiels et

les mêmes méthodes que pour les enrobés à chaud.

### **2.2.3. « Potentiels avantages » des enrobés tièdes**

Le développement des enrobés tièdes s'est accompagné d'avantages potentiels largement décrits dans divers travaux [Bueche, 2011] [Bueche et Dumont, 2009] :

- Diminution de la consommation d'énergie (et des coûts énergétiques) à la centrale d'enrobage de l'ordre de 10% à 30%, parfois 50%.
- Diminution des émissions à la centrale d'enrobage avec des impacts positifs sur l'environnement et la santé des travailleurs. La diminution des émissions (nocives et non nocives) est de l'ordre de 30 à 40% pour le CO<sub>2</sub> et SO<sub>2</sub>, 50% pour les COV, 10 à 30% pour le CO.
- Réduction de la viscosité du mélange, améliorant sa maniabilité et compactibilité.

De plus, Bueche fait part d'autres avantages potentiels, parfois mentionnés, pouvant être discutables et pour la plupart non généralisables, à savoir :

- Temps de stockage plus important, distance de transport plus élevée tout en conservant une bonne maniabilité.
- Pose à des températures de l'air plus basses que pour des enrobés à chaud traditionnels.
- Diminution de la gêne pour les ouvriers et des risques (risque de brûlure, sensation de chaleur, diminution/disparition des fumées, diminution/disparition des odeurs).
- Energie de compactage plus faible que pour les procédés à chaud.
- Possibilité d'insérer un taux plus important d'agrégats d'enrobés que pour des enrobés à chaud.
- Possibilité de remise sous circulation plus rapide.
- Préservation des qualités mécaniques.
- Meilleur potentiel de recyclabilité qu'un enrobé à chaud.
- Diminution de la teneur en liant (effet de l'additif et substitution d'une partie du liant).
- Réduction des salissures sur le matériel.

Bon nombre des avantages cités précédemment vont à l'encontre des retours d'informations chantiers sur l'utilisation des enrobés tièdes, confirmées par les réticences des ouvriers à manipuler ces enrobés tièdes.

#### ***2.2.4. Limites et mise en garde vis-à-vis des enrobés tièdes***

L'abaissement des températures de fabrication d'un enrobé bitumineux ne peut se faire sans précaution, et il est important de rappeler quelques règles appliquées communément. Lors de la fabrication d'un enrobé bitumineux à chaud classique, la nature du liant bitumineux (classe de dureté, bitume pur ou modifié, etc...) impose la température à laquelle il doit être chauffé, pour avoir une viscosité suffisamment faible pour garantir le bon enrobage des granulats. Ainsi sont préconisées des températures usuelles d'enrobage (fabrication de l'enrobé) et des températures minimales de répandage (mise en œuvre de l'enrobé) (NF P98-150-1). Plus un bitume est dur, plus la température de chauffe garantissant une viscosité faible sera élevée. Il est à noter qu'une viscosité inférieure ou égale à 0,2 Pa.s est requise pour assurer un bon enrobage du squelette granulaire (valeur donnée par la représentation de Heukelom, ne tenant compte que du liant, et non de l'enrobé) [Di Benedetto et Corté, 2005a].

La maîtrise de la viscosité du liant lors de la fabrication d'un enrobé est primordiale pour assurer le bon enrobage des granulats, puis lors de la mise en œuvre pour assurer les performances visées (adhérence, pourcentage de vides, ...) et la régularité de l'épaisseur et de la qualité de la couche, ce qui implique une bonne maniabilité de l'enrobé. Pour les enrobés bitumineux tièdes, la température de chauffe des granulats et du filler est abaissée par rapport à la technique à chaud, et celle du liant bitumineux reste la même que pour les enrobés à chaud (déterminée en fonction de sa nature et de son grade). Or le liant ne représente qu'environ 5% massique de l'enrobé, et donc le squelette granulaire en représente 95% massique. Le phénomène décrit par Massé [Massé, 2000] et Somé [Somé, 2012] s'explique alors aisément, à savoir un équilibre thermique provoquant un refroidissement de la surface du liant chaud mis au contact des granulats tièdes (donc une augmentation de sa viscosité) et un emprisonnement de bulles d'air dans les rugosités des granulats (Figure 10).

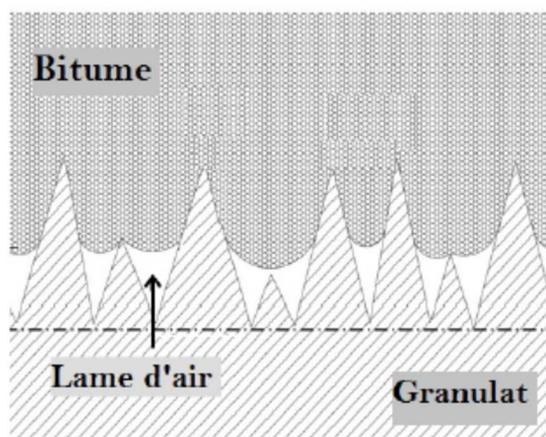


Figure 10 : Schéma emprisonnement bulles d'air lors de l'enrobage [Somé, 2012]

De plus, si l'on reprend un des avantages potentiels cités dans le 2.2.3, à savoir l'amélioration de la maniabilité, engendrée par la réduction de la viscosité du liant bitumineux du mélange, cette réduction de viscosité n'est garantie que dans le cas où le procédé tiède utilisé est un additif chimique agissant sur le liant (un réducteur de viscosité). Pour les autres procédés tièdes, l'amélioration de la maniabilité n'est pas une évidence et nécessite d'être évaluée par une méthode de caractérisation de cette maniabilité.

### 3. Comportement rhéologique des matériaux bitumineux

#### 3.1. Propriétés rhéologiques des bitumes

En France, et de manière générale en Europe, les bitumes ont toujours été caractérisés et classifiés à l'aide d'essais de consistance (pénétrabilité à 25°C, température de ramollissement bille-anneau), technologiques et conventionnels qui présentent l'avantage d'être simples, mais l'inconvénient d'être restrictifs. En effet, ils ne traduisent le comportement du liant bitumineux qu'à deux températures dans des conditions spécifiques de chargement et non son comportement intrinsèque lié à son caractère viscoélastique. L'étude des propriétés rhéologiques des bitumes permet d'évaluer en partie la durabilité des chaussées, mais également leur facilité de mise en œuvre [Lesueur, 2002].

### **3.1.1. Généralités**

Le bitume routier idéal doit répondre à des exigences de mise en œuvre et de durabilité aux températures de service : il doit ainsi être pompable et maniable à température élevée (supérieure à 150°C), donc suffisamment fluide, pour permettre la fabrication et la mise en œuvre de l'enrobé. Il doit être suffisamment rigide aux températures élevées de service (de 40 à 60°C) pour maintenir le squelette granulaire et limiter le phénomène d'orniérage, mais suffisamment mou aux basses températures de service (de -20 à 25-30°C) pour résister à la fissuration par fatigue ou de retrait thermique [Lesueur, 2002]. Toutes ces propriétés sont difficilement conciliables en un seul bitume ; c'est pourquoi il existe plusieurs grades de bitumes, utilisables dans des conditions de trafic et de climat différentes, et que des polymères peuvent être utilisés et ajoutés au bitume pour obtenir ces propriétés.

Les propriétés rhéologiques des bitumes sont déterminées par la mesure de grandeurs physiques comme le module, la complaisance, la viscosité à partir d'essais rhéologiques plus ou moins simples (essais de fluage, essais de relaxation, essais à sollicitations périodiques, ...) [USIRF, 2003]. En général, les bitumes ne sont ni des solides élastiques idéaux répondant à la loi de Hooke, ni des liquides visqueux idéaux newtoniens, mais combinent les deux propriétés en fonction du temps de chargement et de la température imposée par l'essai :

- Pour une charge appliquée rapidement et à basse température, il se comporte comme un solide élastique : la déformation est proportionnelle à la charge appliquée et le retour à l'état initial est total
- Pour une contrainte appliquée lentement et à haute température, il se comporte comme un liquide visqueux : la déformation est continue, le taux de déformation est proportionnel à la charge appliquée et une déformation rémanente subsiste.
- Pour un temps de charge et une température intermédiaire, il a un comportement viscoélastique, généralement caractérisé par un module de rigidité complexe et un angle de phase qui traduit le retard de la déformation sur la contrainte lorsque l'effort appliqué est non constant.

Ce travail de thèse est axé sur la maniabilité des enrobés bitumineux lors de la mise en œuvre, c'est-à-dire pour des températures élevées et non de service ; nous ne nous intéresserons donc pas au comportement purement élastique, ni viscoélastique du bitume. La grandeur rhéologique que nous avons retenue est la viscosité.

### **3.1.2. Viscosité des liants bitumineux**

L'apparition des mélanges bitumineux tièdes pose la question du maintien d'une viscosité suffisamment faible pour les étapes à température réduite de fabrication, d'application et de compactage. De plus, le maintien de cette viscosité suffisamment basse ne doit pas aux températures de service empêcher la garantie des bonnes performances de l'enrobé, notamment pour la tenue à l'orniérage. La maîtrise de la viscosité du liant, et comme nous le verrons plus tard du mastic (mélange de liant et de fines) est donc un paramètre clef dans la formulation des enrobés tièdes.

La viscosité d'un matériau exprime la dépendance entre sa vitesse de déformation et la contrainte à laquelle il est soumis [Oswald, 2005]. Elle caractérise la résistance de ce matériau à l'écoulement. Lorsqu'il est soumis à une contrainte, il peut présenter deux types de comportements idéaux : un comportement élastique ou un comportement visqueux. Ce dernier est celui du bitume à haute température et donc celui qui va nous intéresser. Dans le cas de ce comportement visqueux, le matériau (ou fluide) soumis à une contrainte va se déformer continuellement dans le temps. La réponse sera irréversible et dépendra du temps d'application de la contrainte. La loi de Newton définit la résistance à l'écoulement d'un fluide visqueux par :

$$\tau = \eta \times \dot{\gamma}$$

avec :

$\tau$  = la contrainte appliquée [Pa]

$\eta$  = la viscosité dynamique [Pa.s]

$\dot{\gamma}$  = le taux de cisaillement [ $s^{-1}$ ]

Un comportement newtonien correspond à un fluide dont la viscosité dynamique est constante (indépendante du niveau de contrainte et de la vitesse de déformation). Ceci est pratiquement le cas des bitumes routiers à haute température (150-160°C). A des températures plus basses, ils restent newtoniens à des taux de cisaillement plus ou moins grands : la largeur du domaine sur lequel le bitume est newtonien augmente avec la température (Figure 11).

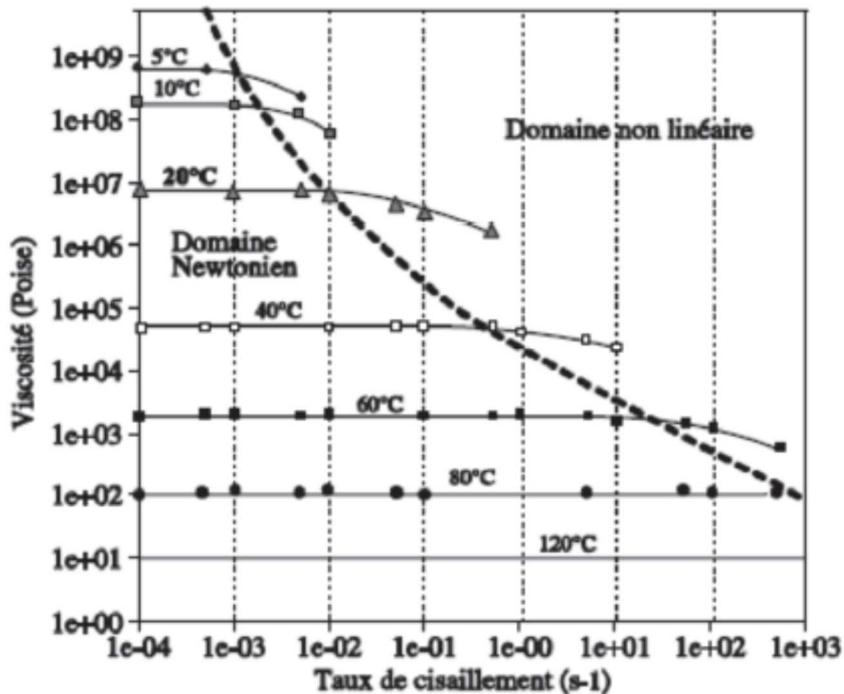


Figure 11 : Evolution de la viscosité du bitume selon la température [Di Benedetto et Corté, 2005a]

On peut relier la viscosité du bitume à sa composition colloïdale. Ainsi Storm et al [Storm et al., 1991] ont montré que la viscosité newtonienne d'un bitume  $\eta_0$  est reliée à celle des maltènes  $\eta_{0,m}$  et à la proportion volumique effective  $\phi_{eff}$  de fraction solide (asphaltènes peptisés) :

$$\eta_0 = \eta_{0,m} \times \left(1 - \frac{\phi_{eff}}{\phi_m}\right)^{-2,5}$$

où  $\phi_m$  est la fraction d'empilement maximum des asphaltènes. Cette relation permet de quantifier l'effet viscosifiant des asphaltènes.

La viscosité dynamique peut se mesurer à l'aide de différents viscosimètres qui imposent une contrainte de cisaillement et mesurent un taux de cisaillement, ou inversement, pour différentes géométries comme par exemple les cylindres coaxiaux, le cône-plan ou les plans parallèles. Deux normes d'essai définissent le protocole de mesure de la viscosité dynamique sur bitumes modifiés à l'aide de la géométrie cône-plan (NF EN 13702) et sur liants bitumineux (modifiés ou non) à l'aide d'un viscosimètre tournant (NF EN 13302). Il est à noter que malgré l'intérêt de cette grandeur pour la mise en œuvre des produits bitumineux, aucune spécification reliée à la viscosité des liants bitumineux n'existe actuellement en

France et en Europe.

En matière de recherche, peu de travaux sur les enrobés tièdes sont axés sur des mesures de viscosité effectuées sur liants bitumineux, et a fortiori sur mastic bitumineux. A titre d'exemple, on peut citer l'étude de Bennert [Bennert et al., 2010] dans laquelle des mesures de viscosité réalisées à l'aide d'un viscosimètre rotationnel sur des liants de référence et des liants additivés avec différents additifs tièdes sont utilisées pour déterminer les températures de malaxage et compactage des enrobés tièdes fabriqués avec ces liants additivés.

## **3.2. Propriétés rhéologiques des mastics**

### ***3.2.1. Définition d'un mastic bitumineux***

Le mastic bitumineux est constitué du mélange du liant bitumineux et du filler (ou « fines »), c'est-à-dire les particules passantes à 63  $\mu\text{m}$ . Ainsi, le mastic, composé par la suspension des fines dans le bitume, devient le véritable liant au sein d'un squelette granulaire : les granulats d'un enrobé ne sont pas enrobés par le liant seul mais par le mélange liant-filler. Le mastic bitumineux peut être considéré comme une suspension qui est régie par des lois connues sur les suspensions, sous réserve que les particules minérales n'entrent pas en contact. Ceci impose que la fraction volumique du filler reste inférieure à la fraction d'empilement maximum. Dans le cas contraire, les propriétés rhéologiques du mastic s'apparentent à celles des enrobés bitumineux, avec notamment un module limite élastique à haute température plutôt qu'un écoulement Newtonien [Ramond et al., 1999]. Le fait que le mastic bitumineux soit considéré comme une suspension alors que le bitume est lui-même une suspension colloïdale est dû à la différence de taille entre les asphaltènes (quelques nm) et les fines minérales (quelques  $\mu\text{m}$ ) ; cela conduit à faire l'hypothèse que le bitume est un milieu homogène vis-à-vis du filler [Lesueur, 2002].

Le comportement de la phase mastic d'un enrobé semble jouer un rôle très important dans le comportement de celui-ci [Anderson et al., 1992] [Shenoy et al., 2003] [Chen et al., 2008]. Des études américaines ont montré que la viscosité du mastic avait un effet prédominant sur les propriétés de maniabilité des enrobés [Gudimettla et al., 2004] et que prendre uniquement en compte la viscosité du liant pour définir les températures d'enrobage

et de compactage d'un enrobé pouvait donner de mauvais résultats [Bennert et al., 2010].

Pour étudier les propriétés de maniabilité et d'écoulement des enrobés bitumineux, il semble alors très important d'avoir une connaissance plus précise des propriétés rhéologiques des mastics, sans se limiter au liant uniquement. Pour cela, il est nécessaire d'adapter le matériel permettant la caractérisation des liants à celle des mastics. Dans ce travail de thèse, nous nous intéresserons à la mesure des propriétés de viscosité des mastics bitumineux.

### ***3.2.2. Viscosité des mastics bitumineux***

S'il existe deux normes d'essai pour les mesures de viscosité sur liant bitumineux, il n'en existe aucune pour la mesure de cette viscosité sur mastic bitumineux. De plus, plus encore que pour les liants bitumineux, peu d'auteurs font état de cette mesure de viscosité sur mastic. On peut citer le travail de thèse N. Buèche [Bueche, 2011] dans lequel il effectue des mesures rhéologiques (module complexe, angle de phase, viscosité) sur mastic à l'aide d'un rhéomètre à plans parallèles. Pour se faire, il utilise le même protocole d'essai que sur les liants bitumineux. S'il semble intéressant d'adapter le matériel existant pour les liants bitumineux aux mastics, il apparaît que mesurer la viscosité des mastics bitumineux est beaucoup plus délicat que de mesurer celle des liants. En effet, beaucoup de paramètres supplémentaires sont à prendre en compte comme par exemple les phénomènes de sédimentation ou bien de migration des particules qui peuvent jouer sur les mesures réalisées, et donc sur la répétabilité des essais.

D'une manière générale [Guazzelli et Morris, 2012], de nombreuses caractéristiques des particules en suspension peuvent influencer sur le comportement rhéologique de la suspension ; il est possible de citer la nature des fines, leur forme, leur dispersion de taille, ainsi que leur fraction volumique. Prenons l'exemple de la différence de taille des particules : celle-ci va induire des mouvements différents au sein de la suspension. En effet, des particules de « grosse taille » vont avoir tendance à sédimenter, tandis que celles de « petite taille » être sujettes à des phénomènes de migration. La grande dispersion de taille des particules contenues dans les mastics bitumineux rend difficile l'évaluation de ces phénomènes de sédimentation et migration, et donc rend difficile la modélisation de leur comportement rhéologique, en se basant sur des suspensions modèles contenant des sphères de tailles identiques.

Plusieurs études s'intéressent à l'influence de la nature du filler sur les propriétés

rhéologiques des mastics [Durand et al., 1997] [Cupo-Pagano et al., 1997] [Silva et al., 2002] [Wortelboer et al., 1996], mais se concentrent uniquement sur les températures de service de la chaussée et non sur le comportement aux températures de mises en œuvre.

Dans son travail de thèse [Hesami, 2014], Hesami étudie la caractérisation et la modélisation du comportement des mastics bitumineux et de leur impact sur la maniabilité de l'enrobé. Pour cela, il met au point un protocole de mesure expérimentale de la viscosité des mastics, en adaptant le protocole de mesure qu'il utilise pour les liants bitumineux (en géométrie cylindres coaxiaux et cylindre/ailettes). Toutefois, il ne balaye pas le comportement de ses mastics en température, puisqu'il se place uniquement à 100°C, pour limiter les phénomènes de sédimentation qu'il pourrait y avoir dans un liant trop fluide. Dans la suite de cette thèse nous reviendrons sur les travaux de Hesami en comparaison de nos résultats expérimentaux.

#### **4. Evaluation des enrobés aux températures de mise en œuvre**

Le développement des enrobés tièdes, et donc l'abaissement de leurs températures de fabrication et de mise en œuvre ont poussé les recherches vers la caractérisation de la maniabilité de ces enrobés, soit en utilisant des matériels existant déjà dans les laboratoires, soit en développant de nouveaux outils. Il est intéressant de noter un travail publié en 2011 par le NCHRP (National Cooperative Highway Research Program) avec entre autres une synthèse des différentes évaluations de la maniabilité des enrobés tièdes [Bonaquist, 2011]. Un certain nombre de ces évaluations sont détaillées dans cette partie. Par ailleurs, certaines entreprises routières françaises développent leurs propres outils de caractérisation de la maniabilité des enrobés. La liste des essais présentée ici n'est pas exhaustive.

Il est possible de distinguer différents types d'essai : des essais pratiqués sur l'enrobé bitumineux et des essais pratiqués sur le liant bitumineux. Parmi les essais pratiqués sur enrobés pour évaluer la maniabilité, certains sont en fait des mesures de compactibilité, d'autres font appel à des mesures de couples, tandis que d'autres effectuent des mesures de forces de cisaillement.

## 4.1. Mesures de compacité sur enrobé

Il est important de noter qu'il faut faire la différence entre les propriétés de maniabilité et les propriétés de compactibilité des enrobés bitumineux. Ces deux propriétés peuvent souvent être confondues, mais si elles sont liées, elles n'en restent pas moins en très différentes. Au démarrage des enrobés tièdes, les deux propriétés étaient très souvent assimilées, sachant que la compactibilité sur enrobé est une caractéristique bien mesurée et fait partie de leur formulation alors que la maniabilité n'est à ce jour pas encore incluse dans la formulation des enrobés.

La presse à Cisaillement Giratoire (PCG) (Figure 12) est aujourd'hui l'outil indispensable pour la formulation des enrobés à chaud et pour la détermination de leur compactibilité, parce qu'il est sensible au squelette granulaire et à la teneur en liant [Delorme et al., 2007]. Le principe de cet essai est le suivant : une masse d'enrobé à chaud est introduite dans un moule qui est lui-même placé dans la presse. Une force est appliquée sur l'échantillon d'enrobé qui subit une rotation autour d'un axe incliné d'un certain angle. Au fur et à mesure de l'essai, la hauteur de l'échantillon d'enrobé diminue et sa compacité augmente. L'évolution de cette compacité en fonction du nombre de girations permet d'évaluer la compactibilité que l'enrobé aura sur chantier.

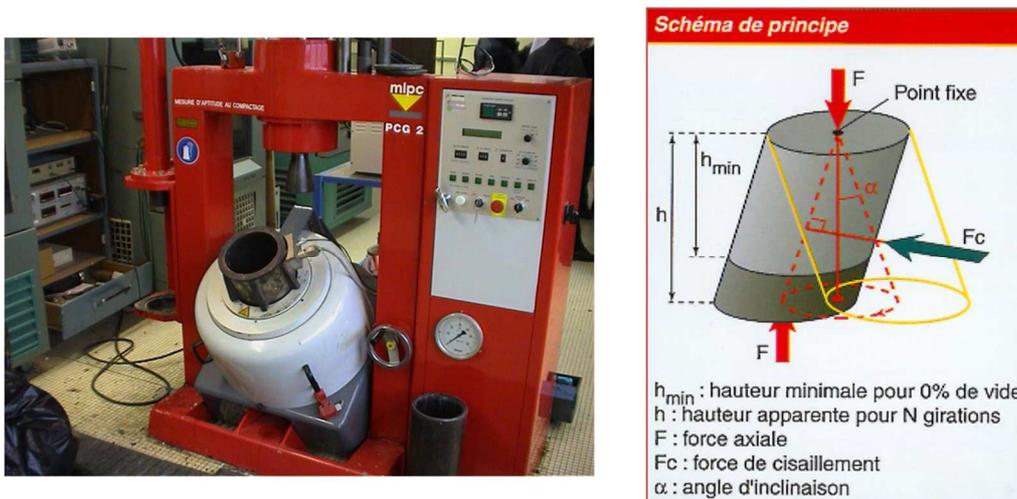


Figure 12 : Presse à cisaillement giratoire et schéma de principe

Des études ont décrit que ces essais de PCG sont insensibles aux abaissements de température. Ainsi Dony [Dony et al., 2010] montre sur des enrobés à chaud BBSG 0/10

(fabriqués à 165°C) et des enrobés tièdes BBSG 0/10 avec et sans additif (fabriqués à 110°C) que les compacités évaluées à l'aide d'essais PCG sont identiques ou quasiment identiques pour les trois fabrications. Sans remettre en cause l'intérêt de la PCG dans la formulation des enrobés, cette étude démontre que la PCG valide le squelette granulaire et la teneur en liant dans l'enrobé, mais pas la température du matériau.

Une deuxième étude, américaine cette fois-ci, menée par Bennert [Bennert et al., 2010], comparant différentes formulations d'enrobés, à chaud et tièdes, avec différents additifs, à l'aide d'essais PCG, donne des conclusions comparables : la presse à cisaillement giratoire est insensible aux changements de température de fabrication et de compactage.

En France, l'approche classique des essais de PCG consiste en l'exploitation du pourcentage de vide en fonction du nombre de giration, et donc de l'évolution de la compacité, paramètre permettant d'évaluer la compactibilité. Dans une étude publiée en 2007 [Kanitpong et al., 2007], Kanitpong fait état d'une autre approche, initiée par Bahia [Bahia et al., 1998], qui introduit la notion d'énergie requise pour compacter l'échantillon d'enrobé bitumineux à travers deux paramètres : le Compaction Energy Index (CEI) qui représente l'aire sous la courbe de la compacité en fonction du nombre de giration, comprise entre la première giration et la giration correspondant à une compacité de 92%, et le Traffic Densification Index (TDI) qui représente l'aire comprise entre 92% et 98% de compacité, considérant la même courbe. Un troisième paramètre appelé Construction Force Index (CFI) [Hanz et al., 2011] requiert l'exploitation, et donc la mesure préalable, de la force de cisaillement exercée par la presse sur l'échantillon en fonction du nombre de giration, et représente l'aire sous cette courbe comprise entre la première giration et celle correspondant à une compacité de 92%.

Une deuxième méthode de compactage, peu utilisée en France mais très développée hors de France, est le compactage Marshall qui se fait par impact, contrairement au compactage par PCG. Cette méthode Marshall induit la détermination d'une teneur en bitume optimum à l'aide de deux caractéristiques principales : un critère volumétrique et un essai de stabilité.

L'étude mentionnée précédemment et menée par Dony [Dony et al., 2010] a été faite en partenariat avec l'Université de São Paulo au Brésil, où le compactage Marshall est très utilisé pour la formulation des enrobés. Les essais réalisés au Brésil, à l'aide de ce

compactage, sur une formulation classique d'enrobé à chaud et sur une formulation d'enrobé tiède avec additif montrent des différences considérées significatives entre le chaud et le tiède.

Au contraire, l'étude menée par Bennert [Bennert et al., 2010] montre des résultats différents pour les essais de compactage Marshall qui ont été réalisés. Plusieurs formulations d'enrobés tièdes (différents additifs avec différents dosages) ont été comparées à une formulation à chaud (même assortiment granulaire et même liant bitumineux), pour trois températures de compactage (149°C, 124°C et 102°C). A 149 et 124°C, certaines formulations tièdes montrent des propriétés de compactage meilleures que celles de l'enrobé à chaud et à 102°C toutes les formulations tièdes présentent un meilleur compactage que l'enrobé à chaud, illustrant ainsi selon l'auteur une meilleure compactibilité des enrobés tièdes pour des températures inférieures à celles de fabrication et de mise en œuvre classiques des enrobés à chaud.

## **4.2. Mesures de couple sur enrobé**

Ces différents essais se réalisent sur des enrobés foisonnés après la fabrication.

L'Asphalt Workability Device (AWD) (Figure 13) est un essai développé par l'Université du Massachusetts (Dartmouth), basé sur la mesure du couple exercé dans un échantillon d'enrobé par une certaine géométrie qui tourne à vitesse constante. Simultanément, la température de surface, ainsi que la température interne de l'échantillon sont mesurées.



Figure 13 : Asphalt Workability Device développé par l'Université du Massachusetts (Dartmouth) [Bennert et al., 2010]

Dans l'étude de Bennert [Bennert et al., 2010], les essais AWD ont été réalisés sur une formulation d'enrobé à chaud et sur plusieurs formulations d'enrobés tièdes (différents additifs et différents dosages en additif). Deux jeux d'essais ont été faits. Pour le premier, les différents enrobés ont été fabriqués à 160°C et conditionnés deux heures à 149°C, puis l'essai AWD a été lancé. Pour le second, la fabrication s'est faite à 132°C et le conditionnement de deux heures à 127°C, puis l'essai AWD a été lancé. Au fur et à mesure de l'essai, la température des échantillons d'enrobés diminue et le couple exercé augmente. Pour le premier jeu d'essai, à partir de 115°C, le couple augmente plus vite dans l'enrobé à chaud que dans les différents enrobés tièdes. Pour le second jeu d'essai, c'est à partir de 110°C que cette augmentation plus rapide est observée pour l'enrobé à chaud.

Ces résultats semblent montrer que les procédés tièdes testés permettent aux enrobés de garder une meilleure maniabilité que les enrobés à chaud, au fur et à mesure de l'abaissement des températures.

Un essai relativement similaire a été développé par l'entreprise française Malet

[Béghin et Peyronnet, 2014]. Le principe est le suivant : l'enrobé est fabriqué à chaud, mis en place dans la cuve du maniabilimètre, puis on le laisse refroidir à l'air libre tout en mesurant le couple exercé par la géométrie pour tourner dans cet enrobé. Là encore, on montre une augmentation logique du couple lors de la descente de température. Différentes natures de granulats sont testées avec une formulation d'enrobé à chaud et une formulation d'enrobé tiède, semblant montrer que le procédé tiède utilisé améliore la maniabilité par rapport à l'enrobé à chaud.

### 4.3. Mesure de force de cisaillement sur enrobé

Ces derniers types d'essais font appel à un matériel spécifique et à une préparation du matériau après fabrication.

A l'origine développé pour les enrobés froids à l'émulsion de bitume, le maniabilimètre (anciennement Nynas) (Figure 14) est un appareil qui permet de caractériser la maniabilité ou encore l'aptitude au répandage de l'enrobé en simulant l'action d'une poutre de finisseur ou d'une lame de niveleuse sur chantier [Brion et al., 1999]. Le principe de l'essai est le suivant : une certaine masse d'enrobé est placée dans un moule et est étalée à l'aide d'un vérin et d'une lame de poussée. Un capteur de force mesure la force exercée par le vérin pour étaler l'échantillon tout au long de l'essai, et donc la force nécessaire à la décohésion de l'enrobé. Cette force appliquée par le vérin de poussée est utilisée comme paramètre de maniabilité de celui-ci.

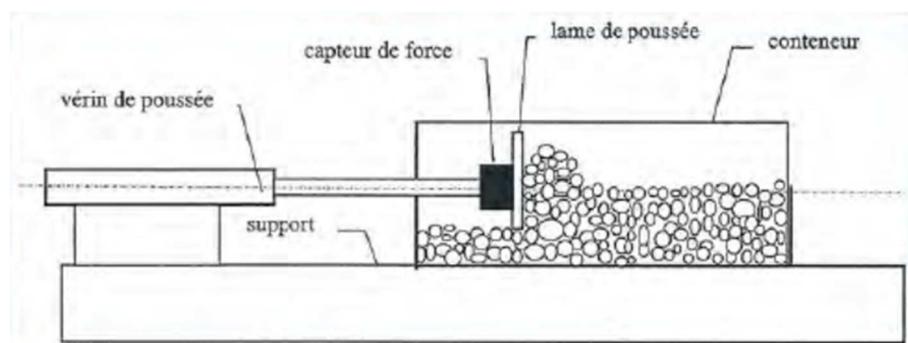


Figure 14 : Schéma du maniabilimètre Nynas [Brion et al., 1999]

Le CEREMA (Centre d'études et d'expertise sur les risques, l'environnement, la

mobilité et l'aménagement) a mis au point une méthode d'essai [Odie et al., 2011] pour l'utilisation du maniabilimètre Nynas comme outil de mesure de la montée en cohésion d'un enrobé à l'émulsion de bitume. Cette méthode d'essai prévoit l'utilisation d'un moule d'un volume utile de 6600 cm<sup>3</sup> dans lequel une masse d'enrobé à froid d'environ 11kg est déversée à l'aide d'une goulotte de remplissage et d'un déversoir. L'échantillon est ensuite arasé pour obtenir le volume utile (6600 cm<sup>3</sup>). L'essai est alors réalisé à l'aide du vérin et de la lame de poussée à une vitesse de 1 cm/s.

Eckmann et al avait décrit une méthode d'essai similaire utilisée dans le projet européen OPTTEL sur les émulsions cationiques lentes pour la construction et la maintenance des chaussées et plus particulièrement pour la caractérisation de la maniabilité et montée en cohésion des enrobés à froid [Eckmann et al., 2002].

Une norme française NF EN 98-258-1, élaborée depuis peu, vise à déterminer la montée en cohésion d'un mélange bitumineux, mais avec un domaine d'application plus large que les simples enrobés à froid. Il s'applique aux graves émulsions, bétons bitumineux à froid, enrobés tièdes et semi-tièdes, et enrobés à chaud dont la maniabilité varie en fonction du temps.

Si ce maniabilimètre est maintenant normalisé, on constate jusqu'à présent très peu d'articles faisant état d'essais sur enrobés tièdes. On peut citer à titre d'exemple l'étude menée par Olard [Olard et Gaudefroy, 2011] dans laquelle des essais au maniabilimètre ont été réalisés en parallèle d'essais PCG sur des formulations d'enrobés à chaud et semi tièdes. Les enrobés semi-tièdes semblent avoir une maniabilité inférieure à celle des enrobés à chaud, illustrée par une force de poussée nécessaire à la décohésion de l'échantillon supérieure.

Le travail de thèse présenté ici sera réalisé en grande partie avec cet outil, avec une procédure d'essai plus complète que celle normalisée et la variation de bon nombre de paramètres (cf Chapitre IV).

Le groupe Colas a, quant à lui, conçu son propre appareil de mesure de la maniabilité d'un enrobé, le tribologue [Pellevoisin et al., 2010] (Figure 15), pour évaluer les efforts développés par les compagnons pour niveler des enrobés à une température donnée, à l'aide de raclettes et de râpeaux.

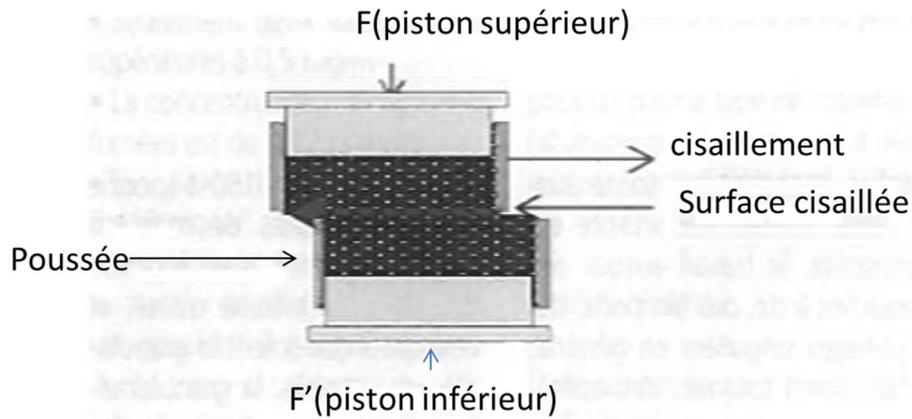


Figure 15 : Schéma du tribologue du Laboratoire Principal de Montlhéry, Colas Ile de France-Normandie [Pellevoisin et al., 2010]

Le principe n'est pas tellement différent de celui du maniabilimètre : on mesure la force nécessaire pour cisailier un échantillon d'enrobé. Pourtant, il y a tout de même quelques différences. En effet, l'échantillon qui est testé au tribologue est confiné et compacté à 80%, contrairement à celui testé au maniabilimètre qui est libre de se déverser et qui est foisonné. Dans leur article [Pellevoisin et al., 2010], Pellevoisin et al expliquent le principe de leur outil de maniabilité et testent différentes formulations d'enrobé, avec des granulats différents, à des températures différentes. Ils considèrent que les résultats qu'ils obtiennent en laboratoire reflètent correctement ce qui est ressenti sur le chantier par les compagnons.

#### 4.4. Essais réalisés sur le liant

Les liants bitumineux sont des matériaux thermo-susceptibles dont la viscosité est faible à température élevée et augmente avec l'abaissement de la température. La maniabilité des enrobés est en grande partie dirigée par le comportement du liant, notamment sa viscosité et son pouvoir lubrifiant. C'est pourquoi certains auteurs ont développé des essais sur le liant uniquement pour caractériser la maniabilité des enrobés, comme par exemple le Lybricity Test (Figure 16).

Certains procédés tièdes font appel à des additifs qui jouent sur la viscosité du liant bitumineux pour permettre une bonne maniabilité malgré l'abaissement des températures de fabrication et de mise en œuvre des enrobés. Pourtant, de nombreux procédés tièdes ne font pas appel à des additifs agissant sur la viscosité du liant bitumineux et certaines études

américaines, comme celles menées par Bennert [Bennert et al., 2010] et Hanz [Hanz et al., 2010], mettent en évidence le fait que cette viscosité du liant est souvent insensible à la présence des additifs des procédés tièdes, alors que sur le terrain une amélioration de la maniabilité est observée pour ces procédés tièdes. L'amélioration de la maniabilité serait alors expliquée par une réduction du coefficient de friction du liant, mesurée par l'Asphalt Lubricity Test développé à l'Université du Wisconsin Madison [Hanz et al., 2010] [Hanz et al., 2011].

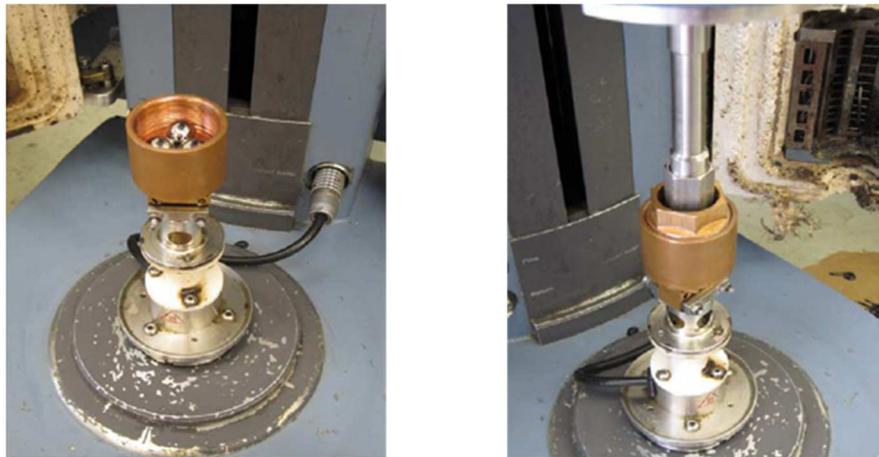


Figure 16 : Asphalt Lubricity Test développé à l'Université du Wisconsin Madison [Hanz et al., 2010]

Le dispositif du Lubricity Test est adaptable sur un DSR (Dynamic Shear Rheometer) et est composé de trois billes fixées dans une coupelle, dans laquelle on met en place une certaine quantité de liant bitumineux. Un mandrin sur lequel est fixée une quatrième bille est abaissé de manière à mettre la quatrième bille en contact avec les trois autres recouvertes de liant. Le mandrin tourne à une vitesse fixée, l'entrefer et la température sont contrôlés, et sont mesurés le couple nécessaire à la rotation du mandrin ainsi que la force normale. Le coefficient de friction est alors calculé en fonction du couple (T), de la force normale (P), du diamètre des billes (D) et d'une constante liée à la géométrie des billes (C) :

$$CF = C \cdot T / (P \cdot D)$$

L'étude menée par Hanz [Hanz et al., 2011] sur des bitumes purs non additivés, additivés avec des tensioactifs et additivés avec des réducteurs de viscosité conduit aux conclusions suivantes : à des températures de compactage basses, le coefficient de friction

joue un rôle important dans les propriétés de maniabilité de l'enrobé, tandis qu'à des températures plus élevées l'influence du coefficient de friction diminue et celle de la viscosité devient plus importante.

## 5. Conclusions

Au début de ce chapitre, nous avons positionné notre sujet de recherche dans le contexte des enrobés bitumineux tièdes en liant l'apparition des problématiques de maniabilité des enrobés à l'abaissement de leurs températures de fabrication et de mise en œuvre. Le but de ce travail de thèse n'est pas d'évaluer le bien-fondé des différents additifs présents sur le marché ou les procédés spécifiques mis en avant et utilisés par les entreprises routières pour fabriquer et développer leurs enrobés tièdes, ni de classer un procédé tiède par rapport à un autre. Pour notre démarche expérimentale, un procédé tiède sera utilisé dans ce travail. Pour des raisons logistiques, nous ne travaillerons pas sur les procédés à la mousse de bitume. Le procédé tiède sélectionné est l'ajout d'additif tensioactif dans un bitume chaud avec un squelette granulaire tiède. Le choix de ce procédé sera expliqué ultérieurement.

Cet état de l'art nous a permis de définir les bases de notre travail de recherche en mettant en relief plusieurs points résumés succinctement ci-après :

1. La mesure des propriétés de maniabilité d'un enrobé bitumineux n'est pas une mesure classique réalisée sur les enrobés à chaud ; actuellement très peu d'études sont publiées sur cette détermination, même sur les enrobés tièdes ;
2. Le liant bitumineux contenu dans l'enrobé et ses propriétés (viscosité, pouvoir lubrifiant) régissent en grande partie cette maniabilité ;
3. Les procédés tièdes développés à ce jour n'ont pas tous pour objectif d'agir sur les propriétés du liant (comme par exemple les réducteurs de viscosité), mais peuvent jouer également sur le couple liant/granulat.

Compte tenu de ces différentes conclusions, nous avons décidé de travailler à différentes échelles de matériau (liant, mastic et enrobé) en étudiant les deux propriétés qui nous semblent primordiales pour appréhender l'étude des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre dans un contexte d'abaissement des températures de fabrication, à savoir :

- Les propriétés de viscosité des liants et des mastics bitumineux dans le domaine des températures élevées, que nous avons choisi allant de 80 à 160°C (température de mise en œuvre des enrobés à chaud ou tièdes) ;
- Les propriétés de maniabilité des enrobés bitumineux eux-mêmes, à savoir leur facilité à être étalés et mis en place sur le chantier, tant manuellement que mécaniquement, en utilisant un essai depuis peu normalisé et en étudiant sa pertinence.

La suite de ce manuscrit s'articulera autour de ces deux axes principaux.

Etant donnée la difficulté de travailler en laboratoire sur des matériaux bitumineux (manipulation et essais à des températures élevées, forte thermo-susceptibilité, ...), ainsi que leur complexité, notre étude expérimentale sera menée en parallèle sur deux types de matériaux : des « matériaux réels » fabriqués avec les liants bitumineux mais aussi des « matériaux modèles » fabriqués en remplaçant le liant par des huiles de silicone ayant à 25°C des propriétés similaires (masse volumique, viscosité, tension superficielles, ...) à celle des liants bitumineux à des températures élevées données limites (80 et 160°C, extrémités de la plage de température définies pour l'étude). De plus, en ce qui concerne les matériaux réels, nous travaillerons partiellement avec le procédé tiède tensioactif choisi, et en grande partie avec des bitumes purs mais de grades différents, pour élargir la gamme de viscosité et comprendre les comportements.

Dans le chapitre II, nous présenterons les différents matériaux de base choisis dans ce travail (bitumineux, granulaires, modèles), leurs caractérisations, les formulations retenues pour les mastics et les enrobés, ainsi que les procédés de fabrication en laboratoires.

Le chapitre III décrira les études rhéologiques menés sur les liants et les mastics, « réels et modèles », depuis la mise en place des protocoles de mesures inexistantes jusqu'à l'analyse des comportements.

Pour finir, le chapitre IV se propose d'analyser l'aspect maniabilité en commençant par une étude de l'outil retenu (le maniabilimètre) et en continuant par l'analyse de l'influence de différents paramètres sur cette maniabilité et de leur corrélation avec la rhéologie.

# Chapitre II : Présentation des matériaux et des formulations

## 1. Introduction

L'état de l'art réalisé dans le chapitre I nous a permis de définir le contexte de notre problématique de caractérisation des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre et d'élaborer notre démarche expérimentale, en déterminant nos deux axes d'étude, ainsi que les matériaux que nous utiliserons. Nous étudierons en parallèle les propriétés de viscosité à l'échelle du liant et du mastic, ainsi que les propriétés de maniabilité à l'échelle de l'enrobé, en réalisant nos essais d'une part sur des matériaux réels, fabriqués à l'aide de liants bitumineux, et d'autre part sur des matériaux modèles, dans lesquels les liants bitumineux seront remplacés par des huiles de silicones.

Ce chapitre II présente les différents matériaux choisis pour l'étude expérimentale menée dans cette thèse, ainsi que leurs caractérisations à l'aide de méthodes classiques (analyse granulométrique, pénétrabilité à 25°C, température de ramollissement Bille Anneau, masse volumique) et de méthodes moins classiques (mesures de tensiométrie).

Dans un premier temps seront décrits et caractérisés les constituants de base utilisés pour fabriquer nos matériaux réels et modèles, à savoir les liants bitumineux, les matériaux granulaires, l'additif tiède et les huiles de silicone.

Dans un deuxième temps, les liants bitumineux ainsi que les huiles de silicones seront caractérisés par des mesures de tensiométrie permettant d'évaluer leurs propriétés de mouillabilité et de valider le choix des constituants modèles par rapport aux constituants réels.

Pour finir, seront présentées les différentes formulations des mastics et des enrobés testés.

## 2. Matériaux de base utilisés

### 2.1. Les liants bitumineux

Les liants bitumineux qui seront utilisés dans cette étude sont deux bitumes purs Total : un bitume dur 35/50 et un bitume plus mou 160/220. Nous avons choisi deux bitumes de grades différents et éloignés pour pouvoir observer des évolutions nettement différentes de nos matériaux réels (liants, mastics et enrobés) lorsque nous ferons varier la température. De plus, remplacer le bitume 35/50 par le bitume 160/220 équivaut à réduire sa viscosité, et donc à agir comme un procédé tiède de type « cire » (un réducteur de viscosité du bitume).

Ces bitumes sont conditionnés en bidons de 9-10 kg provenant d'un même lot et qui sont quartés au fur et à mesure des essais. Les deux bitumes ont été caractérisés par des essais de pénétrabilité à 25°C et des essais de température de ramollissement Bille Anneau. De plus leurs viscosités ont été mesurées à différentes températures, selon la norme NF EN 13702, à l'aide d'un rhéomètre cône/plan (principe de la mesure détaillée au chapitre III). Le Tableau 1 résume les résultats de ces essais de caractérisation et confirme que les deux bitumes de l'étude sont conformes aux spécifications normalisées (NF EN 12591).

Tableau 1 : caractérisation des bitumes purs utilisés

		35/50 pur	160/220 pur
Pénétrabilité à 25°C [1/10mm]	Mesure	37	188
	Spécifications (NF EN 12591)	Comprise entre 35 et 50 1/10mm	Comprise entre 160 et 220 1/10mm
TBA [°C]	Mesure	55,4	40,8
	Spécifications (NF EN 12591)	Comprise entre 50 et 58°C	Comprise entre 35 et 43°C
Viscosité [Pa.s] (rhéomètre cône/plan)	80°C	61,4	4,9
	160°C	0,3	0,1

Les différents liants bitumineux seront testés en viscosité à différentes températures dans le chapitre III.

## **2.2. Les matériaux granulaires**

Les matériaux granulaires principaux que nous utiliserons dans ce travail de thèse sont des matériaux Noubleau (diorite), qui sont des matériaux classiquement très utilisés en France. Ensuite nous ferons varier la nature minéralogique des granulats en remplaçant les matériaux Noubleau par des matériaux Voutré, considérés comme plus frottant. Pour finir, nous utiliserons des sables roulés (silico calcaires) pour substituer la partie sable (inférieure à 2mm) des Noubleau et des Voutré.

Les différentes tailles de matériaux granulaires utilisés sont :

- Des matériaux Noubleau de taille 0/2, 2/6, et 6/10 ;
- Des matériaux Voutré de taille 0/2, 2/6 et 6/10 ;
- Des sables silico-calcaires (sables roulés) de taille 0/4 ;
- Des fines d'apport calcaires Piketty.

Des analyses granulométriques ont été effectuées pour ces différentes fractions granulaires, ainsi que des mesures de masses volumiques. Les résultats sont donnés dans les Figures 17, 18 et 19, et dans le Tableau 2.

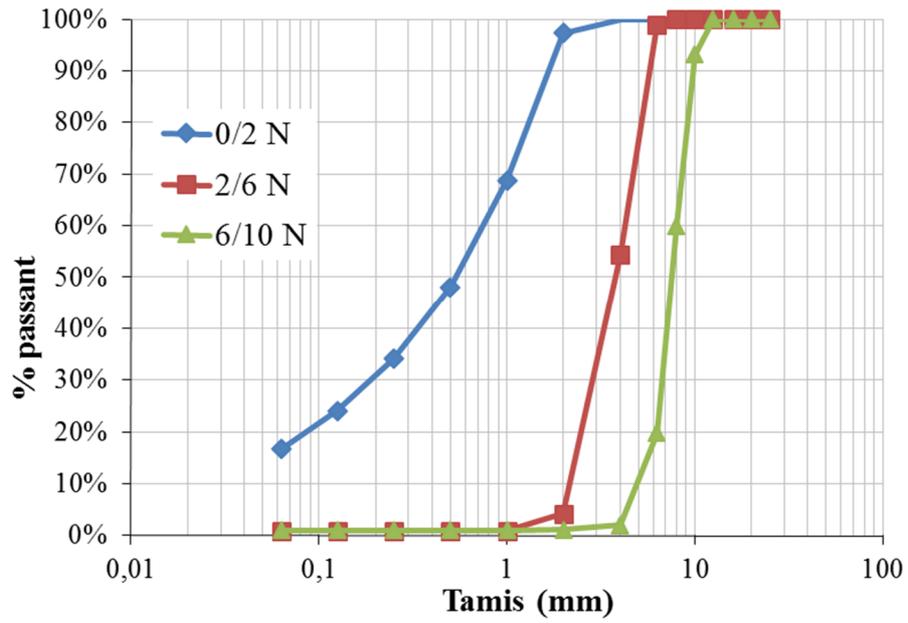


Figure 17 : Courbes granulométriques des coupures Noubleau

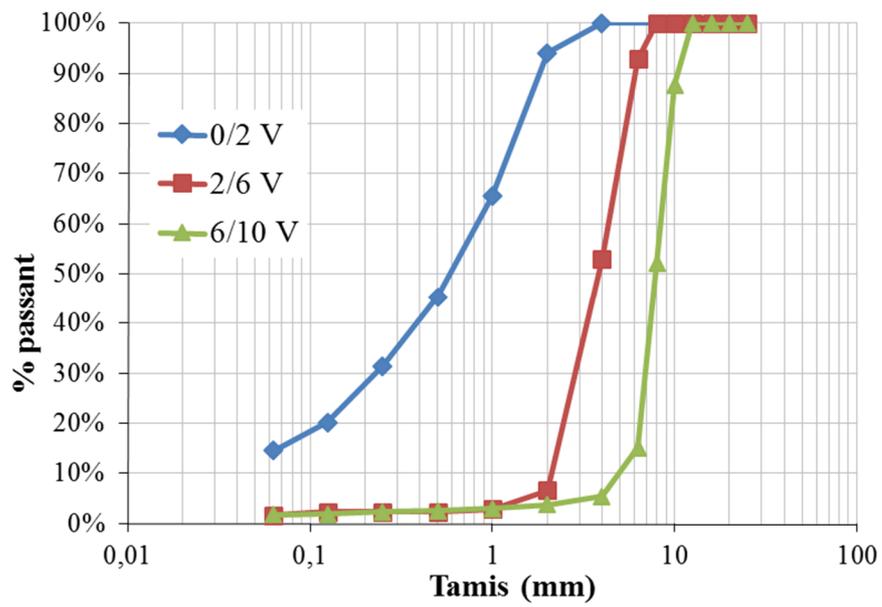


Figure 18 : Courbes granulométriques des coupures Voutré

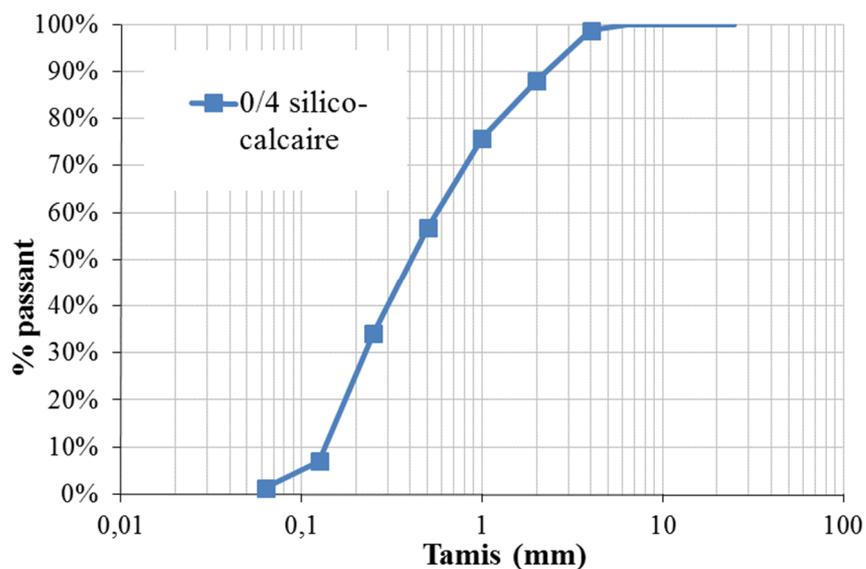


Figure 19 : Courbe granulométrique du sable roulé 0/4

Tableau 2 : Masses volumiques des matériaux granulaires

	Noubleau			Voutré			Sables silico-calcaires	Filler d'apport
	0/2	2/6	6/10	0/2	2/6	6/10	0/4	< 63µm
Masses volumiques réelles [g/cm <sup>3</sup> ]	2,880	2,880	2,880	2,706	2,702	2,679	2,606	2,710

Il est possible de noter que les matériaux Noubleau sont plus lourds que les matériaux Voutré et les sables roulés.

### 2.3. Additif tiède

Pour rappel, les différents types de procédés tièdes qui ont été développés pour la fabrication des enrobés bitumineux tièdes sont :

- Procédés recourant à une modification de la séquence d'enrobage ou enrobage séquentiel ; sans modification des éléments du mélange.
- Procédés basés sur l'introduction d'eau ou la maîtrise de la teneur en eau afin d'obtenir un moussage in-situ du bitume (appelé moussabilité).
- Procédés basés sur la modification du liant ou de la tension superficielle entre liant et granulat, par l'ajout d'additifs.

Rappelons que l'objectif de ce travail de thèse n'est pas de tester et de comparer entre eux les différents procédés tièdes existant, mais de comprendre et d'évaluer l'effet des abaissements de températures sur la maniabilité des enrobés. Pourtant il nous a quand même semblé intéressant de tester un procédé tiède, pour ancrer ce travail de recherche dans le contexte réel des enrobés tièdes.

Lorsque nous avons choisi le procédé tiède que nous allions utiliser, nous avons éliminé les procédés à la mousse de bitume parce que ce sont des procédés difficiles à évaluer en laboratoire (durée de vie de la mousse éphémère, représentativité de la fabrication en laboratoire par rapport à celle in situ), que nous ne disposons pas de banc de mousse au laboratoire où ont été réalisés les essais et que la caractérisation en viscosité du liant sous forme de mousse est impossible. Nous avons également éliminé l'utilisation d'un réducteur de viscosité, puisque nous allons simuler cet effet par l'utilisation d'un bitume dur et d'un bitume mou. C'est pour cela que nous nous sommes tournés vers l'utilisation d'un additif tensio-actif.

Pour des facilités d'approvisionnement et de mise en œuvre, le procédé tiède que nous avons sélectionné pour la thèse est l'ajout d'un additif tensio-actif Cecabase RT, c'est-à-dire un additif qui agit à l'interface entre les matériaux granulaires et le bitume. Cet additif a été ajouté au bitume pur 35/50 en proportion 0,3% massique (prescriptions du producteur) pour fabriquer les liants additivés. Cette fabrication du liant additivé est faite par malaxage manuel entre le bitume chauffé à 160°C et l'additif à température ambiante, juste avant les fabrications des mastics ou des enrobés de l'étude.

Aucune caractérisation n'a été faite sur l'additif seul (sans intérêt pour notre travail). Par contre, les différents liants additivés seront testés en viscosité à différentes températures dans le chapitre III.

## 2.4. Les huiles de silicone

Dans le cadre de la fabrication de nos matériaux modèles, nous avons sélectionné deux huiles de silicone. Ces deux huiles de silicones utilisées ont été choisies pour avoir des densités, des viscosités à 25°C et des tensions superficielles proches de celles du bitume pur 35/50 à 160 et 80°C : la première dénommée v300 et la seconde dénommée v60000. Les données affichées par le fabricant Bluestar Silicones sont résumés dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Données fabricant des huiles de silicone de l'étude

Huiles	Viscosité 25°C [mm <sup>2</sup> /s]	Densité 25°C	Tension superficielle 25°C [mN/m]
V300	300	0,970	21,1
V60000	60000	0,973	21,1

En ce qui concerne les tensions superficielles des bitumes, elles peuvent être approximées par l'équation de Saal suivante [Di Benedetto et Corté, 2005a], si l'on admet que l'origine du bitume n'intervient pas :

$$\sigma = 50 - 0,056T$$

où  $\sigma$  est la tension superficielle en mJ/m<sup>2</sup>

T est la température du bitume en Kelvin

Cette équation donne une tension superficielle d'environ 33 mJ/m<sup>2</sup> à 25°C et d'environ 26 mJ/m<sup>2</sup> à 160°C. On remarque alors que même si les huiles de silicone ont des tensions superficielles du même ordre de grandeur que les bitumes, les différences ne sont pour autant pas négligeables.

Des mesures de viscosité sont effectuées sur ces huiles silicones dans le chapitre III.

## 3. Mesures de tensiométrie

Dans ce travail de thèse, nous n'étudierons pas directement les interfaces liant/granulat

et leurs propriétés. Par contre c'est une notion qui apparait régulièrement au travers de différents aspects de notre étude :

- Le procédé tiède choisi est fondé sur un additif tensio-actif, donc qui agit à l'interface entre le liant et le granulat ;
- L'étude sera menée en partie sur des suspensions de fines dans des liants, pour des liants de différente nature ;
- La notion de mouillabilité suffisante d'un liant par rapport à un substrat est une notion qui rentre en compte dans le développement des procédés tièdes.

Des mesures de tensiométrie sur nos matériaux permettent ainsi de comparer nos matériaux entre eux et leurs interactions avec des substrats minéraux. Nous avons réalisé des mesures de tensions superficielles et des mesures d'angle de contact sur des échantillons de roche Noubleau.

### **3.1. Mesures des tensions superficielles : « goutte pendante »**

#### ***3.1.1. Mode opératoire***

Toutes les tensions superficielles des fluides présentées dans ce rapport ont été mesurées à l'aide d'un tensiomètre à goutte de type DSA 100 (Krüss GmbH) (Figure 20), présent au laboratoire de l'IFSTTAR de Nantes. Les différents modes opératoires qui seront explicités ici ont été mis au point au travers de différents travaux de thèse [Ziyani et al., 2016].

Cet appareil contient une caméra CCD, une source de lumière halogène ainsi qu'un prisme pour réfracter la lumière, une cellule de dosage et une chambre en température.



Figure 20 : Tensiomètre à goutte

Pour travailler sur des fluides tels que l'huile silicone, ou bien les liquides de référence (eau, diiodométhane, éthylène glycol et glycérol), nous utilisons un dispositif simple composé d'une seringue placée en-dessous de la cellule de dosage, dans laquelle est introduit l'échantillon de liquide. Les gouttes sont créées en faisant couler le liquide de la seringue vers une aiguille sertie sous la seringue.

Pour mesurer les tensions superficielles des bitumes, nous avons utilisé un dispositif adapté (Figure 21), constitué d'une cellule de dosage et d'une chambre qui permettent de travailler jusqu'à des températures de 450°C, régulées par des bains. La création des gouttes est réalisée à l'aide d'une aiguille en laiton, de diamètre interne 2,020 mm.



Figure 21 : Dispositif en laiton pour essais sur bitume à haute température

Les tensions superficielles des huiles de silicone et des bitumes sont mesurées à l'aide de l'essai de la « goutte pendante », qui consiste à créer une goutte au bout de l'aiguille, sans créer de bulles d'air (Figure 22). La caméra retransmet la forme de la goutte vers le logiciel Drop Shape Analysis et le profil de goutte est extrait. Ce logiciel se base sur des équations physiques (loi de Laplace) et les données physico-chimiques de la goutte (masse volumique, constante de pesanteur) pour calculer la tension superficielle.



Figure 22 : Goutte pendante de l'huile de silicone v300

### ***3.1.2. Résultats des essais sur nos matériaux***

Les mesures des tensions superficielles sur les huiles de silicone v300 et v60000 ont été réalisées à 25°C en utilisant le dispositif simple. Une dizaine de mesures ont été effectuées pour chacune des huiles, pour obtenir une moyenne représentative (Tableau 4).

Les mesures des tensions superficielles sur les liants bitumineux ont été réalisées à l'aide du dispositif en laiton adapté pour les mesures à hautes températures, toujours avec la méthode de la goutte pendante. Des mesures ont été effectuées à 90, 100, 120, 140 et 160°C. Les valeurs moyennes qui sont présentées dans le Tableau 4 suivant ont été calculées à partir d'une dizaine de mesures.

Tableau 4 : Synthèse des différentes tensions superficielles mesurées

<b>Tension superficielle [mN/m]</b>			
<b>Température</b>	<b>Fluide étudié</b>	<b>Moyenne</b>	<b>Ecart-type</b>
25°C	huile silicone v300	20,55	0,11
25°C	huile silicone v60000	20,21	0,06
90°C	bitume pur 35/50	29,71	0,55
100°C	bitume pur 35/50	29,16	0,12
120°C	bitume pur 35/50	27,81	0,13
140°C	bitume pur 35/50	26,72	0,22
160°C	bitume pur 35/50	26,00	0,10
90°C	bitume pur 160/220	29,54	0,03
100°C	bitume pur 160/220	28,75	0,11
120°C	bitume pur 160/220	26,76	0,14
140°C	bitume pur 160/220	25,74	0,90

Pour les différents produits étudiés (huile silicone et bitume pur), les tensions superficielles sont comprises entre 20 et 30 mN/m. En ce qui concerne les huiles silicones, les mesures de leur tension superficielle ont été effectuées à 25°C uniquement puisque c'est la température à laquelle nous les utiliserons pour fabriquer et tester nos matériaux modèles. Par contre, la tension superficielle des deux bitumes varie de manière significative lorsque la température varie, au vu des valeurs d'écart-type : elle diminue lorsque la température augmente, de la même manière que leur viscosité.

On remarque également que la tension superficielle du bitume à 160°C (26,00 mN/m) est supérieure à celle de l'huile de silicone v300 à 25°C (20,55 mN/m), sachant que l'huile de silicone v300 à 25°C est le matériau modèle choisi pour représenter le bitume à 160°C. La remarque est similaire en ce qui concerne la tension superficielle de l'huile de silicone v60000 à 25°C et celle du bitume 35/50 à 90°C.

Dans la Figure 23, sont résumées les évolutions des tensions superficielles des bitumes purs 35/50 et 160/220 en fonction de la température.

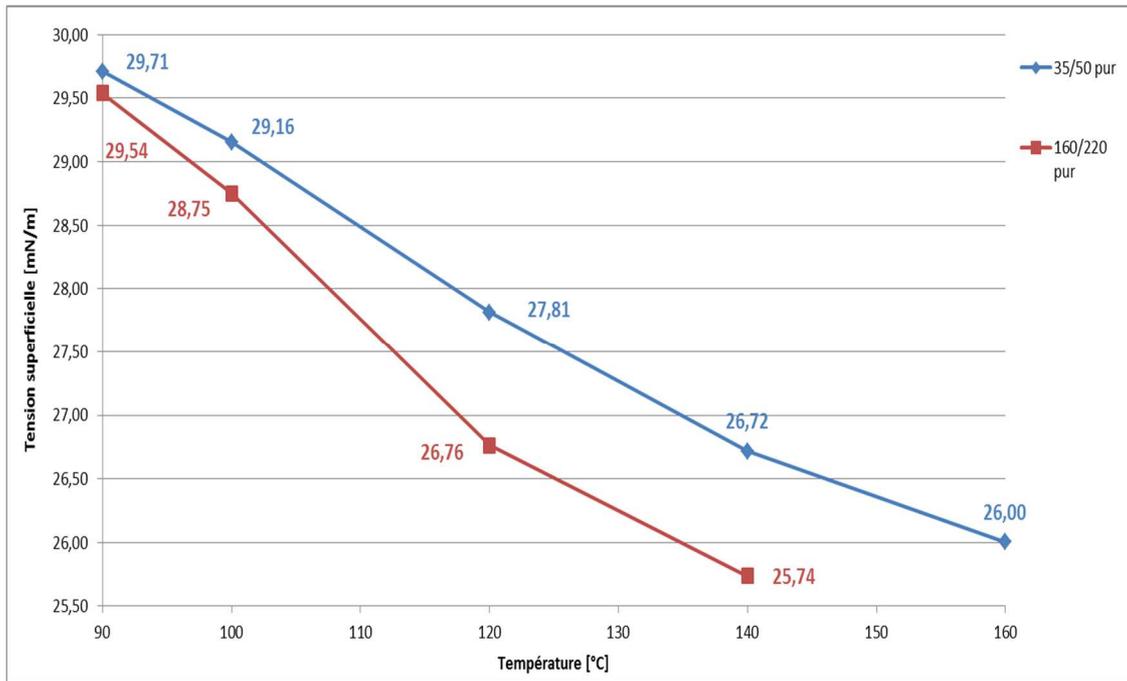


Figure 23 : Comparaison des tensions superficielles mesurées pour les bitumes purs 35/50 et 160/220

Dans le Tableau 5 ci-dessous, sont résumés les pourcentages de diminution de la tension superficielle des deux bitumes en fonction de la température :

Tableau 5 : Pourcentages de diminution des tensions superficielles des deux bitumes

Diminution de la tension superficielle [%]		
Température	Bitume 35/50	Bitume 160/220
de 90 à 100°C	1,88	2,68
de 100 à 120°C	4,60	6,91
de 120 à 140°C	3,94	3,83
de 140 à 160°C	2,67	-

La tension superficielle du bitume 160/220 diminue plus rapidement que celle du bitume 35/50 lorsque la température augmente : lors du passage de 90 à 160°C, la tension superficielle du bitume 35/50 diminue de 12,5% et lors du passage de 90 à 140°C, celle du bitume 160/220 diminue de 12,8%. En termes de tension superficielle, le 160/220 semble plus susceptible aux variations de température que le 35/50.

Nous n'avons pas effectué ses mesures de tensions superficielles sur le bitume 35/50 additivé à 0,3%. Par contre, dans son travail de thèse [Somé, 2012], Somé a effectué des mesures de tensions superficielles sur un bitume pur 35/50, puis sur ce même bitume additivé à 0,5% à l'aide de trois additifs tensio-actifs. Les résultats sont donnés dans la Figure 24 ; ils confirment tout d'abord nos résultats (diminution de la tension superficielle en fonction de la température avec des valeurs du même ordre de grandeur que les nôtres) et montrent une légère diminution de cette tension superficielle lorsque l'on ajoute les additifs tensio-actifs, mais cette diminution reste faible pour toutes les températures testées.

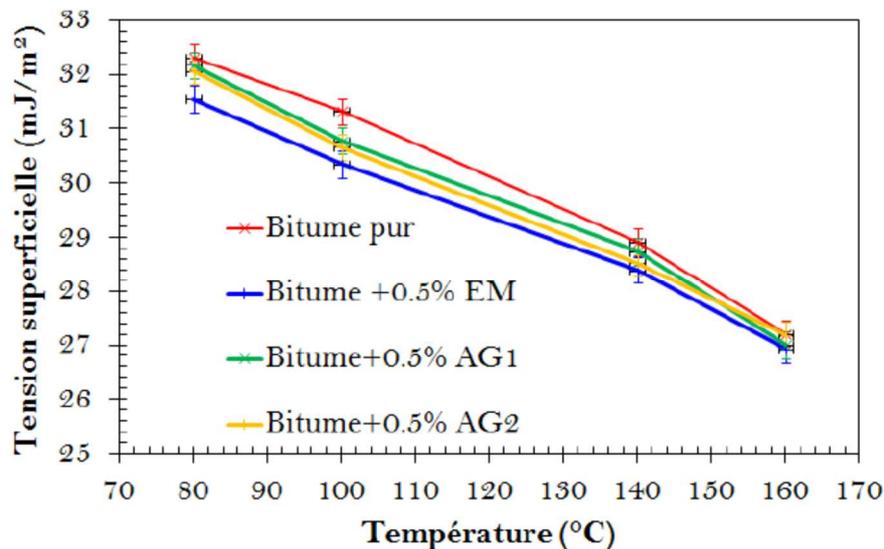


Figure 24 : Résultats de mesures de tensions superficielles sur des bitumes pur et additivés [Somé, 2012]

## 3.2. Mesures des angles de contact entre les différents matériaux et la roche Noubleau

### 3.2.1. Mode opératoire

L'intérêt de faire des dépôts de nos liants sur des échantillons de nos matériaux granulaires et de mesurer les angles de contact est d'étudier à différentes températures leurs propriétés de mouillabilité. Nous n'avons réalisé les dépôts que sur des petits échantillons de roche Noubleau, au préalable découpés dans un gros bloc à l'aide d'une scie, de la même

nature et veine que les granulats utilisés par la suite.

Pour mesurer les angles de contact entre les fluides de l'étude (huiles silicones et liants bitumineux) et la roche Noubleau, on utilise le tensiomètre à goutte pour déposer des gouttes de fluides sur des morceaux sciés de roche Noubleau mis à la température voulue.

En ce qui concerne les huiles silicones, celles-ci sont déposées à l'aide du dispositif simple composé d'une seringue placée sous la cellule de dosage. Les morceaux de roche sont placés dans la chambre en température à 25°C.

Pour les liants bitumineux, c'est le dispositif avec l'aiguille en laiton adapté aux températures élevées qui est utilisé permettant de travailler à hautes températures. Les essais sur les liants ont été réalisés à différentes températures : 90, 110, 130 et 160°C pour le 35/50, et 90, 110, 130 et 140°C pour le 160/220. Dans chaque cas, un morceau de roche est placé dans la chambre en température, à la température de l'essai.

Une fois la goutte déposée sur la roche Noubleau, la camera du tensiomètre prend une photo et le logiciel d'analyse extrait le profil de la goutte pour calculer les angles de contact à gauche et à droite. C'est la moyenne des deux qui est exploitée.

### ***3.2.2. Résultats des mesures effectuées***

Les résultats de mesure d'angle de contact pour les huiles de silicone et les liants bitumineux déposés sur des morceaux de roche Noubleau à différentes températures sont résumés dans le Tableau 6. Les moyennes présentées ont été calculées à partir d'une dizaine de mesures pour chacun des matériaux, effectuées une vingtaine de minutes après le dépôt des gouttes sur les échantillons de roche, à l'exception de la valeur donnée pour l'huile de silicone v60000 qui ne représente qu'une seule mesure effectuée.

Tableau 6 : Synthèse des différents angles de contact mesurés sur roche Noubleau

<b>Goutte déposée sur la roche Noubleau</b>			
<b>Angle de contact [°] mesuré après 20 min de stabilisation</b>			
<b>Température</b>	<b>Fluide étudié</b>	<b>Moyenne</b>	<b>Ecart-type</b>
25°C	huile silicone v300	2,9	0,25
25°C	huile silicone v60000	27,1	-
90°C	bitume pur 35/50	31,9	6,09
110°C	bitume pur 35/50	20,3	2,45
130°C	bitume pur 35/50	5,2	1,20
160°C	bitume pur 35/50	3,0	0,41
90°C	bitume pur 160/220	6,4	0,34
110°C	bitume pur 160/220	5,3	0,42
130°C	bitume pur 160/220	4,5	1,91
140°C	bitume pur 160/220	3,9	1,63

Toutes les mesures d'angle de contact présentées dans le Tableau 6 ont été réalisées après un temps de stabilisation d'environ une vingtaine de minutes, temps que nous avons jugé suffisant pour atteindre l'équilibre des différentes gouttes sur la roche Noubleau (plus d'évolution de la mesure). Or pour l'huile de silicone très visqueuse, la v60000, ce temps de stabilisation n'est pas suffisant puisque l'angle de contact lors du dépôt sur la Noubleau continue d'évoluer pendant plusieurs heures, comme le montre la Figure 25, pour finalement atteindre un angle de contact proche de celui de l'huile de silicone très peu visqueuse, l'huile v300. Ce comportement ne se retrouve pas sur les mesures d'angles de contact effectuées sur le bitume 35/50 à 90°C, malgré une viscosité similaire à celle de l'huile v60000 ; en effet, même après un temps très long, l'angle de contact du bitume 35/50 à 90°C sur la roche Noubleau n'atteindra pas une valeur similaire à celui de ce même bitume à 160°C. Ces différences de comportement pourraient être dues à la différence de composition entre les huiles de silicone et les bitumes qui conduit à un étalement différent au cours du temps sur la roche.

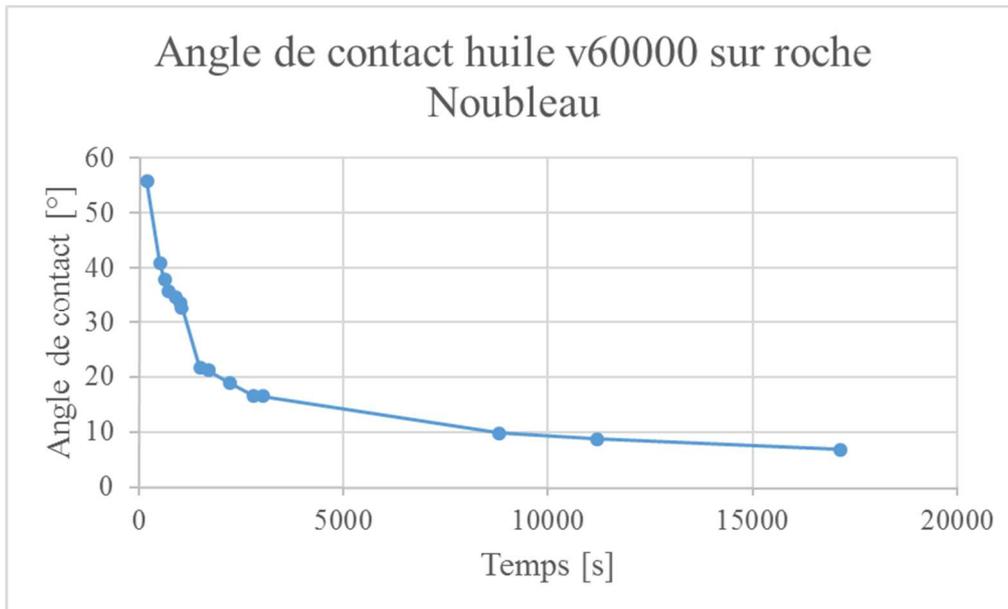


Figure 25 : Evolution de l'angle de contact d'une goutte d'huile de silicone v60000 déposée sur un échantillon de roche Noubleau

Pourtant, on peut remarquer que l'angle de contact de l'huile v300 à 25°C sur la roche Noubleau est quasiment égal à celui du bitume pur 35/50 à 160°C. Les différences observées entre l'huile de silicone v60000 et le bitume 35/50 à 90°C n'existent peut-être plus entre l'huile v300 et le bitume 35/50 à 160°C parce que les niveaux de viscosités sont beaucoup plus faibles et donc l'huile v300 a un temps de stabilisation faible par rapport à la v60000.

De plus, pour les liants bitumineux, l'angle de contact varie avec la température : en effet, il diminue lorsque la température augmente, sachant que plus l'angle de contact est faible et plus le matériau a une bonne mouillabilité par rapport au substrat. Dans la Figure 26, sont résumées les évolutions des angles de contact des bitumes purs 35/50 et 160/220 sur la roche Noubleau en fonction de la température.

Il est possible de noter que l'angle de contact du bitume 160/220 à 90°C semble très faible par rapport à celui du bitume 35/50 à 110°C. On peut également remarquer que les écart-types pour les mesures effectuées sur le bitume 160/220 à 130 et 140°C sont très élevés par rapport à la valeur moyenne mesurée ; le bitume semble trop fluide à ces températures pour que l'on puisse effectuer une mesure suffisamment répétable.

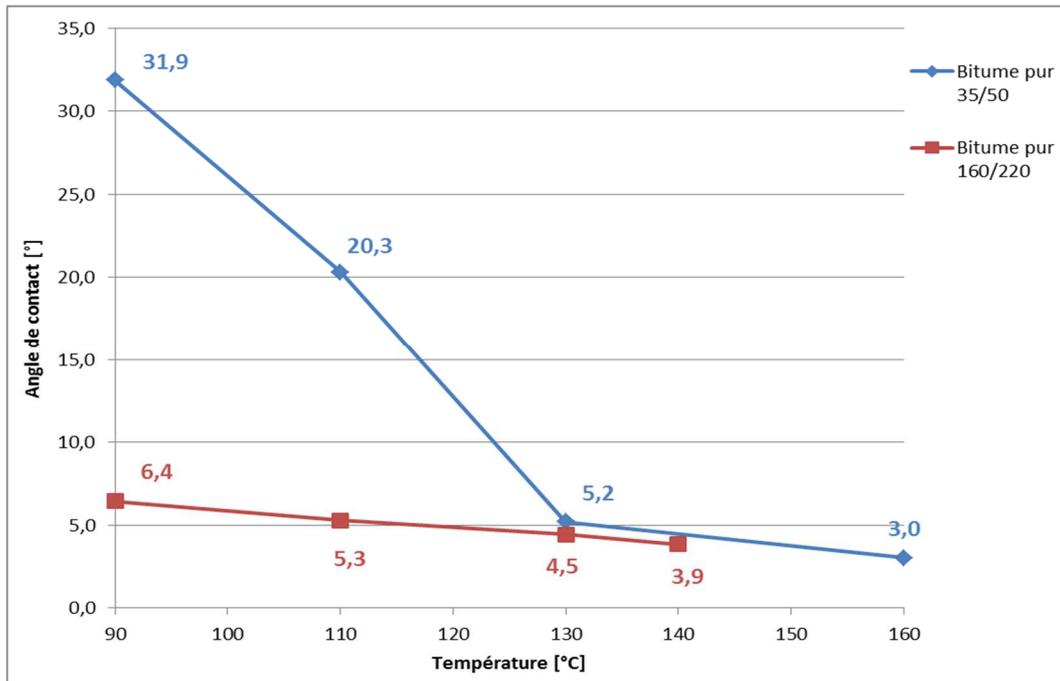


Figure 26 : Evolution des angles de contact des liants bitumineux avec la température

Si l'on compare les résultats de la Figure 26, on peut remarquer que les évolutions des angles de contact en fonction de la température sont très différentes pour les deux bitumes. En effet, on peut observer une augmentation très importante de l'angle de contact qui traduit une plus forte mouillabilité pour le bitume 35/50 entre 110 et 130°C, ce que l'on n'observe à aucun moment pour le bitume 160/220.

#### 4. Formulation et fabrication des mastics et enrobés de l'étude

La formulation d'enrobé de référence qui a été choisie pour ce travail de thèse est une formulation de BBSG 0/10, Béton Bitumineux Semi Grenu, enrobé bitumineux le plus courant en France dans les structures de chaussée et utilisé en couche de surface (liaison et/ou roulement) dans une épaisseur de 5 à 9 cm avec une granulométrie continue. C'est un matériau de référence classique dans de nombreuses études. Le module de richesse K a été fixé à 3,5. La formule retenue avec les matériaux Noubleau a fait l'objet d'autres travaux de recherche et donc a été validée au niveau de sa formulation. Cette formulation d'enrobé de référence sera par la suite fabriquée avec des matériaux granulaires de nature différente (notamment en termes de masse volumique et surface spécifique), entraînant ainsi pour un même module de richesse K des teneurs en liant différentes. La Figure 27 est la courbe

granulométrique de référence de notre formulation de BBSG 0/10. Tous nos enrobés seront formulés de manière à se rapprocher au maximum de cette courbe granulométrique et sont explicités au 4.2.

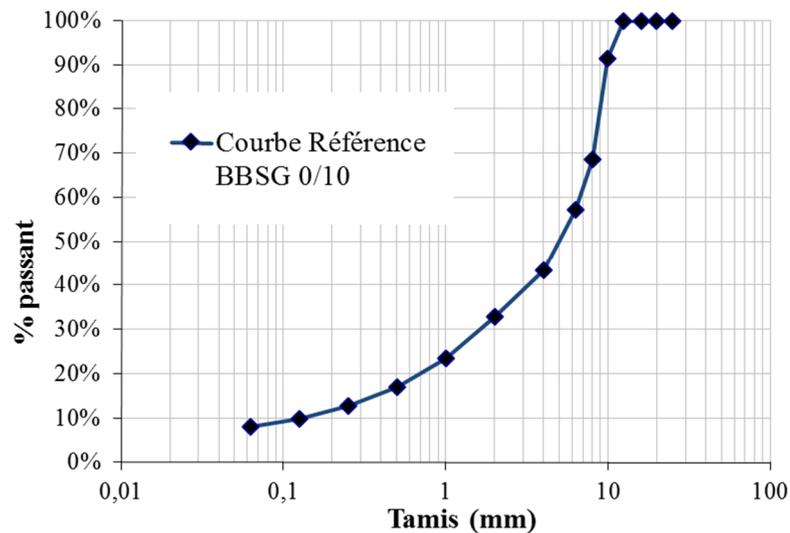


Figure 27 : Courbe granulométrique de référence pour le BBSG 0/10

Les mastics (mélange du liant bitumineux et des fines) que nous allons formuler dans le 4.1, puis étudiés au chapitre III ont été choisis d'une part pour représenter le mastic qui est contenu dans l'enrobé et qui entoure les granulats, et d'autre part pour étudier l'influence du taux de fines qu'ils contiennent.

## 4.1. Formulation des mastics

### 4.1.1. Description

Deux types de mastics ont été fabriqués, puis étudiés : des mastics bitumineux « réels » composés de fines et de liants bitumineux, ainsi que des mastics « modèles » composés de fines et d'huiles de silicone. Les proportions de chacun des composants d'un mastic ont été calculées à partir de la courbe granulométrique de l'enrobé de référence et de sa teneur en liant, uniquement pour les matériaux de la carrière Noubleau. Pour les mastics modèles, la quantité de liant bitumineux a été remplacée par la même quantité d'huile de silicone.

Le module de richesse de 3,5 conduit pour le BBSG 0/10 avec des matériaux granulaires Noubleau à une teneur en liant de 5,45 ppc. Le mastic est constitué des fines de granularité  $< 63 \mu\text{m}$  et du liant. Ces fines sont les fines apportées par le sable 0/2 Noubleau et par le filler d'apport calcaire Piketty de la formulation. A partir de la courbe granulométrique de cet enrobé et du pourcentage de passant à  $63 \mu\text{m}$ , nous avons déduit la formulation du mastic donnée dans le Tableau 7, composé d'environ 40% massique de liant (65% volumique) et 60% massique de fines Noubleau et calcaire d'apport (35% volumique). Les pourcentages massiques seront utilisés pour la fabrication expérimentale qui se fait par pesées. Les pourcentages volumiques seront utilisés pour l'analyse des résultats des essais rhéologiques (cf Chapitre III) parce que c'est ce qui est utilisé en rhéologie des suspensions. Ce mastic sera appelé  $M_{35\%v}$  dans la suite.

Tableau 7 : Formulation du mastic  $M_{35\%v}$

	Liant	Filler Noubleau	Filler calcaire
% massique dans le mastic	<b>40,6</b>	<b>44,5</b>	<b>14,9</b>
% volumique dans le mastic	<b>65</b>	<b>35</b>	

Il a été choisi de fabriquer un deuxième mastic, enrichi en fines, d'une part pour étudier l'influence du taux de fines et d'autre part pour étudier un potentiel effet de l'additif tensio-actif choisi comme procédé tiède. La formulation de ce deuxième mastic, appelé  $M_{46\%v}$ , est donnée dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Formulation du mastic  $M_{46\%v}$

	Liant	Filler Noubleau	Filler calcaire
% massique dans le mastic	<b>30,0</b>	<b>59,0</b>	<b>11,0</b>
% volumique dans le mastic	<b>54</b>	<b>46</b>	

Une troisième formulation de mastic a été fabriquée et étudiée, mais uniquement pour une fabrication avec de l'huile de silicone : un mastic cette fois-ci contenant moins de fines, appelé M<sub>14%v</sub>. Sa formulation est donnée dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Formulation du mastic M<sub>14%v</sub>

	Liant	Filler Noubleau	Filler calcaire
% massique dans le mastic	<b>70,0</b>	<b>2,85</b>	<b>27,15</b>
% volumique dans le mastic	<b>86</b>	<b>14</b>	

Ces différentes formulations de mastics ont été fabriquées avec les liants de l'étude, à savoir les bitumes purs 35/50 et 160/220, le bitume additivé 35/50 + 0,3% d'additif, les huiles de silicone v300 et v60000. Les fabrications sont faites en petites quantités, à l'aide d'un malaxage manuel, sur plaque chauffante pour les mastics aux liants bitumineux dits mastics réels (aux températures de préchauffage des bitumes utilisés dans la fabrication des enrobés, à savoir 160°C pour le 35/50 pur et additivé, 140°C pour le 160/220), à température ambiante pour les mastics aux huiles de silicone dits mastics modèles. Pour les mastics réels, les fines sont séchées et chauffées toute la nuit à la température de fabrication (variable selon les cas), puis sorties de l'étuve au moment de la fabrication. Pour les mastics modèles, les fines sont séchées à l'étuve, puis laissées refroidir pour une fabrication à température ambiante.

Les mastics réels sont fabriqués à l'avance, conditionnés sous forme de pastilles (Figure 28) pour la rhéologie (cf Chapitre III) puis conservés au frais dans un réfrigérateur (5-6°C). Ce sont des produits durcis à température ambiante pour lesquels nous ne supposons aucune décantation aux températures de conservation. Les mastics modèles ne pouvant être figés au frais et donc conservés (phénomène de décantation), ils sont fabriqués juste avant les essais.



Figure 28 : Echantillons de mastics bitumineux pour les mesures de viscosité

#### 4.1.2. Caractérisation

Les différents mastics réels ont été testés avec les essais classiques de caractérisation des liants bitumineux, à savoir les essais de pénétrabilité à 25°C et de température de ramollissement Bille et Anneau. Les résultats sont donnés dans les Tableaux 10 et 11.

Tableau 10 : Mesures de pénétrabilité à 25°C sur les liants et les mastics bitumineux de l'étude

	Pénétrabilité à 25°C [1/10mm]	
	Liant	M <sub>35%v</sub>
35/50 pur	37	21
35/50 + 0,3% A	36	20
160/220 pur	188	64

Nota : la répétabilité est de 2 1/10mm si la pénétrabilité est inférieure à 49 et de 4% si la pénétrabilité est supérieure à 50 (NF EN 1426).

Tableau 11 : Mesures de TBA sur les liants et les mastics bitumineux de l'étude

	TBA [°C]		
	Liant	M <sub>35%v</sub>	M <sub>46%v</sub>
35/50 pur	55,4	70,8	108,6
35/50 + 0,3% A	55,0	70,6	106,4
160/220 pur	40,8	55,2	84,0

Nota : la répétabilité est de 1°C si la TBA dans l'eau est inférieure à 80°C et de 1,5°C si la TBA dans le glycérol est supérieure à 80°C (NF EN 1427).

Des mesures de pénétrabilité à 25°C sur les mastics M<sub>46%v</sub> sont impossibles compte tenu de la teneur en fines. On peut noter que les valeurs de pénétrabilité à 25°C diminuent et que les valeurs de TBA augmentent lorsque le taux de fines ajoutées au liant bitumineux augmente. Ceci atteste du pouvoir rigidifiant des fines dans les liants. Il est également important de noter que l'ajout d'additif en proportion de 0,3% massique (prescription du producteur) ne modifie pas, à la précision des essais près, les caractéristiques des matériaux, que ce soit dans le cas du liant ou bien dans le cas des mastics ; seul le M<sub>46%v</sub> voit sa température de ramollissement Bille Anneau diminuer très légèrement avec l'ajout de l'additif au 35/50.

## 4.2. Formulation des enrobés

A partir de la formulation d'enrobé BBSG 0/10 de référence décrite précédemment, nous avons fabriqué différents enrobés à l'aide des différents liants et matériaux granulaires de l'étude. Pour chaque enrobé, nous avons essayé de caler la courbe granulométrique au maximum de la courbe granulométrique de référence (Figure 27).

En conservant constant le module de richesse K=3,5, nous avons obtenu les enrobés dont les formules sont données dans les trois Tableaux 12, 13 et 14.

Tableau 12 : Formule BBSG 0/10 Noubleau (N) avec 5,45 ppc de liant

6/10 NOUBLEAU	2/6 NOUBLEAU	0/2 NOUBLEAU	Filler Calcaire	Liant
<b>50,0%</b>	<b>16,0%</b>	<b>32,0%</b>	<b>2,0%</b>	<b>5,45 ppc</b>

Tableau 13 : Formule BBSG 0/10 Voutré (V) avec 5,84 ppc de liant

6/10 VOUTRE	2/6 VOUTRE	0/2 VOUTRE	Filler Calcaire	Liant
<b>46,5%</b>	<b>21,0%</b>	<b>30,0%</b>	<b>2,5%</b>	<b>5,84 ppc</b>

Tableau 14 : Formule BBSG 0/10 Noubleau et sables roulés (N+SR) avec 5,31 ppc de liant

6/10 NOUBLEAU	2/6 NOUBLEAU	0/2 NOUBLEAU	0/4 SABLES ROULES	Filler Calcaire	Liant
<b>44,0%</b>	<b>24,0%</b>	<b>16,0%</b>	<b>13,0%</b>	<b>3,0%</b>	<b>5,31 ppc</b>

Pour pouvoir comparer les enrobés Noubleau et Voutré, nous avons également fabriqué une formule de BBSG 0/10 Voutré en conservant la même teneur en liant que le BBSG 0/10 Noubleau, à savoir 5,45 ppc. Cette formule est donnée dans le Tableau 15.

Tableau 15 : Formule BBSG 0/10 Voutré (V) avec 5,45 ppc de liant

6/10 VOUTRE	2/6 VOUTRE	0/2 VOUTRE	Filler Calcaire	Liant
<b>46,5%</b>	<b>21,0%</b>	<b>30,0%</b>	<b>2,5%</b>	<b>5,45 ppc</b>

Ces quatre formules d'enrobé ont été testées dans le chapitre IV avec les différents liants de l'étude, à savoir les bitumes purs 35/50 et 160/220, le bitume additivé 35/50 + 0,3%

A et les huiles de silicone v300 et v60000.

Le mode opératoire utilisé pour toutes les fabrications est unique : elles sont faites en quantité égale à une vingtaine de kilo d'enrobé, à l'aide d'un malaxeur mécanique BBMAX 25 (MLPC), à la température fixée, à savoir 90, 110, 130 ou 160°C pour les enrobés aux liants bitumineux dits enrobés réels, et température ambiante pour les enrobés aux huiles de silicone dits enrobés modèles. Pour les enrobés réels, les granulats sont chauffés toute la nuit à la température de fabrication et le bitume pendant deux heures à 160°C (pour le 35/50) ou 140°C (pour le 160/220), puis sortis de l'étuve au moment de la fabrication. Pour les enrobés modèles, les granulats sont séchés à l'étuve, puis laissés refroidir pour une fabrication à température ambiante. Une fois fabriqués, les enrobés réels sont conditionnés en échantillons de masse fixée dans des bacs métalliques puis placés à l'étuve pendant deux heures à la température de fabrication ; chaque échantillon est ensuite sorti pour faire les essais de maniabilité (cf Chapitre IV). Les enrobés modèles sont fabriqués juste avant de pratiquer les essais.

## **5. Conclusions**

Tous les matériaux, de base et formulés, qui seront utilisés pour effectuer le travail expérimental de cette thèse ont été décrits dans ce chapitre II. Les matériaux de base ont été caractérisés de manière classique pour vérifier leur conformité par rapport aux prescriptions des distributeurs.

En ce qui concerne les différents liants utilisés dans la thèse (liant bitumineux et liant modèles), ils ont également été évalués par des mesures de tensiométrie pour comparer leurs comportements. Il a alors été possible de constater que si les huiles de silicone et le bitume 35/50 ont des viscosités similaires à des températures données, les propriétés de tension de surface et d'angle de contact lors du dépôt sur de la roche Noubleau ne sont pas complètement similaires, en raison certainement des différences de composition qui existent entre les huiles de silicone et les bitumes.

Toutes les formulations et fabrications d'enrobés ont été faites de manière à travailler sur des matériaux les plus représentatifs possibles de ceux retrouvés sur chantier, en veillant à ne faire varier qu'un minimum de paramètres à la fois. De plus, les mastics ont été formulés pour être représentatifs du mastic présent dans l'enrobé, autour des granulats.

# Chapitre III : Etude du comportement rhéologique des liants et mastics bitumineux

## 1. Introduction

Les liants bitumineux sont des matériaux qui présentent des propriétés très complexes, tant au niveau de leur composition chimique qu'au niveau de leur réponse aux sollicitations mécaniques sur toute la gamme de température d'usage, allant des températures de mise en œuvre (en général « hautes températures ») où ils se comportent plutôt comme des liquides plus ou moins visqueux, aux températures de service où ils se comportent comme des matériaux viscoélastiques (cf Chapitre I). L'abaissement de température conduit à des variations importantes de leur viscosité ; en effet, il est possible de chiffrer une augmentation de 0,3 Pa.s à 160°C à environ 8 Pa.s à 100°C [Shell, 1991], soit un facteur 20 à 30 pour une variation de température de 60°C. Cette thermo-susceptibilité permet ainsi d'assurer l'enrobage du squelette granulaire lors de la fabrication de l'enrobé (températures classiquement entre 130 et 170°C selon le grade du liant), puis d'assurer la stabilité de celui-ci dans la chaussée malgré les sollicitations mécaniques, thermiques et climatiques (températures de service, de -20 à 60°C selon les régions et les saisons). Malgré sa faible concentration dans l'enrobé (souvent inférieure à 6% massique), ce sont en grande partie ses caractéristiques qui déterminent les variations de rigidité du mélange, induites par les sollicitations mécaniques et thermiques dans la route [Di Benedetto et Corté, 2005a].

De la même manière, il est logique de faire l'hypothèse que, lors de la mise en œuvre de l'enrobé sur le chantier, ses propriétés thermomécaniques et rhéologiques, y compris de maniabilité, sont en partie régies par celles du liant qui enrobe les granulats et les lie entre eux. Dans le développement des enrobés tièdes, certains procédés « jouent » justement sur la modification de la viscosité du liant à plus basse température (cf Chapitre I). La connaissance de l'évolution de la viscosité du liant bitumineux en fonction de la température doit donc permettre d'appréhender en partie la maniabilité de l'enrobé bitumineux.

Cependant, la composition du squelette granulaire d'un enrobé (particules de tailles variant de 0 à D mm) conduit à considérer que le matériau qui agglomère l'ossature granulaire d'un enrobé est en réalité un mélange constitué de bitume et d'éléments minéraux de petites

tailles (filler ou fines, inférieures à 63  $\mu\text{m}$ ), appelé mastic bitumineux. Lors de la fabrication à chaud de l'enrobé, le liant bitumineux va systématiquement se mélanger avec les parties les plus fines du squelette granulaire. Ce mastic est en fait le réel liant entre les grains granulaires. On peut alors s'interroger sur le rôle de ces fines sur la viscosité du mastic (simples charges viscosifiantes ?). Par ailleurs dans le développement des enrobés tièdes, certains procédés mettent en avant les effets d'additifs tensio-actifs sur les interfaces liant-granulat (cf Chapitre I). Là encore la connaissance de l'évolution de la viscosité du mastic en fonction de la température doit permettre d'appréhender les propriétés de maniabilité des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre.

Les liants, et a fortiori les mastics bitumineux, sont des matériaux susceptibles aux variations de température, nécessitant lors du travail expérimental d'une part un réchauffage régulier des échantillons pour les manipuler (en évitant d'induire une évolution), et d'autre part une maîtrise de la régulation des températures. L'utilisation d'un matériau modèle permet de s'affranchir de ces problèmes d'évolution éventuelle du mastic et de régulation délicate de la température en remplaçant le liant bitumineux par une huile de silicone ayant, à 25°C, la même viscosité que le bitume à 160 ou 80°C (cf Chapitre II).

Dans une première partie, nous décrirons et justifierons les protocoles de mesures mis en place pour effectuer les mesures de viscosité sur liant et sur mastic. Ensuite, nous décrirons et analyserons les résultats obtenus à l'échelle des liants (modèles et réels), puis à l'échelle des mastics (modèles et réels).

## **2. Mise en place des protocoles d'essai**

Ce travail expérimental est mené sur liants et mastics bitumineux pour évaluer l'effet de l'ajout de fines et d'additif sur la viscosité du matériau à différentes températures. Cependant, il n'existe pas de protocole d'essai défini et connu pour déterminer la viscosité des mastics bitumineux aux températures élevées. Il était indispensable de définir initialement une procédure adaptable pour chacun des matériaux étudiés, afin d'obtenir des résultats répétables, cohérents et comparables. Le viscosimètre disponible au laboratoire IRC de l'ESTP est un rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) de type CVOR Bohlin (Figure 29), pouvant travailler à contrainte, déformation ou taux de cisaillement imposé, et sur lequel plusieurs géométries d'essai (Figure 30) sont adaptables (cône-plan, plans parallèles, cylindres coaxiaux et cylindre-ailette). Les limites du rhéomètre utilisées sont liées à ses

caractéristiques techniques en termes de couple (de 0,1  $\mu\text{N.m}$  à 200 mN.m) et de vitesse imposée (de 0,1 milli rad/sec à 600 rad/sec). Pour permettre une bonne comparaison de tous les essais tant sur huiles que sur liants bitumineux ou mastics, ils ont été réalisés sur ce même rhéomètre par le même opérateur.



Figure 29 : Rhéomètre CVOR Bohlin de l'ESTP-IRC, avec système de régulation de température

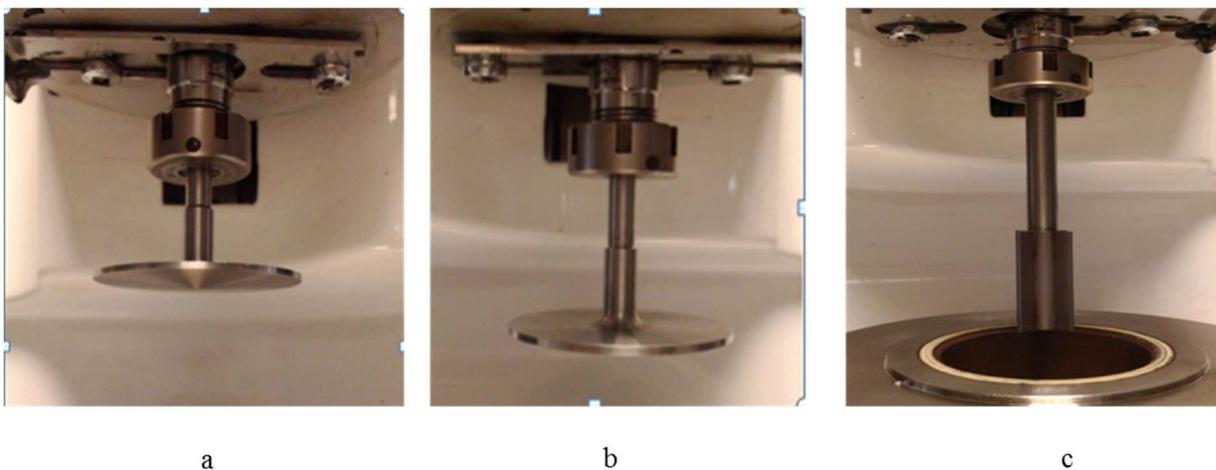


Figure 30 : Différentes géométries disponibles : a) cône/plan  $4^\circ/40\text{mm}$ , b) plan/plan 25mm, c) cylindre/ailette V14

Le principe de la mesure est simple : on détermine la résistance de l'échantillon entre un rotor et un stator. Chaque système de mesure a des facteurs géométriques  $C_1$  et  $C_2$  bien définis qui peuvent être reliés aux grandeurs rhéologiques. La viscosité des matériaux testés se calcule à partir de la mesure d'un couple (si on travaille à taux de cisaillement imposé) ou bien de la mesure d'une vitesse angulaire (si on travaille à contrainte imposée), en utilisant l'équation suivante :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{C_1 \times T}{C_2 \times \Omega}$$

où  $\tau$  est la contrainte [Pa]

$\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement [ $s^{-1}$ ]

T est le couple [N.m]

$\Omega$  est la vitesse angulaire [tour/min]

$C_1$  et  $C_2$  sont des facteurs géométriques qui dépendent de la géométrie de mesure (cône/plan, plan/plan, ...).

Selon les géométries,  $C_1$  et  $C_2$  peuvent être calculées précisément, ou avec approximation, ou encore déterminées expérimentalement [Ovarlez, 2011] :

- Pour les géométries cône/plan ayant un angle  $\theta$  suffisamment faible ( $< 4^\circ$ ) et un rayon R, ces deux constantes géométriques sont données par :

$$C_1 = \frac{3}{2\pi R^3} \text{ et } C_2 = \frac{1}{\theta}$$

- Pour les géométries plan/plan de diamètre R, ces constantes sont données par les approximations suivantes (h étant l'entrefer) :

$$C_1 = \frac{3}{2\pi R^3} \text{ et } C_2 = \frac{3R}{4h}$$

- Pour les géométries cylindres coaxiaux de hauteur H, rayon intérieur  $R_{int}$  et rayon extérieur  $R_{ext}$  ces constantes sont :

$$C_1 = \frac{1}{2\pi H R_{moyen}^2} \text{ et } C_2 = \frac{R_{ext}^2 \times R_{int}^2}{R_{moyen}^3 (R_{ext} - R_{int})}$$

- Pour les géométries cylindre/ailettes, les deux constantes géométriques sont

déterminées par calibrage à partir d'un liquide newtonien de référence, de viscosité connue.

Il est à noter que pour garantir un bon calibrage de notre rhéomètre, la viscosité d'une huile étalon a été mesurée pour toutes les géométries utilisées dans ces travaux.

Pour mettre au point le protocole d'essai, plusieurs paramètres variables doivent être définis, à savoir :

- La géométrie utilisée ;
- L'entrefer (si nécessaire) ;
- Le type de sollicitation ;
- Les températures d'essai et le temps de stabilisation de la température avant l'essai ;
- Le protocole de mise en place de l'échantillon.

Nous pouvons rappeler qu'il existe des normes d'essai pour la détermination de la viscosité des bitumes purs ou modifiés à l'aide de systèmes de mesure cône/plan ou cylindres coaxiaux [NF EN 13702 et NF EN 13302]. Cependant, il n'existe aucune norme sur liant bitumineux utilisant d'autres géométries possibles comme la géométrie plan/plan ou la géométrie à ailettes.

Dans un premier temps, la caractérisation du bitume pur a été effectuée avec une méthode normée, et ainsi des mesures de viscosité sur les liants ont été réalisées à l'aide d'une géométrie cône-plan (dans les paragraphes 3.1.2 et 3.2.2). Cette géométrie a cependant été écartée pour l'étude comparative entre liant et mastic car peu adaptée aux mesures effectuées sur des suspensions contenant des particules, comme les mastics bitumineux ou huileux ; en effet le cône ne permet pas aux particules de rester réparties de manière homogène dans la suspension.

En ce qui concerne la géométrie cylindre/ailettes, elle avait été envisagée pour une étude comparative plus large entre le liant, le mastic et le mortier (mélange de liant, fines et sable) mais rapidement il est apparu qu'il était difficile d'obtenir des mesures répétables et interprétables. Il est à noter que des études faites sur des pâtes cimentaires ont conduit à ces mêmes difficultés. Dans son mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches [Ovarlez, HDR, 2011], Ovarlez a ainsi montré qu'il était difficile de convertir les données mesurées (couple T en fonction de la vitesse angulaire  $\Omega$ ) en caractéristiques rhéologiques (contraintes et taux de cisaillement) car le cisaillement est fortement hétérogène.

La géométrie cylindres coaxiaux pouvait être envisagée mais nécessitait des échantillons plus grands et impliquait des temps longs pour stabiliser les mélanges en températures (plage de température allant de 80 à 160°C) ce qui était incompatible avec notre plan de travail ; nous avons donc choisi de travailler sur une géométrie plan/plan de 25 mm de diamètre.

Les entrefers ont été fixés en fonction du type de matériaux pour obtenir des mesures répétibles : un entrefer de 1 mm pour les échantillons de liant, de mastic  $M_{14\%v}$  et  $M_{35\%v}$ , et un entrefer de 1,5 mm pour ceux de mastic  $M_{46\%v}$ .

L'expérience antérieure des essais réalisés à l'IRC-ESTP, ainsi que les publications trouvées dans la littérature nous ont poussés à effectuer tous les essais en imposant le taux de cisaillement :

- Une première série d'essais en rampe de taux de cisaillement pour définir le comportement des matériaux en fonction de ce taux de cisaillement aux différentes températures d'essai, et notamment conclure quant au caractère newtonien ou non des liants et des mastics étudiés ;
- Une seconde série d'essais à taux de cisaillement constant pour obtenir une valeur de viscosité moyenne pour chaque température d'essai.

## **2.1. Essais en rampe de taux de cisaillement**

Les échantillons de matériaux bitumineux, fabriqués au préalable (cf Chapitre II) et conditionnés sous forme de pastilles conservées au frais dans un réfrigérateur (températures d'environ 5-6°C) (Figure 31), sont mis en place sur le rhéomètre dont les plateaux sont préalablement chauffés à une température proche de la température de ramollissement Bille-Anneau (Tableau 16). Il est à noter que des vérifications ont été faites sur nos échantillons bitumineux à l'aide d'un microscope : la présence de bulles d'air dans nos pastilles n'a pas été détectée ; nous avons donc considéré qu'il n'y en avait pas.



Figure 31 : Echantillons pour mesures de viscosité

Tableau 16 : Températures de ramollissement des différents matériaux de l'étude

Echantillon	35/50	35/50 + 0,3% A	160/220	M <sub>35%v</sub> 35/50	M <sub>46%v</sub> 35/50	M <sub>35%v</sub> 160/220	M <sub>46%v</sub> 160/220
TBA (°C)	55,2	55,0	40,8	70,8	108,6	55,2	84,0

Une fois mis en place, ils sont chauffés pour atteindre les températures d'essais :

- Successivement 80, 110, 130, 140 et 160°C pour les bitumes et les M<sub>35%v</sub> ;
- Successivement 110, 130, 140 et 160°C pour les M<sub>46%v</sub>.

Les essais n'ont pas été menés sur les mastics M<sub>46%v</sub> à 80°C parce que les échantillons M<sub>46%v</sub> étaient trop rigides à cette température (température de ramollissement supérieure à 100°C).

En ce qui concerne les échantillons de matériaux de type « huileux », ils ont été fabriqués à température ambiante juste avant les essais. Ils présentent l'avantage de pouvoir être manipulés à température ambiante mais ils ne peuvent pas être conservés dans le temps car leur composition huile avec fines ne peut pas être figée à basse température (leur viscosité varie très peu avec la température) : on observe un phénomène de décantation au sein des mastics huileux. La température d'essai quant à elle est toujours réglée à 25°C.

Les rampes de cisaillement appliquées pour chaque échantillon et pour chaque température ont été adaptées en fonction de la rigidité de l'échantillon, sur une durée totale de

200 s, allant :

- De 0,1 à 10 s<sup>-1</sup> pour les échantillons de liant (bitumineux et huileux) ;
- De 0,01 à 10 s<sup>-1</sup> pour les échantillons de M<sub>14%v</sub> et M<sub>35%v</sub> (bitumineux et huileux) ;
- De 0,005 à 1 s<sup>-1</sup> pour les échantillons de M<sub>46%v</sub> (bitumineux et huileux).

Plus le matériau est rigide, plus le taux de cisaillement doit être faible pour ne pas déstructurer le matériau.

Chaque essai a été répété trois fois pour évaluer leur répétabilité.

Une première étude a été menée pour évaluer l'incidence ou non d'une rampe ascendante ou descendante de température, d'une part sur liant et d'autre part sur mastic. Les résultats obtenus sont détaillés dans le Tableau 17.

Tableau 17 : Comparaison des résultats obtenus en rampe ascendante et descendante de température, en plan/plan 25 mm

			Viscosité à 0,5 s <sup>-1</sup>				
			80°C	110°C	130°C	140°C	160°C
35/50	Température ascendante	Moyenne	96,26	6,69	1,86	1,09	0,44
		Ecart-type	1,24	0,05	0,05	0,04	0,05
	Température descendante	Moyenne	97,07	6,48	1,82	1,12	0,49
		Ecart-type	1,13	0,06	0,05	0,05	0,07
M <sub>35%v</sub> 35/50	Température ascendante	Moyenne	1099,67	88,46	26,08	15,04	5,90
		Ecart-type	20,34	0,90	0,39	1,06	0,79
	Température descendante	Moyenne	1054,78	86,73	27,19	15,57	5,35
		Ecart-type	21,56	0,81	0,44	1,25	0,72

Au vu des résultats présentés dans le Tableau 17, nous pouvons constater la non-influence d'une rampe ascendante ou descendante de température sur les mesures de viscosité sur liant et sur mastic.

Pour des raisons pratiques et pour les matériaux bitumineux, le même échantillon est testé successivement aux 4 ou 5 températures d'essai. Les essais ont été menés de la température la plus basse à la plus haute de façon à ne pas induire une sédimentation initiale des éléments minéraux trop importante (favorisée par les hautes températures).

## **2.2. Essais à taux de cisaillement constant**

La mise en place des échantillons, ainsi que les températures d'essai sont identiques en rampe de taux de cisaillement et à taux de cisaillement constant. Par contre, le mode de sollicitation diffère.

En effet, les mesures de viscosité ont été faites en appliquant un palier constant de taux de cisaillement, d'une durée de 60 s. Cette durée de mesure a été choisie comme un compromis entre un temps suffisamment long pour avoir une bonne mesure et un temps suffisamment court pour limiter l'évolution du matériau au cours de la mesure (phénomène de sédimentation). Plusieurs valeurs de taux de cisaillement ont été testées pour chacun des matériaux de l'étude. Cette procédure d'essai a permis de déterminer des valeurs moyennes de viscosité pour chaque formulation de matériau, à un taux de cisaillement donné et à chaque température d'essai.

Comme précédemment, le même échantillon est testé successivement aux 4 ou 5 températures d'essai préalablement citées. Pour chaque formulation, trois échantillons ont été testés pour évaluer la répétabilité des résultats.

Le Tableau 18 résume les conditions de mesure de la viscosité des matériaux étudiés, en rampe et à taux de cisaillement constant.

Tableau 18 : Conditions des mesures de viscosité dans des conditions de taux de cisaillement évolutifs (variables) ou constants

Type d'essai	Température mise en place échantillon	Protocole d'essai	Durée de stabilisation en température	Durée de la mesure à une température	Durée totale de l'essai
Rampe de taux de cisaillement	TBA (°C) du matériau testé	Un même échantillon pour toutes les températures, Température ascendante	15 min (900 s) pour chaque T°C	200 s	5500 s (environ 1h30)
Taux de cisaillement constant				60 s	4800 s (environ 1h20)

### 3. Essais à l'échelle du liant

#### 3.1. Résultats des essais de viscosité avec les huiles de silicone

##### 3.1.1. Comportement newtonien des huiles de silicone

Des essais en rampe de taux de cisaillement ont été réalisés sur les deux huiles silicones utilisées pour notre étude, pour vérifier leur comportement newtonien à 25°C et comparer leurs viscosités. On impose donc au système de mesure une rampe de taux de cisaillement qui va être appliquée à l'échantillon sous la forme d'une vitesse angulaire. Le couple qui en résulte est mesuré tout au long de l'essai, est transformé en contrainte, et les valeurs de viscosité sont calculées. Le résultat que nous analysons est l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement.

Ces deux huiles silicones de viscosités différentes sont référencées v300 et v60000 (cf Chapitre II). Dans la figure suivante (Figure 32), sont donnés les résultats moyens des essais réalisés en rampe sur les deux huiles silicones. Chaque huile a été testée 3 fois.

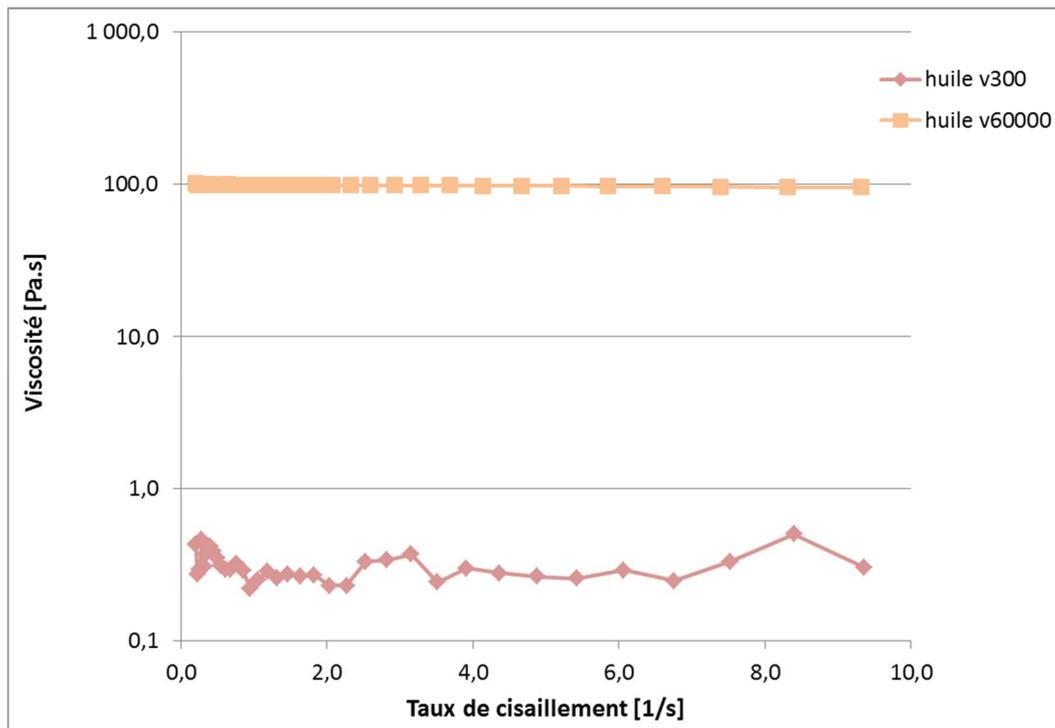


Figure 32 : Evolution de la viscosité des deux huiles silicones en fonction du taux de cisaillement et à 25°C, en plan/plan 25 mm

Le Tableau 19 présente les valeurs de viscosités moyennes et d'écart-types obtenus pour les mesures effectuées sur les deux huiles. Les moyennes et écart-types ont été calculés à partir des résultats obtenus sur toute la rampe de cisaillement pour les 3 essais réalisés par huile.

Tableau 19 : Viscosités moyennes et écart-types pour les essais en rampe de taux de cisaillement sur les huiles silicones, en plan/plan 25 mm

	Viscosité à 25°C [Pa.s]	
	Moyenne	Ecart-type
Huile v300	0,31	0,11
Huile v60000	98,53	1,32

L'évolution de la viscosité des huiles silicones en fonction du taux de cisaillement met

en évidence le comportement newtonien de ces matériaux à 25°C, sur la plage de taux de cisaillement choisie (de 0,1 à 10 s<sup>-1</sup>). L'écart-type des mesures effectuées sur l'huile silicone v60000 est faible par rapport à la moyenne des mesures ; celles-ci fluctuent peu. Par contre, en ce qui concerne l'huile v300, les fluctuations de mesures sont plus importantes. Ces fluctuations ne remettent pas en cause le caractère newtonien de l'huile car elles ne sont pas homogènes (croissantes ou décroissantes). On peut émettre l'hypothèse qu'une géométrie plan/plan de diamètre plus grand serait peut-être plus adaptée pour un matériau aussi fluide que l'huile silicone v300 (comme par exemple un plan/plan 40 mm). Des mesures avec différentes géométries ont été réalisées et sont présentées dans le paragraphe 3.1.2.

### ***3.1.2. Comparaison des mesures effectuées avec différentes géométries***

Des mesures de viscosité sur nos deux huiles silicones v300 et v60000 ont été réalisées avec plusieurs géométries (plan/plan 25 mm, plan/plan 40 mm et cône/plan 4°/40 mm). Les viscosités moyennes obtenues avec ses différentes géométries sont illustrées dans la Figure 33. Les différents systèmes géométriques donnent des valeurs de viscosité très proches pour les deux huiles silicones, compte-tenu des barres d'erreur. Ceci est cohérent avec le fait que la viscosité est une propriété intrinsèque du matériau. Les fluctuations observées sur l'huile v300 demeurent plus élevées que pour l'huile v60000, mais pour les mesures en plan/plan 40 mm (écart-type de 0,08 Pa.s) elles sont un peu moindres que celles observées pour les mesures en plan/plan 25 mm (écart-type de 0,11 Pa.s). On constate cependant des valeurs moyennes systématiquement légèrement plus élevées avec le plan/plan 25 mm qu'avec les autres géométries, pour les deux huiles.

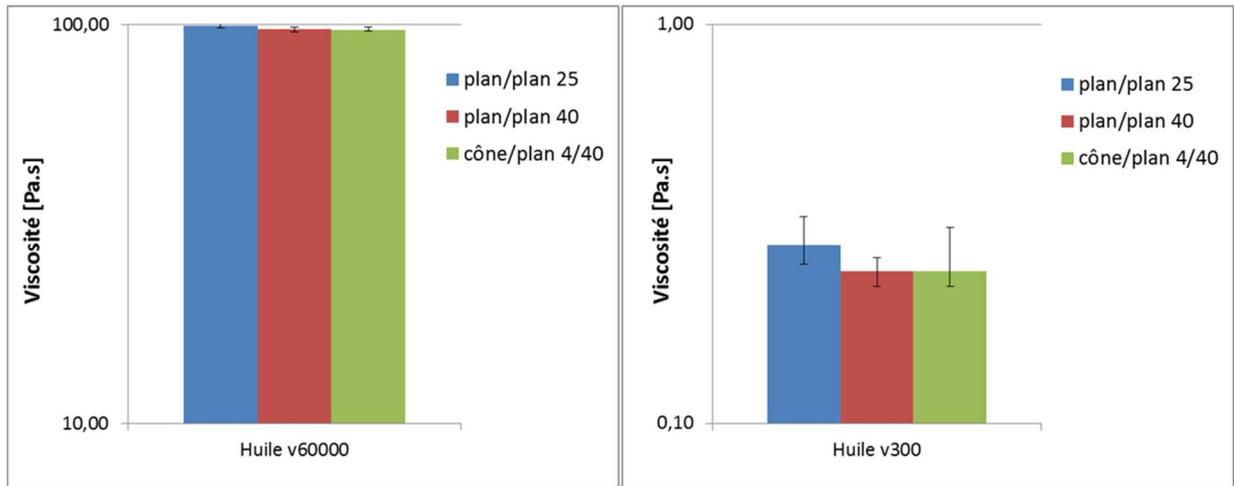


Figure 33 : Viscosités des huiles silicones mesurées avec différentes géométries

## 3.2. Résultats des essais de viscosité sur les liants bitumineux

### 3.2.1. Comportement newtonien des bitumes

Des essais en rampe de taux de cisaillement ont été réalisés sur différents liants bitumineux purs (bitumes 35/50 et 160/220) et additivés (bitume 35/50 avec 0,3% d'additif tensio-actif), pour évaluer et mesurer leur viscosité dans une gamme de température de 80 à 160°C.

Les Figures 34, 35 et 36 présentent l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement du bitume 35/50 pur et additivé à 0,3% et du bitume 160/220, mesurée lors d'essais complets en rampe de taux de cisaillement.

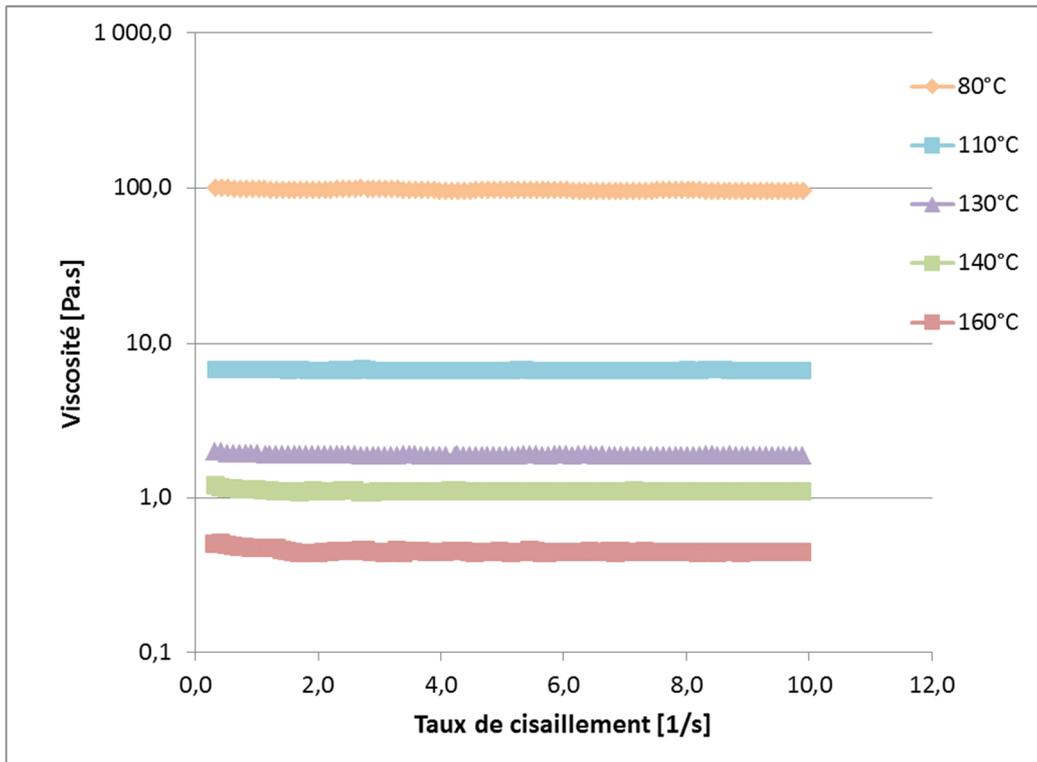


Figure 34 : Viscosité du 35/50 pur, de 80 à 160°C, mesurée en plan/plan 25 mm

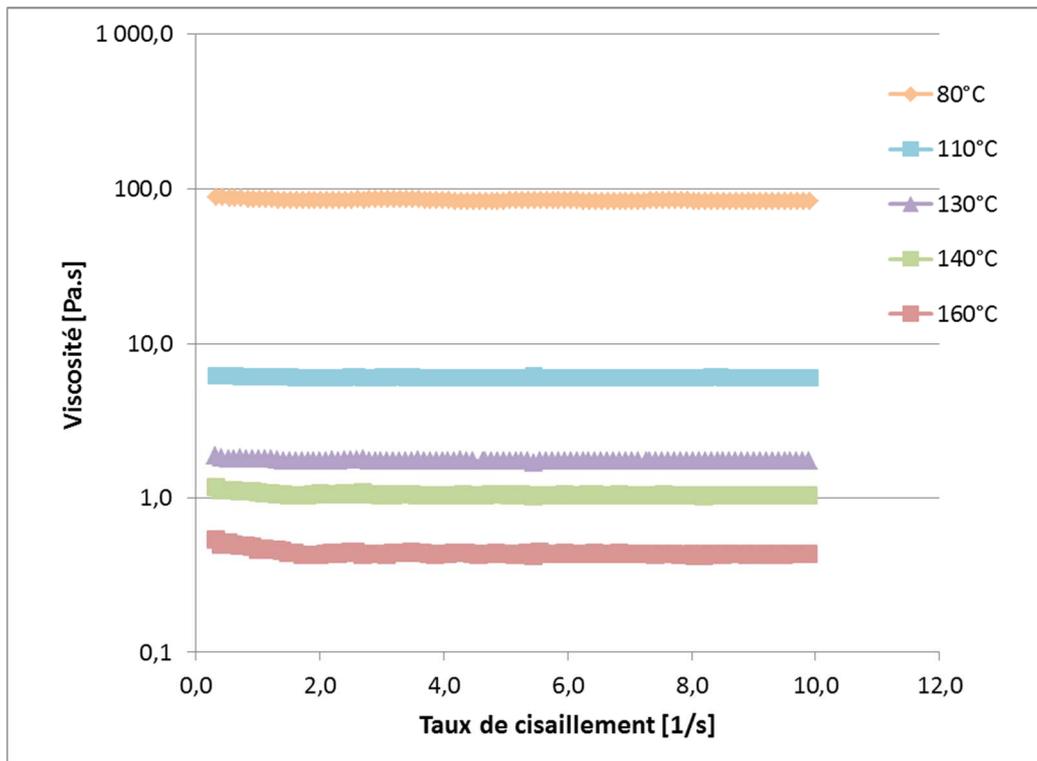


Figure 35 : Viscosité du 35/50 + 0,3% A, de 80 à 160°C, mesurée en plan/plan 25 mm

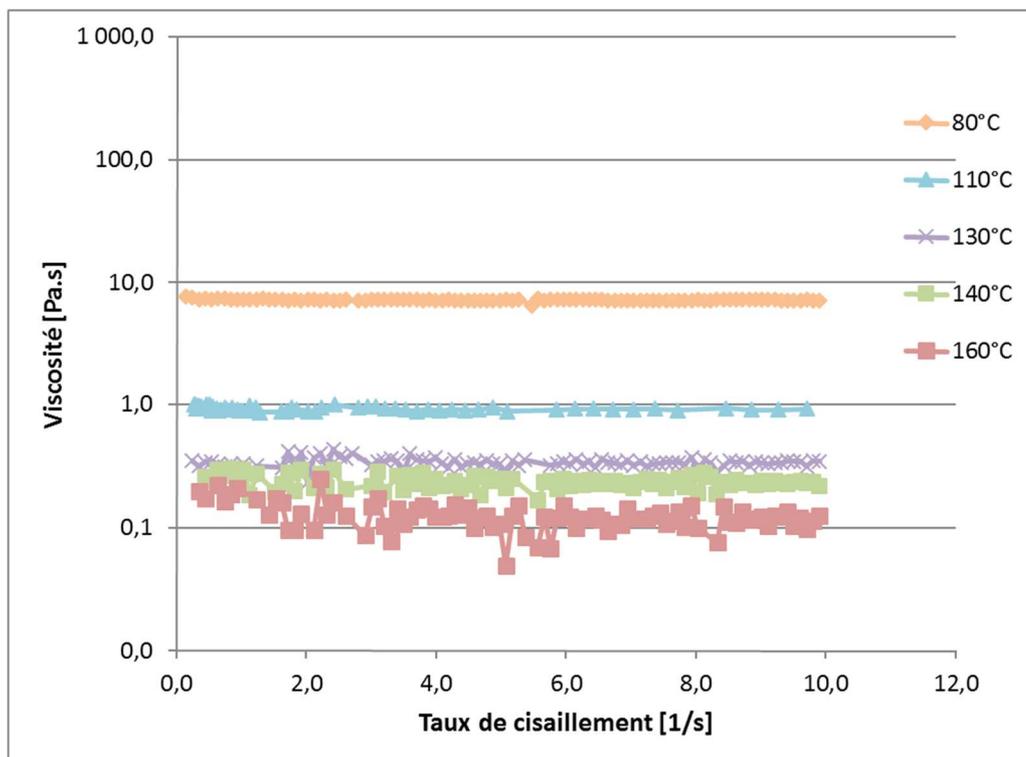


Figure 36 : Viscosité du 160/220, de 80 à 160°C, mesurée en plan/plan 25 mm

Le Tableau 20 donne les valeurs de viscosités moyennes et d'écart-types obtenus pour les mesures effectuées sur les différents liants de l'étude. Les moyennes et écart-types ont été calculés à partir des résultats obtenus sur toute la rampe de cisaillement pour les 3 essais réalisés pour chaque liant.

Tableau 20 : Viscosités moyennes et écart-types pour les essais en rampe de taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

		Viscosité [Pa.s]				
		80°C	110°C	130°C	140°C	160°C
35/50	Moyenne	96,83	6,75	1,85	1,12	0,53
	Ecart-type	1,24	0,05	0,05	0,04	0,05
35/50 + 0,3% A	Moyenne	84,44	6,08	1,68	1,03	0,41
	Ecart-type	1,25	0,07	0,16	0,07	0,02
160/220	Moyenne	7,21	0,89	0,44	0,32	0,23
	Ecart-type	0,13	0,11	0,11	0,10	0,12

L'évolution de la viscosité du bitume pur 35/50 en fonction du taux de cisaillement met en évidence son comportement newtonien sur la plage de taux de cisaillement choisie (de 0,1 à 10 s<sup>-1</sup>) et pour les différentes températures (de 80 à 160°C). En effet les écarts-types calculés à partir de toutes les mesures effectuées sont faibles et valident par conséquent nos mesures. Si l'on compare le comportement en viscosité de ce bitume 35/50 aux différentes températures à celui des deux huiles de silicone v300 et v60000 à 25°C, nous pouvons conclure que ces deux types de matériaux ont des comportements en viscosité similaires, à savoir un comportement newtonien. De plus, à 25°C, l'huile v300 a une viscosité proche de celle du 35/50 à 160°C, et l'huile v60000 une viscosité proche de celle du 35/50 à 80°C.

Les conclusions des mesures de viscosité sont identiques pour les bitumes 35/50 additivés. L'additif tensio-actif ajouté au bitume n'a pas d'effet significatif sur le comportement rhéologique du bitume, ce qui sera détaillé 3.2.3.

En ce qui concerne le 160/220 pur qui est un bitume de grade mou, il apparaît que les mesures effectuées sont moins répétables que celles effectuées sur le 35/50, notamment aux températures élevées (130, 140 et 160°C) : en effet les écarts-types sont relativement élevés par rapport aux niveaux de viscosité mesurés. Comme pour l'huile silicone v300, il est alors possible d'émettre l'hypothèse que la géométrie plan/plan 25 mm n'est pas adaptée pour le bitume 160/220 qui est très fluide à partir de 130°C ; il faudrait utiliser une géométrie plan/plan de diamètre plus élevé. Dans le paragraphe 3.2.2 sont présentées des mesures de viscosité sur le 160/220 réalisées avec un plan/plan 40 mm qui montrent que les fluctuations restent importantes. Il faudrait alors utiliser un plan/plan de diamètre encore plus élevé, ce dont nous ne disposons pas au laboratoire.

### ***3.2.2. Comparaison des mesures effectuées avec différentes géométries***

Les mesures sur les bitumes purs 35/50 et 160/220 ont été réalisées avec plusieurs géométries (plan/plan 25 mm, plan/plan 40 mm et cône/plan 4°/40 mm). Les viscosités moyennes obtenues avec ses différentes géométries sont illustrées dans les Figures 37 et 38. On remarque que le plan/plan 25 mm donne des viscosités systématiquement supérieures au plan/plan 40 mm ou au cône/plan 4°/40 mm. Ces différences de mesure entre les géométries sont très visibles aux températures les plus basses (de 80 à 110°C) compte-tenu des barres d'erreur. Tandis qu'aux températures plus élevées (de 130 à 160°C), même si les moyennes

sont bien distinctes, les barres d'erreur se chevauchent. On peut s'interroger sur ces différences.

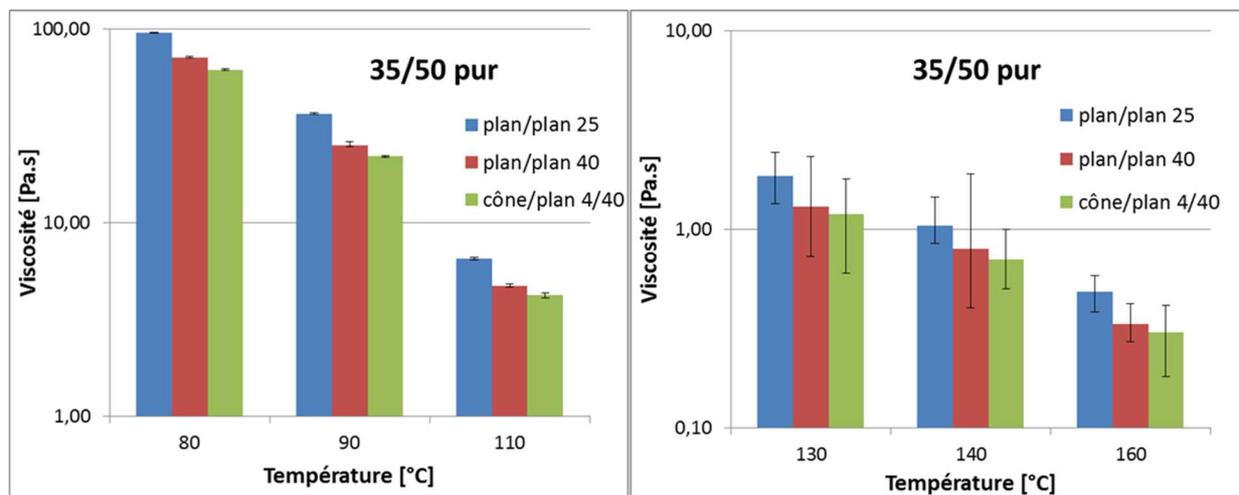


Figure 37 : Viscosités du 35/50 pur mesurées avec différentes géométries, de 80 à 160°C

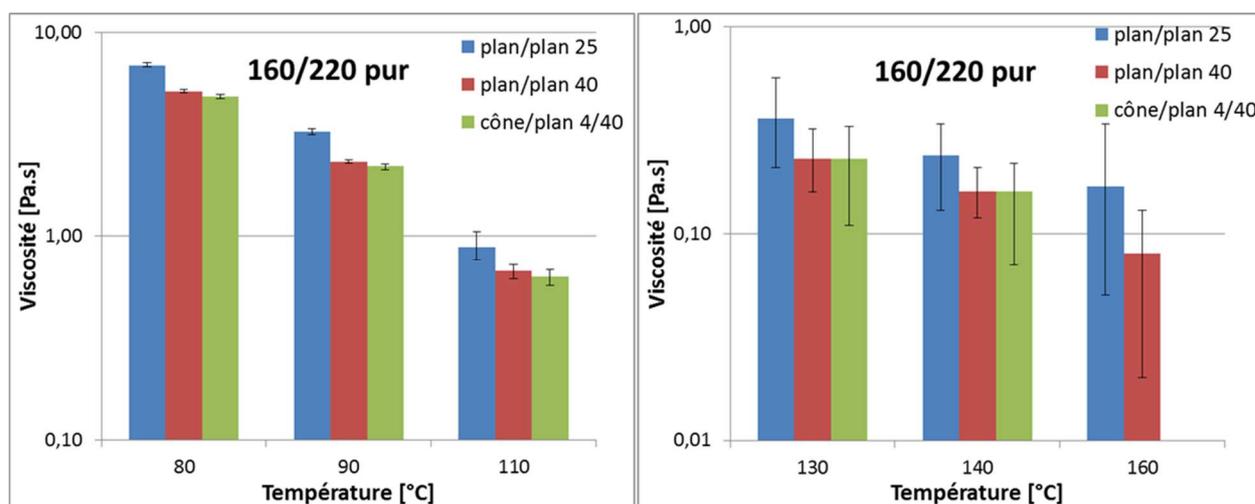


Figure 38 : Viscosités du 160/220 pur mesurées avec différentes géométries, de 80 à 160°C

Ces variations de viscosité lorsque l'on change la géométrie n'étant pas présentes pour les mesures effectuées sur les huiles silicones, nous avons émis plusieurs hypothèses :

- Variations de températures au sein des échantillons : si c'était le cas, comme

nous avons conservé le même temps de stabilisation en température (à savoir 15 min), les mesures en plan/plan 40 mm donneraient des valeurs de viscosité plus élevées et non plus faibles que celles en plan/plan 25 mm (échantillon plus grand en plan/plan 40 mm, donc plus long à être mis à la bonne température).

- Problème de sensibilité du rhéomètre avec le plan/plan 25 mm : les valeurs de couples ont été vérifiées pour chaque mesure effectuées et ne sont pas en dehors des limites du rhéomètre.

Dans son mémoire de doctorat [Bueche, 2011], Buèche réalise des mesures de viscosité sur bitume avec une géométrie plan/plan et une géométrie cône/plan à différentes températures. Si les évolutions de viscosité en fonction de la température sont comparables, il fait les mêmes constatations que nous, à savoir que les mesures en cône/plan sont systématiquement inférieures à celles en plan/plan (Figure 39), sans en expliquer la raison.

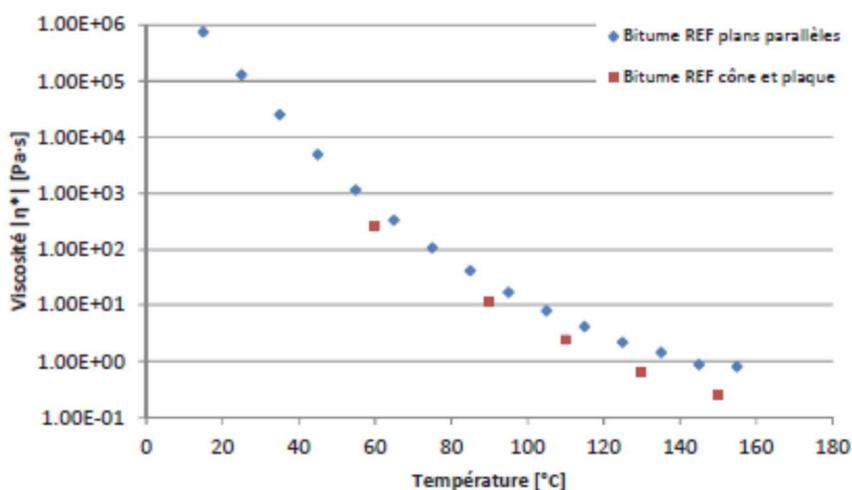


Figure 39 : Mesures de viscosité sur bitume réalisées par N. Buèche en plan/plan et en cône/plan [Bueche, 2011]

### 3.2.3. Influence de la température et de la présence d'additif

Les différents liants bitumineux étudiés étant newtoniens sur la gamme de taux de cisaillement de 0 à 10 s<sup>-1</sup>, des essais à taux de cisaillement constant (0,5 s<sup>-1</sup>) ont été réalisés pour déterminer leur viscosité moyenne, et observer l'influence de la température sur celle-ci. Chaque essai a été réalisé 3 fois et les valeurs moyennes de viscosité sont données dans la Figure 40.

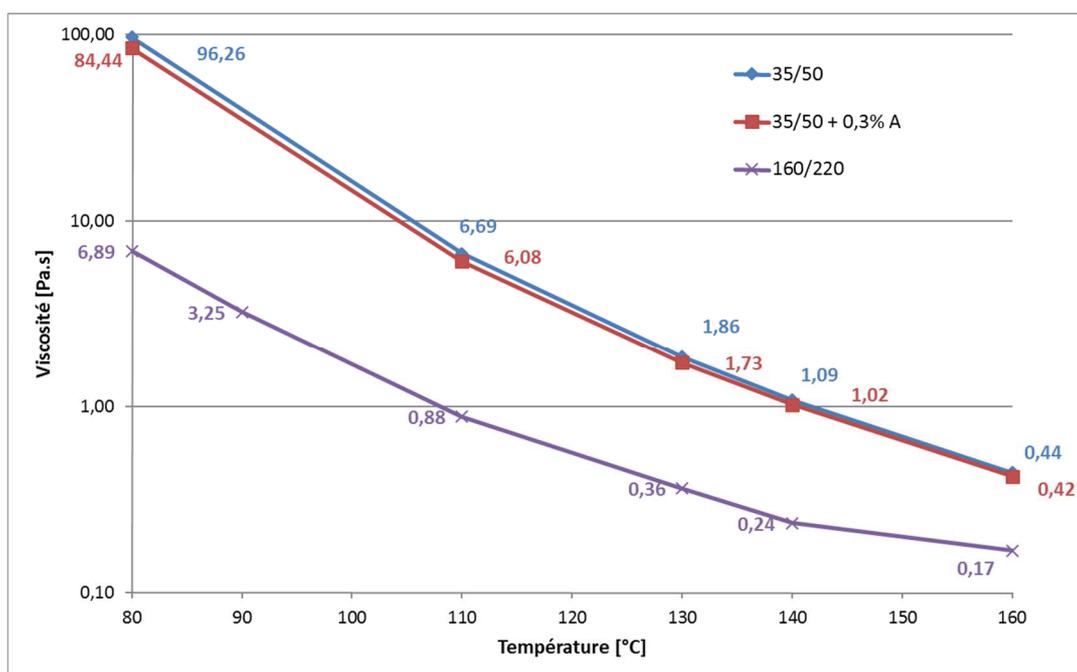


Figure 40 : Evolution de la viscosité des liants étudiés en fonction de la température

Tout d'abord, on peut remarquer que les viscosités moyennes obtenues par les essais à des taux de cisaillement constants sont similaires à celles obtenues par les essais en rampe de taux de cisaillement.

Si l'on observe l'évolution des différents bitumes (purs et additivés) en fonction de la température, on retrouve bien le comportement attendu, à savoir une diminution de la viscosité du liant lorsque la température d'essai augmente. De plus, la différence de consistance du bitume se retrouve naturellement aux hautes températures : le bitume 160/220 pur, de même origine que le bitume 35/50, a des niveaux de viscosité plus faibles que le bitume 35/50 pur aux différentes températures d'essai. Nous pouvons ainsi remarquer un décalage des courbes de viscosité d'environ 30°C entre les bitumes 35/50 et 160/220.

Ce graphique met également en évidence le fait que l'additif, ajouté en proportion de 0,3% massique (quantité préconisée par le fabricant), a peu d'influence sur la viscosité du bitume 35/50, et ce quelle que soit la température testée. Cela corrobore le fait que l'additif utilisé n'est pas un réducteur de viscosité ; par conséquent il ne modifie pas le comportement rhéologique du bitume auquel il est ajouté.

Les viscosités newtoniennes des différents liants de l'étude varient avec la température selon des lois de type Arrhenius, comme le montre la Figure 41 :

$$\eta = A \times \exp\left(\frac{B}{T}\right)$$

où T est la température en Kelvin

A et B sont des constantes

La constante A est un facteur pré-exponentiel.

La constante B est égale à :

$$B = \frac{E_a}{R}$$

où  $E_a$  est l'énergie d'activation en  $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$

R est la constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )

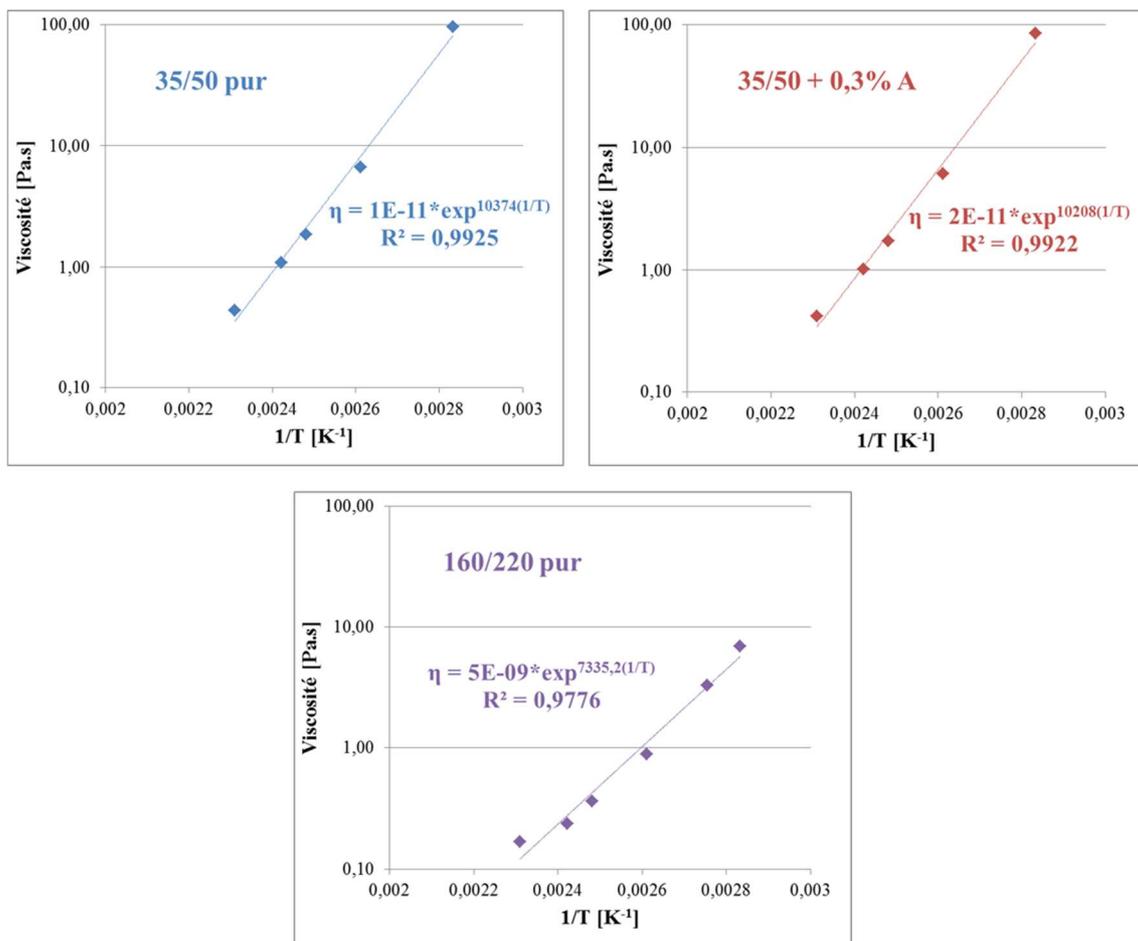


Figure 41 : Evolution de la viscosité des liants de l'étude en fonction de la température

Tableau 21 : Energies d'activation des différents liants bitumineux étudiés

	Energie d'activation
	[kJ/mol]
35/50	86,2
35/50 + 0,3% A	84,9
160/220	61,0

Le Tableau 21 nous donne les valeurs des énergies d'activation des différents liants bitumineux étudiés. Les valeurs de ces énergies d'activation sont relativement proches pour les bitumes 35/50 pur et additivé à 0,3%, et pourtant elles diminuent lorsque le pourcentage massique d'additif dans le bitume augmente : on peut alors en conclure que plus le bitume 35/50 est additivé, et moins il est sensible au changement de température. Il en est de même pour le bitume pur 160/220 : son énergie d'activation étant plus faible que celle du bitume pur 35/50, on peut en conclure qu'il est moins sensible aux changements de température.

## 4. Essais à l'échelle du mastic

### 4.1. Phénomène de sédimentation

#### 4.1.1. Calcul théorique

La sédimentation des particules est l'un des écoulements les plus classiques qui se déroulent dans une suspension. Si les particules solides de la suspension sont des sphères de taille et de densité égales, pour lesquelles le nombre de Reynolds est faible, des équations permettent de déterminer la vitesse de sédimentation de ces particules, comme par exemple la loi de Richardson-Zaki [Guazzelli et Morris, 2012].

La loi de Richardson-Zaki exprime la vitesse de sédimentation  $u_s$  des particules en fonction de leur fraction volumique  $\phi$ , ou plutôt de la porosité  $\varepsilon = 1-\phi$  [Di Felice et Kehlenbeck, 2000]. On a alors :

$$u_s = u_i \times \varepsilon^n$$

Où  $u_i$  est la vitesse de référence  $u_i = ku_t$

$u_t$  est la vitesse de sédimentation d'une particule isolée

$k$  est un coefficient mesuré entre 0,65 et 0,95 en fonction de  $d/D$  ( $d$  est le diamètre des particules et  $D$  le diamètre du récipient)

$n$  dépend du nombre de Reynolds, donné par :

$$Re = \frac{u_t d \rho_f}{\eta}$$

$\rho_f$  est la masse volumique du fluide

$\eta$  est la viscosité du fluide

La vitesse de sédimentation d'une particule isolée, en admettant que  $Re$  est faible donc  $\ll 1$ , est donnée par :

$$u_t = \frac{(\rho_p - \rho_f) \times g \times d^2}{18 \times \eta}$$

où  $\rho_p$  est la masse volumique des particules

Si l'on considère une particule isolée de diamètre 50  $\mu\text{m}$  et de densité 2710  $\text{kg/m}^3$  (une particule de filler par exemple), nous pouvons calculer sa vitesse de sédimentation en fonction de la viscosité du fluide. Rappelons que le mastic bitumineux est composé de particules fines de diamètres inférieurs à 63  $\mu\text{m}$  et de bitume de masse volumique 1030  $\text{kg/m}^3$ . La masse volumique du bitume diminue légèrement en fonction de la température : 945  $\text{kg/m}^3$  à 160°C [Shell, 1991].

Le Tableau 22 donne les vitesses de sédimentation d'une particule isolée de diamètre 50  $\mu\text{m}$ , pour différentes viscosités d'un fluide de densité 945  $\text{kg/m}^3$  (les viscosités choisies correspondent à celle du bitume 35/50 aux différentes températures d'étude, de 160 à 80°C).

Tableau 22 : Vitesses de sédimentation de la particule isolée de 50  $\mu\text{m}$  en fonction de la viscosité du fluide

	Vitesse de sédimentation d'une particule isolée de 50 $\mu\text{m}$ de diamètre				
Viscosité du fluide [Pa.s]	0,5	1	2	6,5	96
Vitesse de sédimentation [m/s]	5,0E-06	2,5E-06	1,3E-06	3,9E-07	2,6E-08
Temps nécessaire pour chuter de 1mm [min]	3	7	13	43	635

Puisque le nombre de Reynolds  $Re \ll 1$ , nous pouvons considérer que  $n = 4,6$ . Si l'on considère que l'on a une fraction volumique de particules de 50  $\mu\text{m}$  égale à 20%, on peut considérer que la sédimentation s'effectue à une vitesse :

$$u_s = k u_t \times 0,8^{4,6}$$

$$u_s = k u_t \times 0,36$$

Si l'on considère que  $k$  est compris entre 0,65 et 0,95, la vitesse de sédimentation  $u_s$  est 3 à 5 fois inférieure à la vitesse de sédimentation de la particule isolée  $u_t$ . Ces vitesses de sédimentation, qui ne sont que des approximations, ne sont pas cependant négligeables, étant donné la durée des essais réalisés sur les mastics et les entrefers utilisés (1 à 1,5 mm).

Par contre, nos mastics réels et modèles sont des suspensions qui ne contiennent pas des particules de même taille, mais toute une distribution de particules allant de 0 à 63  $\mu\text{m}$ . Il n'existe pas d'équation permettant de calculer la vitesse de sédimentation dans ces conditions-là. De plus, seules les particules de « grosses tailles » sont soumises au phénomène de sédimentation, ce qui complique encore le calcul.

Etant donné la difficulté de calculer la vitesse de sédimentation dans les suspensions que nous étudions, en raison de la grande distribution de taille des particules, nous avons décidé d'évaluer expérimentalement cette sédimentation sur nos matériaux.

#### **4.1.2. Mesures expérimentales de la sédimentation**

Pour évaluer expérimentalement le phénomène de sédimentation dans nos échantillons de mastic lors des essais rhéologiques, aux différentes températures de l'étude, nous avons

effectué des mesures de viscosité sur le même échantillon, à une température donnée et à des intervalles de 15 min pendant 2h, pour couvrir largement la durée de nos essais.

Pour les mastics huileux, ils sont fabriqués à température ambiante juste avant les essais de sédimentation, puis mis en place sur le rhéomètre plan/plan 25 mm à 25°C. Une mesure de viscosité d'une minute est ensuite effectuée toutes les 10 min pendant 2h, à 25°C et à taux de cisaillement constant ( $1 \text{ s}^{-1}$ ), soit 13 mesures au total.

Pour les mastics bitumineux, l'échantillon est mis en place sur le rhéomètre plan/plan 25 mm à sa température de ramollissement, puis est stabilisé à la température d'essai visée pendant 15 min. Une mesure de viscosité d'une minute est ensuite effectuée toutes les 15 min pendant 2h, à la même température et à taux de cisaillement constant ( $0,5 \text{ s}^{-1}$ ), soit 9 mesures au total. Il est alors possible de tracer l'évolution de cette viscosité en fonction du temps, pour les différentes températures testées.

Les trois Figures 42, 43 et 44 présentent les résultats obtenus pour ces essais de sédimentation effectués sur le mastic  $M_{35\%v}$  aux huiles de silicone v300 et v60000, au bitume 35/50 et au bitume 160/220. Sur chaque figure, les données qui apparaissent sous la forme de points isolés sous l'appellation «  $T^{\circ}C$  essai palier » sont la moyenne des résultats des essais classiques à taux de cisaillement constant ( $1 \text{ s}^{-1}$  pour les  $M_{35\%v}$  huileux et  $0,5 \text{ s}^{-1}$  pour les  $M_{35\%v}$  bitumineux) réalisés sur un même échantillon du matériau.

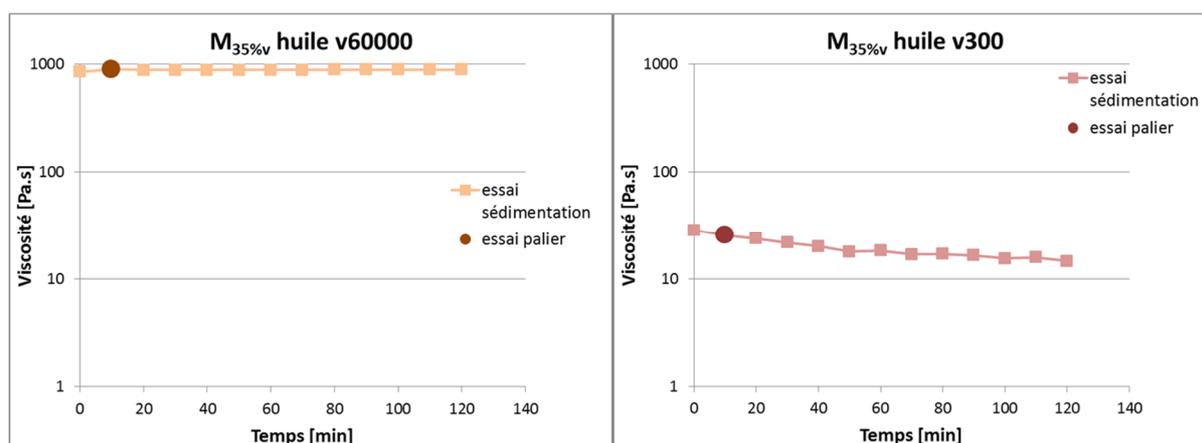


Figure 42 : Test de sédimentation en plan/plan 25 mm sur  $M_{35\%v}$  aux huiles v60000 et v300, à  $1 \text{ s}^{-1}$

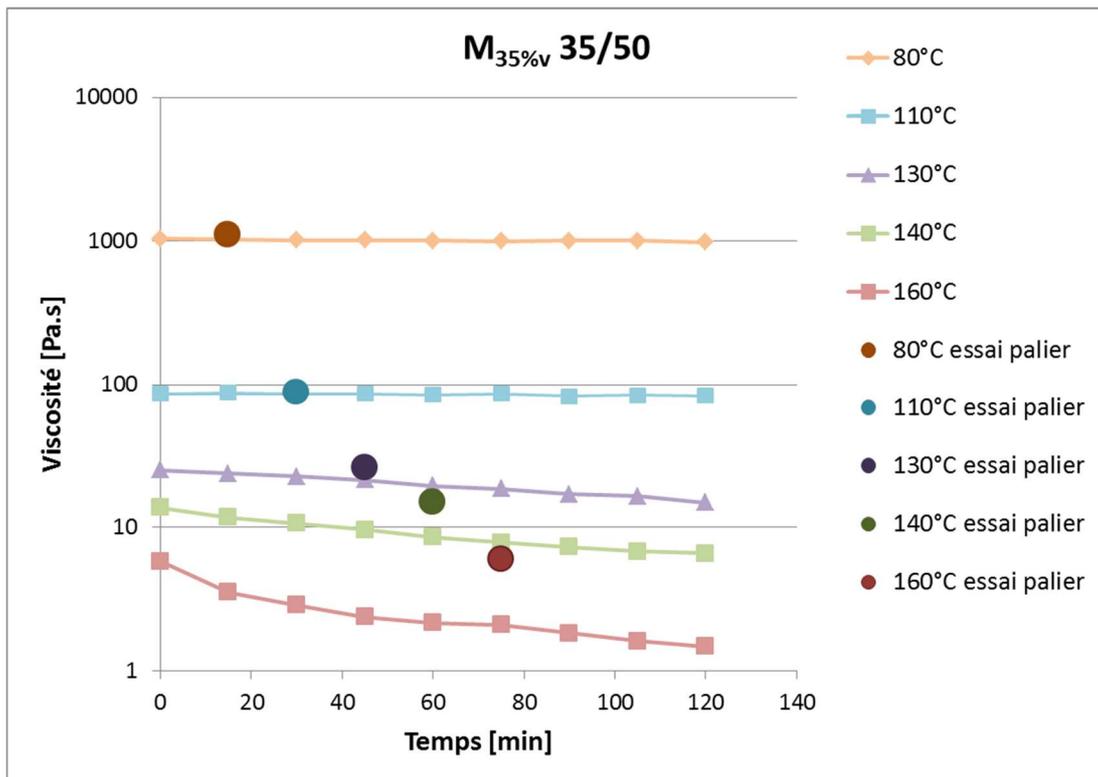


Figure 43 : Test de sédimentation en plan/plan 25 mm sur M<sub>35%v</sub> 35/50, à 0,5 s<sup>-1</sup>

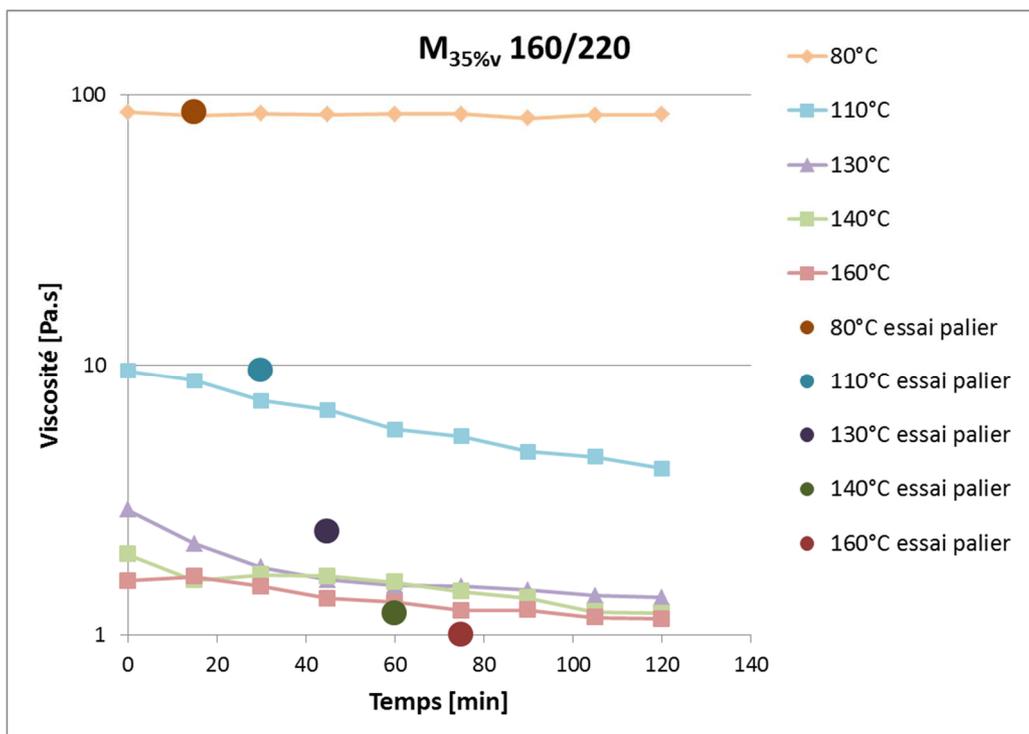


Figure 44 : Test de sédimentation en plan/plan 25 mm sur M<sub>35%v</sub> 160/220, à 0,5 s<sup>-1</sup>

Dans le Tableau 23, sont chiffrées les baisses de viscosité à différents temps de sédimentation pour les différents mastics  $M_{35\%v}$ .

Tableau 23 : Baisses de viscosité engendrées par la sédimentation

	Diminution de la viscosité par rapport à t = 0				
	Température	t = 30 min	t = 60 min	t = 90 min	t = 120 min
$M_{35\%v}$ huile v300	25°C	24,1%	37,9%	42,8%	48,3%
$M_{35\%v}$ huile v60000	25°C	4,0%	3,9%	4,7%	4,6%
$M_{35\%v}$ bitume 35/50	80°C	1,8%	2,7%	2,9%	5,2%
	110°C	0,0%	1,6%	5,1%	3,9%
	130°C	10,0%	22,0%	32,0%	40,0%
	140°C	23,6%	38,6%	47,9%	52,9%
	160°C	50,0%	62,1%	69,0%	74,1%
$M_{35\%v}$ bitume 160/220	80°C	1,2%	1,6%	5,2%	3,5%
	110°C	23,2%	40,0%	49,5%	56,8%
	130°C	37,9%	48,3%	49,7%	55,2%
	140°C	15,0%	25,0%	40,0%	40,0%
	160°C	6,3%	18,8%	25,0%	31,3%

Au vu des pourcentages de baisse présentés dans le Tableau 23, le phénomène de sédimentation n'est pas très conséquent, voire même inexistant à l'échelle de temps de nos essais pour les  $M_{35\%v}$  à l'huile v60000, au bitume 35/50 à 80 et 110°C, au bitume 160/220 à 80°C. Par contre, la sédimentation n'est pas négligeable pour les  $M_{35\%v}$  à l'huile v300, au bitume 35/50 à 130, 140 et 160°C, au bitume 160/220 à 110, 130, 140 et 160°C.

Les essais de sédimentation que nous avons menés sont plus sévères que les essais réalisés en palier sur les différents échantillons : pour mesurer la sédimentation, l'échantillon de mastic reste 120 min à la même température, tandis que pour les essais en palier il subit un gradient de température allant de 80°C (où il y a peu de sédimentation) à 160°C (où la sédimentation est la plus importante) : il ne reste donc qu'une quinzaine de minutes à chaque température d'essai. De plus, si l'on compare les essais réalisés en palier par rapport aux essais de sédimentation, on remarque que celle-ci impacte peu les mesures réalisées lors des essais en palier. Le but de notre étude étant de comparer entre eux différents matériaux qui subissent des essais toujours réalisés dans les mêmes conditions, les baisses de viscosité

engendrées par la sédimentation ne nous empêchent pas de faire nos comparaisons. Cependant il est important de savoir qu'un phénomène de décantation va systématiquement se produire lors de notre essai et va influencer notre mesure.

## 4.2. Résultats des essais sur mastic huileux

### 4.2.1. Comportement non newtonien des mastics huileux

Les protocoles d'essai qui ont été mis au point pour les mesures sur les huiles de silicone et sur les liants bitumineux en plan/plan 25 mm ont été étendus pour réaliser des mesures de viscosité sur les différents mastics de l'étude. Des essais en rampe de taux de cisaillement ont été réalisés sur les mastics  $M_{14\%v}$  et  $M_{35\%v}$  aux huiles v300 et v60000 et  $M_{46\%v}$  à la v300, pour déterminer l'évolution de leur viscosité en fonction du taux de cisaillement, à 25°C. Dans les Figures 45 et 46, sont présentés les mesures réalisées sur le mastic  $M_{35\%v}$  aux huiles de silicone v300 et v60000. Les résultats obtenus sur tous les  $M_{14\%v}$  et  $M_{46\%v}$  aux huiles de silicone sont donnés en Annexe A.

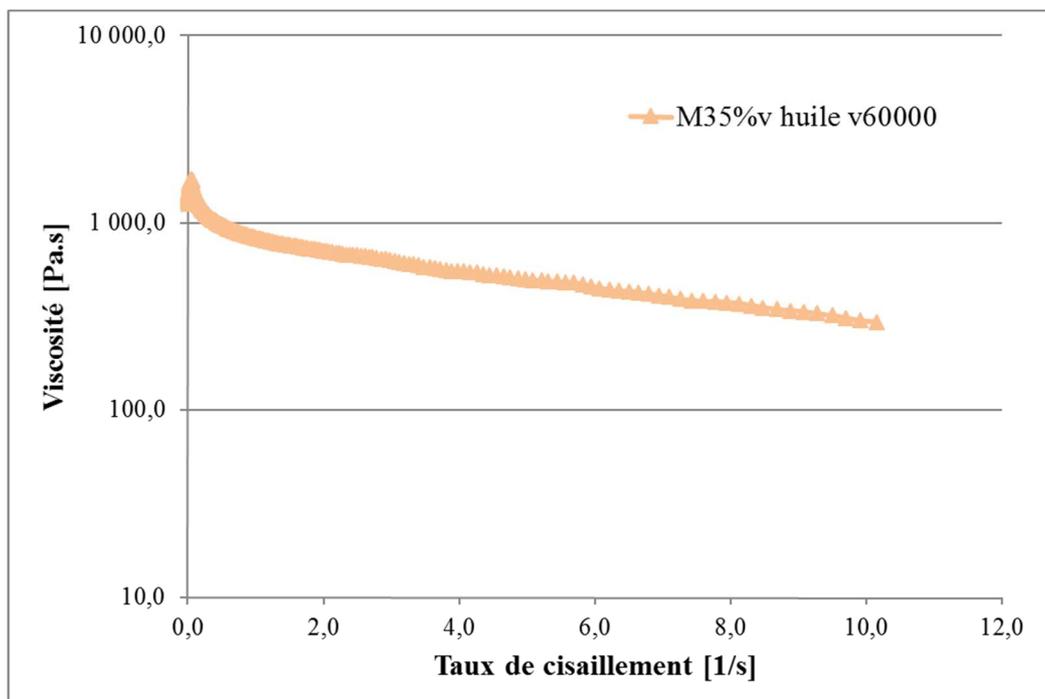


Figure 45 : Evolution de la viscosité du mastic  $M_{35\%v}$  à l'huile v60000 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

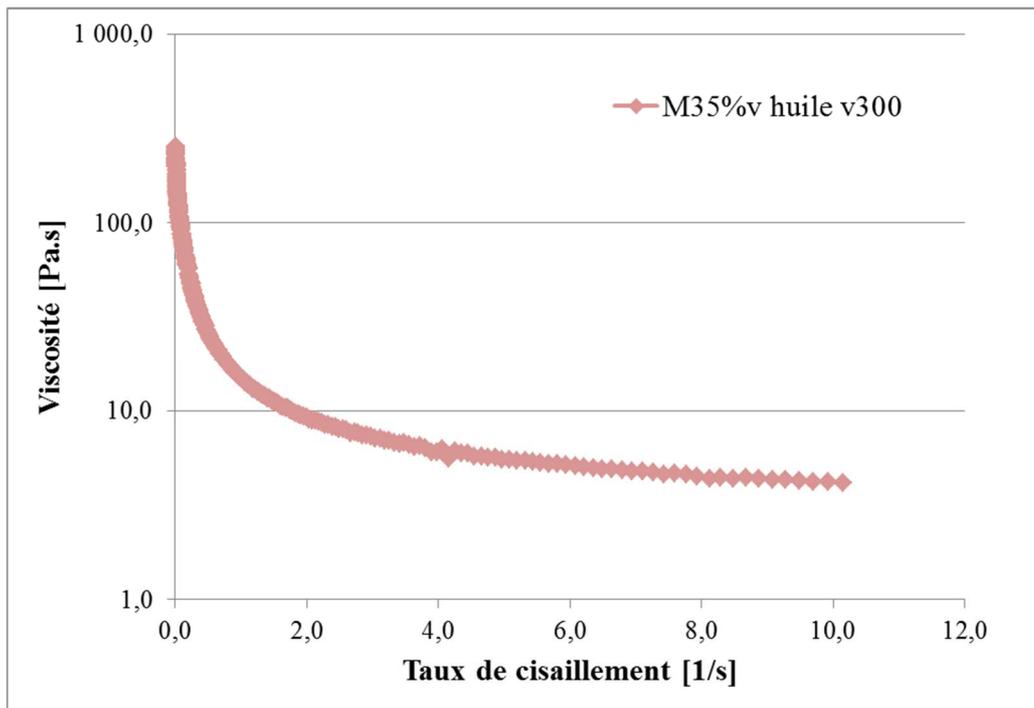


Figure 46 : Evolution de la viscosité du mastic M<sub>35%v</sub> à l'huile v300 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

L'évolution des viscosités des M<sub>35%v</sub> aux huiles de silicone v60000 et v300 en fonction du taux de cisaillement montre leur comportement non newtonien, contrairement au comportement rhéologique des huiles de silicone qui étaient newtoniennes. Il en est de même pour les mastics M<sub>14%v</sub> et M<sub>46%v</sub>. Les mastics aux huiles silicones apparaissent comme des matériaux rhéofluidifiants : leur viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente, et ce pour toutes les fractions volumiques de fines étudiées. Dans le Tableau 24, des valeurs de viscosité à différents taux de cisaillement sont extraites des essais en rampe de taux de cisaillement. Ce Tableau 24 illustre le comportement non newtonien des différents mastics aux huiles de silicone étudiés.

Tableau 24 : Valeurs de viscosité à différents taux de cisaillement extraites des essais en rampe en plan/plan 25 mm

		Viscosité en Pa.s				
		0,1 s <sup>-1</sup>	0,5 s <sup>-1</sup>	1 s <sup>-1</sup>	5 s <sup>-1</sup>	10 s <sup>-1</sup>
M <sub>14%v</sub>	v60000	176,2	175,3	172,9	161,1	143,2
	v300	1,4	0,7	0,6	0,5	0,4
M <sub>35%v</sub>	v60000	1430,4	977,7	833,3	495,9	297,4
	v300	87,4	26,1	15,1	5,5	4,2
M <sub>46%v</sub>	v300	554,9	255,5	174,2	59,3	37,1

#### **4.2.2. Influence du taux de fines**

Pour compléter les essais en rampe de taux de cisaillement menés sur les différents mastics aux huiles de silicone v300 et v60000 en plan/plan 25 mm, des essais à taux de cisaillement constant ont également été réalisés, avec la même géométrie, pour pouvoir calculer des viscosités moyennes à ces taux de cisaillement et les comparer entre elle, notamment pour étudier l'influence de la fraction volumique de fines ajoutées aux huiles de silicone.

Les Figures 47 et 48 illustrent l'évolution des rapports de viscosité (viscosité mastic / viscosité huile) à différents taux de cisaillement en fonction de la fraction volumique de fines présente dans les huiles de silicone.

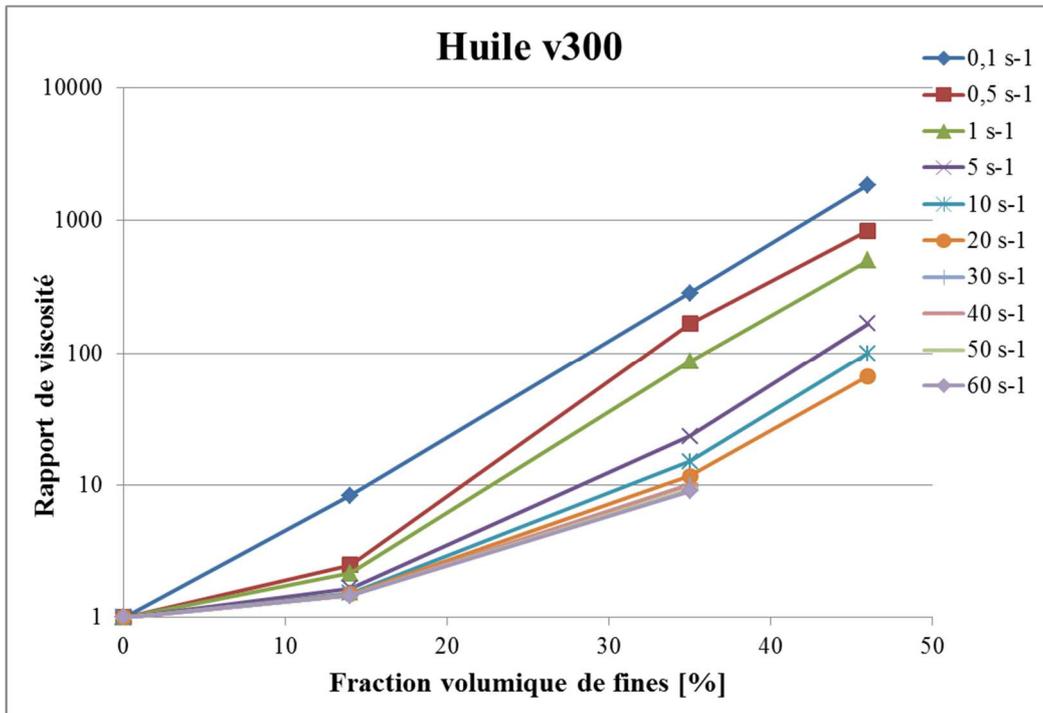


Figure 47 : Evolution du rapport de viscosité de l'huile de silicone v300 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

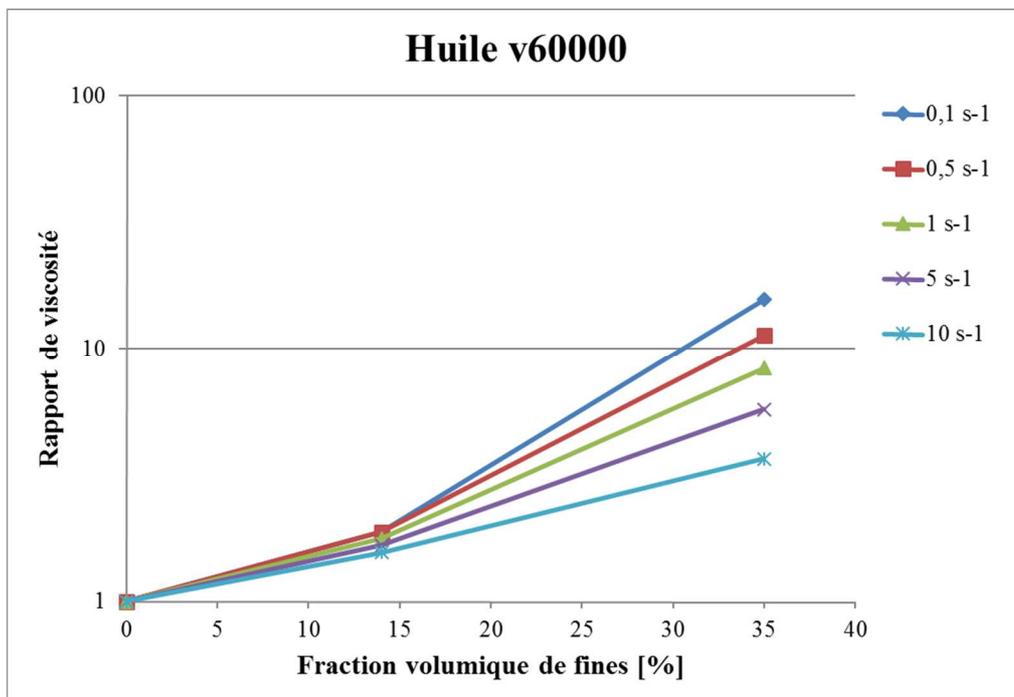


Figure 48 : Evolution de la viscosité de l'huile de silicone v60000 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

Les Figures 47 et 48 montrent tout d'abord le pouvoir rigidifiant des fines contenues dans nos mastics, puisque quel que soit le taux de cisaillement auquel ils sont sollicités, leur viscosité augmente lorsque la fraction volumique de fines augmente. De plus, cette augmentation de la viscosité avec l'augmentation de la fraction volumique de fines est d'autant plus importante que le taux de cisaillement est faible.

### **4.3. Résultats des essais sur mastic bitumineux**

#### ***4.3.1. Comportement non newtonien des mastics bitumineux***

Après avoir vérifié que nos protocoles d'essai étendus aux mastics fonctionnaient sur les mastics aux huiles de silicones, nous avons réalisés des essais similaires sur les mastics bitumineux. Des essais en rampe de taux de cisaillement, avec la géométrie plan/plan 25 mm ont été réalisés sur les mastics  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  au 35/50, au 35/50 + 0,3% A et au 160/220, pour déterminer l'évolution de leur viscosité en fonction du taux de cisaillement, sur la gamme de température étudiée. On impose donc au système de mesure une rampe de taux de cisaillement qui va être appliquée à l'échantillon sous la forme d'une vitesse angulaire. Le couple qui en résulte est mesuré tout au long de l'essai, est transformé en contrainte, et les valeurs de viscosité sont calculées. Le résultat que nous analysons est l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement.

Dans les Figures 49, 50, 51 et 52, sont donnés les résultats d'un essai complet en rampe de taux de cisaillement réalisé sur les mastics  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  aux 35/50 et 160/220 purs. Les résultats obtenus sur les mastics  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  aux 35/50 + 0,3% A sont donnés en Annexe B.

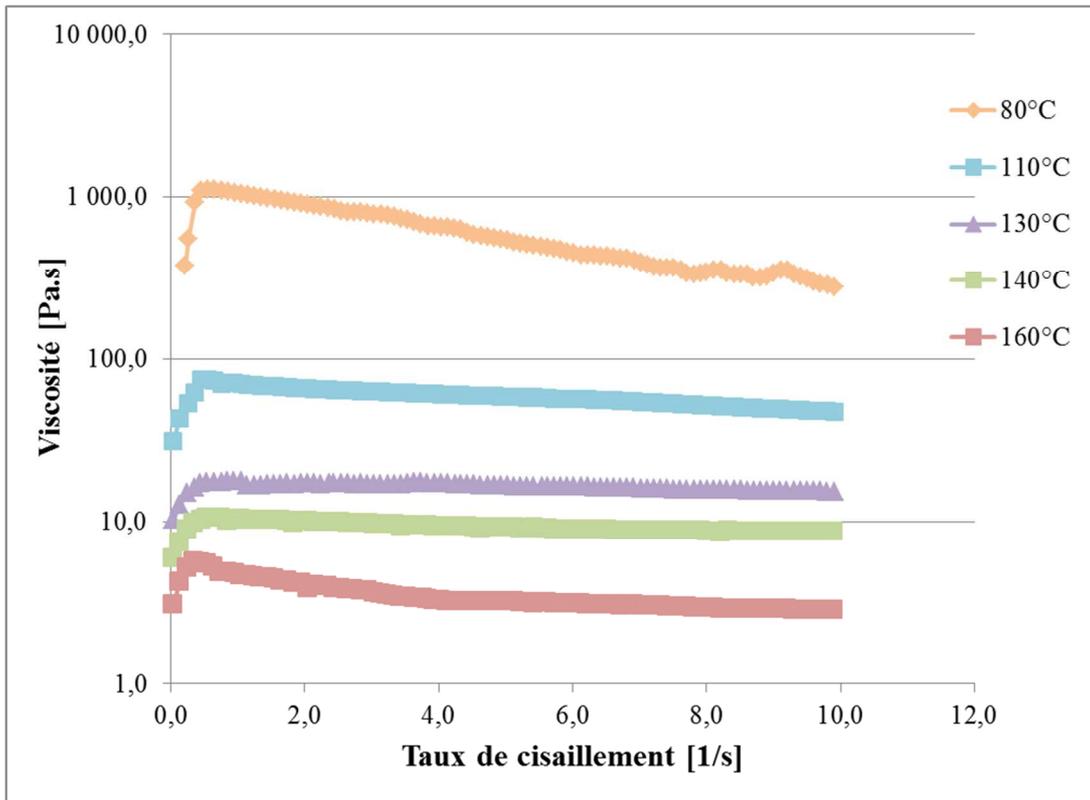


Figure 49 : Viscosités du M<sub>35%v</sub> 35/50 pur aux différentes températures, en plan/pan 25 mm

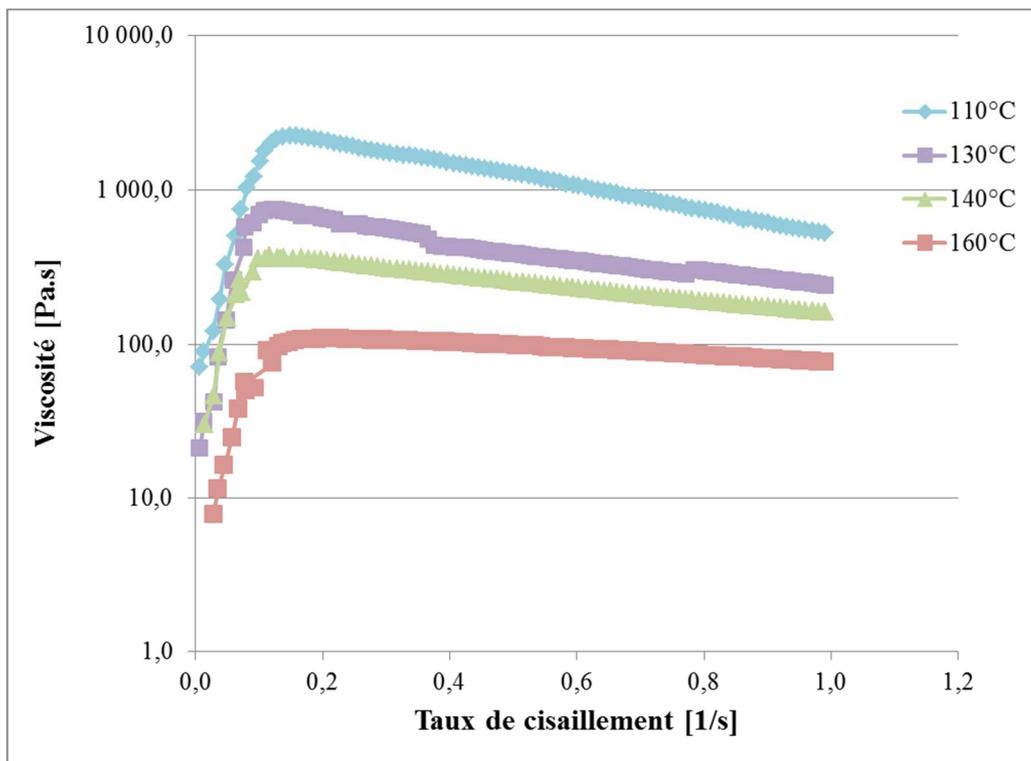


Figure 50 : Viscosités du M<sub>46%v</sub> 35/50 pur aux différentes températures, en plan/plan 25 mm

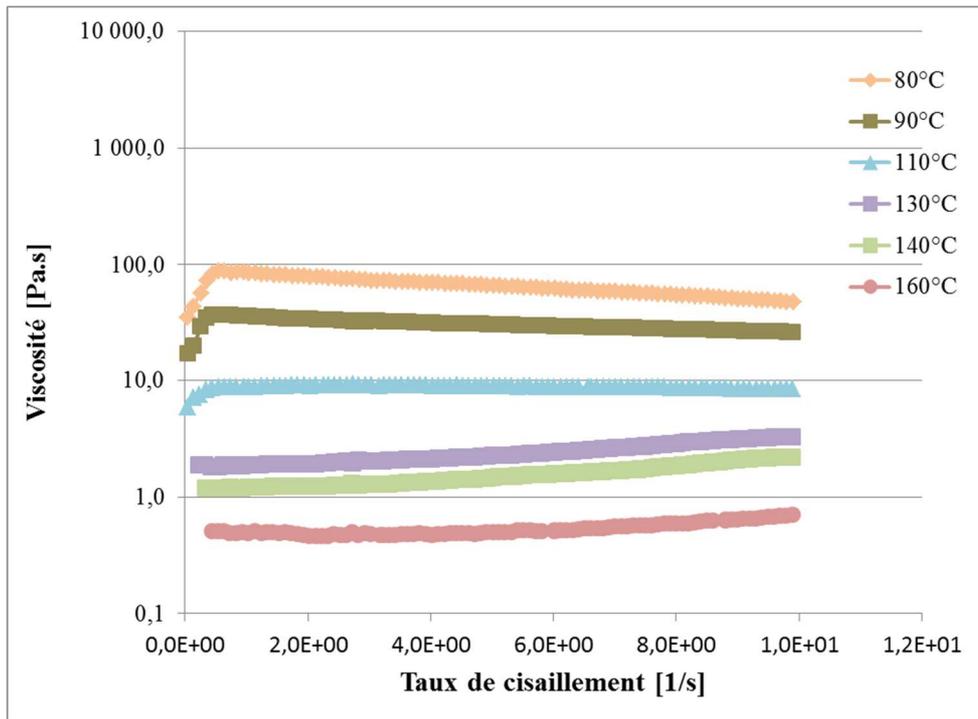


Figure 51 : Viscosités du M<sub>35%v</sub> 160/220 pur aux différentes températures, en plan/plan  
25 mm

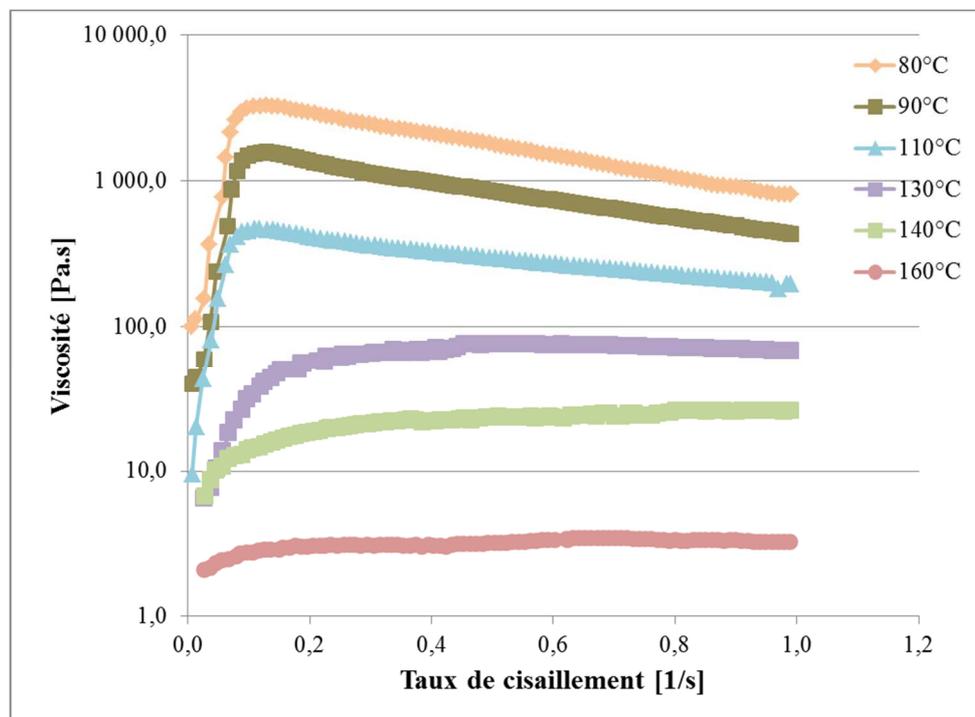


Figure 52 : Viscosités du M<sub>46%v</sub> 160/220 pur aux différentes températures, en plan/plan  
25 mm

L'évolution des viscosités des  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  aux bitumes purs 35/50 et 160/220 en fonction du taux de cisaillement montrent leur comportement non newtonien, contrairement au comportement rhéologique des bitumes qui étaient newtoniens. Il en est de même pour les mastics  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  au bitume 35/50 additivé à 0,3% ; en effet l'ajout de l'additif tensio-actif ne modifie pas le comportement rhéologique des mastics bitumineux.

De plus, ces mastics bitumineux ont un comportement assez singulier et la variation de leur viscosité en fonction du taux de cisaillement n'est pas constante, phénomène qui n'apparaissait pas dans le cas des mastics huileux. En effet, pour les faibles taux de cisaillement, la viscosité augmente systématiquement lorsque le taux de cisaillement augmente, puis après avoir atteint un maximum, elle commence à diminuer. Ce phénomène apparaît pour les mastics au 35/50 pur et additivé à toutes les températures, et pour les mastics au 160/220 aux températures plus faibles (80, 90 et 110°C). Les maxima sont toujours atteints à peu près au même taux de cisaillement, quelle que soit la température, pour un même mastic. En effet, pour les mastics  $M_{35\%v}$ , le maximum est toujours atteint pour un taux de cisaillement compris entre 0,5 et 0,6  $s^{-1}$ . Pour les mastics  $M_{46\%v}$ , il est atteint pour un taux de cisaillement compris entre 0,1 et 0,2  $s^{-1}$ .

Dans son travail de thèse [Hesami, 2014], Hesami effectue des mesures de viscosité sur des mastics à 100°C et obtient des évolutions de viscosité similaires à celles que nous avons obtenus, comme le montre la Figure 53.

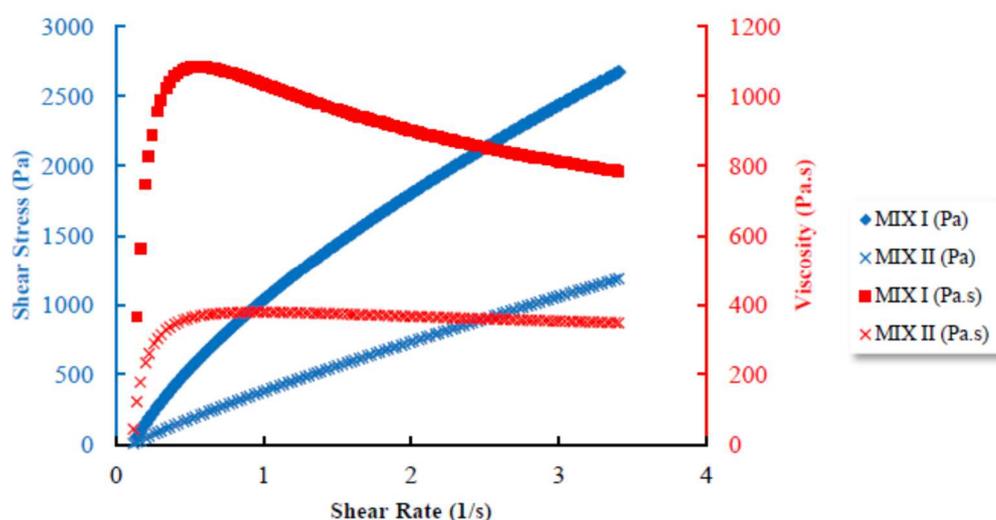


Figure 53 : Evolution de la viscosité mesurée sur des mastics à 100°C [Hesami, 2014]

Les Figures 54 et 55 comparent les comportements des mastics  $M_{35\%v}$  réels et modèles. Ces deux figures montrent que le  $M_{35\%v}$  aux huiles de silicone n'ont pas le même comportement que le  $M_{35\%v}$  au 35/50 aux faibles de taux de cisaillement : en effet, le mastic modèle est rhéofluidifiant sur toute la gamme de taux de cisaillement, tandis que le mastic réel voit sa viscosité augmenter aux faibles taux de cisaillement puis diminuer après avoir atteint un maximum.

De plus, la Figure 54 montre que les niveaux de viscosité du mastic modèle à l'huile v300 et du mastic réel à 160°C ne sont pas du même ordre de grandeur sur la gamme de taux de cisaillement étudiée. Cela est sûrement dû à un phénomène de sédimentation plus prononcé sur l'échantillon de  $M_{35\%v}$  au 35/50 qui, avant de subir l'essai à 160°C, a déjà subi les essais aux températures précédentes (de 80 à 140°C), tandis que l'échantillon de  $M_{35\%v}$  à l'huile v300 n'a pas subi d'essai avant. A contrario, le mastic modèle à l'huile v60000 et le réel à 80°C ont des viscosités du même ordre de grandeur ; les deux échantillons ont le même historique (aucun n'a subi d'essai avant) et par conséquent ont des niveaux de viscosité proches. Cela montre la difficulté de travailler avec les mastics bitumineux à hautes températures.

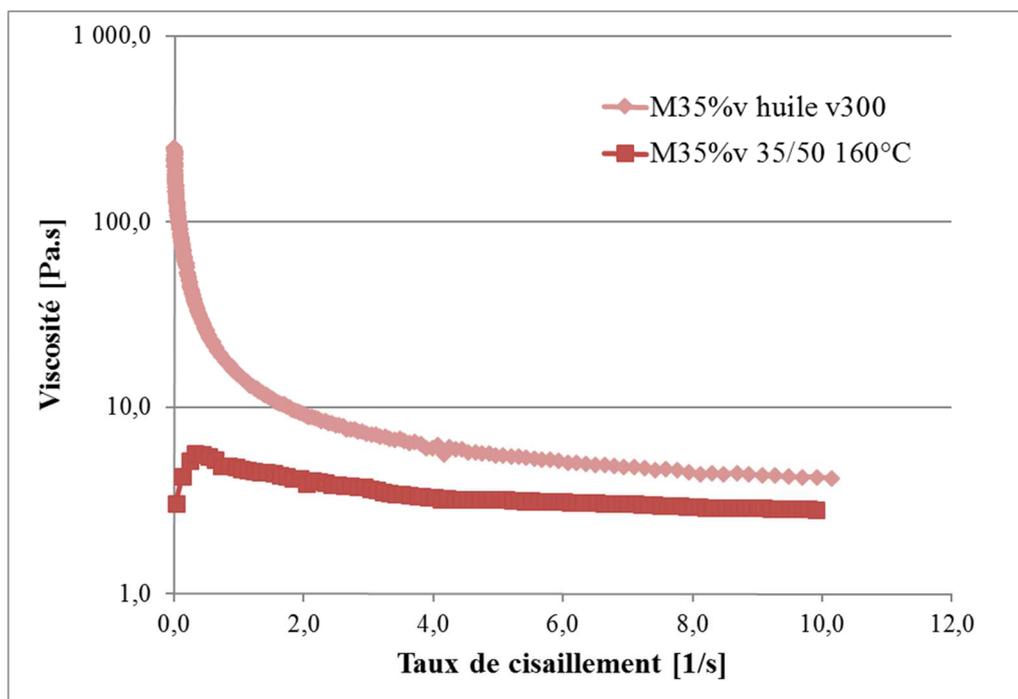


Figure 54 : Comparaison des  $M_{35\%v}$  à l'huile v300 et au bitume 35/50 à 160°C

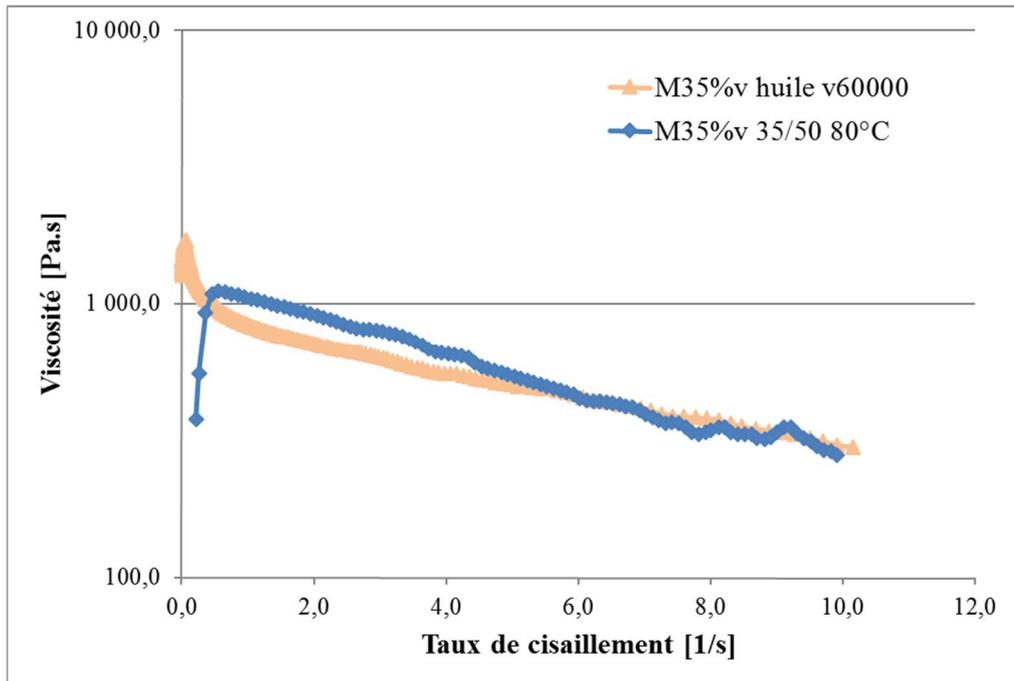


Figure 55 : Comparaison des M<sub>35%v</sub> à l'huile v60000 et au bitume 35/50 à 80°C

#### ***4.3.2. Influence de la température et de la présence d'additif***

Les différents mastics bitumineux étudiés ayant des comportements non newtoniens, des essais à taux de cisaillement constant, en géométrie plan/plan 25 mm ont été réalisés pour déterminer une viscosité moyenne en fonction de la température et pour des mélanges additivés ou non, et observer l'influence de la température et de la présence d'additif sur celle-ci. Le taux de cisaillement choisi est  $0,5 \text{ s}^{-1}$ . Chaque essai a été réalisé 3 fois et les valeurs moyennes de viscosité sont données dans les Figures 56 et 57.

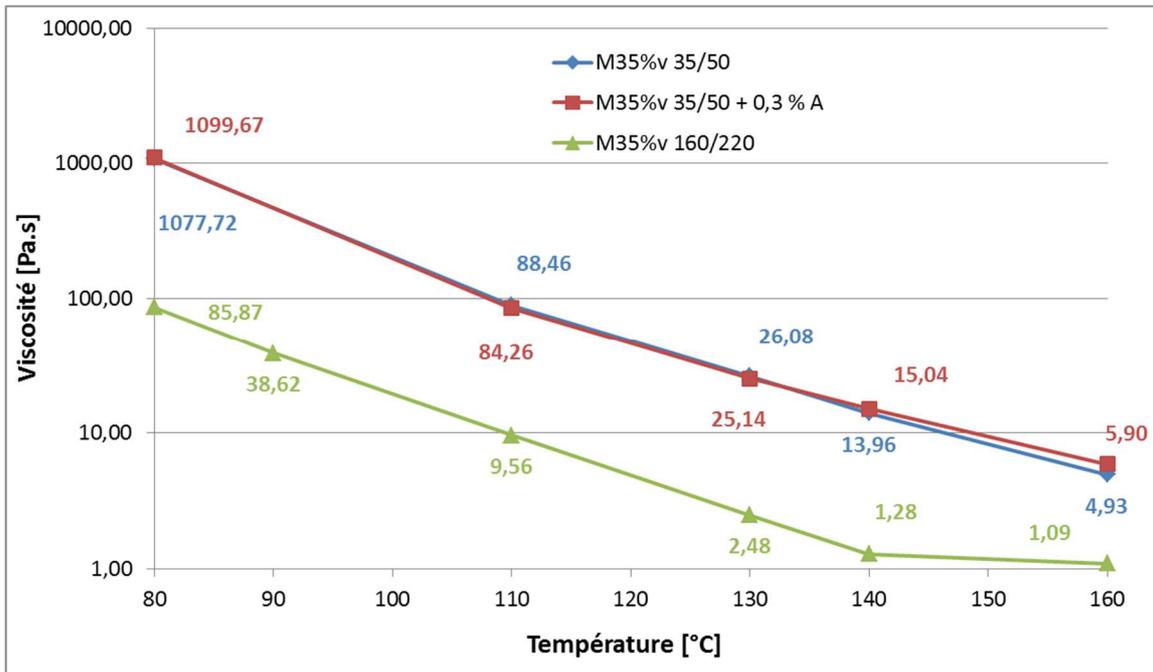


Figure 56 : Evolution de la viscosité du M<sub>35%v</sub> bitumineux (avec et sans additif) en fonction de la température, en plan/plan 25 mm

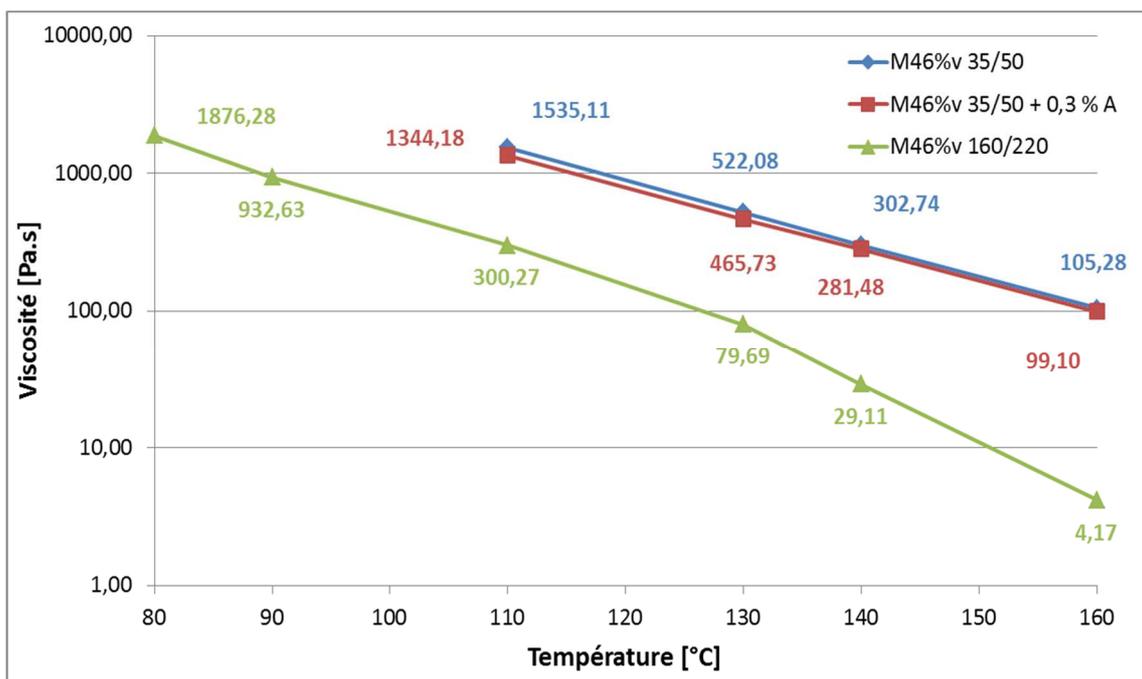


Figure 57 : Evolution de la viscosité du M<sub>46%v</sub> au 35/50 (avec et sans additif) en fonction de la température, en plan/plan 25 mm

Tout d'abord, on peut remarquer que les viscosités moyennes obtenues par les essais à

des taux de cisaillement constants sont similaires à celles obtenues par les essais en rampe de taux de cisaillement.

Si l'on observe l'évolution des différents mastics (purs et additivés) en fonction de la température, on retrouve bien le comportement attendu, à savoir une diminution de la viscosité du mastic lorsque la température d'essai augmente, quel que soit la fraction volumique de fines. De plus, la différence de consistance des bitumes purs se retrouve dans l'évolution de la viscosité des mastics aux hautes températures : les  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  au 160/220 pur ont des niveaux de viscosité plus faibles que les  $M_{35\%v}$  et  $M_{46\%v}$  au 35/50 pur aux différentes températures d'essai.

Ce graphique met également en évidence le fait que l'additif, ajouté en proportion de 0,3% massique (quantité préconisée par le fabriquant), a peu d'influence sur la viscosité des mastics au 35/50, et ce quelle que soit la température testée. Cela va à l'encontre de ce que nous pensions en débutant l'étude : nous pensions que l'effet de l'additif tensio-actif se verrait au niveau des viscosités des mastics.

#### ***4.3.3. Influence du taux de fines***

Pour compléter les essais en rampe de taux de cisaillement menés sur les différents mastics bitumineux en plan/plan 25 mm, des essais à taux de cisaillement constant ont également été réalisés, avec la même géométrie, pour pouvoir calculer des viscosités moyennes à ces taux de cisaillement et les comparer entre elle, notamment pour étudier l'influence de la fraction volumique de fines ajoutées aux bitumes 35/50 et 160/220. Les Figures 58 et 59 illustrent l'évolution des rapports de viscosité (viscosité mastic / viscosité bitume) à différents taux de cisaillement, en fonction de la fraction volumique de fines présente dans les bitumes.

On peut alors noter le pouvoir rigidifiant des fines qui sont ajoutées aux deux bitumes purs. Pourtant l'action de ces fines dans le bitume n'est pas la même quel que soit le bitume ni quelle que soit la température.

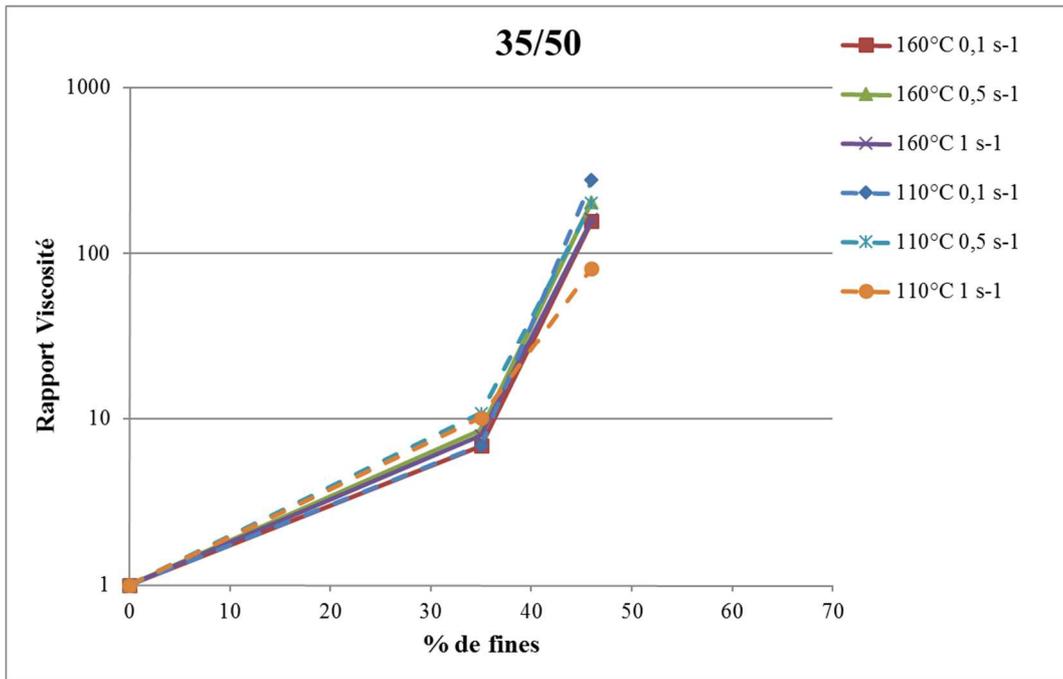


Figure 58 : Evolution de la viscosité du bitume 35/50 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

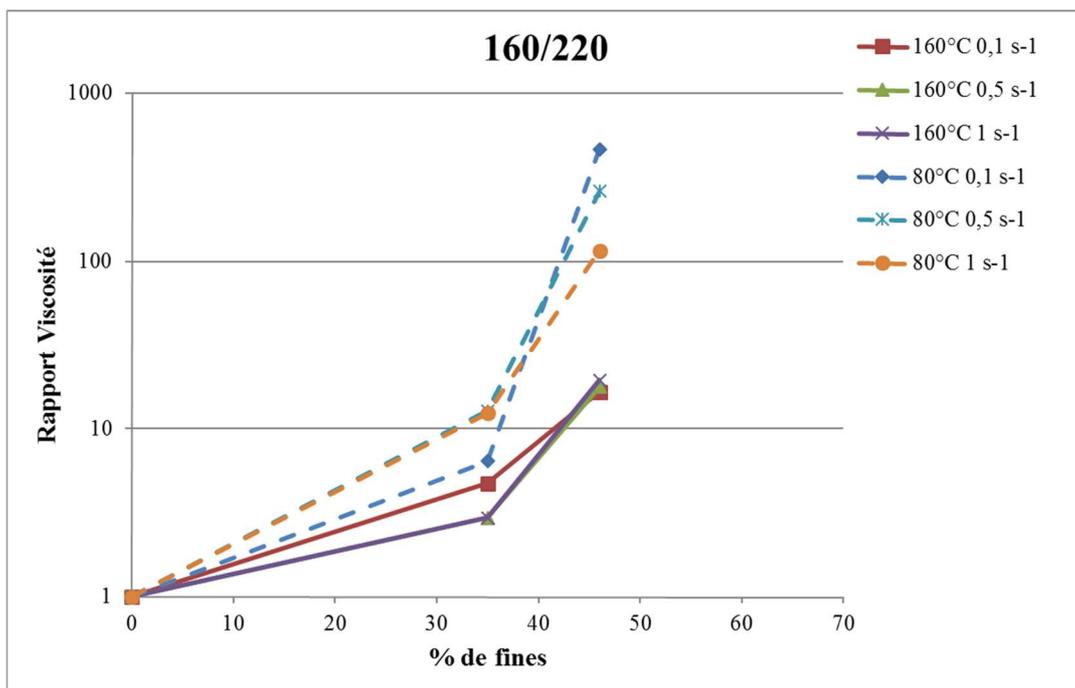


Figure 59 : Evolution de la viscosité du bitume 160/220 en fonction de la fraction volumique de fines, pour différents taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

## 5. Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié les propriétés des liants et des mastics modèles et réels sélectionnés pour notre recherche, en termes de viscosité sur des plages de températures correspondant aux températures de mise en œuvre. Pour cette étude, nous avons défini des protocoles de mesure de la viscosité au rhéomètre à cisaillement dynamique permettant de réaliser les essais à la fois sur les liants et sur les mastics sans changer les paramètres de mesures, pour garantir une bonne comparaison des différents matériaux entre eux. Des premiers essais préliminaires réalisés avec différentes géométries ont montré des différences systématiques entre les mesures effectuées sur liant bitumineux avec des géométries plan-plan et cône-plan : en effet, les mesures en géométrie cône-plan sont systématiquement inférieures à celles en plan-plan, sans que nous puissions véritablement l'expliquer.

Les essais réalisés à l'échelle des liants ont permis d'analyser leurs comportements rhéologiques aux températures d'essai, sur toute la gamme de taux de cisaillement étudiée, mettant en évidence leur caractère newtonien, et également de valider le choix des huiles de silicone pour matériaux modèles. Ces essais réalisés sur les liants bitumineux ont également permis d'analyser l'influence de la température, de la présence de l'additif tensio-actif et du grade du bitume, montrant entre autres l'absence d'effet de l'additif tensio-actif sur la viscosité du bitume. En ce qui concerne les essais réalisés à l'échelle des mastics, les mesures sont plus compliquées que pour les liants parce que les matériaux testés ne sont pas homogènes et des phénomènes de sédimentations entrent en jeu. Dans un premier temps, nous nous sommes donc intéressés à ce phénomène de sédimentation et nous l'avons évalué théoriquement et expérimentalement. Dans un deuxième temps, les mesures réalisées sur les mastics modèles et réels ont montré que leur viscosité varie avec le taux de cisaillement, sur les gammes étudiées ; en effet, ceux-ci n'ont pas un comportement newtonien, contrairement aux liants, aux taux de fines testés, et plus leur taux de fines est élevé et plus leur caractère non newtonien s'accroît. De la même manière que pour les liants, nous avons également pu observer l'influence de différents paramètres tels que la température, le grade du bitume et la présence de l'additif tensio-actif sur la viscosité des mastics, et comme pour les liants bitumineux, l'additif tensio-actif n'a aucun effet sur la viscosité des mastics testés.

Après l'étude des comportements rhéologiques des liants et des mastics contenus dans l'enrobé, nous allons nous intéresser aux propriétés de maniabilité de cet enrobé mesurées à l'aide du maniabilimètre.

# Chapitre IV : Maniabilité

## 1. Introduction

Depuis le développement des enrobés tièdes, les abaissements de température de fabrication des enrobés bitumineux ont fait apparaître sur les chantiers routiers des problématiques de maniabilité lors de la mise en œuvre mécanisée, mais surtout manuelle. Malgré la mise en place de procédés spéciaux pour les enrobés tièdes, des retours de chantier montrent une moindre maniabilité, et donc une augmentation de la pénibilité du travail à la main. Pour certains, malgré leurs avantages environnementaux significatifs liés à des températures d'application réduites et permettant une amélioration des conditions de travail, les enrobés tièdes ne seraient pas encore bien adaptés au travail à la main et aux revêtements spécifiques (trottoirs, industriels, ...) [Pezas, 2014].

La formulation classique des enrobés bitumineux, quelle que soit son niveau, n'introduit pas actuellement de mesure de maniabilité. Dans le chapitre précédent (cf Chapitre III), nous nous sommes intéressés aux propriétés rhéologiques des liants et des mastics en termes de viscosité, pour approcher la maniabilité des enrobés à des échelles de matériaux différentes, sachant que le liant contenu dans l'enrobé et donc le mastic qui entoure les granulats ont un rôle très important lors de sa mise en œuvre. Pourtant, les mesures faites sur le liant et le mastic ne sont pas suffisantes, et il est important de travailler également à l'échelle de l'enrobé. En effet, il est difficile de transposer les mesures faites sur liant et mastic aux mesures faites sur enrobé, compte-tenu de la différence qu'il y a entre ces matériaux : le liant et le mastic sont des matériaux complètement fermés qui s'écoulent comme des fluides, tandis que l'enrobé est un matériau granulaire et ouvert. Il semble donc important d'avoir un essai d'évaluation de la maniabilité en laboratoire réalisable sur l'enrobé.

Le développement des techniques tièdes a conduit les techniciens à proposer des outils de mesure en laboratoire, éventuellement réalisables sur chantier. Comme résumé dans le chapitre I, plusieurs outils sont utilisés pour tester cette maniabilité, faisant appel à différents dispositifs expérimentaux : mesures de couple ou de forces de cisaillement sur enrobé, mesures de coefficient de friction sur le liant... Dans le cadre de ce travail de recherche, nous avons choisi de travailler avec le maniabilimètre (anciennement Nynas), essai en cours de normalisation au démarrage de la thèse, et le plus répandu en France.

Dans un premier temps, nous nous intéresserons à la mesure normalisée de la maniabilité d'un enrobé au maniabilimètre (NF P98-258-1), en analysant des essais préliminaires réalisés selon le protocole préconisé par la norme.

Dans un second temps, nous décrirons les modifications et les compléments de procédure que nous avons apportés au protocole normalisé et nous analyserons l'influence de la compacité des échantillons d'enrobés sur la mesure de leur maniabilité.

Une fois notre protocole d'essai défini et mis en place, nous expliciterons tous les paramètres que nous ferons varier lors de notre étude expérimentale sur enrobés modèles et réels, ainsi que notre méthode d'analyse.

Dans une quatrième puis cinquième partie, nous analyserons l'ensemble des résultats que nous aurons obtenus sur le squelette granulaire, les enrobés modèles et les enrobés réels, puis nous essaierons de les relier aux mesures rhéologiques du chapitre III.

## **2. Mesure normalisée de la maniabilité d'un enrobé au maniabilimètre**

### **2.1. Matériel et protocole d'essai normalisés**

Comme décrit dans le chapitre I, le maniabilimètre (Figure 60) a été développé pour mesurer la montée en cohésion des enrobés à froid à l'émulsion de bitume ; une méthode d'essai a été mise au point en 2011 par l'IFSTTAR [Delorme et al., 2007]. En 2013, cet appareil a été normalisé (NF P98-258-1) pour caractériser la maniabilité des enrobés à chaud, tièdes, à froid et des graves émulsions, par une simulation du répandage de l'enrobé sur la chaussée par une poutre de finisseur ou une raclette.

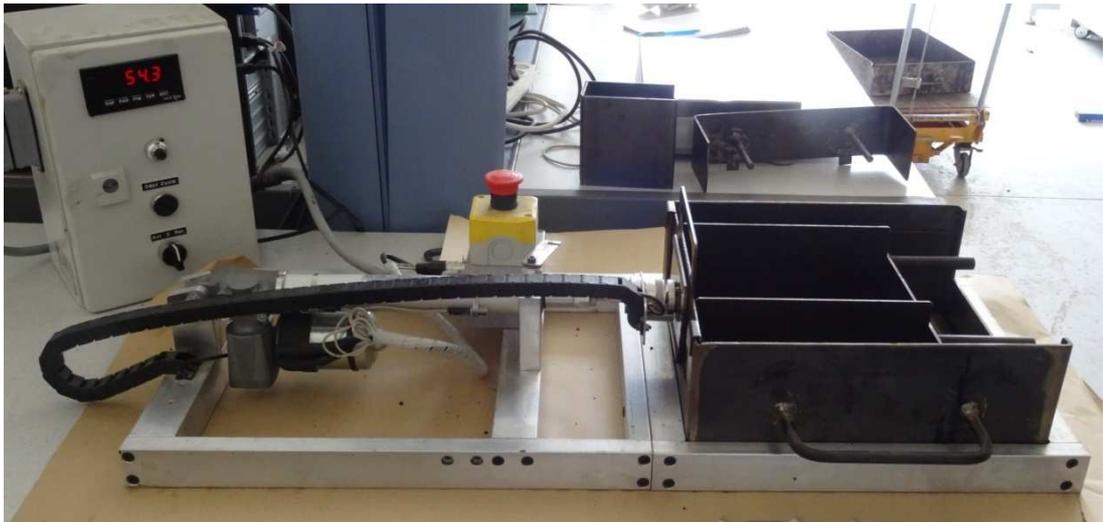


Figure 60 : Maniabilimètre du laboratoire IRC-ESTP

Le principe de l'essai est le suivant (Figure 61) : un enrobé foisonné est déversé et arasé dans un moule et est poussé par une lame à l'aide d'un vérin. Un capteur de force mesure la force de résistance à l'effort de cisaillement exercé par l'avancement du vérin et de la lame de poussée dans le moule rempli, et donc la force de cohésion de l'enrobé. Cette force de résistance maximale du matériau est utilisée comme paramètre de maniabilité de celui-ci : plus elle est faible, et plus la maniabilité est grande.



Figure 61 : Déroulement d'un essai au maniabilimètre sur un enrobé

Le protocole d'essai décrit dans la norme (NF P98-258-1) prévoit l'utilisation d'un grand moule contenant environ 11 kg d'enrobé ou d'un petit moule contenant environ 5,5 kg d'enrobé (Figure 62). Les caractéristiques géométriques des deux types de moules sont données dans le Tableau 25.



Figure 62 : Moules du maniabilimètre

Tableau 25 : Caractéristiques géométriques des moules du maniabilimètre

		Grand moule	Petit moule
Dimensions moule	L [cm]	30	15
	l [cm]	22	22
	h [cm]	10	10
	Volume utile [cm <sup>3</sup> ]	6600	3300
Dimensions lame de poussée	L [cm]	23	11,5
	h [cm]	8	8
	e [cm]	0,4	0,4

Nos conditions de fabrication et de conditionnement de l'enrobé ont été décrites dans le chapitre II. Une fois fabriqué, l'enrobé est déversé dans le moule à l'aide d'une goulotte de remplissage et d'un déversoir (chute de l'enrobé de 1 m de haut environ) ; celles que nous utiliserons ont été conçues et fabriquées à l'atelier mécanique de l'ESTP (Figure 63). L'échantillon est ensuite arasé pour obtenir un même volume utile (6600 ou 3300 cm<sup>3</sup>). La norme prévoit de conditionner les moules remplis dans des enceintes à température et hygrométrie fixées pour des étapes de maturation de durées définies dans le cas des tests faits sur enrobé à l'émulsion de bitume. Aucune mention n'est faite d'un conditionnement en température à l'étuve pour le cas des enrobés à chaud, tièdes ou semi-tièdes. Il est juste mentionné que le temps entre la mise de l'échantillon dans le déversoir de la goulotte et la mise en conditionnement ne doit pas dépasser 3 min.



Figure 63 : Goulotte de remplissage pour le petit moule du maniabilimètre

Le moule est ensuite placé sur le châssis du maniabilimètre, les parois amovibles avant

et arrière sont retirées, et l'essai est lancé jusqu'à la fin de la course du piston et de la lame de poussée, qui est d'environ 15 cm.

La norme ne prévoit qu'une seule vitesse d'avancée du piston, à savoir 1 cm/s, sans justification de ce choix. A titre indicatif, un finisseur sur chantier a une vitesse d'avancement de 3-4 m/min à 12-20 m/min en fonction de l'épaisseur de mise en œuvre, soit environ 8 cm/s à plus de 30 cm/s. Les conditions du travail manuel sont plus difficiles à évaluer. Il est alors légitime de se demander comment la vitesse de 1 cm/s a été choisie pour le protocole normalisé.

La Figure 64 est l'exemple donné par la norme de l'enregistrement d'un essai au maniabilimètre. Elle préconise de déterminer à partir de ces enregistrements la force maximale obtenue pour deux essais similaires et d'en faire la moyenne arithmétique. C'est ce paramètre force maximale qui est utilisé comme critère de maniabilité.

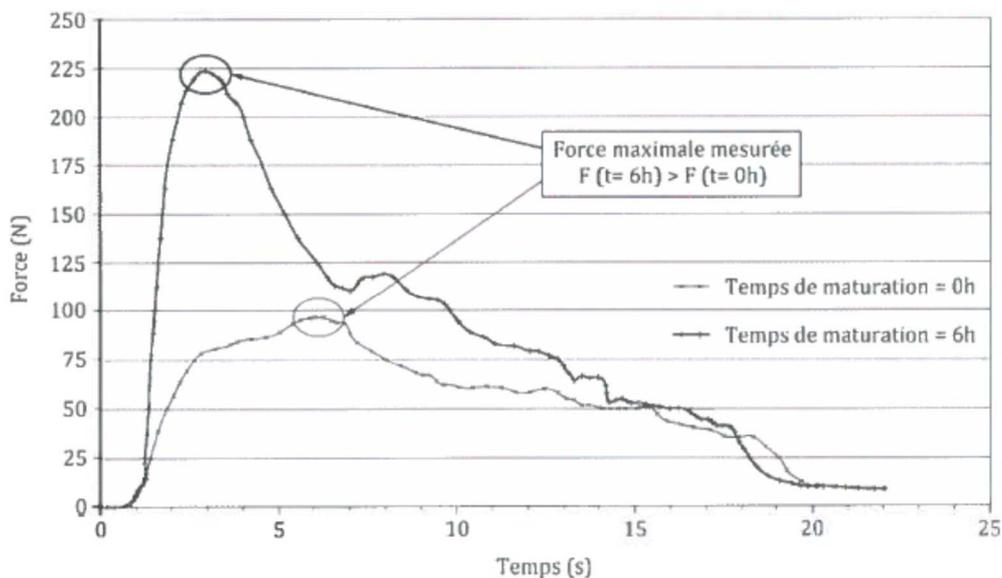


Figure 64 : Exemple donné par la norme d'enregistrements obtenus lors d'essais faits sur un matériau conditionné à des temps de maturation différents (NF P98-258-1)

## 2.2. Résultats d'essais préliminaires réalisés avec le protocole normalisé

Des essais au maniabilimètre ont été réalisés en suivant le protocole décrit par la norme NF P98-258-1, avec le petit moule (3300 cm<sup>3</sup>), pour une vitesse d'avancement de la

lame de poussée de 1cm/s, en faisant varier la température de fabrication des mélanges et donc la température d'essai. Les températures de fabrication et d'essai choisies sont 160, 130, 110°C. Ces essais ont été réalisés sur une formulation de BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur.

Pour garantir une bonne répétabilité de nos mesures, nous avons décidé de faire quatre essais pour chaque température. Une seule fabrication d'environ 25 kg à une température donnée nous permet de faire les quatre essais de maniabilité nécessaires. Les résultats exploités sont alors une moyenne de ces quatre essais sur une même fabrication d'enrobé.

La norme ne donne pas de détail sur un quelconque conditionnement des échantillons en étuve à la température de fabrication et d'essai, après la sortie du malaxeur et avant de faire les essais. Pour être sûr de faire nos quatre essais de répétabilité à partir d'une même fabrication à la bonne température, nous avons donc décidé de procéder systématiquement de la manière suivante : à la sortie du malaxeur, les enrobés sont séparés en quatre échantillons d'environ 5,5 kg et conditionnés dans des bacs métalliques à l'étuve à la température de fabrication pendant deux heures. Les échantillons sont ensuite sortis un à un de l'étuve pour subir le protocole d'essai normalisé, de la mise dans le déversoir de la goulotte jusqu'à la fin de l'essai, le plus rapidement possible (au maximum une dizaine de minutes).

Le protocole normatif impose de conserver un volume constant pour tous les essais par un arasement systématique de l'enrobé déversé dans le moule mais sans contrôle de la masse. Pour avoir une donnée supplémentaire sur nos échantillons lors de chacun des essais, la masse du moule contenant l'échantillon arasé est pesée et la compacité de celui-ci est calculée. Les résultats des mesures de compacité de nos échantillons, ainsi que les résultats des essais en termes de force maximale sont présentés dans les Figures 65 et 66.

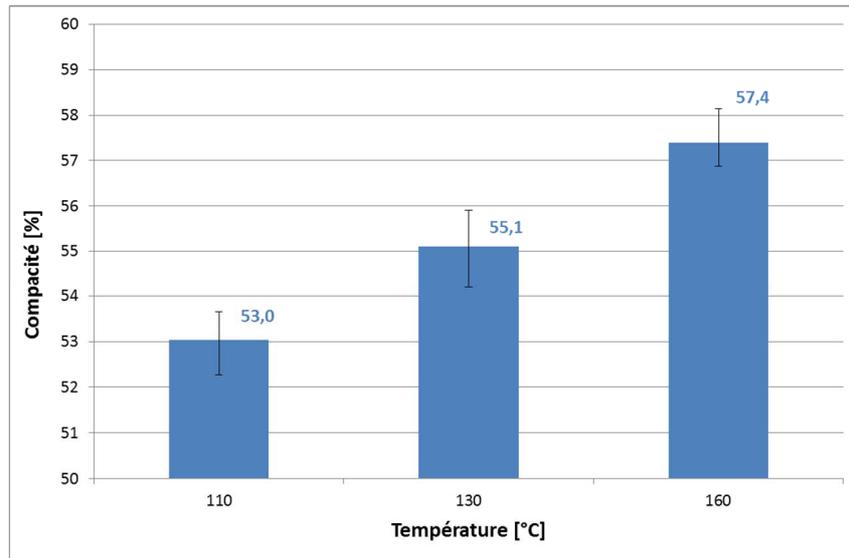


Figure 65 : Evolution de la compacité des échantillons après arasement en fonction de la température

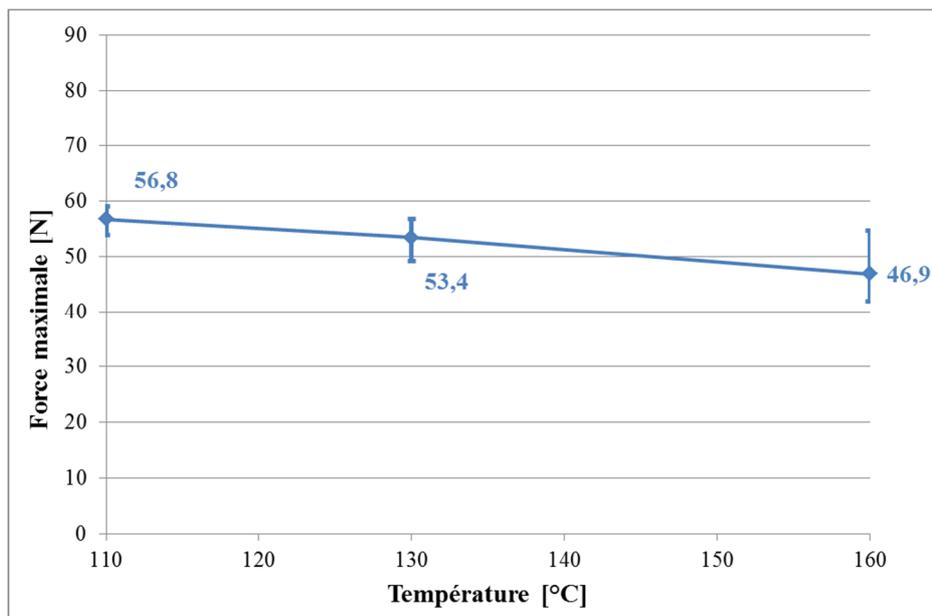


Figure 66 : Evolution de la force maximale en fonction de la température d'essai à  $v=1\text{cm/s}$ , dans le petit moule, pour le protocole normalisé

La Figure 65 montre que la compacité foisonnée des échantillons varie de façon significative en fonction de la température de fabrication de l'enrobé avec une perte de plus de 4% entre 160 et 110°C. Plus l'enrobé est fabriqué à basse température plus la compacité est faible. La lame de poussée sollicite donc une masse d'enrobé moins importante lorsque l'on fait l'essai à

température plus basse, ce qui pourrait minimiser les différences de maniabilité observées. Il apparaît donc important, pour toute étude comparative, de maîtriser ce paramètre compacité et de le fixer lorsque l'on fait varier la température.

Les résultats de la Figure 66, quant à eux, montrent une augmentation de la force maximale moyenne de poussée nécessaire pour décohesionner le mélange bitumineux lorsque la température diminue. Ces écarts de maniabilité sont chiffrés dans le Tableau 26. Pourtant, si l'on regarde la précision des essais données dans la Figure 66 (moyenne faite sur quatre essais à chaque température), cette diminution de la maniabilité ne semble pas assez importante pour décrire ce que l'on a pu observer en manipulant à la pelle les échantillons d'enrobé en laboratoire à 130, puis à 110°C. L'essai tel qu'il est réalisé dans la norme reflète-t-il les réelles baisses de maniabilité engendrée par les abaissements de températures ?

Tableau 26 : Augmentation de la force maximale de poussée pour les différentes températures d'essai par rapport à 160°C

<b>Augmentation de la force maximale de poussée par rapport à 160°C</b>		
	130°C	110°C
Petit moule v=1cm/s	13,9%	21,1%

### **3. Modifications et compléments de procédure**

#### **3.1. Vitesse d'avancement du vérin et de la lame de poussée**

Comme décrit dans le paragraphe 2.1, l'essai normalisé au maniabilimètre se pratique à une vitesse d'avancement de la lame de poussée dans l'échantillon d'enrobé fixe de 1cm/s. Cette vitesse choisie n'étant pas représentative de la vitesse d'avancée d'un finisseur sur chantier ou bien de la vitesse du travail manuel, il semble intéressant de pouvoir la faire varier et d'étudier son incidence sur les essais au maniabilimètre.

Le maniabilimètre présent à l'Institut de Recherche en Constructibilité (IRC) de l'ESTP et utilisé pour la réalisation de tous les essais présentés dans ce travail de thèse, a été conçu pour répondre parfaitement à la norme d'essai (NF P98-258-1) mais également pour

étudier des paramètres variables non prévus dans la norme. Ainsi, plusieurs vérins de poussée (Figure 67) permettent de faire varier la vitesse d'avancée de la lame de 0,01 cm/s à 4 cm/s, pour étudier l'influence de ce paramètre vitesse. Il est à noter que nous n'avons pas choisi des vitesses plus élevées, d'une part par la non disponibilité de vérin adéquate pour le modèle normalisé choisi, et d'autre part car la course d'essai de 15 cm était trop courte pour réaliser un essai fiable.

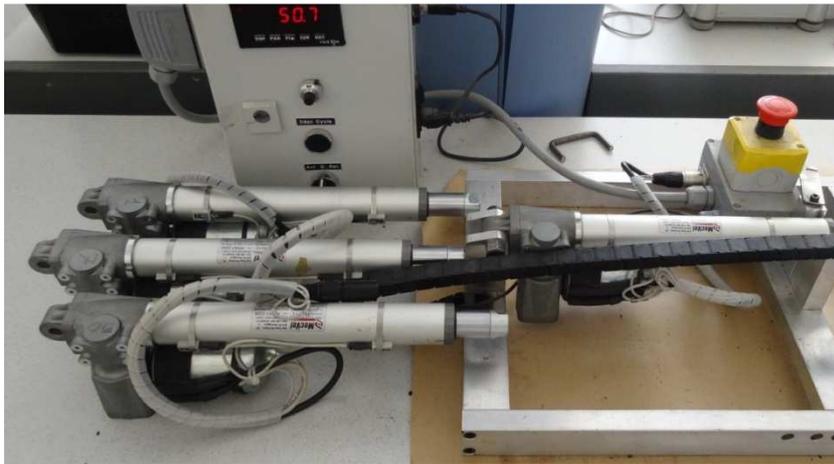


Figure 67 : Vérins de poussée du maniabilimètre pour balayer une vitesse de 0,01 cm/s à 4 cm/s

### **3.2. Evolution de la température des enrobés dans les moules**

L'un des paramètres les plus importants à maîtriser dans notre étude est le paramètre température de l'échantillon lors de l'essai, qui représente la température de l'enrobé sur le chantier lors de sa mise en œuvre.

Rappelons que les essais de maniabilité vont se réaliser sur des enrobés fabriqués en laboratoire, conditionnés dans une étuve régulée en température, puis déversés par la goulotte dans le moule, hors étuve, pour ensuite être testés à différentes vitesses. Le maniabilimètre tel qu'il est décrit dans la norme n'est pas lui-même régulé en température ; il est donc important de vérifier les évolutions de température des échantillons au sein des deux moules (grand et petit moule) en fonction du temps, sachant que nous souhaitons travailler à différentes vitesses, et notamment des vitesses lentes. Les évolutions de la température d'échantillons de BBSG 0/10 Noubleau fabriqués avec un bitume 35/50 pur à 160°C, contenus dans le petit et le grand moule et laissés à l'air libre, en fonction du temps ont été mesurées au cœur de

l'échantillon à l'aide d'un thermomètre. La Figure 68 présente les résultats.

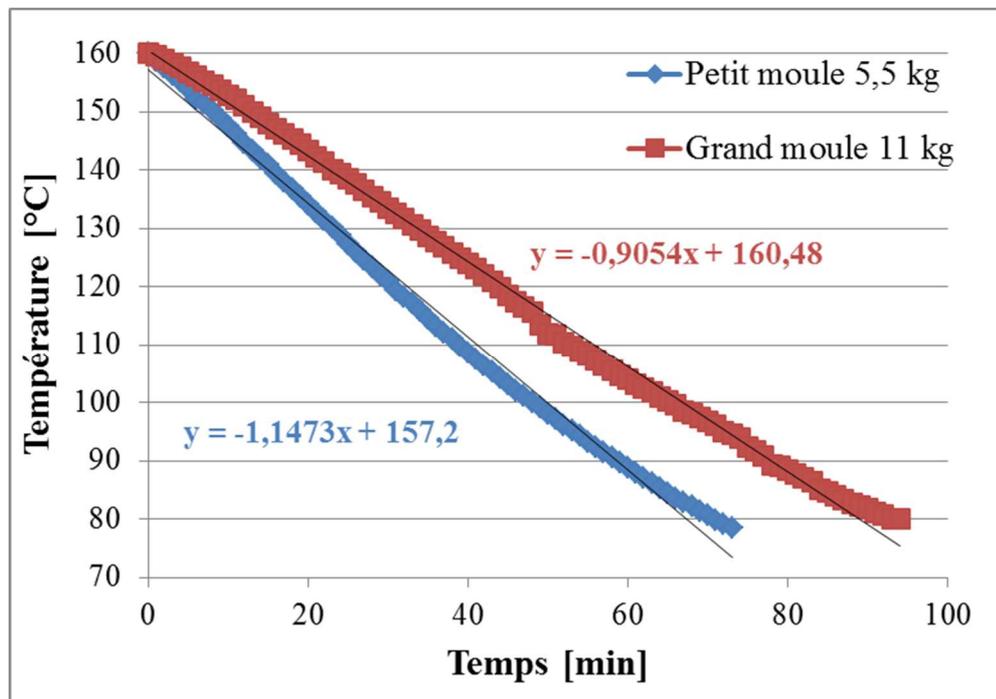


Figure 68 : Evolution de la température de l'échantillon d'enrobé dans les petit et grand moules en fonction du temps

La course du vérin et de la lame de poussée étant d'environ 15 cm, un essai fait à la vitesse de 1cm/s dure environ 15 s, ce qui se traduit par une diminution de température d'environ 0,3°C sur petit moule et d'environ 0,1°C sur grand moule entre le début et la fin de l'essai. De même à vitesse plus lente, 0,5 cm/s par exemple, l'essai durera 30 s, ce que se traduit par une chute de température de 0,6°C sur petit moule et de 0,2°C sur grand moule entre le début et la fin de l'essai. Il apparait donc que les déperditions de températures au sein des échantillons d'enrobé dans les moules des deux tailles sont faibles par rapport aux durées des essais. Les essais au maniabilimètre peuvent donc être considérés à température constante, malgré l'absence d'une enceinte thermique autour des moules.

### 3.3. Maîtrise de la compacité foisonnée des échantillons

Il est apparu lors des essais préliminaires présentés en 2.2 que le protocole décrit dans la norme NF P98-258-1 ne permet pas de conserver une compacité constante de l'échantillon

testé lorsque l'on fait varier la température de fabrication et d'essai. En effet, lorsque la température de fabrication diminue, l'enrobé foisonné reste plus ouvert, la compacité de l'échantillon diminue. Le résultat obtenu peut alors sembler faussé puisque la lame de poussée agit sur une masse moins importante de matériau : on ne compare pas deux matériaux dans un même état.

Pour éviter cette variation de compacité, un nouveau protocole d'essai a été proposé et développé à l'IRC-ESTP pour s'assurer de pratiquer les essais à volume et masse constants :

- Une masse constante d'enrobé a été fixée par un essai de référence réalisé sur la formule d'enrobé à 160°C (déversement à la goulotte, arasement puis pesage de l'échantillon) ;
- Pour les autres températures testées, après fabrication et conditionnement des échantillons d'enrobés en étuve pendant 2h (chaque échantillon a la même masse, déterminée sur la référence), ils sont déversés dans le moule par la goulotte ;
- Ils sont tassés manuellement à l'aide d'une plaque de la dimension de la surface du moule pour obtenir un même volume utile (6600 ou 3300 cm<sup>3</sup>) (Figure 69) ;
- Les échantillons sont ensuite pesés pour vérifier leur masse et donc leur compacité ;
- Le moule est enfin placé dans le maniabilimètre et l'essai est lancé.



Figure 69 : Tassement manuel de l'échantillon d'enrobé dans le moule après déversement à la goulotte

Ce protocole d'essai permet de maîtriser la compacité de l'échantillon d'enrobé qui, du coup, reste constante quelle que soit la température testée et égale à celle à la référence 160°C. Ce tassement manuel illustré ici peut générer un petit gradient de compacité dans l'échantillon, mais dans nos études comparatives, tous nos échantillons ont été tassés de la même manière et par le même opérateur.

Différents essais ont été réalisés sur une formulation de BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur pour tester et valider ce protocole d'essai. Les températures de fabrication et d'essai testées sont 160, 130, 110 et 90°C.

Les résultats des essais réalisés sont donnés dans les Figures 70 et 71. La compacité fixée est celle de l'enrobé foisonné à 160°C dans le petit et le grand moule, c'est-à-dire une compacité de  $57,5\% \pm 0,3\%$ . Il est à noter que chaque résultat donné par la suite est la moyenne de 4 essais issus d'une même fabrication d'enrobé bitumineux pour les petits moules et de deux fabrications pour les grands moules.

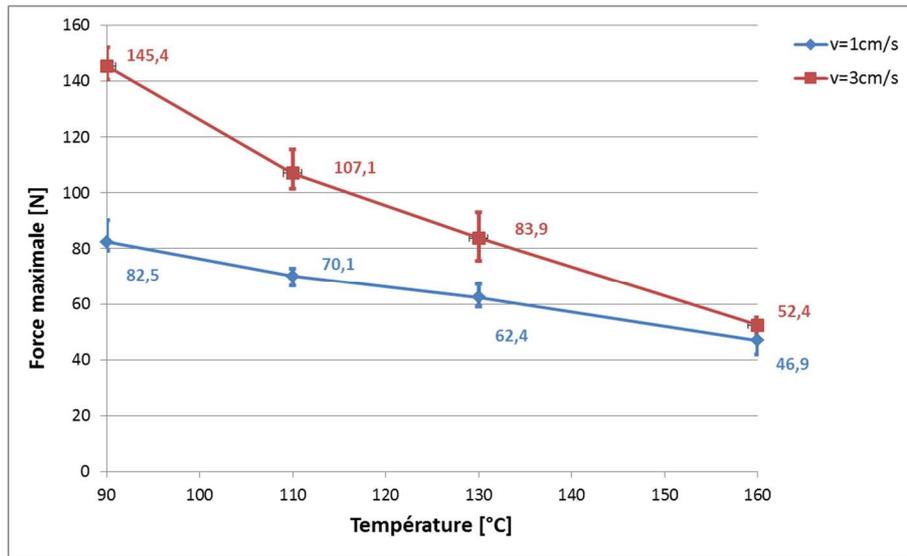


Figure 70 : Evolution de la force maximale en fonction de la température d'essai et de la vitesse de poussée, pour le petit moule et le protocole d'essai IRC-ESTP

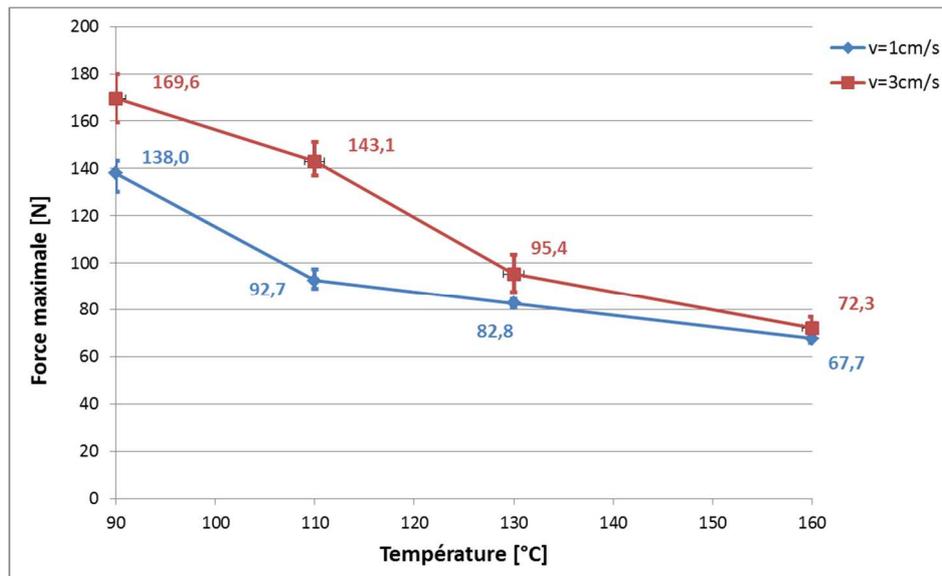


Figure 71 : Evolution de la force maximale en fonction de la température d'essai et de la vitesse de poussée, pour le grand moule et le protocole d'essai IRC-ESTP

Dans un premier temps, ces résultats montrent une augmentation importante de la force maximale de poussée lorsque la température diminue, quelle que soit la taille du moule ou la vitesse de poussée.

Dans un second temps, on note que :

- Les niveaux de force sont plus importants pour le grand moule que pour le plus petit (surface de poussée plus grande),
- Plus la vitesse d'essai est élevée, plus la force de poussée est élevée et plus les écarts de maniabilité entre les températures sont importants.

En comparant les résultats obtenus avec les deux protocoles (Figures 66 et 70), il apparaît que le second protocole, pour lequel on travaille à compacité constante, est plus discriminant que le premier en ce qui concerne l'influence de la température sur la maniabilité. En effet, l'augmentation de la force maximale de poussée lorsque la température d'essai diminue est plus importante lorsque la compacité est maintenue constante (Tableaux 26 et 27).

Tableau 27 : Augmentation de la force maximale de poussée pour les différentes températures d'essai par rapport à celle mesurée à 160°C, pour le protocole IRC-ESTP

<b>Augmentation de la force maximale de poussée par rapport à 160°C</b>			
	130°C	110°C	90°C
Petit moule v=1cm/s	33,0%	49,5%	75,9%
Petit moule v=3cm/s	60,1%	104,4%	177,5%
Grand moule v=1cm/s	22,3%	36,9%	103,8%
Grand moule v=3cm/s	32,0%	97,9%	134,6%

### **3.4. Influence de la compacité des échantillons**

Les résultats présentés en 2.2 et 3.3 ont montré l'importance du paramètre compacité contrôlée sur les mesures effectuées. Il nous a semblé également très important d'étudier son influence sur les mesures de maniabilité effectuées au maniabilimètre.

La norme NF P98-258-1 ne prévoit que des essais sur des échantillons d'enrobé à compacité foisonnée, pour simuler le travail manuel sur un enrobé déversé à la brouette

(trottoirs, ouvrages singuliers en zone urbaine). Pourtant sur un chantier routier, un travail manuel peut également être effectué après le passage d'un finisseur, sur un enrobé pré-compacté par la table de celui-ci : dans ce cas de figure, l'enrobé a une compacité plus élevée que la compacité foisonnée (environ 80%) (Figure 72).



Figure 72 : Travail manuel après passage du finisseur

Le tassement manuel mis en place pour travailler à compacité foisonnée contrôlée (protocole IRC-ESTP) ne permet pas de compacter l'échantillon à des compacités plus élevées que 60% (trop difficile physiquement). Un dispositif a donc été développé à l'ESTP pour compacter nos échantillons à des compacités plus élevées à l'aide d'une presse MTS. Un moule renforcé, remplaçant le petit moule du maniabilimètre, a été conçu et fabriqué pour permettre un compactage « simple effet » à la presse MTS.

La conception de ce dispositif, ainsi que les essais réalisés avec, ont été faits dans le cadre du stage fin d'étude de Mickaël Girondeau.

### ***3.4.1. Conception d'un moule renforcé***

Pour concevoir le moule renforcé, il est nécessaire de connaître les différents critères et contraintes qui régissent son utilisation future. Après avoir analysé les différentes manipulations faites à l'aide du premier moule et les objectifs visés, un cahier des charges a été établi pour le nouveau moule :

- Avoir une capacité de résistance et de faible déformation face aux pressions de compactage ;
- Avoir des dimensions intérieures en largeur et en longueur identiques au petit moule initial du maniabilimètre (un seul maniabilimètre pour tous les essais) ;
- Permettre aux utilisateurs de passer facilement et rapidement de la phase de compactage à la phase d'essai (maîtrise de la température) ;
- S'adapter sur le grand moule du maniabilimètre (comme le petit moule initial) et garantir une hauteur de l'échantillon par rapport au vérin permettant d'obtenir les mêmes conditions de sollicitations.



Figure 73 : Pièces constitutives du moule renforcé



Figure 74 : Compactage dans le moule renforcé à l'aide d'une presse MTS

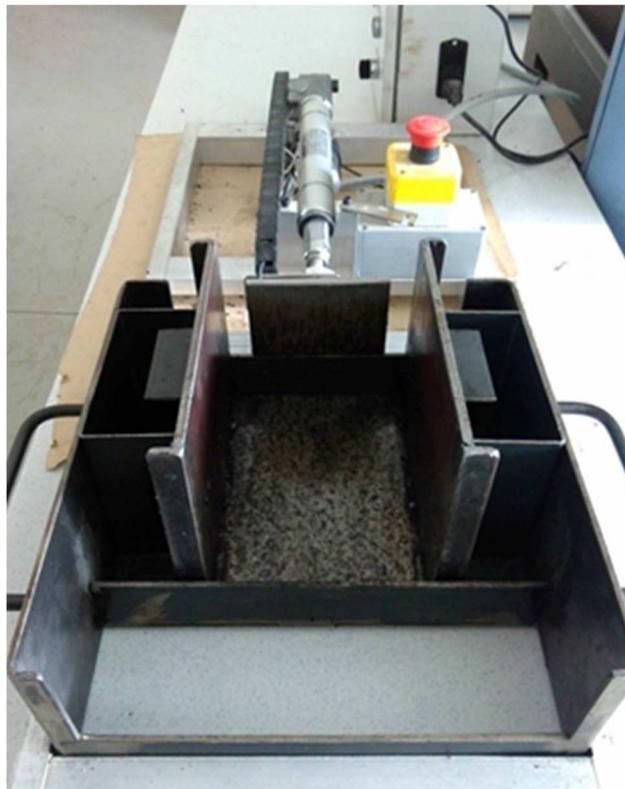


Figure 75 : Mise en place du moule renforcé (sans la plaque de compactage et sans les parois amovibles) dans le grand moule du maniabilimètre

La Figure 73 présente les différentes pièces qui constituent notre moule renforcé :

- La partie centrale qui a les mêmes dimensions internes que le petit moule classique et qui s'adapte dans le grand moule pour réaliser l'essai (Figure 75) ;
- Deux parois amovibles qui ferment la partie centrale lors de l'opération de compactage (Figure 74) et que l'on enlève lors de l'essai ;
- Une plaque de compactage double, dont la partie inférieure s'insère dans le moule pour compacter l'échantillon d'enrobé (Figure 74) ;
- Une dernière plaque que l'on place sous le moule pour adapter celui-ci sur la partie inférieure de la presse MTS (Figure 74).

Le vérin de la presse MTS est commandé en déplacement, à une vitesse définie, pour compacter à la compacité voulue. La procédure de compactage a été calée et est détaillée en Annexe C.

### ***3.4.2. Variation de la compacité***

L'objectif du moule renforcé est de compacter les échantillons d'enrobé à 80%, pour étudier l'influence du paramètre compacité sur les mesures de maniabilité effectuées sur notre formulation BBSG 0/10 Noubleau au 35/50, en comparant 60 et 80% de compacité.

Les échantillons compactés à 60% ont été testés en appliquant le protocole d'essai IRC-ESTP, avec tassement manuel. Les échantillons compactés à 80% ont été testés en appliquant la procédure de compactage (Annexe C) sur le moule renforcé.

Les essais ont été réalisés sur petit moule (moule classique et moule renforcé), à une vitesse de 0,1 cm/s. Le choix de cette vitesse de poussée s'explique par le niveau très élevé des forces obtenues pour les échantillons compactés à 80% ; en effet, pour une vitesse plus élevée, les niveaux de force seraient trop importants par rapport aux limites acceptables du capteur de force. Les résultats sont présentés dans la Figure 76.

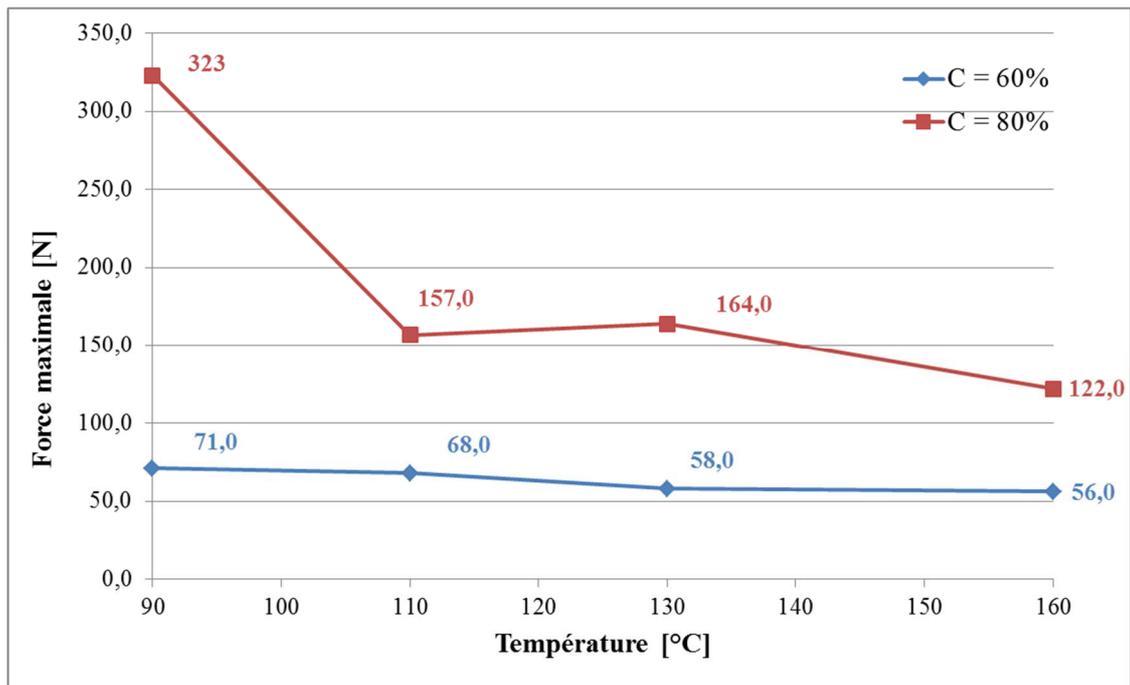


Figure 76 : Evolution de la maniabilité en fonction de la température pour des échantillons de BBSG 0/10 Noubleau au 35/50, compactés à 60 et à 80%, dans le petit moule, à 0,1 cm/s

Que l'on travaille à 60% ou bien à 80% de compacité, les résultats montrent une augmentation non négligeable de la force maximale de poussée lorsque la température diminue. Cette augmentation est chiffrée dans le Tableau 28. Plus la compacité de l'échantillon est élevée, et plus cette augmentation de la force maximale est importante ; l'essai apparait beaucoup plus discriminant à 80% de compacité.

Tableau 28 : Augmentation de la force maximale de poussée pour les différentes températures d'essai par rapport à celle mesurée à 160°C

	<b>Augmentation de la force maximale par rapport à 160°C [%]</b>	
	<b>C = 60%</b>	<b>C = 80%</b>
130	<b>3,6%</b>	<b>34,4%</b>
110	<b>21,4%</b>	<b>28,7%</b>
90	<b>26,8%</b>	<b>164,8%</b>

Dans le Tableau 29, sont chiffrées les augmentations de la force maximale de poussée pour chaque température pour les essais à 80% de compacité par rapport à ceux à 60%. L'augmentation de la compacité des échantillons entraînent une augmentation très importante des niveaux de force de poussée, pour chaque température.

Tableau 29 : Augmentation de la force maximale de poussée des essais à 80% par rapport à ceux à 60%, pour les différentes températures

	<b>Augmentation de la force maximale de poussée [%]</b>			
	160°C	130°C	110°C	90°C
C = 80% par rapport à C = 60%	<b>117,9%</b>	<b>182,8%</b>	<b>130,9%</b>	<b>354,9%</b>

## **4. Choix de la procédure d'essai, des paramètres et méthode d'analyse**

### **4.1. Procédure d'essai choisie et paramètres étudiés**

Le protocole d'essai au maniabilimètre développé à l'IRC-ESTP a pour but de palier les défauts précédemment décrits de la norme et de maîtriser la compacité des échantillons d'enrobé testés quelle que soit leur température. Il apparaît plus adapté pour mesurer la perte éventuelle de maniabilité engendrée par l'abaissement des températures de mise en œuvre des enrobés à chaud observée sur les chantiers (mesure de l'effort à fournir pour déplacer une même masse de matériau) ou le maintien éventuel de maniabilité par l'ajout d'additifs ou de procédés tièdes. Les résultats du paragraphe 3.3, réalisés sur un enrobé classique BBSG 0/10 sans additif spécifique, montrent alors une réelle augmentation de la force de poussée nécessaire pour cisailier l'échantillon lorsque la température diminue, ce qui traduit bien la difficulté de l'ouvrier pour déplacer manuellement à la pelle un enrobé mis en œuvre à une température plus faible par rapport à un enrobé à chaud. Dans la suite de ce chapitre et, plus largement, de ce travail de thèse, tous les essais réalisés avec le maniabilimètre se feront en utilisant le protocole d'essai développé par l'IRC-ESTP.

Le choix dans cette thèse de travailler avec le maniabilimètre est lié au fait qu'il était en cours de normalisation et dans le domaine public. Malgré sa normalisation, il ne semble

pas actuellement être un outil systématiquement utilisé dans les laboratoires routiers. Par ailleurs, certaines entreprises ont développé leurs propres outils de maniabilité, comme le tribologue développé par Colas [Pellevoisin et al., 2010] ou bien le maniabilimètre Malet [Béghin et Peyronnet, 2014]. Comme décrit dans le chapitre I, peu d'études expérimentales sur le maniabilimètre ont été menées ou publiées, et nous avons actuellement très peu de données comparatives, autres que celles fournies dans ce travail, permettant de faire des prescriptions quant aux produits testés.

Dans une étude parallèle menée pendant la thèse, nous avons étudié avec des étudiants de l'ESTP et en partenariat avec Eurovia la possibilité ou non d'utiliser la PCG comme un outil de maniabilité, en abaissant certains de ses paramètres expérimentaux (force verticale exercée sur l'échantillon et vitesse de rotation) à leur minimum. Cette étude est présentée en Annexe D.

Une grande partie du travail de thèse présenté ici a été d'essayer de mieux comprendre et appréhender cet outil de maniabilité en menant une large étude expérimentale et en testant l'influence de nombreux paramètres. Ces paramètres testés ont été classés en deux catégories :

- Les paramètres « géométriques et d'essai » du maniabilimètre ;
- Les paramètres « produits » des échantillons d'enrobé.

Des choix arbitraires ont été faits lors de l'élaboration du maniabilimètre et leur variation peut permettre de mieux comprendre la mesure faite, notamment vis-à-vis du matériau sur chantier. Le maniabilimètre disponible au laboratoire IRC-ESTP est ainsi équipé de deux tailles de moules, de deux plaques de poussée, de deux goulottes de remplissage (conçues et fabriquées à l'ESTP) et de quatre vérins de poussée balayant des vitesses de 0,01 cm/s à 4 cm/s. A l'aide de cet équipement, et d'adaptations fabriquées à l'ESTP, nous avons pu faire varier de nombreux paramètres géométriques et d'essai, à savoir :

- La largeur de l'échantillon testé (différence petit moule / grand moule) (Figure 62), pour déterminer sa représentativité par rapport au chantier ;
- La vitesse de poussée appliquée à l'échantillon, pour appréhender les variations de vitesse des finisseurs ;
- La hauteur de poussée (et donc l'épaisseur d'échantillon cisailée), pour représenter l'épaisseur de mise en œuvre ;
- La longueur de l'échantillon testé ;
- Le rapport taille de la plaque de poussée par rapport à la largeur du moule,

pour étudier les effets de bord ;

- La possibilité de déversement de l'enrobé à l'arrière du moule ou non, sachant que sur chantier il n'y a pas de déversement.

La plupart des variations de ces paramètres « géométriques » seront effectuées uniquement sur des enrobés modèles, aux huiles de silicone, sauf pour la largeur de l'échantillon et la vitesse de poussée qui seront également testés sur des enrobés bitumineux.

En ce qui concerne les paramètres « produits », ils ont été identifiés comme susceptibles d'influer sur la maniabilité de nos échantillons. Ces paramètres sont :

- Le grade de bitume utilisé (dur ou mou) ;
- La présence d'un additif tensio-actif pour enrobé tiède ou non ;
- La nature des granulats utilisés (plus ou moins frottant) ;
- La compacité des échantillons d'enrobé (60 et 80%) ;
- La température de fabrication et d'essai (de 90 à 160°C).

L'influence de la compacité a déjà en partie été étudiée dans le paragraphe 3.4.2. L'influence des autres paramètres énoncés sera traitée dans le paragraphe 5.

## **4.2. Description de la méthode d'analyse utilisée**

Les enregistrements effectués pendant les essais au maniabilimètre, grâce au logiciel d'acquisition des données qui lui est dédié, fournissent les valeurs de la force de poussée en fonction du temps. Après des vérifications préliminaires, nous avons considéré une vitesse d'avancée du vérin constante, permettant ainsi de déduire des enregistrements une courbe de la force de poussée en fonction de la distance à laquelle se trouve la plaque de poussée, exprimée en centimètre.

Il est important de noter que la mise en marche du vérin et du logiciel d'acquisition des données se font indépendamment et manuellement, rendant compliquée la mise en route de l'essai et approximative la synchronisation entre le départ de la plaque de poussée et le départ de l'enregistrement de la force de poussée mesurée. Les essais réalisés ont tous été filmés. Afin d'affiner les résultats et de garantir une bonne répétabilité des résultats, chaque essai est réalisé quatre fois pour un même jeu de paramètres. A partir de ces quatre courbes de résultats, nous pouvons calculer différents indicateurs permettant de les interpréter et de les analyser :

- Une courbe moyenne des quatre courbes de l'évolution de la force de poussée en fonction de la course ;
- Une valeur moyenne des forces maximales de poussée notée  $F_{\max}$  ;
- Une valeur moyenne des pentes des courbes à l'origine notée  $p$  ;
- Une valeur moyenne des énergies totales développées lors des essais jusqu'à la fin de la course du vérin  $E_{\text{tot}}$  ;
- Une valeur moyenne des énergies partielles développées lors des essais jusqu'à une course de 7 cm (distance à partir de laquelle l'enrobé commence à chuter à l'arrière du moule) notée  $E_{\text{part}}$ .

Pour traiter les valeurs issues des essais, un logiciel open-source de traitements statistiques, appelé « R », a été utilisé, permettant de calculer les différents indicateurs cités précédemment. Ils sont illustrés dans la Figure 77.

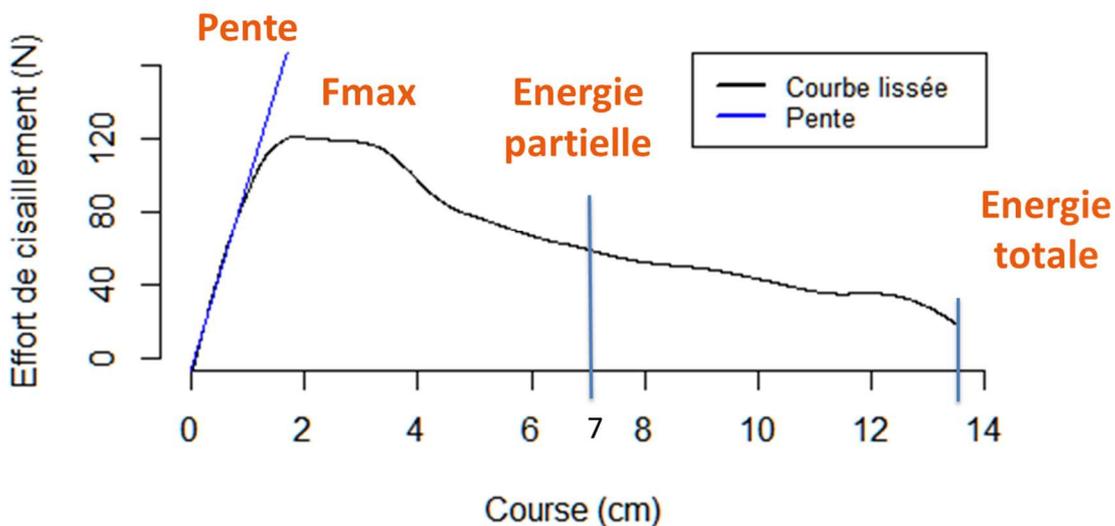


Figure 77 : Différents indicateurs pour l'analyse des courbes de résultats au maniabilimètre

## 5. Analyse des résultats obtenus

### 5.1. Analyse préliminaire

Une première analyse de tous les résultats obtenus a permis de dégager trois allures,

selon les paramètres variables d'essai et produits étudiés :

- Des courbes pic où se dégage un maximum bien défini, puis une chute (Figure 78a) ;
- Des courbes plateau avec une valeur maximale de force qui reste constante sur plusieurs centimètres (Figure 78b) ;
- Des courbes en parabole avec une évolution progressive montante et descendante de la force (Figure 78c).

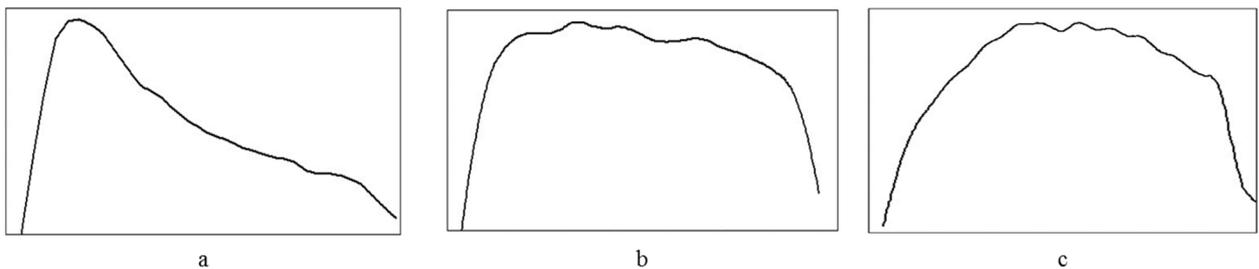


Figure 78 : Allures des courbes de résultats : a) courbe en pic, b) courbe en plateau, c) courbe en parabole

Les films faits pour chaque essai ont été analysés pour pouvoir placer les différents évènements sur les courbes de résultats. Les Figures 79 et 80 illustrent l'analyse de ces films, en plaçant le début de la formation d'un bourrelet derrière la plaque de poussée, la course à laquelle ce bourrelet atteint sa valeur maximale, puis le moment où l'échantillon commence à chuter à l'arrière du moule.

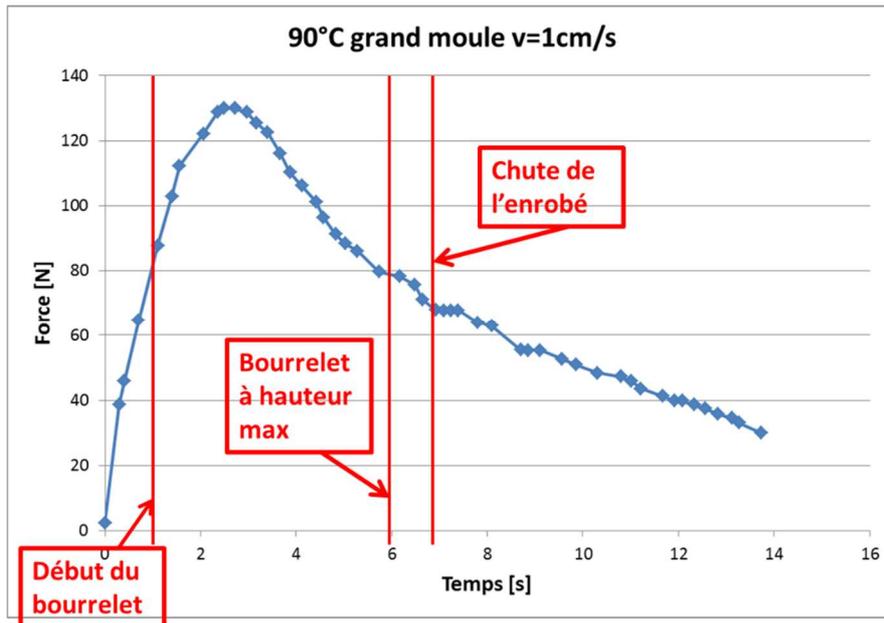


Figure 79 : Analyse d'un essai sur grand moule à  $v = 1 \text{ cm/s}$  pour un BBSG 0/10  
Noubleau au bitume 35/50

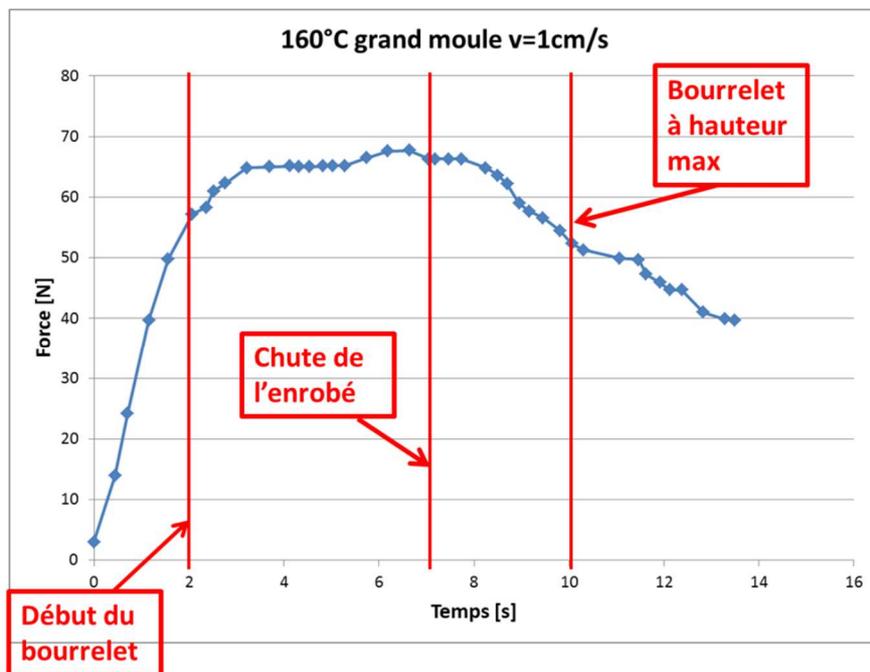


Figure 80 : Analyse d'un essai sur grand moule à  $v = 1 \text{ cm/s}$  pour un BBSG 0/10  
Noubleau au bitume 35/50

De plus, l'ensemble des indicateurs cités précédemment (paragraphe 4.2) a été calculé

pour chaque essai de maniabilité réalisé, à partir des courbes de résultats (Figure 77). Nous ne détaillerons pas dans cette partie toute l'étude des allures de courbes et des différents indicateurs pour l'ensemble des essais réalisés dans la thèse. A titre d'exemple, nous le ferons pour une petite série de résultats obtenus sur le BBSG 0/10 Noubleau, dans le petit moule à  $v = 0,1$  cm/s pour des compacités de 60 et 80%, aux différentes températures d'essai (Tableau 30).

Tableau 30 : Résultats d'essais de maniabilité réalisés sur BBSG 0/10 Noubleau, petit moule,  $v = 0,1$  cm/s

		BBSG 0/10 Noubleau			
		Petit moule, $v = 0,1$ cm/s			
Compacité	Température	Fmax [N]	Pente	Etot [J]	Epart [J]
60%	90°C	71	62	7,87	4,17
	110°C	68	60,2	7,91	4,16
	130°C	58	34,5	6,39	3,18
	160°C	56	29,2	6,01	2,93
80%	90°C	323	530,6	15,54	12,32
	110°C	157	300,7	9,2	6,55
	130°C	164	313,3	9,43	6,18
	160°C	122	242,8	6,91	5,27

Nota : Les résultats en bleu sont tirés de courbes parabole, ceux en vert de courbes plateau et ceux en rouge de courbes pic.

On peut remarquer que l'allure des courbes de résultats est directement liée aux niveaux de force maximale obtenus pour chacun des essais, et donc à la maniabilité du matériau. En effet, plus la force maximale est élevée, plus la courbe va avoir une allure en pic ; à l'inverse, plus elle va diminuer, plus l'allure des courbes va se transformer en plateau puis en parabole. Si l'on regarde l'ensemble des résultats, la limite entre la courbe pic et la courbe plateau est aux alentours de 80 N, et celle entre la courbe plateau et la courbe parabole aux alentours de 60 N. Il est également possible de distinguer des limites pour les allures de courbe en termes de pente, même si elles sont moins franches (Figure 81).



Figure 81 : Classement des allures de courbes en fonction des pentes

Si l'on s'intéresse à l'ensemble des indicateurs calculés pour décrire les résultats des essais de maniabilité, on remarque qu'ils vont tous dans le même sens : dans l'ensemble, ils diminuent lorsque la température augmente, à compacité fixée, traduisant une amélioration de la maniabilité. En ce qui concerne les indicateurs énergie, les valeurs sont plus ramassées et par conséquent moins faciles à analyser et moins parlantes. De plus, leur calcul est long par rapport à la détermination de la force maximale. Pour l'indicateur pente, il varie de la même manière que la force maximale, mais est plus long à déterminer. Au vu de tous ces résultats, le paramètre qui nous semble le plus précis et le plus judicieux est celui de la force maximale, tant au niveau de sa détermination que de sa pertinence à traduire la maniabilité du matériau étudié. Par la suite, nous analyserons tous les résultats en termes de force maximale ou bien de contrainte en divisant cette force maximale par la surface de poussée ( $0,23 \times 0,05 \text{ m}^2$  pour la grande plaque et  $0,115 \times 0,05 \text{ m}^2$  pour la petite plaque).

Toutes les conclusions données ici sont valables dans le cadre de notre étude, effectuée sur une unique formulation d'enrobé, à savoir un BBSG (béton bitumineux semi-grenu). Il faudrait étudier d'autres formulations pour pouvoir les étendre.

## **5.2. Analyse des résultats obtenus sur granulats seuls et enrobés modèles**

### **5.2.1. Résultats sur granulats seuls**

Avant de pratiquer les essais de maniabilité sur des enrobés liés aux liant bitumineux ou aux huiles de silicone, nous avons testé uniquement le squelette granulaire, sans les fines ( $< 63 \mu\text{m}$ , risque de dépôt au fond du moule) et sans liant, c'est-à-dire sans mastic bitumineux. Pour cela, nous avons recomposé le squelette granulaire des formulations de BBSG 0/10 Noubleau et Voutré, en enlevant le filler d'apport et la partie fine du sable 0/2. La

fabrication est faite au malaxeur, comme pour les enrobés, à température ambiante et sans l'ajout du liant, puis les essais sont pratiqués directement après la fabrication.

Les essais ont été réalisés dans le grand moule, avec la grande plaque, à deux vitesses de poussées de 1 et 3 cm/s. Etant donné l'absence de liant, il est difficile de viser une compacité lors du remplissage du moule avec le squelette granulaire à blanc. Nous avons donc rempli le moule jusqu'au volume utile total ( $6600 \text{ cm}^3$ ), puis nous avons calculé la compacité par pesée. Celle-ci était de l'ordre de 53,5 %. Les résultats des essais obtenus sur les matériaux Noubleau et Voutré sont donnés dans les Figures 82 et 83. Dans un souci de transparence, nous donnons ici les courbes brutes obtenues au maniabilimètre.

On peut remarquer que les niveaux de contrainte ne varient pas avec la vitesse de poussée, ce qui ne sera pas le cas pour les enrobés liés aux huiles de silicone et aux liants bitumineux. En l'absence de corps visqueux dans l'échantillon, la force de poussée, et donc la contrainte, ne dépendent pas de la vitesse d'avancée du piston. De plus, les niveaux de contrainte obtenus sont comparables pour les deux types de matériaux granulaires, alors que le matériau Voutré est plus frottant que le matériau Noubleau. Ceci peut être expliqué par le fait que le matériau Voutré a une masse volumique plus faible que le Noubleau, et donc à compacité équivalente, l'échantillon de Voutré est plus léger que l'échantillon de Noubleau, ce qui pourrait compenser le caractère plus frottant du Voutré.

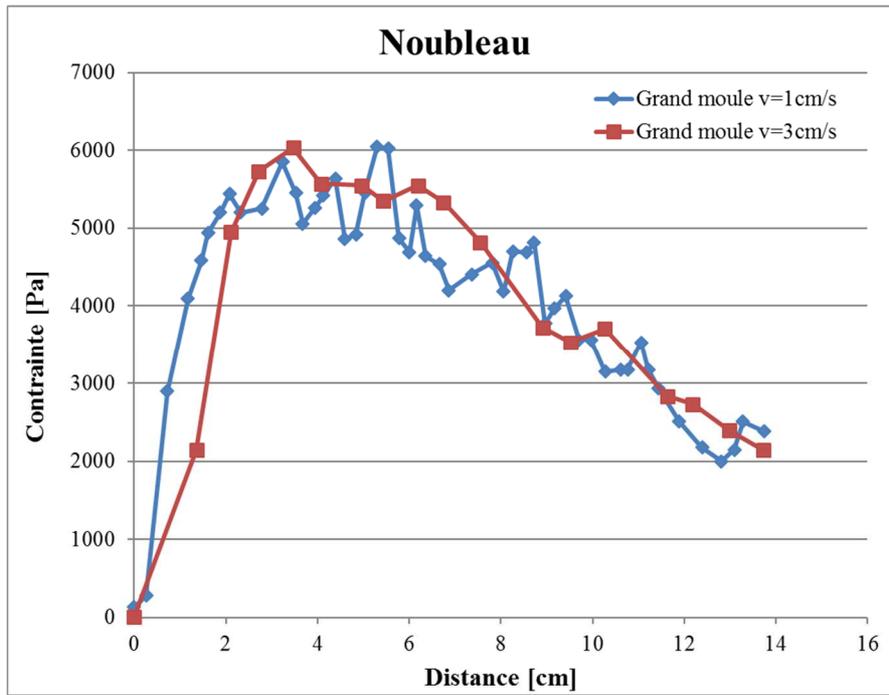


Figure 82 : Essais de maniabilité réalisés sur squelette granulaire Noubleau dans le grand moule

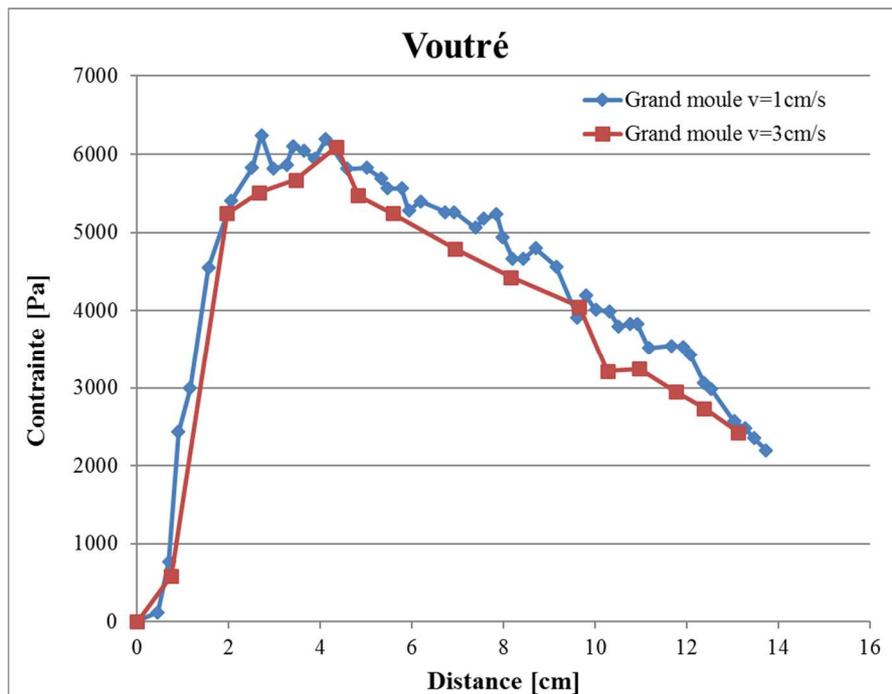


Figure 83 : Essais de maniabilité réalisés sur squelette granulaire Voutré dans le grand moule

### **5.2.2. Résultats sur *enrobés modèles***

Des essais de maniabilité ont également été réalisés sur des enrobés modèles, à l'huile de silicone. La fabrication des enrobés à l'huile de silicone se fait à température ambiante et aucune modification de la viscosité de l'huile silicone n'est possible par chauffage. En ce qui concerne l'huile v300, la fabrication n'est pas un problème puisqu'elle a la même viscosité que le bitume 35/50 à 160°C. Par contre, pour l'huile v60000 (même viscosité que le bitume 35/50 à 80°C), la fabrication d'un enrobé est impossible. Nous avons donc fabriqué une huile de viscosité intermédiaire en mélangeant de l'huile v300 et de l'huile v60000 (même viscosité que le bitume 35/50 à 130°C, soit environ 2 Pa.s), pour fabriquer un deuxième enrobé à l'huile de silicone. Par la suite, nous appellerons cette huile de viscosité intermédiaire huile de silicone v2000.

La formulation qui a été testée est le BBSG 0/10 Noubleau, en faisant varier les différents paramètres géométriques cités précédemment (paragraphe 4.1). La compacité de l'échantillon d'enrobé est égale à 60% pour chacun des essais présentés ici. Pour la présentation des résultats, nous utiliserons les abréviations suivantes : GM pour grand moule, PM pour petit moule, GP pour grande plaque et PP pour petite plaque.

Les deux premiers paramètres géométriques du maniabilimètre que nous avons fait varier sont la largeur du moule (petit moule ou grand moule prévus dans la norme) et la vitesse de poussée. Les Figures 84 et 85 donne les résultats obtenus pour les deux largeurs de moule et pour deux vitesses d'essai, à savoir 1 et 3 cm/s. Nous avons décidé de traduire les résultats obtenus en termes de contrainte et non de force pour permettre une meilleure comparaison entre le grand et le petit moule (surfaces de poussées différentes).

Les niveaux de contrainte mesurés sur le petit moule avec la petite plaque de poussée sont systématiquement plus élevés que ceux mesurés sur le grand moule avec la grande plaque, quelle que soit la vitesse de poussée. Ceci est sûrement dû à des effets de bord plus importants dans le petit moule que dans le grand moule ; en effet de chaque côté des moules, la distance entre la plaque de poussée et le bord du moule est plus grande dans la configuration grand moule que petit moule, limitant l'impact des frottements sur les mesures. De plus, d'une manière générale, si on fixe la taille du moule, plus la vitesse augmente et plus les niveaux de contrainte sont élevés. Pourtant, cette variation des niveaux de contrainte avec l'augmentation de la vitesse est plus importante pour l'enrobé à l'huile plus visqueuse (huile v2000).

Si l'on compare les résultats de l'enrobé à l'huile v300 obtenus sur grand moule dans la Figure 84 avec les résultats des granulats seuls obtenus sur grand moule dans la Figure 82, on remarque que les niveaux de contrainte maximale sont similaires, même si les allures de courbes sont différentes. De plus, la vitesse de poussée a peu d'impact sur les mesures réalisées sur l'enrobé à l'huile v300 dans le grand moule. Plus la viscosité du liant est faible, moins celui-ci n'a d'impact sur la maniabilité de l'enrobé et plus l'échantillon d'enrobé se comporte comme un échantillon de granulats secs. En ce qui concerne les mesures réalisées sur l'enrobé à l'huile v300 dans le petit moule, l'impact de la vitesse est surtout dû aux effets de bord.

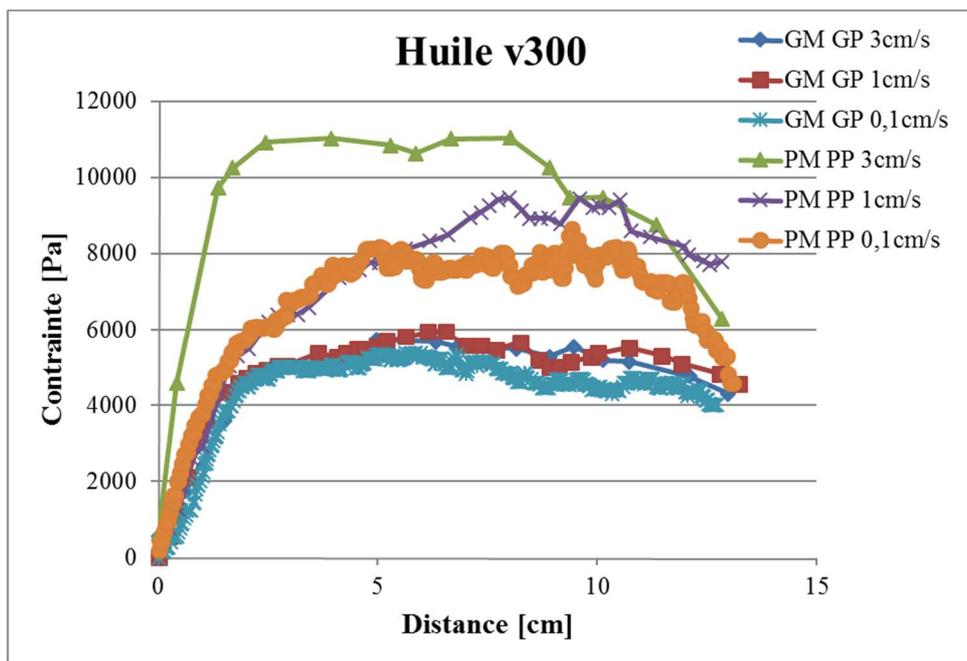


Figure 84 : Variation de la largeur de l'échantillon et de la vitesse d'essai pour un enrobé à l'huile v300

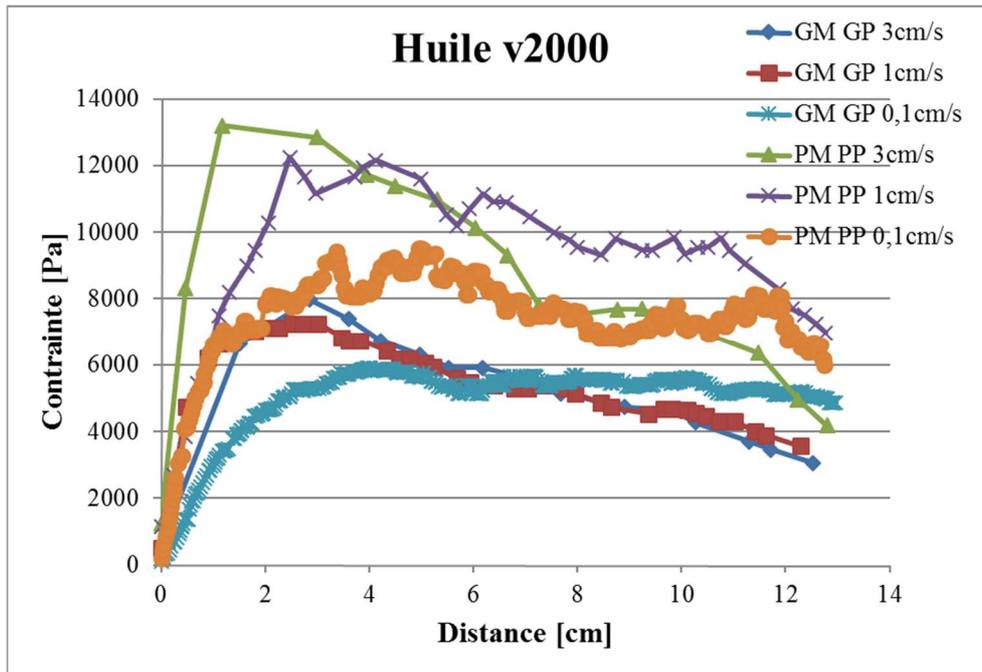


Figure 85 : Variation de la largeur de l'échantillon et de la vitesse d'essai pour un enrobé à l'huile v2000

Pour simuler différentes épaisseurs de mise en œuvre sur le chantier, nous avons fait varier la hauteur de poussée, et donc l'épaisseur d'échantillon cisailée ; les résultats sont donnés dans les Figures 86 et 87. Trois hauteurs de poussée ont été testées : 5 cm (hauteur normalisée), 2,5 et 1,5 cm, dans le grand moule pour une vitesse de poussée de 1 cm/s. Les résultats obtenus ont été traduits en termes de contrainte et non de force pour permettre une meilleure comparaison entre les hauteurs de poussée (surfaces de poussées différentes). Les résultats obtenus pour une hauteur de poussée de 1,5 cm sont aberrants ; cela s'explique par le fait que cette hauteur de poussée est trop faible par rapport à la taille maximale des granulats contenus dans l'enrobé (10 mm). Ces résultats ne seront donc pas montrés.

Les résultats sur l'enrobé à l'huile v300 montrent des niveaux de contrainte du même ordre de grandeur tout au long des essais, pour les deux hauteurs de poussée testées, et les deux allures de courbes sont les mêmes. En ce qui concerne les essais réalisés sur l'enrobé à l'huile v2000, les niveaux de contraintes sont différents pour les deux hauteurs de poussées testées : en effet, pour la hauteur de 2,5 cm, les niveaux de contrainte sont plus élevés que pour la hauteur de 5 cm. Plus la hauteur de poussée est faible, plus il est difficile de cisailier l'échantillon d'enrobé. On peut également noter que les contraintes maximales sont plus élevées pour l'enrobé à l'huile plus visqueuse, ce qui semble cohérent.

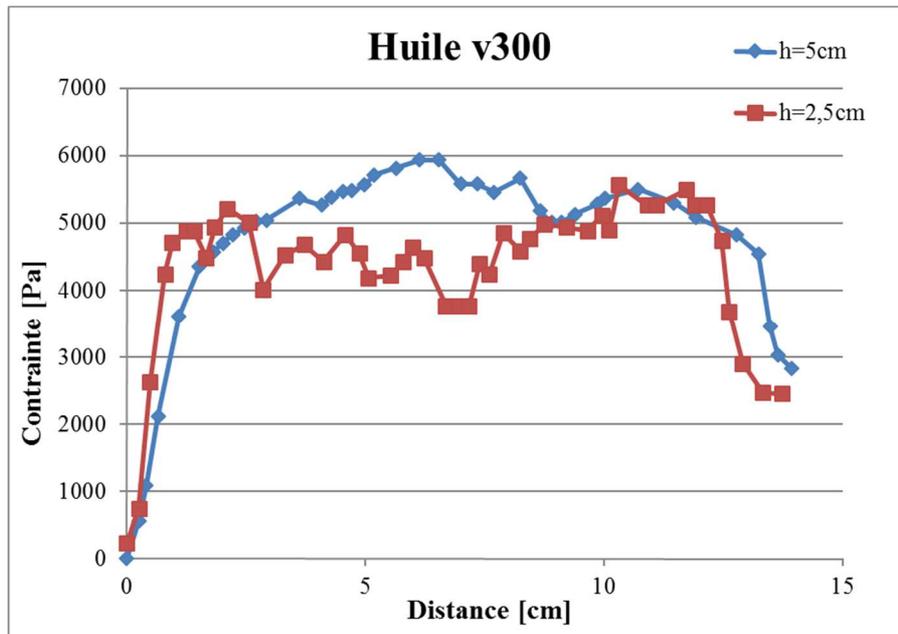


Figure 86 : Variation de la hauteur de poussée pour un enrobé à l'huile v300, sur grand moule à  $v = 1 \text{ cm/s}$

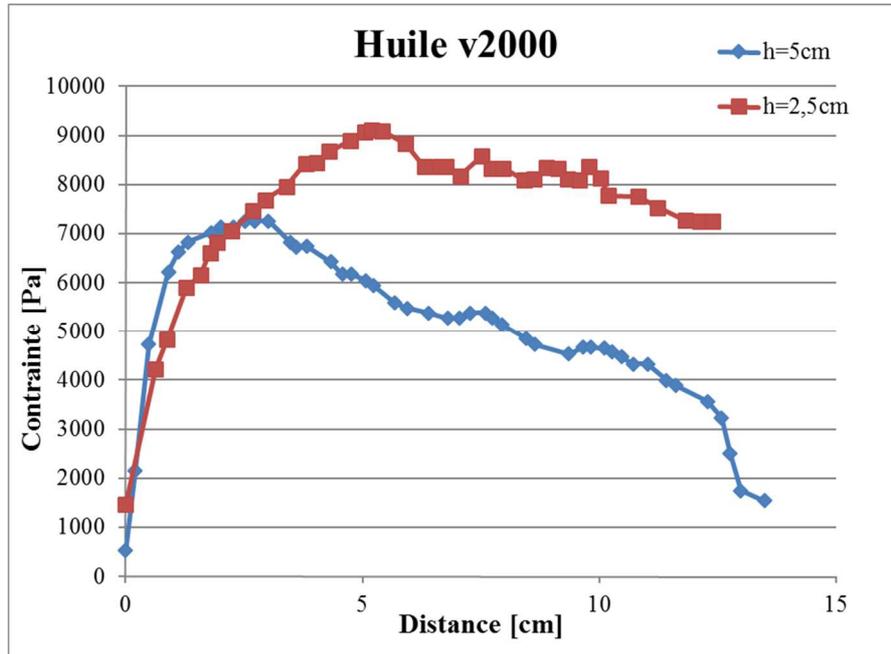


Figure 87 : Variation de la hauteur de poussée pour un enrobé à l'huile v2000, sur grand moule à  $v = 1 \text{ cm/s}$

Les Figures 88 et 89 donnent les résultats obtenus en faisant varier la longueur de

l'échantillon. Trois longueurs ont été testées : 22 cm (longueur normalisée), 18 et 15 cm, dans le grand moule pour une vitesse de poussée de 1 cm/s.

Plus la longueur de l'échantillon diminue, plus les niveaux de contrainte diminuent, ce qui est cohérent avec le fait que plus la longueur de l'échantillon diminue et plus la masse cisailée diminue. De plus, les niveaux de contrainte sont plus élevés pour l'enrobé à l'huile silicone V2000 que pour l'enrobé à la v300, quelle que soit la longueur de l'échantillon. La viscosité du liant de l'enrobé a donc un effet sur les mesures de maniabilité au maniabilimètre.

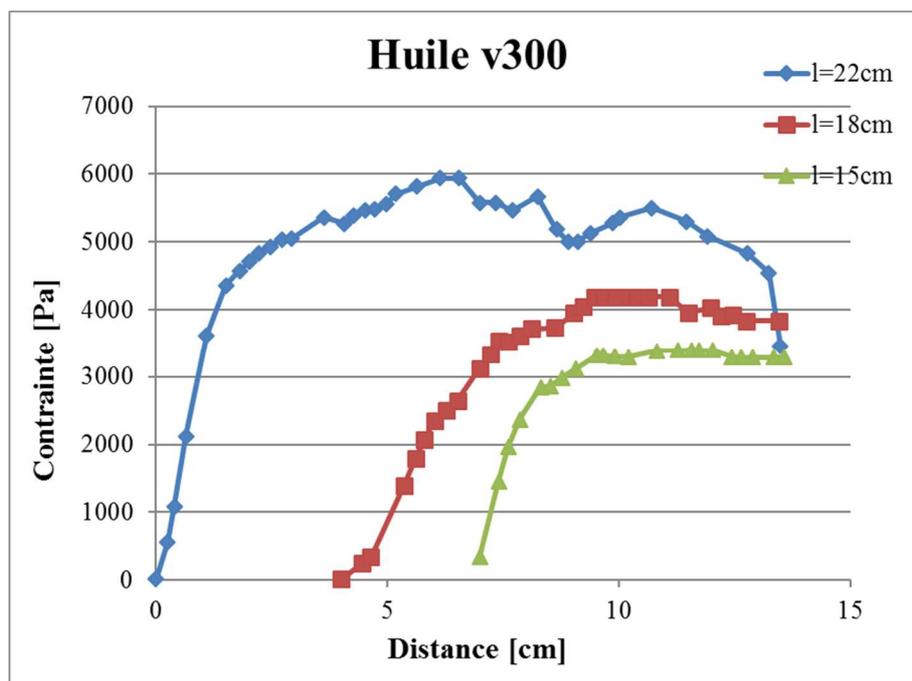


Figure 88 : Variation de la longueur de l'échantillon pour un enrobé à l'huile v300, sur grand moule à  $v = 1$  cm/s

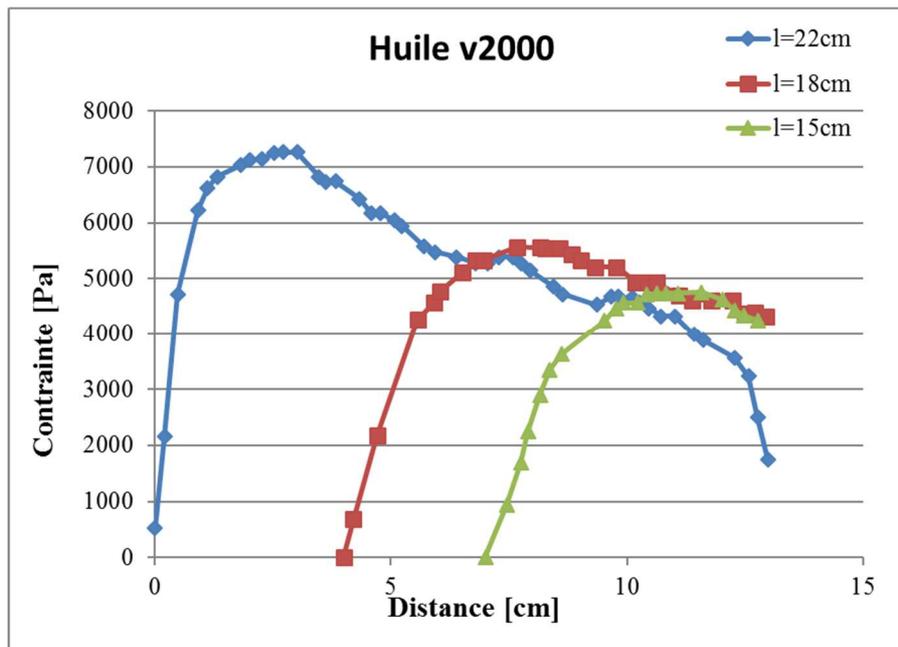


Figure 89 : Variation de la longueur de l'échantillon pour un enrobé à l'huile v2000, sur grand moule à  $v = 1$  cm/s

Les Figures 90 et 91 donnent les résultats obtenus en faisant varier la largeur de la plaque de poussée, dans le grand moule pour une vitesse de 1 cm/s. Deux largeurs de plaque sont testées : 23 cm pour la grande plaque (GP) et 11,5 pour la petite plaque (PP). Les résultats obtenus ont été traduits en termes de contrainte et non de force pour permettre une meilleure comparaison entre les largeurs de poussée (surfaces de poussées différentes). Les Figures 92 et 93 comparent les résultats obtenus pour l'utilisation de la petite plaque dans le grand moule aux résultats obtenus pour l'utilisation de la petite plaque dans le petit moule.

Au vu des résultats obtenus, il est possible de noter que les niveaux de contraintes sont plus élevés lorsque l'on utilise la petite plaque dans le grand moule, par rapport à la grande plaque dans le grand moule. Cela confirme le résultat que nous avons obtenu précédemment, à savoir que plus la surface de poussée est petite et plus l'échantillon est difficile à cisailier. De plus, plus le liant de l'enrobé est visqueux, et plus les niveaux de contrainte sont élevés.

Si l'on compare les résultats des essais réalisés avec la petite plaque dans le grand moule aux résultats des essais réalisés avec la petite plaque dans le petit moule, il est possible d'observer l'influence des effets des bords du moule sur la mesure de la maniabilité. On remarque que les niveaux de contrainte lorsque la petite plaque cisaille l'échantillon dans le petit moule sont plus élevés que dans le grand moule. On peut alors émettre l'hypothèse que, dans la

configuration petite plaque dans petit moule, les effets des bords du moule augmentent la difficulté à cisailer l'échantillon. Dans la configuration petite plaque dans grand moule, les effets des bords du moule ont moins d'impact sur les niveaux de contrainte. Il est alors possible de s'interroger sur la pertinence d'avoir normalisé les configurations petite plaque dans petit moule et grande plaque dans grand moule, alors que sur le chantier, lors d'une mise en œuvre manuelle au râteau, nous serions dans une configuration petite plaque dans grand moule.

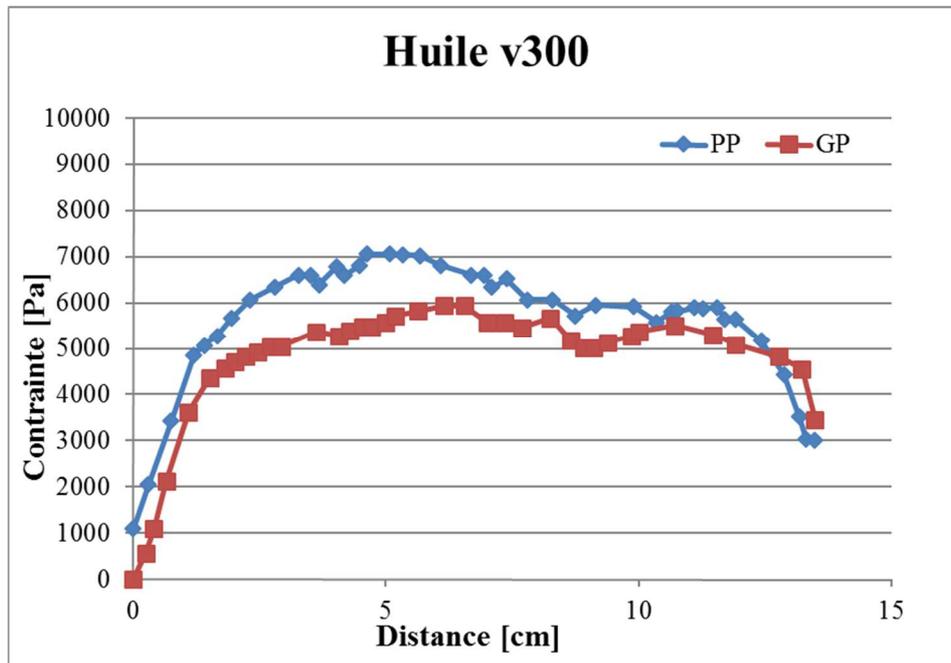


Figure 90 : Variation de la largeur de la plaque de poussée pour un enrobé à l'huile v300, dans le grand moule et à  $v = 1 \text{ cm/s}$

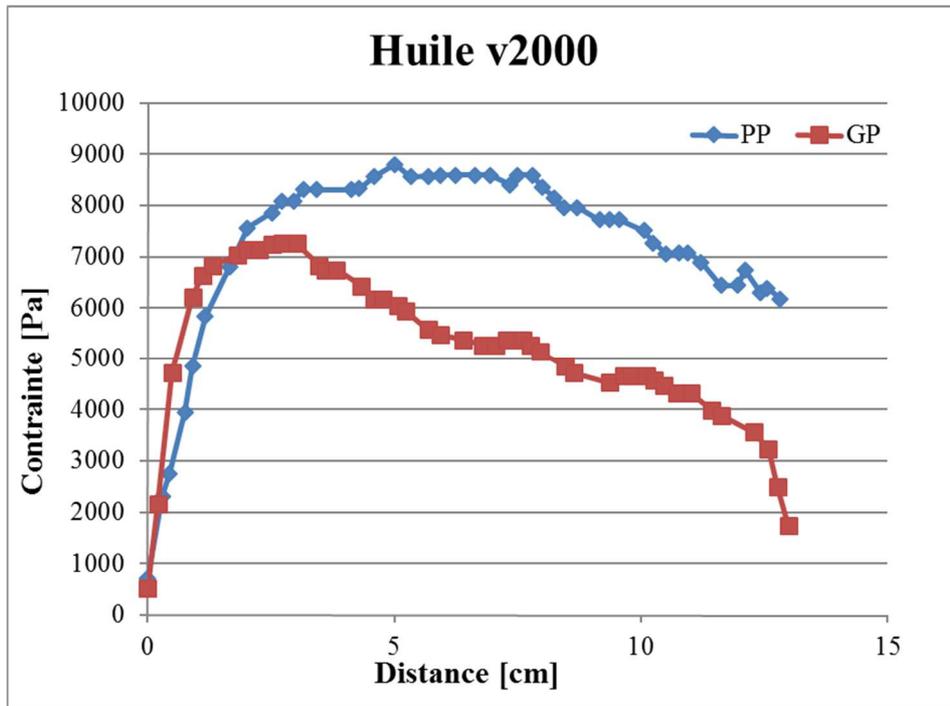


Figure 91 : Variation de la largeur de la plaque de poussée pour un enrobé à l'huile v2000, dans le grand moule et à  $v = 1 \text{ cm/s}$

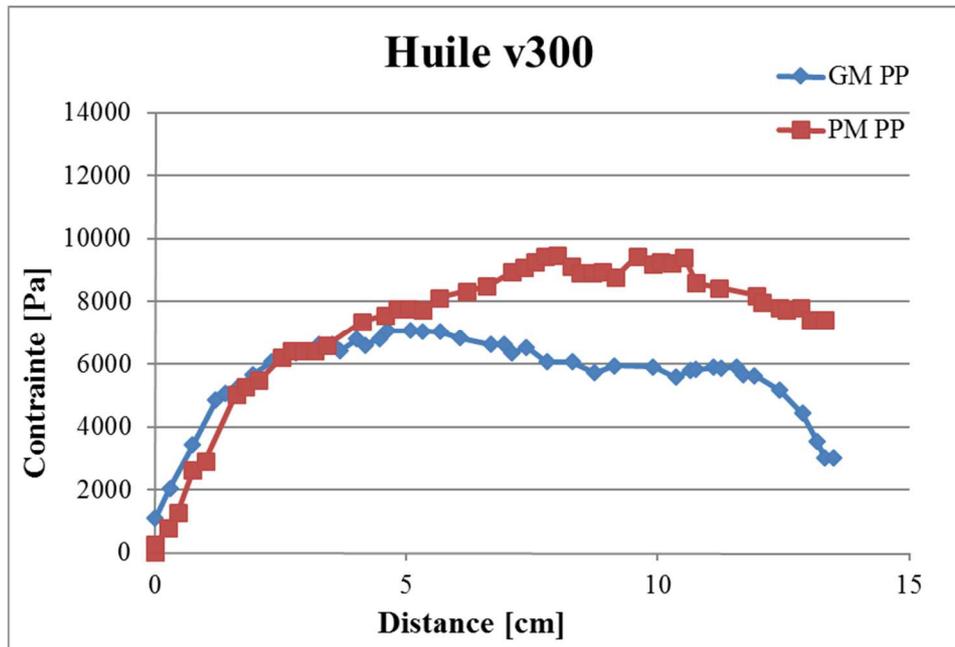


Figure 92 : Essais réalisés sur un enrobé à l'huile v300 et à  $v = 1 \text{ cm/s}$

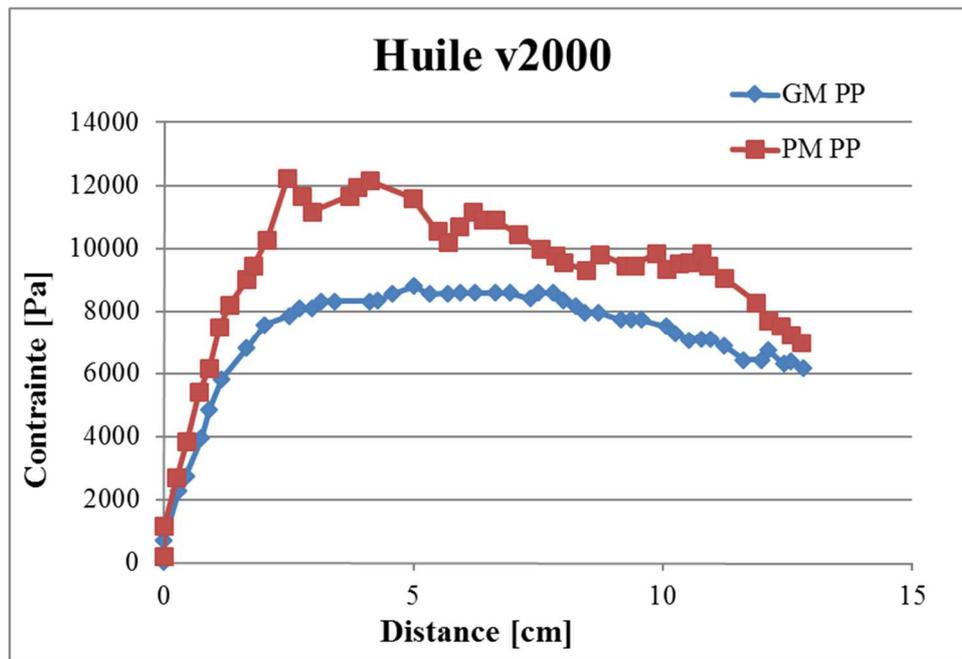


Figure 93 : Essais réalisés sur un enrobé à l’huile v2000 et à  $v = 1$  cm/s

La configuration normalisée du maniabilimètre prévoit l’enlèvement de la paroi amovible arrière avant de réaliser l’essai, pour permettre un déversement de l’enrobé en fin de course. Or cette configuration n’est pas représentative d’un étalement sur chantier pendant lequel il n’y a pas de déversement en fin de course. C’est pour cela que nous avons réalisé des essais en bloquant le déversement à l’arrière en laissant la paroi amovible. Les Figures 94 et 95 comparent les résultats obtenus pour les deux configurations, pour le grand moule à  $v = 1$  cm/s. Les niveaux de force sont équivalents pour les deux configurations d’essai. Par contre, lorsque le déversement est bloqué, la partie de l’échantillon d’enrobé qui est cisailée et qui ne peut pas se déverser bute contre la paroi arrière, et donc la force de poussée continue d’augmenter jusqu’à la fin de la course. Cette deuxième configuration testée n’est pas non plus représentative de ce qu’il se passe sur chantier, parce que lors d’une mise en œuvre manuelle, l’enrobé n’est pas bloqué en fin de course par une paroi métallique

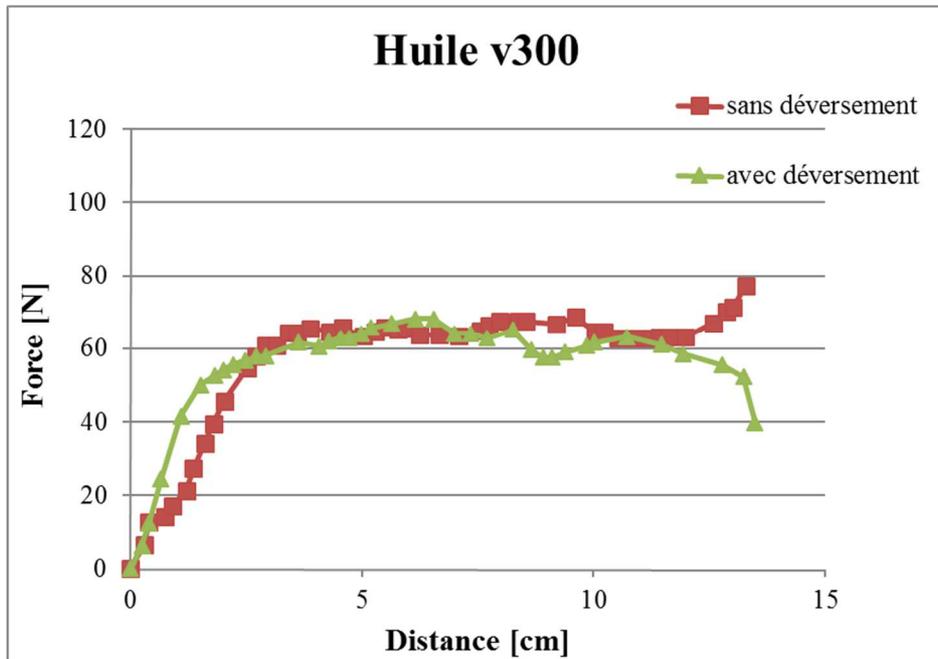


Figure 94 : Comparaison des configurations avec et sans déversement, pour l'enrobé à l'huile v300 dans le grand moule à  $v = 1$  cm/s

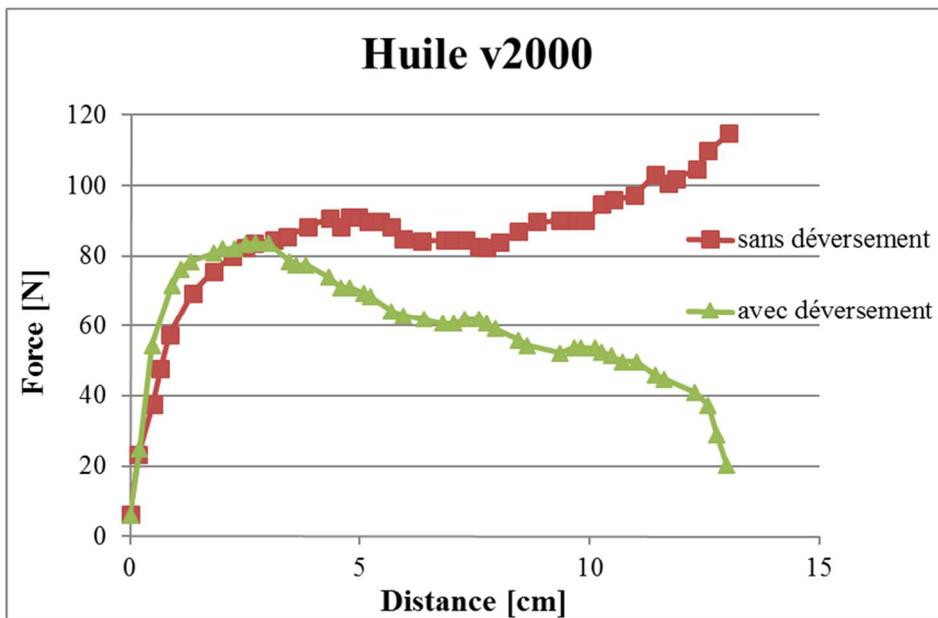


Figure 95 : Comparaison des configurations avec et sans déversement, pour l'enrobé à l'huile v2000 dans le grand moule à  $v = 1$  cm/s

### 5.3. Analyse des résultats obtenus sur enrobés réels

#### 5.3.1. Influence des paramètres d'essais (largeur de l'échantillon et vitesse de poussée)

Les variations des deux paramètres géométriques largeur du moule et vitesse de poussée ont également été testées sur des échantillons d'enrobés réels.

Les résultats des essais qui sont présentés dans la Figure 96 et les Tableaux 31 et 32 ont été obtenus pour une formulation d'enrobé BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur ; les échantillons sont testés pour chaque température à la compacité de  $57,5 \pm 0,3\%$  (compacité foisonnée à 160°C). Nous avons fait varier la largeur de l'échantillon en faisant varier la taille du moule, ainsi que la vitesse de poussée du vérin. Nous avons décidé de traduire les résultats obtenus en termes de contrainte maximale et non de force maximale pour permettre une meilleure comparaison entre le grand et le petit moule (surfaces de poussées différentes).

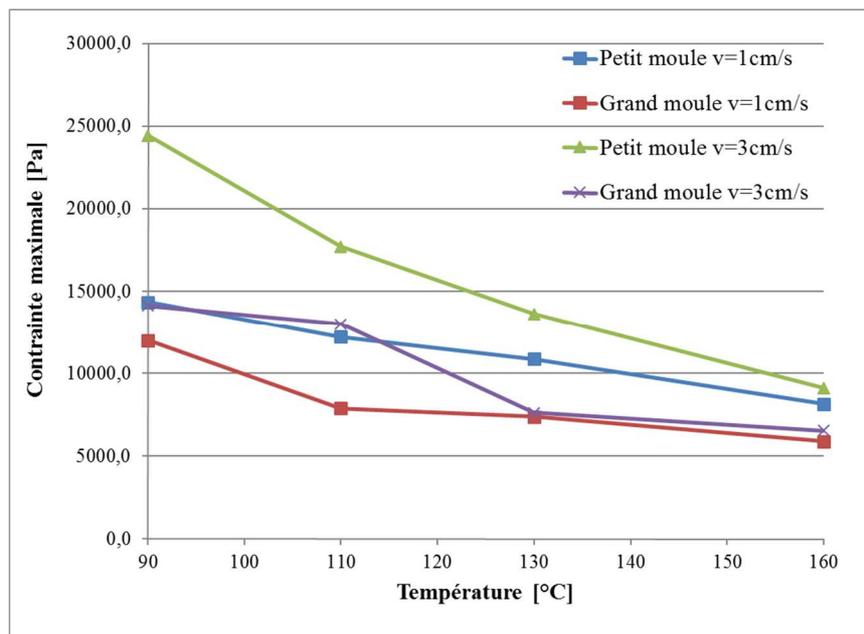


Figure 96 : Evolution de la contrainte maximale de poussée en fonction de la température pour deux tailles de moule et deux vitesses

Tableau 31 : Augmentation de la contrainte maximale de poussée des essais sur petit moule par rapport à ceux sur grand moule

Augmentation de la contrainte maximale de poussée sur petit moule par rapport au grand moule [%]				
	160°C	130°C	110°C	90°C
v = 1 cm/s	38,5%	47,2%	54,7%	19,6%
v = 3 cm/s	39,5%	79,0%	36,2%	72,9%

Tableau 32 : Augmentation de la contrainte maximale de poussée des essais à v = 3cm/s par rapport à ceux à v = 1cm/s

Augmentation de la contrainte maximale de poussée à v = 3 cm/s par rapport à v = 1 cm/s [%]				
	160°C	130°C	110°C	90°C
Petit moule	11,7%	25,6%	45,2%	70,2%
Grand moule	10,9%	3,2%	65,0%	17,7%

Comme pour les essais réalisés sur les enrobés modèles et présentés dans le paragraphe 5.2.2, il est possible de noter que les niveaux de contrainte maximale mesurés sur le petit moule avec la petite plaque de poussée sont d'une manière générale plus élevés que ceux mesurés sur le grand moule avec la grande plaque, quelle que soit la vitesse de poussée (Tableau 31). La configuration petit moule entraîne des effets de bord plus importants que le grand moule. On peut également noter que pour les essais réalisés dans le petit moule, l'évolution de la contrainte maximale avec la température est presque linéaire, alors que pour les essais sur grand moule, on peut observer des sauts d'augmentation entre 110 et 90°C pour v = 1 cm/s et entre 130 et 110°C pour v = 3 cm/s.

De plus, d'une manière générale, si on fixe la taille du moule, plus la vitesse augmente et plus les niveaux de contrainte maximale sont élevés. Le Tableau 32 illustre également le fait que plus l'échantillon d'enrobé est froid (plus son liant est visqueux) et plus les écarts entre les deux vitesses sont élevés.

### 5.3.2. Influence de la présence d'additif

Le deuxième paramètre que nous avons fait varier pour notre étude est un paramètre produit, à savoir la présence ou non d'additif tensio-actif dans nos échantillons d'enrobé.

Les résultats des essais qui sont présentés dans les Figures 97 et 98 et dans les Tableaux 33 et 34 ont été obtenus pour une formulation d'enrobé BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur et au 35/50 additivé à 0,3% ; les échantillons sont testés pour chaque température à la compacité de  $57,5 \pm 0,3\%$  (compacité foisonnée à 160°C). Les essais présentés ici ont été réalisés sur grand moule à la vitesse de 1cm/s, et sur petit moule à la vitesse de 3cm/s.

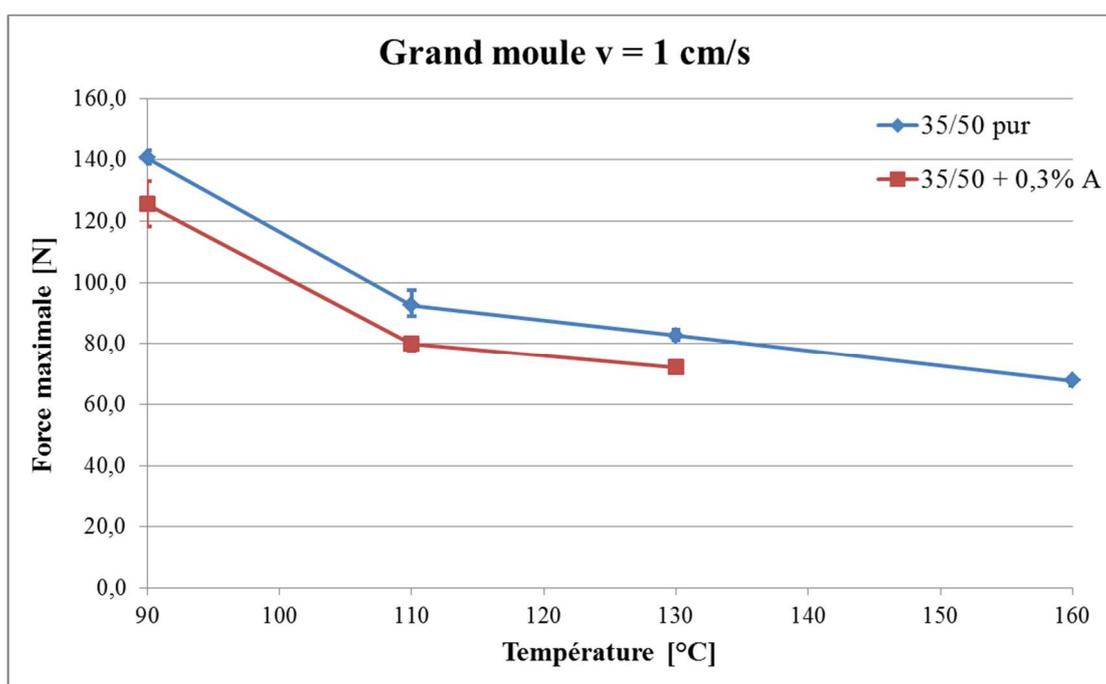


Figure 97 : Evolution de la force maximale de poussée en fonction de la température, dans le grand moule à v = 1cm/s

Tableau 33 : Diminution de la force maximale de poussée des essais avec additif par rapport à sans additif, pour grand moule et  $v = 1\text{cm/s}$

		<b>Diminution de la force maximale de poussée avec l'ajout d'additif [%]</b>		
		130°C	110°C	90°C
Grand moule $v=1\text{cm/s}$		<b>12,7%</b>	<b>13,6%</b>	<b>10,7%</b>

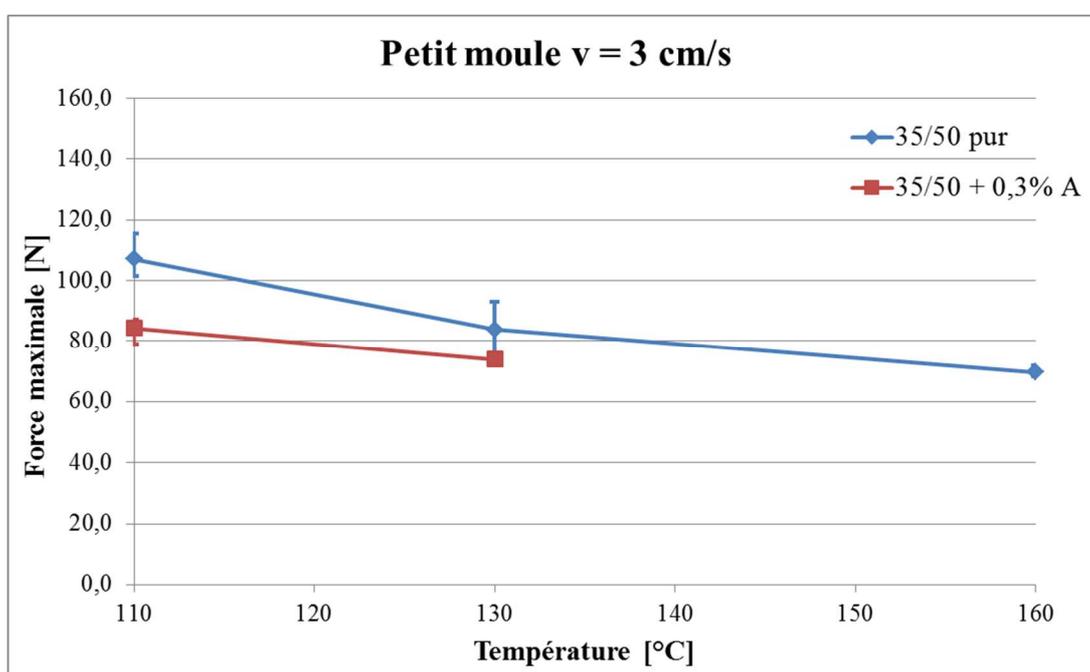


Figure 98 : Evolution de la force maximale de poussée en fonction de la température, dans le petit moule à  $v = 3\text{cm/s}$

Tableau 34 : Diminution de la force maximale de poussée des essais avec additif par rapport à sans additif, pour petit moule et  $v = 3\text{cm/s}$

		<b>Diminution de la force maximale de poussée avec l'ajout d'additif [%]</b>	
		130°C	110°C
Petit moule $v=3\text{cm/s}$		<b>11,9%</b>	<b>21,3%</b>

Les différents essais qui ont été réalisés sur les échantillons d'enrobés additivés avec le tensio-actif ou non montrent une diminution systématique de la force maximale de poussée lorsque l'additif est présent de 130 à 90°C. En ce qui concerne les essais réalisés sur grand moule à 1 cm/s (Figure 97 et Tableau 33), il est possible de noter les gains de maniabilité suivants :

- Le BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 + 0,3% d'additif à 130°C a une force maximale de poussée comparable à celle du BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur à 150-160°C ;
- Le BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 + 0,3% d'additif à 110°C a une force maximale de poussée comparable à celle du BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur à 130°C ;
- Par contre à 90°C, l'ajout d'additif ne permet pas de diminuer la force maximale jusqu'à atteindre celle du BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur à 110°C.

Les gains de maniabilité sont similaires pour les essais réalisés sur le petit moule à  $v = 3$  cm/s (Figure 98 et Tableau 34) :

- Le BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 + 0,3% d'additif à 130°C a une force maximale de poussée comparable à celle du BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur à 150-160°C ;
- Le BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 + 0,3% d'additif à 110°C a une force maximale de poussée comparable à celle du BBSG 0/10 Noubleau au 35/50 pur à 130°C.

Si un quelconque effet de l'additif n'a pu être mis en évidence dans le Chapitre III au niveau des mesures de viscosité sur les mastics, celui-ci est visible à l'échelle de l'enrobé et est mis en évidence par l'essai au maniabilimètre.

### ***5.3.3. Influence de la nature des granulats***

Le troisième paramètre que nous avons fait varier pour notre étude est un paramètre produit, à savoir la nature des granulats utilisés pour fabriquer le squelette granulaire de l'enrobé. Les formulations d'enrobé testées sont celles décrites dans le Chapitre II : BBSG 0/10 N (teneur en liant de 5,45 ppc), BBSG 0/10 V (teneur en liant de 5,84 ppc) et BBSG 0/10

N+SR (teneur en liant de 5,31 ppc), pour un module de richesse constant K de 3,5. Les essais présentés dans la Figure 99 ont été réalisés sur des échantillons ayant une compacité de 60%, dans le petit moule, à une vitesse de 1 cm/s.

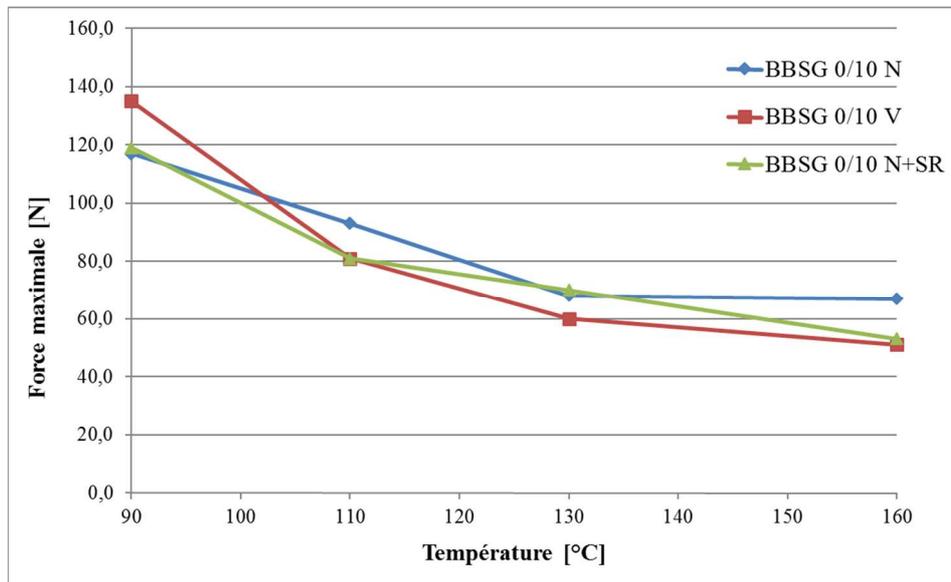


Figure 99 : Evolution de la force maximale en fonction de la température et de la nature du squelette granulaire, sur petit moule et à  $v = 1$  cm/s

Contrairement à ce à quoi nous nous attendions, les différents squelettes granulaires n'ont pas une influence conséquente et nette sur les mesures de maniabilité réalisées. Nous pensions que le matériau Voutré, plus frottant que le Noubleau, entrainerait des forces maximales plus élevées, et à l'inverse, que l'ajout de sables roulés diminuerait les forces maximales mesurées.

Comme expliqué dans le Chapitre II, les granulats Voutré sont plus légers que les granulats Noubleau. Par conséquent, pour une même compacité et un même volume, les échantillons de BBSG 0/10 V seront plus légers que ceux de BBSG 0/10 N. Le fait que l'échantillon cisailé soit plus léger pourrait compenser le caractère plus frottant des granulats Voutré.

Pour tester l'influence de travailler à module de richesse ou bien à teneur en liant constante, nous avons testé un enrobé BBSG 0/10 V fabriqué en conservant une teneur en

liant de 5,45 ppc par rapport au BBSG 0/10 N. les résultats obtenus sont donnés dans la Figure 100.

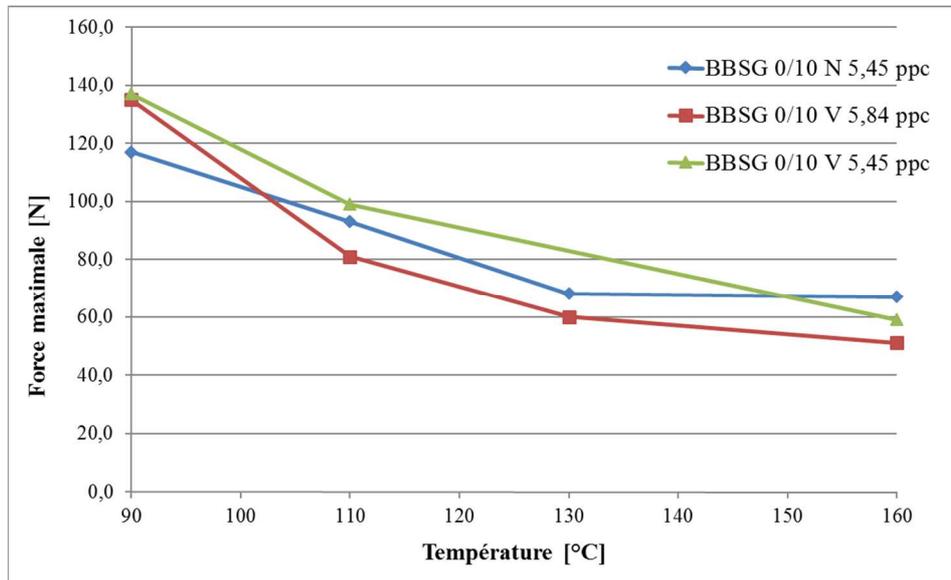


Figure 100 : Evolution de la force maximale en fonction de la température et de la nature du squelette granulaire, sur petit moule et à  $v = 1 \text{ cm/s}$ , pour plusieurs teneurs en liant

A teneur en liant constante (5,45 ppc), le caractère plus frottant du matériau Voutré est mis en évidence de 130 à 90°C par des mesures de force maximale plus importantes pour le BBSG 0/10 V que pour le BBSG 0/10 N. A 160°C, les mesures de force maximale sont très proches.

## 6. Influence de la température

Le dernier paramètre que nous avons fait varier pour notre étude est la température de fabrication et d'essai de nos échantillons. Toutes nos formulations d'enrobé ont été testées aux quatre températures choisies, à savoir 160, 130, 110 et 90°C. Ces températures correspondent aux températures de fabrication, aux températures de stockage à l'étuve avant de faire les essais, ainsi qu'aux températures des échantillons lors des essais au maniabilimètre.

La variation de la température de fabrication et d'essai de nos échantillons d'enrobés réels entraînent une variation de la viscosité de leur liant bitumineux, et donc de leur mastic bitumineux. Les mastics étudiés étant des suspensions non newtoniennes et soumises à des

phénomènes de sédimentation (cf Chapitre III), nous avons décidé de présenter une partie des résultats obtenus sur nos échantillons d'enrobé en fonction de la viscosité de leur liant. Nous présenterons ici des résultats obtenus sur la formulation d'enrobé BBSG 0/10 Noubleau avec différents liants (bitumes 35/50 et 160/220, huile de silicone v300) ; les échantillons sont tous testés à la compacité de  $57,5 \pm 0,3\%$  (compacité foisonnée à 160°C). Ces résultats sont présentés dans la Figure 101.

D'une manière générale, la contrainte augmente lorsque la température diminue (et donc lorsque la viscosité du liant augmente) et lorsque la vitesse augmente ; cette contrainte augmente donc lorsque le produit viscosité\*vitesse augmente. On peut voir se regrouper deux séries de données, celles sur grand moule et celles sur petit moule donnant des contraintes toujours plus élevées que les premières (effets des bords plus importants dans la configuration petit moule). De plus, les résultats obtenus sur les enrobés modèles complètent de manière cohérente ceux obtenus sur enrobés réels au bitume 35/50.

Si nous n'avions que les forces visqueuses qui entraînent en jeu dans la mesure de la maniabilité, nous aurions une contrainte mesurée proportionnelle au produit de la viscosité par la vitesse. Or ce n'est pas le cas ici ; nous avons également des forces granulaires qui interviennent sur la maniabilité de nos échantillons.

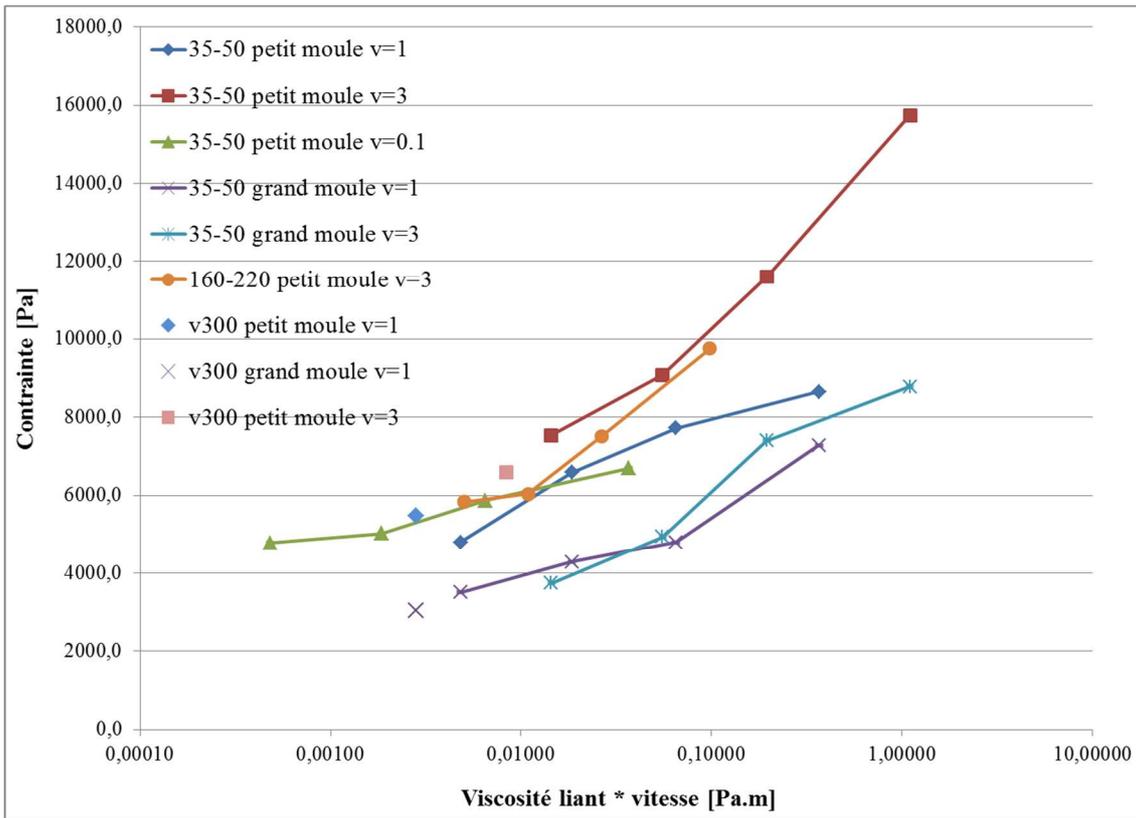


Figure 101 : Evolution de la contrainte maximale en fonction du produit viscosité\*vitesse

Dans la Figure 102, on s'intéresse uniquement aux essais sur les enrobés réels au bitume 35/50 et au bitume 160/220 réalisés dans les mêmes conditions, à savoir dans le petit moule à la vitesse de 3 cm/s. On remarque que pour des valeurs du produit viscosité\*vitesse égales, les contraintes mesurées sur ces deux enrobés sont quasiment égales ; en effet, les deux courbes se superposent presque. La variation du grade du bitume influence la maniabilité de l'enrobé de la même manière que la variation de température, et donc de viscosité.

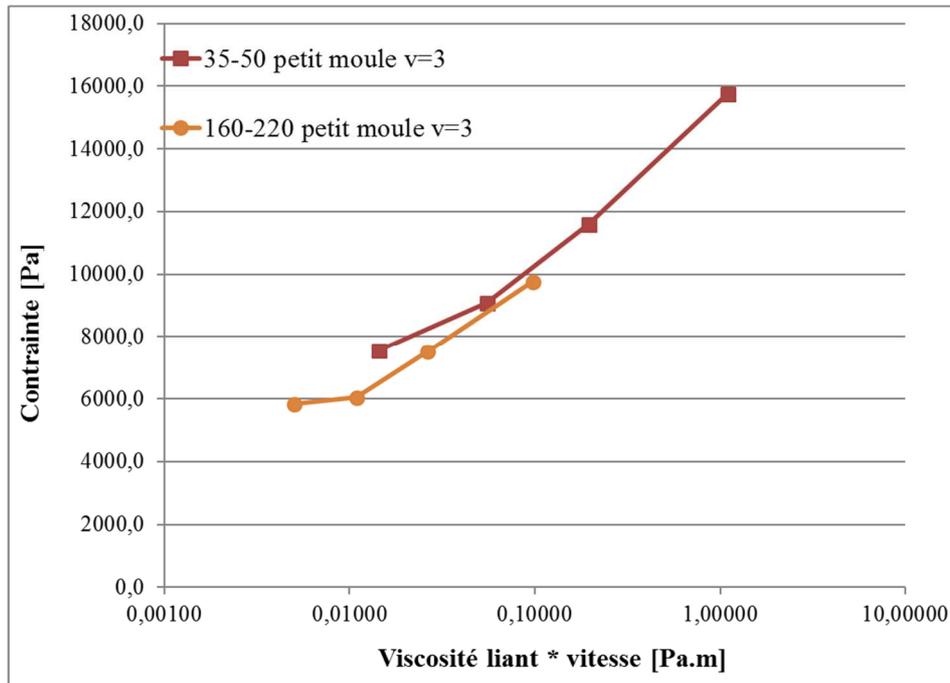


Figure 102 : comparaison des résultats obtenus sur enrobés au bitume 35/50 et au bitume 160/220, dans le petit moule à  $v = 3$  cm/s

Dans les Figures 103 et 104, on s'intéresse aux essais réalisés respectivement sur grand moule et sur petit moule, pour différentes vitesses de poussée. En ce qui concerne les essais réalisés sur grand moule, on peut remarquer que pour des valeurs du produit viscosité\*vitesse égales, les différentes contraintes mesurées se regroupent et se superposent à peu près pour former une unique courbe. En ce qui concerne les essais réalisés sur petit moule, les contraintes mesurées sont plus dispersées. Cela est certainement dû à des effets de bords plus importants, d'autant plus importants que la vitesse de poussée est élevée, et qui viennent parasiter les mesures réalisées.

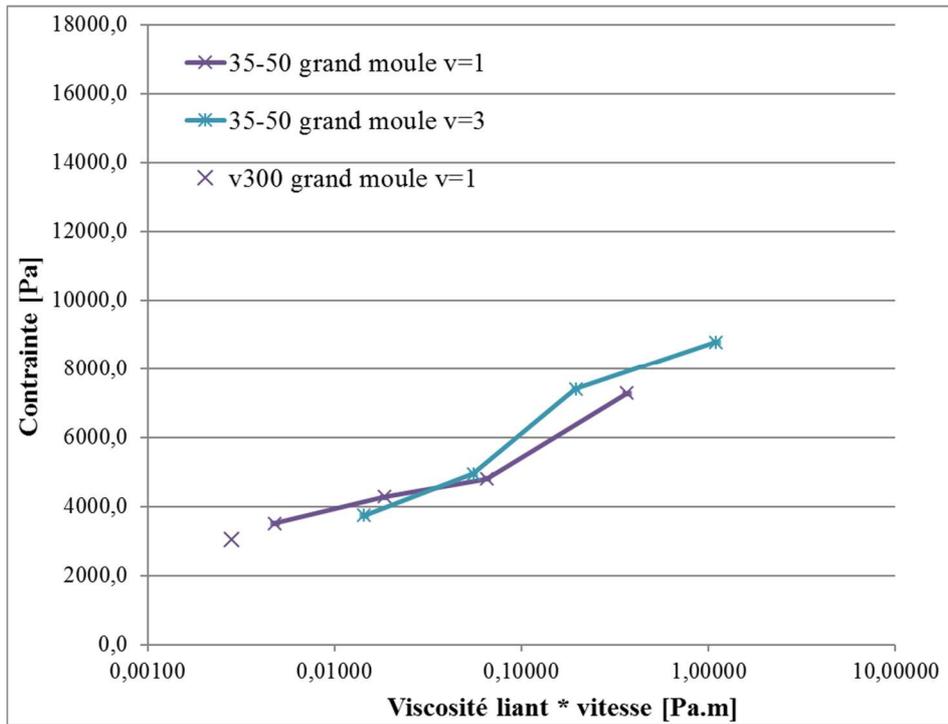


Figure 103 : comparaison des essais réalisés sur grand moule

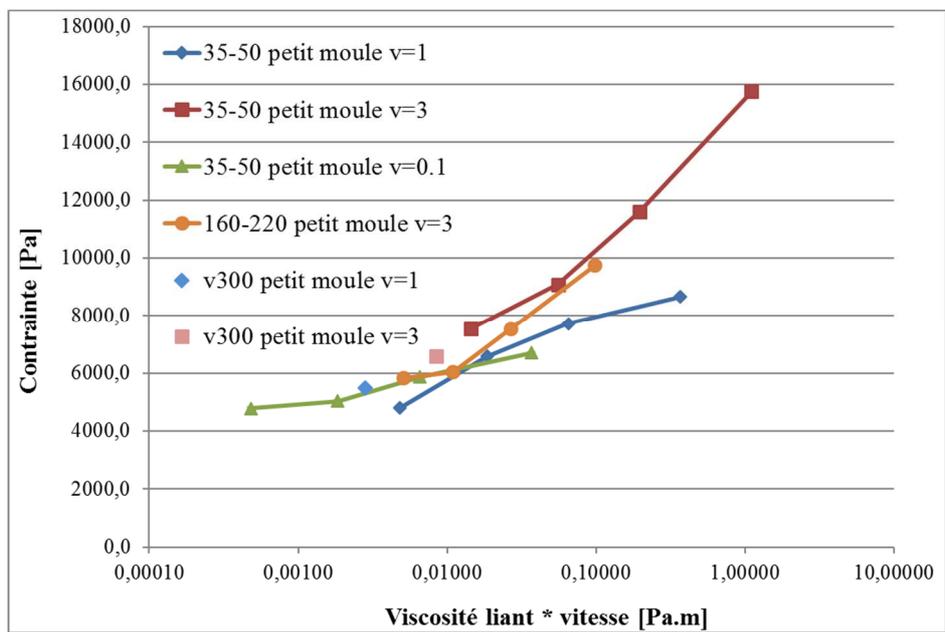


Figure 104 : comparaison des essais réalisés sur petit moule

## 7. Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre, nous nous sommes focalisés sur la mesure de la maniabilité à l'aide de l'essai au maniabilimètre, essai normalisé depuis 2013 et qui tente à se répandre dans les laboratoires routiers français. Dans un premier temps, nous avons étudié le protocole préconisé par la norme d'essai ; nous avons pu mettre en évidence l'importance de la maîtrise de la compacité de l'échantillon testé pour l'interprétation des résultats. Dans un deuxième temps, nous avons fait varier de nombreux paramètres, à la fois sur l'outil de mesure et sur les produits testés, en évaluant le comportement de matériaux modèles (squelettes granulaires seuls et enrobés aux huiles de silicone) mais aussi de matériaux réels (enrobés aux liants bitumineux).

Les matériaux modèles, réalisables et manipulables à température ambiante, nous ont permis de faire varier au maximum les paramètres géométriques de l'essai au maniabilimètre, permettant ainsi de mieux comprendre ce qu'il mesure, ainsi que les limites de l'outil. Ce travail nous a d'ailleurs permis de mettre en évidence les problèmes engendrés par la configuration petit moule et petite plaque, à savoir des effets de bord importants qui faussent un peu les mesures réalisées. Il nous a également permis de montrer que lorsque le liant de l'enrobé est très fluide, celui-ci se comporte comme un squelette granulaire seul et les forces visqueuses n'interviennent pas dans la mesure de maniabilité. Dans ce cas, la vitesse de poussée n'a pas d'influence sur les mesures de force.

Les essais sur enrobés réels sont quant à eux une étape indispensable pour travailler avec de vrais matériaux ; ces matériaux réels ont été fabriqués dans l'optique de créer des enrobés de « maniabilité » différentes, en faisant varier la température de fabrication et d'essai, en changeant le grade du bitume et les matériaux granulaires, ou en ajoutant l'additif tensio-actif, pour qu'ils soient testés au maniabilimètre. Ces essais ont permis de valider les essais réalisés sur matériaux modèles et les résultats obtenus ont pu être confrontés aux résultats de viscosité des liants du Chapitre III. Ils ont également permis de caractériser l'influence de l'ensemble des paramètres produits que nous avons fait varier et de mettre en évidence la capacité du maniabilimètre, lorsqu'il est utilisé avec le protocole d'essai que nous avons développé, à caractériser les différences de maniabilité entre les différents matériaux testés.

# Conclusions générales et perspectives

L'augmentation des problèmes écologiques provoqués par l'activité humaine, ainsi que la réduction des énergies fossiles ont entraîné une prise de conscience mondiale sur l'importance de réduire les émissions de gaz à effet de serre et d'économiser l'énergie. Les matériaux bitumineux sont dans la plupart des cas de gros consommateurs d'énergie lors de leurs processus de fabrication ; les enrobés bitumineux à chaud, technique très utilisée pour les revêtements routiers, nécessitent un chauffage des constituants (liant, granulats, filler) à des températures comprises entre 130 et 180°C selon le liant bitumineux utilisé. Mais depuis le début des années 2000, les grandes entreprises routières axent leurs recherches sur l'abaissement des températures de fabrication et de mise en œuvre de ces enrobés à chaud (de 30 à 50°C), avec le souhait de ne pas impacter leurs spécifications performantielles. Ces nouveaux enrobés, dits tièdes, se fabriquent à des températures plus basses que les enrobés à chaud par un chauffage moins important des granulats (représentant environ 95% du mélange) mais en gardant en général les mêmes températures du liant bitumineux. Malgré ces avantages certains, notre démarche de constructibilité nous a amené à s'interroger sur les difficultés éventuelles liées à leur utilisation. Ainsi, l'abaissement des températures de fabrication de ces enrobés ont fait apparaître sur les chantiers routiers des problématiques qui n'existaient pas dans le cas des enrobés classiques à chaud, à savoir des problématiques de maniabilité lors de la mise en œuvre mécanisée, mais surtout manuelle, dues en grande partie aux propriétés visqueuses des liants bitumineux et à leur thermo susceptibilité.

Ce travail de thèse s'inscrit dans cette thématique de la maniabilité des enrobés bitumineux tièdes, et a pour objectif d'étudier leur comportement aux températures de mise en œuvre. Il se propose de développer une démarche de caractérisation et d'évaluation de la maniabilité, évaluation que ne permet aucun des essais classiques de formulation pratiqués en France sur les enrobés à chaud. On peut tout d'abord noter que, dans le cadre de cette thèse, une étude a été réalisée avec une PCG classique en abaissant au minimum ses paramètres d'essai (force verticale et vitesse de rotation), sans pouvoir pour autant l'utiliser comme outil de mesure de la maniabilité (Annexe D). La détermination de la maniabilité des enrobés, utile voire indispensable notamment pour développer les procédés tièdes, en fonction de la température nécessite donc un autre outil ou une autre approche. Le rôle du liant bitumineux dans le comportement des enrobés aux températures de mise en œuvre nous a conduit à

travailler à différentes échelles de matériau (l'échelle du liant, du mastic et de l'enrobé) en étudiant deux propriétés dépendantes qui nous semblaient primordiales pour appréhender l'étude des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre dans un contexte d'abaissement des températures de fabrication, à savoir :

- Les propriétés de viscosité des liants et des mastics bitumineux dans le domaine des températures élevées, allant de 80 à 160°C ;
- Les propriétés de maniabilité des enrobés bitumineux eux-mêmes, à savoir leur facilité à être étalés et mis en place sur le chantier, tant manuellement que mécaniquement, en utilisant le maniabilimètre, depuis peu normalisé, et en étudiant sa pertinence.

Pour faciliter le travail expérimental, garantir une bonne reproductibilité des produits sans réchauffage successifs, nos études ont été menées en parallèle sur deux catégories de matériaux : des « matériaux réels » fabriqués avec les liants bitumineux et des « matériaux modèles » fabriqués en remplaçant le liant par des huiles de silicone ayant à 25°C des propriétés similaires (masse volumique, viscosité, tension superficielles, ...) à celle des liants bitumineux à des températures élevées données (comme par exemple 80 et 160°C qui sont les extrémités de la plage de température définies pour l'étude).

Le premier objectif de notre travail expérimental était d'étudier les propriétés des liants et des mastics modèles et réels, en termes de viscosité sur des plages de températures correspondant aux températures de mise en œuvre. Pour cette étude, nous avons défini des protocoles de mesure de la viscosité au rhéomètre à cisaillement dynamique permettant de réaliser les essais à la fois sur les liants et sur les mastics sans changer les paramètres de mesures, pour garantir une bonne comparaison des différents matériaux entre eux. L'utilisation des matériaux modèles a permis de valider les protocoles de mesures utilisés, non classiques dans le domaine des matériaux bitumineux, permettant des mesures cohérentes de viscosité.

Les essais réalisés à l'échelle du liant, sur les matériaux modèles et réels, ont conduit à des viscosités, indépendantes du taux de cisaillement, attestant ainsi du caractère newtonien des huiles de silicone à 25°C et des liants bitumineux entre 80 et 160°C, sur toute la gamme de taux de cisaillement étudiée. Les essais sur liants ont naturellement permis de vérifier la thermo-susceptibilité des liants bitumineux avec une augmentation de la viscosité liée à une

diminution de la température. De la même manière, les essais ont confirmé que l'utilisation d'un bitume plus mou entraîne des niveaux de viscosité plus faibles, mais aussi une variabilité moindre de cette viscosité en fonction de la température. Si toutes ces conclusions semblent classiques et connues, actuellement peu de publications chiffrent réellement ces résultats. Pour finir, les mesures effectuées sur le liant bitumineux additivé avec l'additif tensio-actif ont confirmé la non influence de celui-ci sur la viscosité du liant pur.

Le travail expérimental réalisé à l'échelle du mastic est par contre relativement nouveau, notamment dans la gamme de températures étudiée, et ainsi très peu de publications étudient la viscosité des mastics bitumineux aux températures de mise en œuvre. Les mesures se sont révélées plus délicates à effectuer que pour les liants seuls parce que les matériaux testés ne sont pas homogènes et que le système étudié est plus complexe : ce sont des suspensions de particules solides dans un fluide. Nous avons pu ainsi mettre en évidence des phénomènes de sédimentation variables en fonction de la température. Nous les avons évalués, dans un premier temps, théoriquement puis expérimentalement. Étant donné la dispersion de tailles des particules solides contenues dans les mastics (de 0 à 63  $\mu\text{m}$ ), ainsi que leur quantité, un calcul précis des vitesses de sédimentation de chaque particule est impossible. Par approximation, les vitesses de sédimentation de particules de tailles uniques (50  $\mu\text{m}$ ) pour différentes viscosités du fluide ont été calculées ; cela a montré que ce phénomène de sédimentation n'est pas négligeable, compte tenu de la durée de nos essais et de l'épaisseur des échantillons et qu'il affecte nos mesures, notamment aux températures les plus élevées. Les mesures expérimentales de sédimentation réalisées dans les échantillons de mastics ont confirmé que le phénomène de sédimentation est bien présent au sein de nos échantillons, notamment pour des viscosités faibles du liant et donc des températures élevées (>130°C pour les mastics au 35/50 et >110°C pour ceux au 160/220). Si un certain nombre de nos mesures ne semblent pas impacter par ce phénomène, nos conclusions jugeront l'intérêt ou non de l'étude des mastics aux températures de mise en œuvre.

Les mesures réalisées sur les mastics modèles et réels ont montré que leur viscosité varie avec le taux de cisaillement, sur les gammes étudiées ; ceux-ci n'ont donc pas un comportement newtonien, aux taux de fines testées (c'est-à-dire supérieur à 14% volumique) contrairement aux liants. De plus, plus la température diminue ou plus le taux de fines augmente, et plus le caractère non newtonien du mastic s'accroît.

De la même manière que pour les liants, nous avons analysé l'influence de différents paramètres tels que la température, le grade du bitume et la présence de l'additif tensio-actif

sur la viscosité des mastics. Il est apparu que ces paramètres agissent sur le mastic de la même façon que sur le liant : la diminution de la température entraîne une augmentation conséquente de la viscosité, l'utilisation d'un bitume plus mou abaisse les niveaux de viscosité et la rend moins susceptible à la température. Enfin, la présence de l'additif tensio-actif, dont le rôle est d'agir sur les interfaces liant-minéral, n'a aucun effet sur la viscosité du mastic, malgré la présence des fines.

Si l'étude du comportement rhéologique des mastics aux températures de mise en œuvre nous semblait primordiale au démarrage de ce travail de thèse en raison du fait que les procédés tièdes n'agissent pas tous sur la viscosité du liant, nous avons pu montrer aujourd'hui que son intérêt est limité. En effet, le phénomène de sédimentation mis en évidence ne permet pas une bonne maîtrise de la mesure de viscosité principalement à haute température. Elle nous permet cependant de nous interroger sur le mastic contenu dans l'enrobé à chaud ou tiède et sa tendance à sédimenter, comme dans nos échantillons, pendant toute la durée du transport de la centrale d'enrobage jusqu'au chantier, avec un comportement se rapprochant ainsi en partie du liant bitumineux seul. Par ailleurs, les essais réalisés en présence de l'additif tensio-actif ont montré que celui-ci n'a pas plus d'effet sur le mastic que sur le liant.

La deuxième partie du travail expérimental a été axée sur la mesure de la maniabilité à l'aide de l'essai au maniabilimètre, essai normalisé depuis 2013. Etant donné la normalisation récente de cet essai, nous avons, dans un premier temps, étudié le protocole préconisé par la norme d'essai. Pour cela nous avons testé des enrobés réels et mis en évidence le fait que le protocole normalisé ne permet pas de conserver constante la compacité des échantillons testés qui d'une part varie lorsque la température de fabrication et d'essai diminue et d'autre part influence le résultat de maniabilité. Nous avons ainsi modifié et complété la procédure d'essai pour mettre en place un protocole à compacité constante et permettre un essai plus objectif et discriminant.

Après la mise en place du nouveau protocole, nous avons démontré la pertinence de ne retenir que la force ou contrainte maximale sur un profil de comportement, et ainsi avons défini notre méthode d'analyse. De nombreux paramètres, tant géométriques de l'outil de mesure que liés aux produits testés, ont été évalués par des essais sur des matériaux modèles (squelettes granulaires et enrobés aux huiles de silicone) et sur des matériaux réels (enrobés aux liants bitumineux). Les résultats obtenus sur les matériaux modèles nous ont permis de

mieux comprendre ce que mesure le maniabilimètre et quelles sont ses limites. Ainsi les essais réalisés sur les squelettes granulaires seuls ont montré l'indépendance des résultats vis-à-vis de la vitesse d'essai. Par ailleurs, nous avons mis en évidence que l'influence de cette vitesse d'essai est négligeable pour les mesures réalisées sur enrobé modèle à l'huile de silicone très fluide (v300). A contrario, elle est significative sur les mesures réalisées sur enrobé modèle à l'huile plus visqueuse (v2000). Par conséquent, nous avons montré le rôle prépondérant du squelette granulaire à haute température : plus le liant est fluide et de viscosité faible, et plus ce sont les grains solides qui régissent la maniabilité de l'enrobé. A l'inverse, plus le liant est visqueux, et plus ses propriétés auront une incidence sur les mesures de maniabilité. L'essai de maniabilité présente l'avantage de pouvoir se réaliser sur petit ou grand moule, ce qui permet une consommation de matériaux moindre. Nous avons cependant montré que la configuration petit moule-petite plaque (telle que préconisée dans la norme) engendre des effets de bords importants qui impactent les mesures, ce qui n'est pas le cas pour la configuration grand moule-grande plaque. La configuration qui semblerait la plus représentative du chantier serait la configuration grand moule-petite plaque.

Les essais sur enrobés réels sont quant à eux une étape indispensable pour travailler avec de vrais matériaux, avec notamment leur réelle sensibilité thermique. Ces essais ont permis de valider les essais réalisés sur matériaux modèles. Par ailleurs, les résultats obtenus en faisant varier de nombreux paramètres produits (grade de bitume, nature des granulats, compacités, ...) ont pu être confrontés aux résultats de viscosité des liants du Chapitre III. La méthode d'analyse choisie nous permet de proposer plusieurs profils de comportements des matériaux lors des essais en fonction des paramètres testés : des comportements en pic, les moins maniables, caractéristiques d'une température basse (et donc d'une viscosité élevée) et/ou d'une vitesse élevée, des comportements en plateau plutôt intermédiaires et enfin des comportements en parabole pour des températures plus hautes et/ou des vitesses plus faibles. Ces différents comportements attestent du caractère plus ou moins maniable du matériau testé.

Les différentes conclusions obtenues sur les enrobés modèles sont confirmées et applicables sur les enrobés réels, à savoir les effets de bords trop importants pour les essais réalisés dans le petit moule et la prédominance des forces granulaires sur les forces visqueuses lorsque le liant de l'échantillon d'enrobé est très fluide. Les essais réalisés ont permis de caractériser l'influence de l'ensemble des paramètres produits que nous avons fait varier et de mettre en évidence la capacité du maniabilimètre, lorsqu'il est utilisé avec notre protocole d'essai modifié à caractériser les différences de maniabilité entre les différents matériaux testés. Nous

avons ainsi montré une légère influence de l'additif tensio-actif sur les mesures réalisées (permettant de gagner entre 20 et 30°C), ce que nous n'observions pas lors des mesures de viscosité sur liants et sur mastics bitumineux. Le paramètre température apparaît comme celui ayant le plus d'influence sur la maniabilité des enrobés réels testés, attestant de la difficulté d'abaisser les températures de fabrication des enrobés bitumineux sans impacter leur maniabilité.

Au vu du travail réalisé pendant les trois années de thèse, il est apparu très important de pouvoir caractériser et quantifier le comportement des enrobés bitumineux aux températures de mise en œuvre, notamment dans l'optique d'un développement de plus en plus grand des enrobés bitumineux tièdes. Pourtant, il s'est avéré compliqué de relier les études réalisées à l'échelle du liant et du mastic à celles réalisées à l'échelle de l'enrobé.

Contrairement à ce que nous pensions en début de thèse, l'étude rhéologique réalisée à l'échelle du mastic est apparu comme peu pertinente par rapport à celle menée sur liant, en raison certainement du phénomène de sédimentation mis en évidence ; il serait intéressant de travailler en rhéologie à l'échelle du mortier, matériau plus proche de l'enrobé par sa composition (matériau ouvert, contrairement au mastic) et non soumis à des phénomènes de décantation. Quelques essais préliminaires ont été initiés en première année de thèse, puis stoppés au vu de la difficulté de travailler en rhéologie sur mortier et du manque de temps.

Tous les essais que nous avons réalisés au maniabilimètre ont mis en évidence sa capacité à caractériser et à évaluer les propriétés de maniabilité d'échantillons d'enrobé. Ils ont également mis en évidence certaines limites de l'appareil qui pourrait être amélioré. En effet, la prise de mesure pourrait être plus précise et donc plus fiable, par une automatisation de son démarrage. De même, la géométrie de l'appareil pourrait être modifiée pour être plus représentative du terrain, en allongeant la longueur de l'échantillon testé et de la course du vérin, et en modifiant la configuration petit moule-petite plaque pour éliminer les effets de bord. Enfin, il faudrait caler les résultats obtenus au maniabilimètre par rapport au terrain, et notamment au travail manuel sur chantier, pour en tirer éventuellement des valeurs seuils en termes de niveau maximal de force ou de contrainte. A ce jour, il est encore difficile d'attribuer un niveau de maniabilité à une difficulté de mise en œuvre par l'ouvrier sur le terrain.

Toutes les conclusions obtenues à partir de l'analyse de nos résultats (trois types de comportement, influence des différents paramètres, ...) sont valables pour la formulation de BBSG que nous avons choisie en début de thèse. Il serait intéressant et même nécessaire de

tester d'autres formulations d'enrobés, d'autres procédés tièdes, avec ou sans agrégats d'enrobés.

Enfin, ce travail s'est concentré sur le rôle « viscosifiant » du liant bitumineux aux températures de mise en œuvre. L'étude des propriétés de lubrification des liants vis-à-vis des granulats pourrait compléter voire apporter d'autres réponses à cette problématique de maniabilité des enrobés.

## Annexe A : Mesures de viscosité en rampe de taux de cisaillement réalisés sur les mastics modèles M<sub>14%v</sub> et M<sub>46%v</sub>

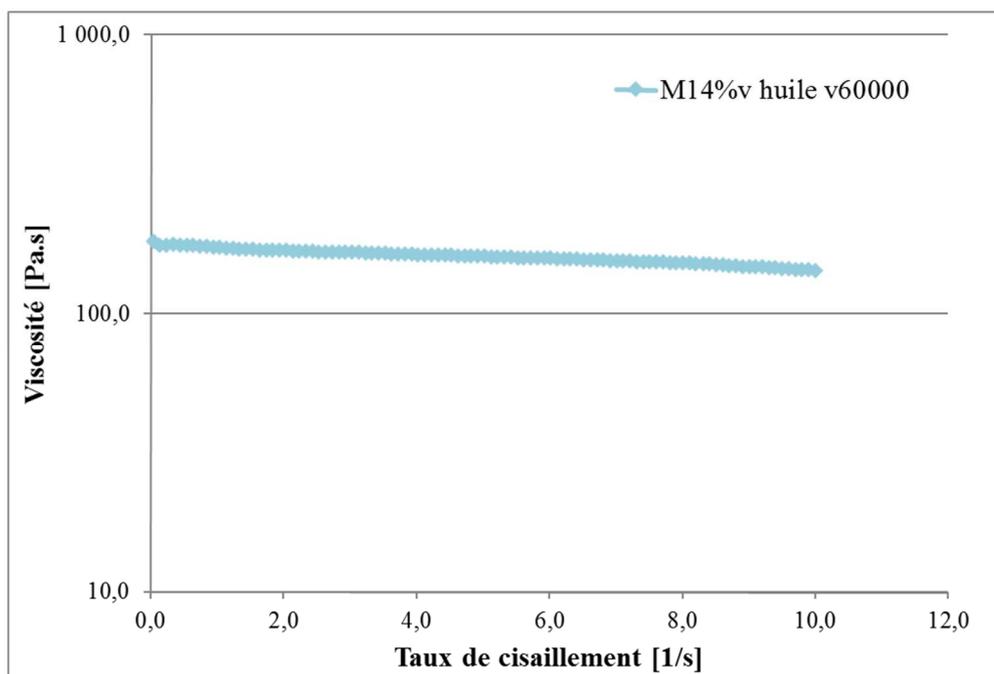


Figure 105 : Evolution de la viscosité du mastic M<sub>14%v</sub> à l'huile v60000 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

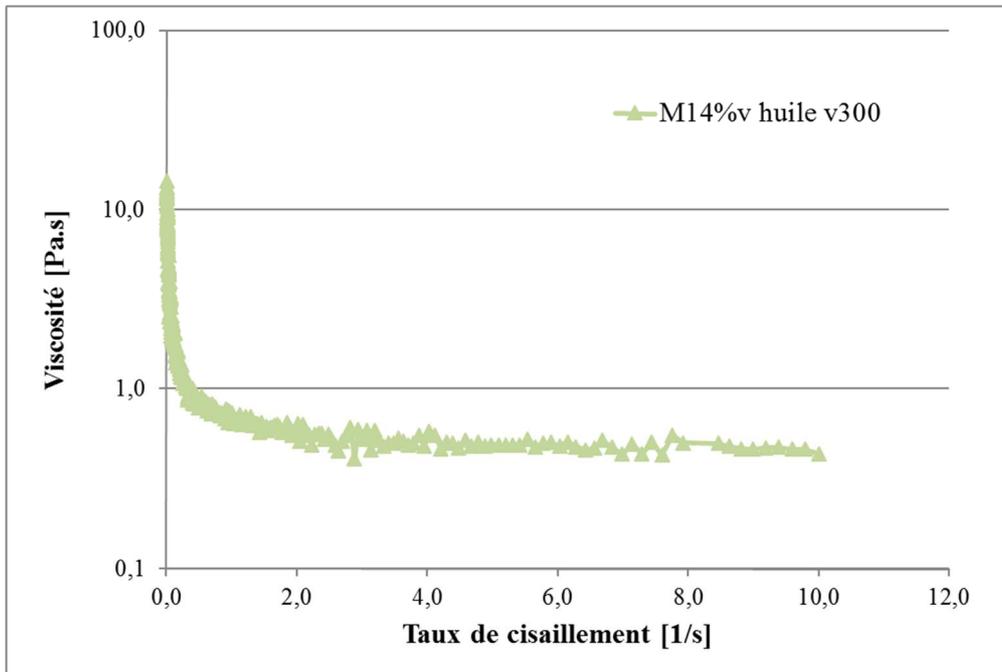


Figure 106 : Evolution de la viscosité du mastic M<sub>14%v</sub> à l'huile v300 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

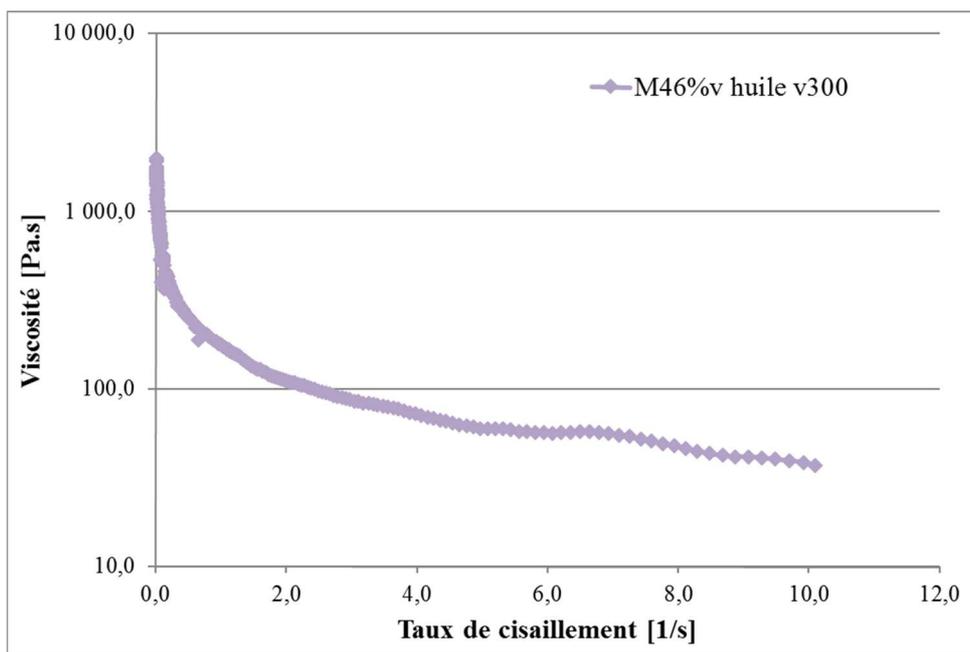


Figure 107 : Evolution de la viscosité du mastic M<sub>46%v</sub> à l'huile v300 en fonction du taux de cisaillement, en plan/plan 25 mm

## Annexe B : Mesures de viscosité en rampe de taux de cisaillement réalisés sur les mastics réels $M_{35\%v}$ et $M_{46\%v}$ au 35/50 + 0,3% A

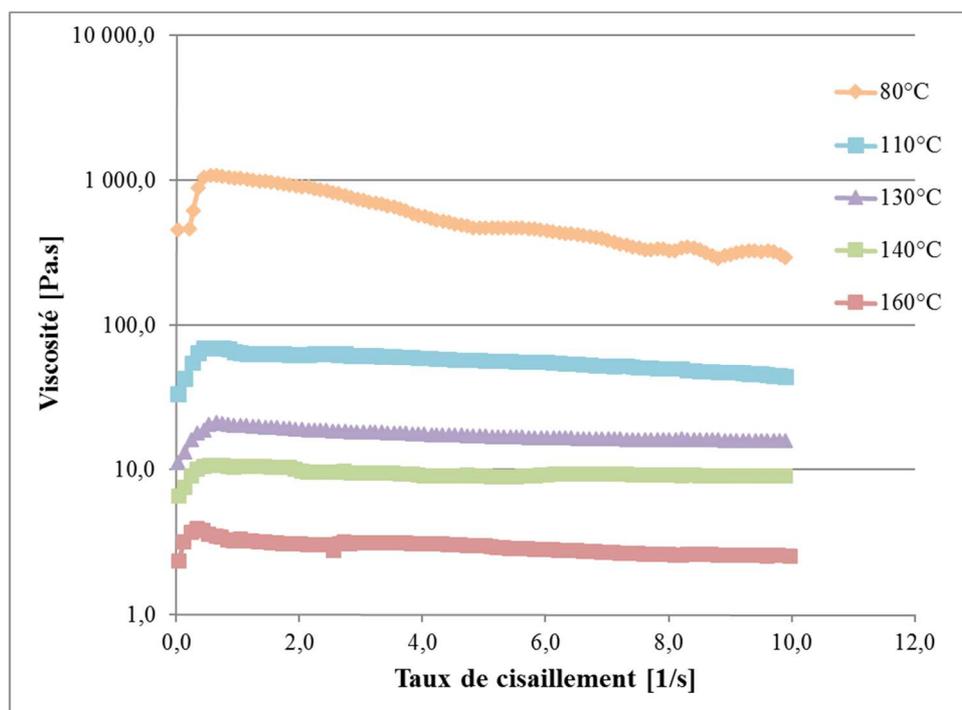


Figure 108 : Viscosités du  $M_{35\%v}$  35/50 + 0,3% A aux différentes températures, en plan/pan 25 mm

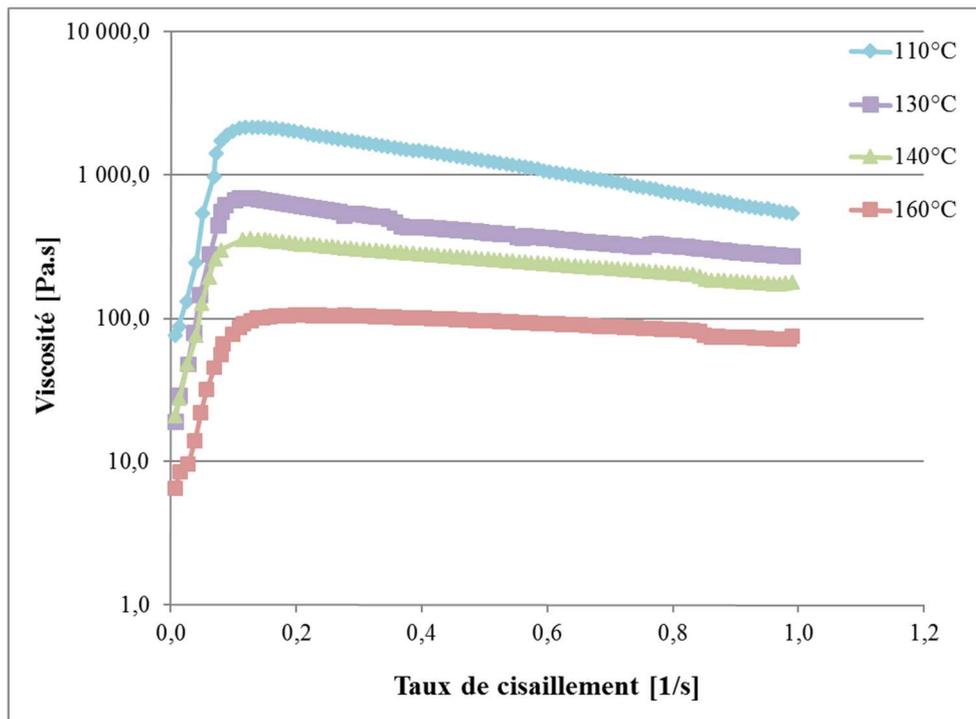


Figure 109 : Viscosités du M<sub>46%v</sub> 35/50 + 0,3% A aux différentes températures, en plan/pan 25 mm

# Annexe C : Procédure de compactage à 80% à la presse MTS des échantillons d'enrobé dans un moule renforcé pour les essais au maniabilimètre

## Préliminaire

Préparer l'ensemble du matériel nécessaire pour la procédure : marteau, bombe de silicone, tube de graisse et clé Allen (fig.1).



Figure 110.  
Matériel

Préparer la Presse MTS 100kN :

1. Allumer la presse et l'ordinateur qui lui est dédié.
2. Ouvrir le logiciel TestWorks®
3. Ouvrir la méthode « Compactage\_80\_pourcent\_mania » (fig.2)

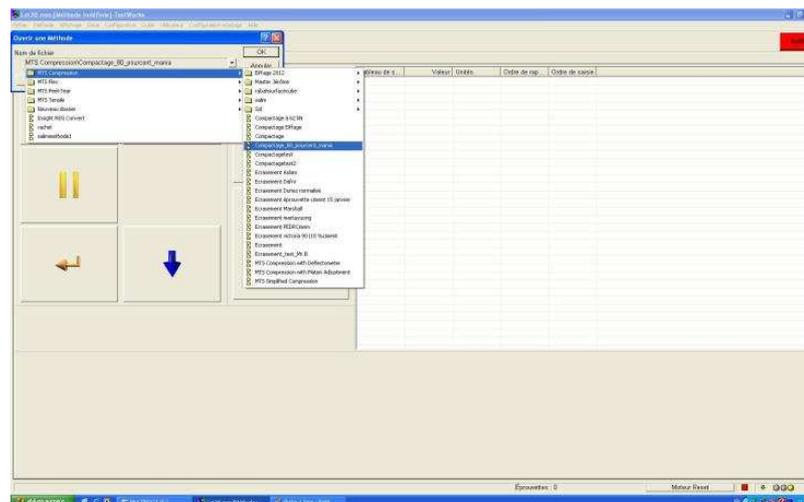


Figure 111. Chemin pour ouvrir la méthode

4. Faire descendre la platine du dessus jusqu'à la platine du dessous et initialiser. Puis faire monter la platine du dessus à une hauteur de 350mm (fig.3).

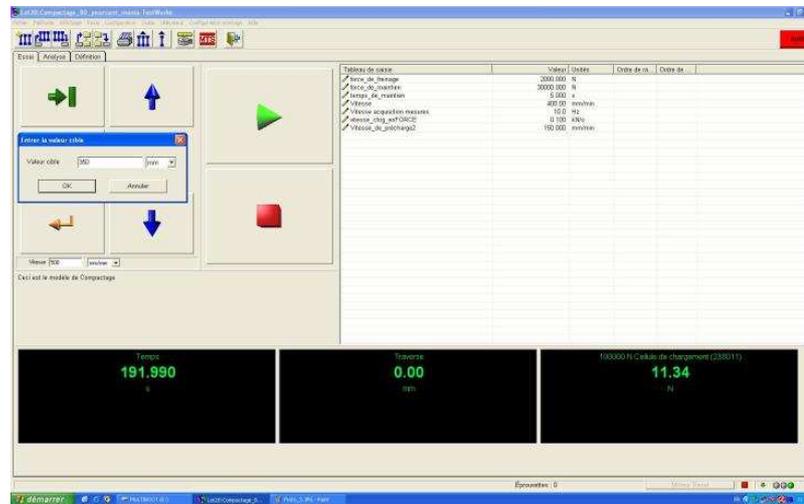


Figure 112. Initialisation de la course de la poutre

5. Initialiser la course et placer le support du moule renforcé sur la platine du dessous.

## Préparation du moule

1. Mettre de la graisse sur les retours du moule renforcé pour faciliter le glissement des parois amovibles.
2. Assembler l'ensemble des parois latérales : faire coulisser les parois amovibles sur le moule renforcé (fig.4).

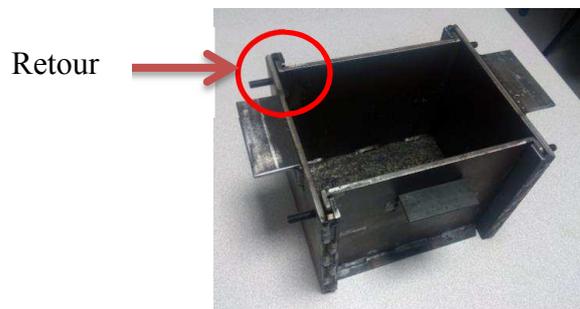


Figure 113. Assemblage du moule renforcé et des parois amovibles

3. Placer une cale dans le moule pour que le couvercle supérieur puisse être en contact avec la partie supérieure du moule renforcé.

4. Placer les agrafes de part et d'autre du couvercle supérieur et bien attraper les parois du moule renforcé (fig.5).

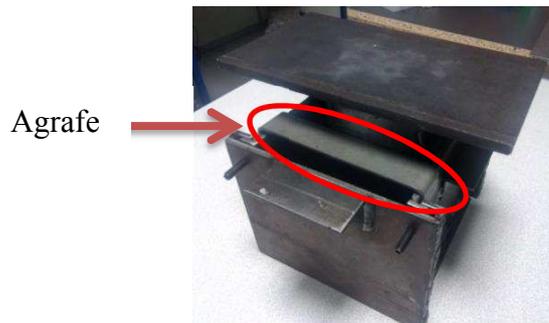


Figure 114. Assemblage

5. Une fois que l'ensemble est bien assemblé, il faut serrer suffisamment les vis (inutile de bloquer la vis) à l'aide d'une clé allen de manière homogène dans le but d'empêcher le glissement des parois amovibles lors des phases de manutention. Une fois l'assemblage réalisé, il est nécessaire de vérifier que le couvercle supérieur coulisse bien à l'intérieur du moule (sans coincement).
6. Enlever les agrafes et le couvercle supérieur pour ensuite enduire l'intérieur du moule d'une fine pellicule de silicone, à l'aide d'une bombe. Faire de même sur la surface du couvercle supérieur qui sera en contact avec l'échantillon. Ceci diminuera le collement de l'échantillon dans le moule lors du compactage.
7. Prendre le moule sans le couvercle supérieur ni les agrafes et placer le proche de l'étuve par les poignées des parois amovibles.

## Protocole de compactage

1. Emboîter la goulotte+deversoire dans le moule pour des raisons ergonomiques. En effet, il est alors plus facile de placer l'enrobé chaud dans le moule.
2. Une fois que tout l'enrobé de l'échantillon est logé dans le moule, peser l'ensemble : il faut ensuite soustraire la masse du moule pour connaître la masse précise de l'échantillon. Il est possible de prendre la température de l'échantillon à ce moment là.
3. Reprendre le moule par les poignées des parois amovible pour le positionner près de la Presse MTS 100kN.
4. Placer le couvercle supérieur et les agrafes comme indiqué précédemment et positionner le tout sur le support, dans la presse. Il est important de vérifier que le couvercle supérieur soit bien à l'horizontal et que le milieu de l'assemblage soit parfaitement dans l'axe de compactage (fig.6) .



Figure 115. Mise en position de l'assemblage dans la presse

5. Lancer le programme de compactage en cliquant sur le bouton play « exécution de l'essai » (fig.7).

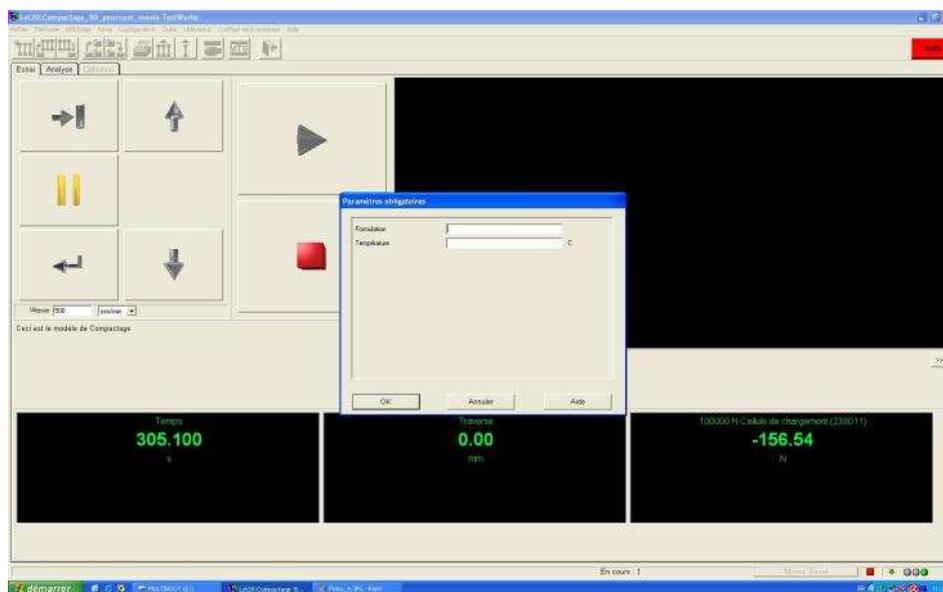


Figure 116. Ecran d'exécution de l'essai

6. Une fois le compactage terminé, le retour de la poutre se fait automatiquement. Enlever les agrafes et le couvercle supérieur. Déserrer les vis et faire coulisser les

parois amovibles (il peut s'avérer qu'il soit nécessaire de donner des petits coups de marteau)

7. Enfin placer le moule renforcé muni de l'échantillon compacté dans le Maniabilimètre.



Figure 117. Essai à 80%

# **Annexe D : Faisabilité d'une mesure de la maniabilité d'un enrobé par PCG modifiée**

Extraits du papier de conférence suivant :

A. Fabre des Essarts, A. Dony, S. Faucon-Dumont (2015). Laying of Warm Mix Asphalt: Study of the Feasibility of the Workability Measure Modifying the Parameters of the Standard Gyrotory Shear Compactor. *8<sup>th</sup> RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials*. Ancona, pp 509-519.

## **Objectives**

The Gyrotory Shear Compactor, described above and set with the parameters given by the European normative NF EN 12 697-31, is the first tool used in every French road laboratory to characterize the compactibility of asphalt mixes and verify the proper sizing of a road. On the other hand, as shown in several studies (Bennert et al 2010) (Dony et al 2010), this Gyrotory Shear Compactor (GSC) is insensitive to the lowering of temperature, to the bitumen grade and to the presence of a warm mix additive. In conclusion, the GSC test set with the European normative parameters is not able to characterize the workability of a bituminous mixture.

The objective of the study presented in this paper is to lower the vertical strength and the rotation speed of the GSC to less load the asphalt mix during the test and get into the workability field. Once the new parameters are chosen, various mixes of different workability will be tested. The several workabilities will be created by changing the mixing and testing temperature, the bitumen grade, and by adding a warm mix additive (a viscosity reducer developed by Eurovia). The results obtained with the GSC test will be compared to the one obtained with a Nynas workability device. Using the GSC as a workability test would be a very interesting goal because this tool is present and well known in every road laboratory.

## Experimental materials, techniques and parameters

### Materials

The bituminous mixture formula used in this study is a classic semi-coarse asphaltic concrete 0/10 (French BBSG 0/10), with diorite aggregates coming from the French Noubleau Quarry and Total bituminous binders.

As regards the binders, two bitumen manufactured by Total and having different grades were used: a classic bitumen 35/50 and a softer one 160/220. Their viscosity was measured with a Dynamic Shear Rheometer (DSR), with a cone and plate geometry, according to the NF EN 13702 standard.

**Table 1** Bitumen characteristics

	35/50 binder	160/220 binder
Penetration (25°C) (1/10 mm)	43	188
Ring & Ball Point (°C)	52.4	40.8
Viscosity (Pa.s)		
90°C	22.2	2.2
110°C	4.3	0.6
130°C	1.2	0.2
160°C	0.3	0.1

The warm mix additive is a viscosity reducer (a wax) developed by the French company Eurovia and is added to the mixture with 35/50 asphalt binder at a dosage rate of 0.3%.

Afterwards, the three asphalt mixes tested will be identified as:

- Mixture 1: with pure 35/50 binder
- Mixture 2: with pure 160/220 binder
- Mixture 3: with 35/50 binder + warm mix additive (0.3%).

The workability of mixture 1 decreases when the mixing and testing temperatures are

lower. By reducing binder viscosity, using the softer binder (160/220) and the warm mix wax, mixtures 2 and 3 will have a better workability than mixture 1, when the temperature decreases.

## **Experimental Techniques and Parameters**

### ***Gyratory Shear Compactor Test***

A large part of the experimental study was conducted with a French GSC manufactured by Vectra. The parameters recommended for use according to the NF EN 12 697-31 standard are a vertical strength  $F$  of 11.7 kN, a rotation speed of 30 rpm, an inclination angle  $\alpha$  of  $1^\circ$  and three specimens tested for one GSC test.

The vertical strength of the GSC may be changed by varying the gauge pressure. The gauge calibration is presented in Table 2. As regards rotation speed, it may be changed with a potentiometer from 3 to 30 rpm. The other parameters do not vary.

**Table 2** GSC gauge calibration

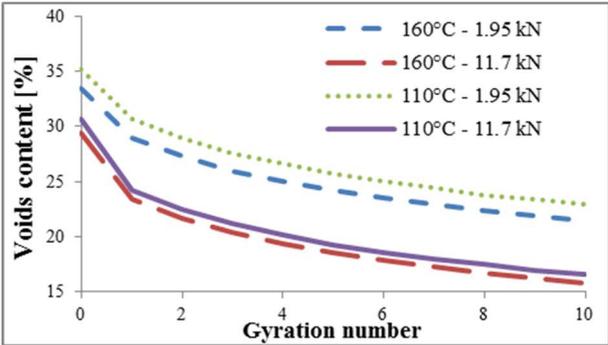
<b>Gauge Pressure [bar]</b>	<b>Vertical Strength [kN]</b>
30	11.70
25	10.22
20	8.33
15	6.46
10	4.54
5	2.67
4	2.27
3	1.95

A first experimental study was carried out to determine which new GSC parameters

will be used (vertical strength and rotation speed). To do that, mixture 1 has been tested with these parameters:

- Two temperatures: 110 °C and 160°C
- Two vertical strengths: 11.7 kN (30 bar) and 1.95 kN (3 bar)
- Two rotation speeds: 30 and 3 rpm

The results obtained (mean of 3 trials) are shown in Figures 1 and 2 and in Table 3.



**Fig. 1** GSC tests varying the vertical strength, at 30 rpm

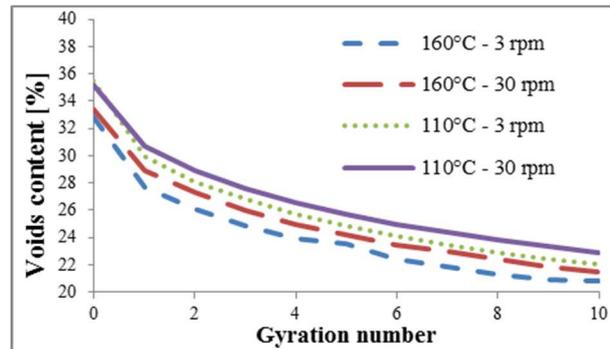
**Table 3** Difference between void content at 160°C and 110°C, according to vertical strength, at 30 rpm

Gyration number	Difference between 160 and 110°C at 11.7 kN	Difference between 160 and 110°C at 1.95kN
1	0.8	1.8
2	0.8	1.6
3	0.8	1.6
4	0.8	1.6
5	0.8	1.5
10	0.8	1.4

A difference of void content was noticed between the two vertical strengths: the level

of compaction is higher at 11.7 kN than at 1.95 kN. The difference between tests at 160°C and 110°C is higher at 1.95 kN (3 bar) than at 11.7 kN (30 bar). At 1.95 kN, this gap is higher than the GSC test repeatability recommended by NF EN 12 697-31 standard (repeatability = 1%).

Thus, only the vertical strength of 1.95 kN was used for the end of the study.



**Fig. 2** GSC tests varying the rotation speed, at 1.95 kN

The gap between 160°C and 110°C tests is a little higher at 3 rpm than at 30 rpm. Even if this gap were negligible, the next GSC tests would have to be run at a rotation speed of 3 rpm, to reduce the load applied on asphalt mix specimens.

In conclusion, the parameters of the GSC tests would be:

- Vertical strength: 1.95 kN
- Rotation speed: 3 rpm
- Mixing and testing temperatures: 160, 110 and 90°C
- Mixes tested: mixture 1, 2 and 3

### ***Nynas Workability Device Test***

The second experimental tool used is a Nynas workability device manufactured by the French company ICS (Instrumentation Contrôle Service), according to the standard. The model used is equipped with several jacks that can be used to perform tests at various speeds from 0.01 to 4 cm/s, and with two molds, a large one (6600 cm<sup>3</sup> containing approximately 11 kg of asphalt mixture) and a smaller one (3300 cm<sup>3</sup> for a specimen of approximately 5 kg).

In a previous study, the influence of several parameters of the Nynas workability

device test were analyzed, and two experimental procedures were developed: the first one keeping a constant volume leveling the asphalt (according to NF EN 98-258-1 standard), and the second one keeping constant mass and volume regardless of the temperature, to test every specimen at constant density. The second procedure (constant density) is the one chosen here.

The other parameters chosen are:

- The smallest mold: 3300 cm<sup>3</sup>
- The specimen mass: 4,9 kg
- Testing speed: 3 cm/s
- Mixing and testing temperatures: 160, 130, 110 and 90°C
- Mixes tested: mixtures 1 and 2 (with pure 35/50 and 160/220 binders).

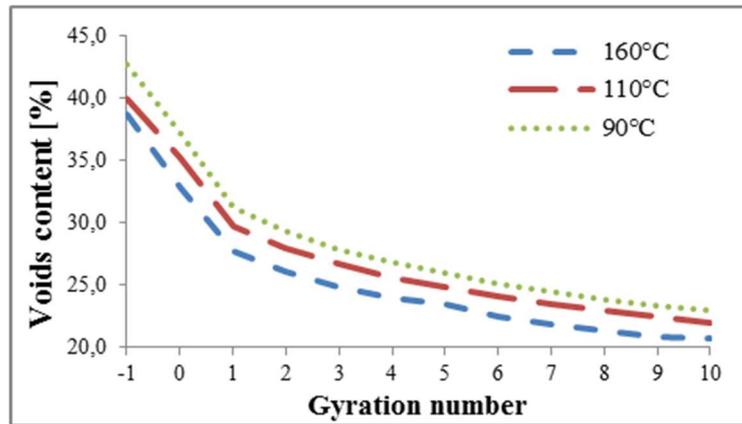
## **Tests Results**

### **Void content**

#### *Impact of the temperature*

GSC tests were carried out on mixture 1, with the new parameters chosen (vertical strength of 1.95 kN and rotation speed of 3 rpm), varying the temperature. The results obtained are illustrated in Figure 3.

The void content at gyration number -1 represents the void content of the mixture sample just poured into the mold, before putting the mold into the GSC and applying the preload. This void content has been measured manually. The void content at gyration number 0 represents the void content of the sample after applying the preload (15 N). This preload could not be changed on the GSC. From gyration number 1, the GSC test begins.



**Fig. 3** GSC tests on mixture 1, at 3 rpm and 1.95 kN, varying the temperature

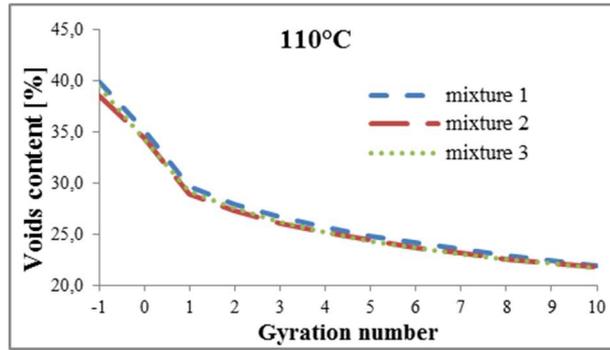
Figure 3 shows logical results: the void content is higher when the temperature is lower. But even if the gap between tests at 160°C and 110°C is higher than 1% (repeatability according NF EN 12 697-31 standard), it is lower than 2.5%. This gap is not enough to characterize the workability differences between mixture 1 at 160 and 110°C observed during the laboratory experiments.

The same conclusion may be drawn from the tests at 160°C and 90°C: the gap is lower than 4.5%; nevertheless, mixture 1 at 90°C has a much lower workability rate than at 160°C, as the Nynas device test will show.

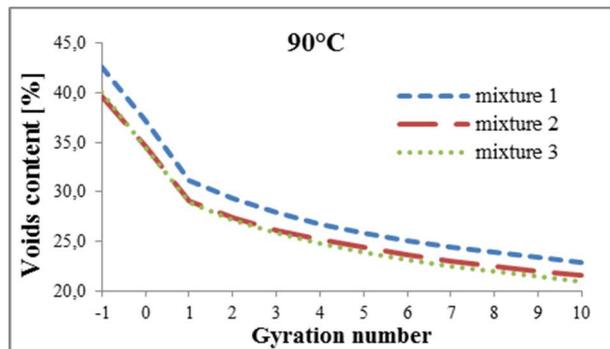
### ***Impact of the mixture***

The three different mixtures are tested at the three temperatures (160, 110 and 90°C). The results obtained at 110 and 90°C are shown in Figures 4 and 5.

The void content at gyration number -1 represents the void content of the mixture sample just put into the mold, before putting the mold into the GSC and applying the preload. This void content has been measured manually. The void content at gyration number 0 represents the void content of the sample after applying the preload (15 N). From gyration number 1, the GSC test has begun.



**Fig. 4** GSC tests on mixture 1, 2 and 3, at 3 rpm, 1.95 kN and 110°C



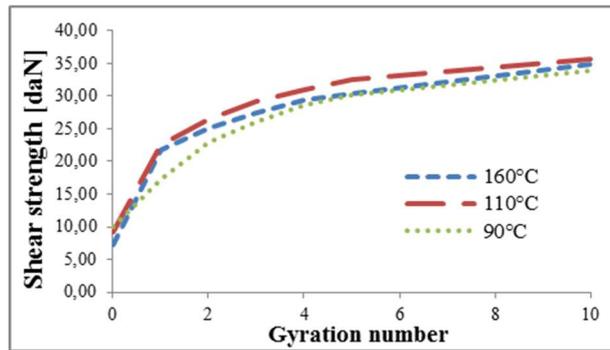
**Fig. 5** GSC tests on mixture 1, 2 and 3, at 3 rpm, 1.95 kN and 90°C

At 110°C, the evolution of the void content is nearly the same for the three mixtures, whereas mixture 1 (with 35/50) is largely less workable than mixtures 2 and 3 at 110°C.

The curves at 90°C show a certain gap between mixture 1 and mixtures 2 and 3, but this gap is less than 3%, and so, insufficient to characterize the workability differences observed during the laboratory experiments.

## Shear Strength

During every GSC test, the shear strength applied to the samples was measured and analyzed for the first 11 gyrations. The shear strength at gyration number 0 represents the shear strength on the sample, after applying the preload (15 N). From gyration number 1, the GSC test has begun. Figure 6 shows the results obtained for mixture 1 according to the testing temperatures.

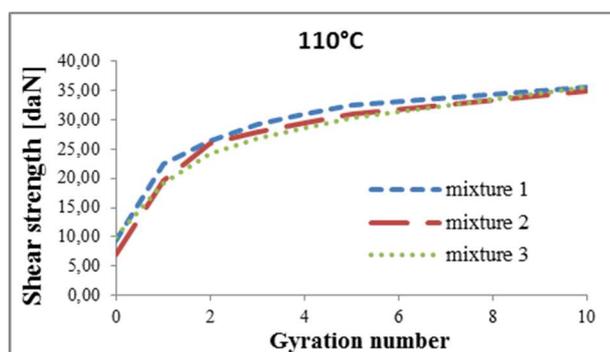


**Fig. 6** Shear strength evolution during GSC tests on mixture 1, at 3 rpm and 1.95 kN, varying the temperature

The shear strength curves shown on figure 6 do not allow a classification of the tested samples in terms of workability. Indeed, the shear strength applied on the specimen at 90°C is lower than the one applied at 110°C or 160°C, while mixture 1 is less workable at 90°C than at 110°C and 160°C.

If the shear strength measured was a workability criterion, it should be significantly lower at 160°C than at 110°C and 90°C, for mixture 1 (with 35/50 binder and without warm mix additive).

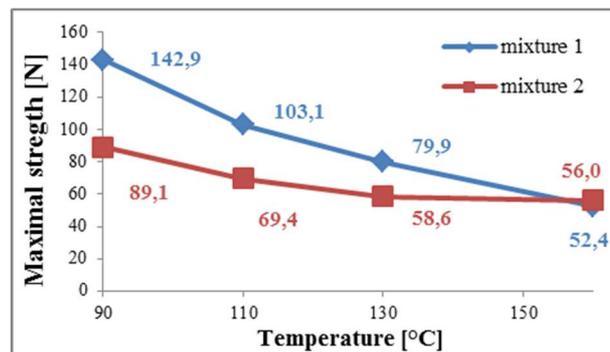
Figure 7 gives the evolution of shear strength for the three mixtures at 110°C. The results obtained at 110°C are almost the same for the three mixtures, while mixture 1 is less workable than mixtures 2 and 3 at 110°C.



**Fig. 7** Shear strength evolution during GSC tests on mixtures 1, 2 and 3, at 3 rpm, 1.95 kN and 110°C

## Nynas Workability

To compare the GSC test method with another workability testing method, some experiments were made with the Nynas workability device. The results obtained are analysed in Figure 8.



**Fig. 8** Maximal strength obtained with the Nynas workability device for mixtures 1 and 2

Figure 8 shows that the maximal strength measured by the Nynas device significantly increases for mixtures 1 and 2 when the temperature decreases. That confirms what is really observed (during laboratory tests and on road sites): the fact that mixtures 1 and 2's workability decreases when the temperature decreases.

It is also notable that mixture 2 keeps a higher workability rate than mixture 1. Indeed, the maximal strength of mixture 1 increases 173% between 160°C and 90°C, whereas mixture 2's increases 59%. These results could be explained by the difference of viscosity between the 35/50 and the 160/220 binders: there is a 30°C temperature difference for the same viscosity of 35/50 and 160/220. These results may be compared to the GSC tests results highlighting that the GSC is insensitive to workability lowering.

## Conclusions

The aim of this study was to change the standard parameters of the Gyrotory Shear Compactor test, well-known and practiced in every road laboratory, to use it as a WMA workability characterization device. The GSC vertical strength and rotation speed were lowered to the minima which could be set on the device, and an experimental study was carried out on the three mixtures with really different workabilities. In parallel, Nynas

workability device tests were practiced for the sake of comparison.

The results obtained with the GSC in terms of void content and shear strength highlighted the fact that this device, even set with minimal parameters, is insensitive to workability lowering. Indeed, the values of the void content and the shear strength were essentially the same while the temperature (160, 110 and 90°C) was lowered and the mixture (with 35/50, with 160/220, with warm mix additive) was changed.

On the contrary, the results of the Nynas workability device tests showed important workability differences according to temperature (160, 130, 110 and 90°C) and to mixture (with 35/50 and with 160/220). Indeed, the maximal strength applied by the Nynas device increased when the temperature decreased, and this maximal strength presented a higher increase for mixture 1 than for mixture 2.

To conclude, even set with minimal vertical strength and rotation speed, the GSC cannot be used as a workability measure device, whereas the Nynas device gives conclusive results. Indeed, the strength levels (some newton) measured by the Nynas device are much lower than those applied by the GSC (some kilonewton).

# Références bibliographiques

[Anderson et al., 1992] D.A. Anderson, H. Bahia, R. Dongre (1992). Rheological properties of mineral filler-asphalt mastics and its importance to pavement performance. *American Society for Testing Materials*, STP 1147.

[Bahia et al., 1998] H. Bahia, T. Friemel, P. Peterson, J. Russel, B. Poehnel (1998). Optimization of Constructibility and Resistance to Traffic: A New Design Approach for HMA Using the Superpave Compactor. *Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists*, 67: 189-232.

[Banerjee et Prozzi, 2012] A. Banerjee, A.D.J. Prozzi (2012). The effect of long-term aging on the rheology of warm mix asphalt binders. *Fuel*, 97: 603–611.

[Beduneau et al., 2009] E. Beduneau, V. Gaudefroy, F. Olard, C. De La Roche (2009). Enrobés chauds et semi-tièdes EBT : évaluation performancielle d'une grave-bitume. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 874: 67–75.

[Béghin et Peyronnet, 2014] A. Béghin, M. Peyronnet (2014). Entreprise Malet : le maniabilimètre au service des enrobés tièdes. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 922: 118-119.

[Bennert et al., 2010] T. Bennert, G. Reinke, W. Mogawer, K. Mooney (2010). Assessment of Workability/Compactability of Warm Mix Asphalt. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2180: 36-47.

[Bonaquist, 2011] R. Bonaquist (2011). Mix Design Practices for Warm Mix Asphalt. *Transportation Research Board*, NCHRP 691.

[Brion et al., 1999] Y. Brion, C. Le Roux, R. Linder, R. Moonen (1999). Mesure de l'évolution de la cohésion à l'émulsion au jeune âge par le maniabilimètre Nynas. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 769: 56-61.

[Bueche, 2011] N. Bueche (2011). *Evaluation des performances et des impacts des enrobés bitumineux tièdes*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.

[Bueche et Dumont, 2009] N. Bueche, A.G. Dumont, (2009). Projet initial - Enrobés bitumineux à faibles impacts énergétiques et écologiques. p. V. Office Fédéral des Routes (OFROU). Lausanne (Switzerland), EPFLAVOC:122.

[Chen et al., 2008] J. Chen, P. Kuo, P. Lin, C. Huang, K. Lin (2008). Experimental and theoretical characterization of the engineering behavior of bitumen mixed with mineral filler. *Materials and Structures*, 41: 1015-1024.

[Cupo-Pagano et al., 1997] M. Cupo-Pagano, A. D'Andrea, G. Cantisani (1997). The role of filler in bituminous mastics and concretes. *Mechanical Tests for Bituminous Materials*, Di Benedetto & Francken (eds), pp 485-492.

[Delorme et al., 2007] J.L. Delorme, C. La Roche, L. Wendling (2007). *Manuel LPC d'aide à la formulation des enrobés*, Groupe de travail RST « Formulation des enrobés », Paris, Laboratoire des Ponts et Chaussées.

[Di Benedetto et Corté, 2005a] H. Di Benedetto et J. Corté (2005a). *Matériaux routiers bitumineux 1 : constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges bitumineux, volume 1*. Hermès Lavoisier.

[Di Benedetto et Corté, 2005b] H. Di Benedetto et J. Corté (2005b). *Matériaux routiers bitumineux 2 : constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges bitumineux, volume 2*. Hermès Lavoisier.

[Di Felice et Kehlenbeck, 2000] R. Di Felice, R. Kehlenbeck (2000). Sedimentation velocity of solids in finite size vessels. *Chem. Eng. Technol.*, 23, pp 1123-1126.

[Dony et al., 2010] A. Dony, P. Maillard-Nunes, M. Klinevicius, R. Motta, L. Bernucci, C. Del Priore, Y. Brosseau, V. Gaudefroy (2010). Laboratory assessment of Warm Mixes Asphalt by means of two mix design methods. In the 16<sup>th</sup> World Meeting International Road Federation, Lisboa.

[Durand et al., 1997] A. Durand, O. Sutton, J. Morel, G. Muller (1997). Investigations on bitumen/polymer/filler interactions and rheological properties of mastics. *Mechanical Tests for Bituminous Materials, Proceeding of the 5<sup>th</sup> International RILEM Symposium*, Lyon, pp 173-178.

[Durand et al., 2010] M. Durand, A. Mouret, V. Molinier, T. Féron, and J. Aubry (2010). Bitumen fluxing properties of a new class of sustainable solvents: The isosorbide di-alkyl ethers. *Fuel*, 89: 2729–2734.

- [Eckmann et al., 2002] B. Eckmann, S. Le Bec, D. Lesueur, C. Le Roux, Y. Brion (2002). Caractérisation des enrobés à froid vis-à-vis de la mise en œuvre et de la montée en cohésion. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 802: 51-59.
- [GNET, 2015] Groupe National Enrobés Tièdes (2015). Abaissement de température des mélanges bitumineux : Etat de l'art et recommandation. IDRRIM.
- [Gonzalez-Leon et al., 2009] J.A. Gonzalez Leon, P. Caujolle, and G. Barreto (2009). Warm mix asphalts with chemical additives: Properties and advantages. *In Enviroad*.
- [Grampe et al., 2008] L. Grampe, J. A. Gonzalez Leon, and G. Barreto (2008). Enrobés tièdes par additivation chimique : Essais industriels et études en laboratoire. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 866: 44–50.
- [Gudimettla et al., 2004] J. Gudimettla, L. Cooley, E. Brown (2004). Workability of hot-mix-asphalt. *In Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 1891: 229-237.
- [Hanz et al., 2010] A. Hanz, A. Faheem, E. Mahmoud, H. Bahia (2010). Measuring Effects of Warm Mix Additives: Use a Newly Developed Binder Lubricity Test for the Dynamic Shear Rheometer. *In Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2180: 85-92.
- [Hanz et al., 2011] A. Hanz, E. Mahmoud, H. Bahia (2011). Asphalt Lubricity Test Evaluation and Relationship to Mixture Workability. In 90<sup>th</sup> Annual Meeting of the Transportation Research Board, Washington, D.C.
- [Hanz et Bahia, 2013] A. Hanz, H. Bahia (2013). Asphalt Binder Contribution to Mixture Workability and Application of Asphalt Lubricity Test to Estimate Compactability Temperatures for Warm-Mix Asphalt. *In Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2371: 87-95.
- [Hesami, 2014] E. Hesami (2014). *Characterization and Modelling of Asphalt Mastics and Their Effect on Workability*. PhD Thesis, KHT Royal Institute of Technology.
- [Hesami et al., 2013] E. Hesami, N. Bidewell, B. Birgisson, N. Kringos (2013). Evaluation of environmental susceptibility of bituminous mastic viscosity as a function of mineral and biomass filler. *In Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2371: 23-31.

- [Hesami et al., 2013] E. Hesami, B. Birgisson, N. Kringos (2013). Numerical and experimental evaluation of the influence of the filler-bitumen interface in mastic. *Materials and Structures*, 47: 1325-1337.
- [Hesami et al., 2014] E. Hesami, B. Birgisson, N. Kringos (2014). A new protocol for measuring bituminous mastic viscosity as a function of its filler concentration. *Road Materials and Pavement Design*, 15: 420-433.
- [Hesami et al., 2012] E. Hesami, D. Jelagin, N. Kringos, B. Birgisson (2012). An empirical framework for determining asphalt mastic viscosity as a function of mineral filler concentration. *Construction and Building Material*, 35: 23-29.
- [Hurley et Prowell, 2005a] G. Hurley and B. Prowell (2005a). Evaluation of sasobit for use in warm mix asphalt. *National center for asphalt technology report 05-06*, Auburn University, No. 277 Technology Parkway Auburn, Al 36830.
- [Hurley et Prowell, 2005b] G. Hurley and B. Prowell (2005b). Evaluation of aspha-min for use in warm mix asphalt. *National center for asphalt technology report 05-06*, Auburn University.
- [Hurley et Prowell, 2006] G. Hurley and B. Prowell (2006). Evaluation of evotherm for use in warm mix asphalt. *National center for asphalt technology report 06-02*, Auburn University.
- [Kanitpong et al., 2007] K. Kanitpong, S. Sonthong, K. Nam, W. Martono, H. Bahia. Laboratory Study on Warm Mix Asphalt Additives. *In the 86<sup>th</sup> Annual Meeting of the Transportation Research Board*, Washington D.C.
- [Lesueur, 2002] D. Lesueur (2002). La rhéologie des bitumes : Principes et modification. *Rhéologie*, 2: 1-30.
- [Lesueur, 2009] D. Lesueur (2009). The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. *Advances in Colloid and Interface Science*, 145: 42–82.
- [Massé, 2000] H. Massé. *Couplage thermomécanique lors de la solidification de matériaux polymères*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2000.
- [Mazé et al., 2009] M. Mazé, F. Delfosse, S. F. Dumont, E. Crews, and C. Giorgi (2009). Développement en Europe du procédé Tempera / Evotherm dat. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 874 :50–55.

- [Odie et al., 2011] L. Odie, F. Cunff, C. Naudat (2011). Mesure de la montée en cohésion d'un enrobé à l'émulsion de bitume, projet de méthode d'essai des lpc n°76.
- [Olard et Gaudefroy, 2011] F. Olard, V. Gaudefroy (2011). Laboratory assessment of mechanical performance and fume emissions of LEA Half-Warm Mix Asphalt versus traditional Hot Mix Asphalt. *In the 2<sup>nd</sup> International Conference on Warm Mix Asphalt*, St-Louis.
- [Oswald, 2005] P. Oswald (2005). *Rhéophysique : ou comment coule la matière*. Belin.
- [Ovarlez, 2011] G. Ovarlez (2011). *Introduction to the rheometry of complex suspensions*, in « *Understanding the Rheology of Concrete* », édité par N. Roussel, Woodhead Publishing, Cambridge.
- [Ovarlez, HDR, 2011] G. Ovarlez (2011). *Rhéologie des pâtes granulaires*. Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches, Université Paris Est.
- [Pellevoisin et al., 2010] P. Pellevoisin, J.M.Vieira, B. Chambon et F. Chaignon (2010). Tribologie Screg : dispositif pour qualifier les efforts humains lors de la mise en œuvre d'enrobés. *Revue Générale des Routes et de l'Aménagement*, 905: 67-69.
- [Pezas, 2014] N. Pezas (2014). *CG33 : des enrobés tièdes, une pratique courante*. Présentation à Symposium Les enrobés tièdes : l'actualité. Salon Interoute&Ville, Lyon Eurexpo.
- [Ramond et al., 1999] G. Ramond, F. Hadrzynski, C. Such (1999). Rheology of sand-bitumens, *In Eurobitume Workshop*, Luxembourg.
- [Romier et al., 2006] A. Romier, M. Audeon, J. David, Y. Martineau, and F. Olard (2006). Low-energy asphalt (LEA) with the performance of hot-mix asphalt. *In Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 1962: 101-112.
- [Shell, 1991] Shell (1991). *Bitumes, techniques et utilisations*. Shell Bitumes.
- [Shenoy et al., 2003] S. Shenoy, K. Stuart, W. Mogawer (2003). Do asphalt mixtures correlate better with mastics or binders in evaluating permanent deformation? *In Transportation Research Record*, 1829: 16-25.
- [Silva et al., 2002] H. Silva, J.C. Pais, P.A.A. Pereira (2002). Evaluation of mastic in bituminous mixtures. *In Fourth European Symposium on Performance of Bituminous and Hydraulic Materials in Pavements*, Nottingham, UK, pp. 121-128.

- [Silva et al., 2009] H. Silva, J. Oliveira, and E. Peralta (2009). Evaluation of the rheological behaviour of warm mix asphalt (wma) modified binders. *In 7<sup>th</sup> International RILEM symposium ATCBM09 on Advanced Testing and Characterization of bituminous materials*, pages 661–673, Rhodes, Greece.
- [Somé, 2012] S. C. Somé (2012). *Comportement thermomécanique des enrobés tièdes et de l'interface bitume-granulat*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes.
- [Storm et al., 1991] D.A. Storm, E.Y. Sheu, R.J. Barresi. Colloidal properties of asphaltenes in vacuum residue. *Proc. Chemistry of Bitumen*, 2: 813-841.
- [USIRF, 20003] USIRF (2003). *Les Enrobés bitumineux tome 1 et 2*. Revue Générale des Routes et de l'Aménagement.
- [Wortelboer et al., 1996] J.P. Wortelboer, H.J. Hoppen, G. Ramond, M. Pastor (1996). Rheological Properties of Bitumen/Filler Mixtures, *In the 1st European Eurobitume and Eurasphalt Congress*, Strasbourg.
- [Ziyani et al., 2016] L. Ziyani, V. Gaudefroy, V. Ferber, F. Hammoum (2016). A predictive and experimental method to assess bitumen emulsion wetting on mineral substrates. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 489: 322-335

# Résumé

Depuis les années 2000, les grandes entreprises routières axent leurs recherches sur l'abaissement des températures de fabrication et de mise en œuvre des enrobés bitumineux à chaud (de 30 à 50°C). Le développement de ces nouveaux enrobés, dits tièdes, a fait apparaître sur les chantiers des problématiques de maniabilité qui n'existaient pas dans le cas des enrobés à chaud, notamment lors des mises en œuvre manuelles. Ce sujet de thèse, inscrit dans cette thématique des enrobés bitumineux tièdes, vise à étudier leur comportement aux températures de mise en œuvre et à développer une démarche de caractérisation et d'évaluation de leur maniabilité. Pour cela, le travail expérimental a été réalisé à différentes échelles du matériau (liant, mastic et enrobé), sur des matériaux réels (aux liants bitumineux) et modèles (aux huiles de silicone), en s'articulant autour de deux axes principaux : les propriétés de viscosité des liants et des mastics d'une part, puis les propriétés de maniabilité des enrobés évaluées par un outil depuis peu normalisé, à savoir le maniabilimètre. Après un état de l'art sur les enrobés bitumineux, notamment tièdes, leur mise en œuvre et méthodes de caractérisation, et les propriétés rhéologiques des liants et des mastics bitumineux, une présentation des différents matériaux utilisés est faite. Les études rhéologiques menées sur liant et sur mastic sont présentées dans une première partie, depuis la mise en place des protocoles de mesure en plan-plan jusqu'à l'analyse des différents comportements, en fonction de paramètres choisis tels que la température, le taux de cisaillement, le taux de fines ou la présence d'additif tiède. Outre la vérification du caractère newtonien des bitumes et la validation des matériaux modèles, cette partie met en évidence le comportement non newtonien des mastics aux taux de fines testés, ainsi que la présence d'un phénomène de sédimentation dans les mastics, particulièrement à haute température, qui amène à s'interroger sur la pertinence de l'étude à l'échelle mastic par rapport à celle sur liant. En deuxième partie, l'analyse de la maniabilité à l'échelle de l'enrobé est menée à l'aide du maniabilimètre (NF P 98 258-1) ; l'intérêt de maîtriser la compacité de l'échantillon pour une bonne pertinence de l'essai est démontré. Une analyse de différents paramètres, tant géométriques que produits, initialement sur enrobés modèles puis réels, a permis de mettre en évidence la capacité et les limites de cet outil à caractériser la maniabilité, en corrélation avec les études rhéologiques sur liant et mastics.

# Summary

Since the 2000s, road industries have focused their researches on lowering the mixing and implementation temperatures of Hot Mix Asphalt (HMA) (from 30 to 50°C). These new asphalt concretes, called Warm Mix Asphalt (WMA), created a workability issue that did not exist in the case of HMA, especially during manual implementation. This thesis aims to study the behavior of these WMA at implementation temperatures and to develop a method to characterize and evaluate their workability. For that, the experimental work was done at several scales of the material (the binder, the mastic and the mixture), some made with bituminous binders and some with silicone oils. Two properties were studied: on the one hand the viscosity of binders and mastics, and on the other hand the workability of mixtures measured by the workability device, newly standardized. After a state of the art on asphalt concretes, in particular WMA, on their implementation and characterization techniques, on the rheological properties of bituminous binders and mastics, the different materials used are presented along with their characterizations. The rheological studies conducted on binder and mastic are exposed in a first part, from the setup of measure procedures to the analysis of different behaviors with respect to the chosen parameters such as temperature, shear rate, filler content. This part highlights not only the Newtonian nature of binders but also the non-Newtonian behavior of mastics and the sedimentation phenomenon they endured at high temperatures which leads to investigate the legitimacy of the study at the mastic scale. In a second part, the workability of the mixtures is measured with the workability device (NF P 98 258-1), showing the importance of controlling the void content of the sample to guaranty a relevant test. An analysis of several parameters highlighted the ability and the limits of this device to characterize workability, with regard to the rheological studies on binders and mastics.