



Doctoral Thesis

Activated Crack Healing of Bituminous Materials

Author(s):

Jeoffroy, Etienne

Publication Date:

2017

Permanent Link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-b-000216904> →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

DISS. ETH NO. 24422

ACTIVATED CRACK HEALING OF BITUMINOUS MATERIALS

A thesis submitted to attain the degree of
DOCTOR OF SCIENCES of ETH ZURICH
(Dr. sc. ETH Zurich)

presented by

ETIENNE JEOFFROY

Diplôme d'Ingénieur in Materials Science

born on 27.06.1989

citizen of France

accepted on the recommendation of

Prof. André R. Studart

Prof. Manfred N. Partl

Prof. Hassan Baaj

Prof. Hervé Di Benedetto

2017

Summary

Impact of bituminous roads maintenance on society is colossal, whether it comes from the generated costs or from the disturbance that any road user experiences daily. Over time, roads get damaged from repeated or extreme external stresses. Conventional solutions to repair the damages often involve surface sealing solutions or the full replacement of the road. New approaches that exploit the self-repair capacity of the road under specific temperature conditions, also called healing capacity, have shown promising results that could benefit society in many ways. Understanding the principles responsible for the healing mechanisms and finding ways to improve their efficiency is a key challenge to exploit this capacity. In the present work, we developed methods that can activate the reparation of cracks in bituminous roads, in particular microcracks. More precisely, this thesis focuses on the development of two ways that can potentially activate healing on-demand: by temperature increase and by binder solubilisation.

Crack healing originates from the flow of the binder, usually bitumen. Thus, understanding the flow behaviour of bitumen is crucial for applying techniques that could activate crack healing. Here, we systematically investigated the presence of a yield stress in virgin and aged bitumen as a function of temperature and composition. We also analysed the effect of bitumen ageing on the microstructure and the yield stress. We showed that yield stress is temperature and composition dependent and interactions at the microstructural level influence the healing capability of bitumen.

The first approach to activate crack healing proposes to embed iron-based particles in asphalt, which, upon exposure to an alternating magnetic field heat up and increase the temperature of asphalt. The temperature increase is expected to locally reduce the viscosity of bitumen allowing crack closure. To ensure a full control of the heating and the optimization of the particle properties with the available magnetic field conditions, we studied the effect of size and chemical composition of iron-based spheroid particles as additives to heat up road pavements. The heat generated within asphalt was found to be highly dependent on the spatial distribution, the electrical and the magnetic properties of the iron-based particles.

After extensive search for more efficient alternatives, it has been observed that magnetic iron oxide nanoparticles offer a powerful new alternative for closing microcracks in bituminous materials if one exploits their ability to generate heat in the presence of an alternating magnetic field (hyperthermia). Due to their size, typically below 100 nm, the nanoparticles enable a fast and uniform temperature increase when well dispersed in a matrix exposed to an alternating magnetic field. Furthermore, as opposed to electrically conductive additives, magnetic iron oxide nanoparticles are not susceptible to corrosion. Their behaviour when mixed in bitumen was investigated. Considering that the heating efficiency is related to the dispersion quality in bitumen, ways to obtain the best dispersion and avoid clustering of nanoparticles were first evaluated. The heat behaviour of bitumen samples containing different concentrations of nanoparticles with different conditions of magnetic fields was then analysed. By functionalizing the nanoparticles with a surfactant, we found an efficient way to incorporate well-distributed nanoparticles in bitumen. The high thermal response achieved through this hyperthermia effect enabled a fast decrease of the bitumen viscosity, allowing for effective closing of micro-cracks in bituminous materials.

The next part of this work presents a methodology for quantifying crack closure in asphalt containing iron oxide nanoparticles. We paid particular attention to all steps that may lead to crack closure: during unloading, during self-healing and during activated healing after exposing asphalt samples to an alternating magnetic field. We developed a double torsion test that enables the tracking of the formation and crack closure using Digital Image Correlation. Thus, we could analyse the influence of temperature on crack closure on a μm -scale. Mechanical tests in combination with image analysis revealed that the crack closure attributed to the natural recovery was at least two times lower than the crack closure attributed to the magnetically-activated healing. Furthermore, the crack closure originated from magnetically-activated healing was found to be highly temperature dependent.

Besides temperature-induced healing, encapsulation of bitumen-soluble chemicals represents the second major alternative for crack healing purposes. However one main disadvantage is to couple both features of being mechanically and thermally stable during the mixing and breaking in order to release their content in presence of a crack. Here, we present a new type of microcapsules based on a single step bulk emulsification that could be used for crack healing. The phase separation induced by the changes in composition within the dispersed phase enabled the formation of a double emulsion. By polymerizing the

monomers present in the droplets, we obtained bilayer microcapsules. The outer layer is a hard dense shell while the inner porous layer exhibits a more elastic behaviour. We can now control adhesion of the two layers to either have them non-bonded or bonded via monodisperse silica particles. This allows the capsule to benefit from the flexibility of the inner layer to hold the outer layer upon damage or increase its tolerance to impact. This new type of microcapsules is expected to provide the mechanical stability required during asphalt mixing.

Sommaire

L'impact de la maintenance des routes bitumineuses sur la société est colossal, que ce soient du coût généré ou du dérangement que tout usager de la route peut vivre au quotidien. Avec le temps, les routes peuvent s'endommager dues à des contraintes externes répétées ou extrêmes. Les solutions conventionnelles qui visent à réparer ces dégâts impliquent souvent des solutions de surface ou le remplacement complet de la route. De nouvelles approches qui exploitent la capacité d'autoréparation de la route sous des conditions spécifiques de températures, aussi appeler la capacité de guérison, ont montré des résultats prometteurs qui pourraient profiter à la société de bien des manières. Comprendre les principes responsables des mécanismes de guérison et trouver des façons d'améliorer leur efficacité est un défi majeur. Dans les travaux ici présents, des méthodes capables d'activer la réparation des dégâts dans les matériaux bitumineux, en particulier les microfissures, sont développées. Plus précisément, cette thèse se concentre sur le développement de deux façons capable de potentiellement activer la guérison sur-demande : par augmentation de température et par solubilisation du liant.

Comprendre le comportement d'écoulement du liant, généralement du bitume, est déterminant pour l'application de techniques qui pourraient activer la guérison des fissures. Ici, nous avons étudié de manière systématique la présence d'une contrainte d'écoulement dans des bitumes vierges ou âgés en fonction de la température et de la composition du matériau. Nous avons aussi analysé l'effet du vieillissement du bitume sur sa microstructure et sa contrainte d'écoulement. Nous avons montré que la contrainte d'écoulement est dépendante de la température et de la composition et que des interactions à l'échelle de la microstructure influence les capacités de guérison du liant.

La première approche pour activer la guérison de fissures dans les matériaux bitumineux propose d'incorporer des particules à base de fer dans l'asphalte, qui, sous l'exposition d'un champ magnétique alternatif, augmente la température de l'asphalte. L'augmentation de température est supposée réduire localement la viscosité du bitume permettant la guérison de fissures. Afin d'assurer le contrôle du chauffage et l'optimisation des propriétés des particules avec les conditions du champ magnétique disponible, l'effet de

de la taille et de la composition chimique de particules sphériques à base de fer en tant qu'additifs pour chauffer les routes a été étudié. La chaleur générée au sein de l'asphalte s'est révélée être hautement dépendant de la distribution spatiale, des propriétés électriques et magnétiques des particules à base de fer.

Suite à une recherche extensive d'alternatives plus efficaces, il a été observé, que des nanoparticules d'oxyde de fer magnétiques offraient une solution nouvelle et puissante pour fermer les micro-fissures dans les matériaux bitumineux en exploitant leur capacité à générer de la chaleur en présence d'un champ magnétique alternatif (hyperthermie). Due à leur taille typiquement inférieure à 100 nm, les nanoparticules permettent une augmentation de température rapide et uniforme lorsque celles-ci sont bien dispersées dans une matrice exposée à champ magnétique alternatif. En outre, contrairement aux additifs conducteurs d'électricité, les nanoparticules d'oxyde de fer ne sont pas susceptibles à la corrosion. Ici, leur comportement dans le bitume a été étudié. L'efficacité du chauffage étant reliée à la qualité de dispersion des nanoparticules dans le bitume, nous avons d'abord évalué les possibilités d'obtenir la meilleure dispersion et éviter l'agglomération des nanoparticules. Le comportement de chauffage d'échantillons de bitume contenant différentes concentrations de nanoparticules avec différentes conditions de champs magnétiques a d'abord été évalué. En fonctionnalisant les nanoparticules avec un tensioactif, nous avons trouvé une manière efficace d'incorporer les nanoparticules dans le bitume et avons obtenu des nanoparticules bien dispersées. La haute réponse thermique atteinte à travers cet effet d'hyperthermie a permis une réduction rapide de la viscosité du bitume, garantissant une fermeture efficace des micro-fissures dans les matériaux bitumineux.

La prochaine partie de ce travail présente une méthodologie pour quantifier la fermeture de fissures dans un asphalte contenant des nanoparticules d'oxyde de fer. Nous avons donné une attention particulière à toutes les étapes mécaniques qui puissent conduire à la fermeture de fissure : pendant le déchargement, pendant l'auto-guérison et pendant la guérison après avoir exposés des échantillons d'asphalte à un champ magnétique alternatif. Nous avons développé un test de double torsion qui permet le suivi de la fermeture de fissures grâce à la corrélation d'images numériques. Ainsi, nous pouvions analyser à une échelle encore jamais atteinte l'influence de la température sur la fermeture de fissures. Des tests mécaniques combinés à de l'analyse d'images ont révélé que la fermeture de fissures attribuée à la fermeture naturelle était au moins deux fois inférieure à la fermeture issue de la

procédure de chauffage activée par le champ magnétique. De plus, cette dernière étape s'est révélée être dépendante de la température.

Hormis la guérison induite par température, l'encapsulation de produits chimiques soluble dans le bitume représente la seconde grande alternative à des fins de guérison de fissures. Cependant un désavantage est d'associer les deux caractéristiques d'être stables mécaniquement et thermiquement pendant le mélange de l'asphalte et de se rompre afin de libérer leur contenu en présence d'une fissure. Ici, nous présentons un nouveau type de microcapsule basé sur une émulsification en une étape. La séparation de phase induite par les changements de compositions au sein de la phase dispersée ont permis la formation d'une émulsion double. En polymérisant les monomères présents dans les gouttes, nous avons obtenu des microcapsules bicouches. La couche externe est une coque dense et dure alors que la coque poreuse interne montre un comportement plus élastique. Nous pouvons maintenant contrôler l'adhésion de ces deux couches, soit en les ayant non liées ou en les liant par l'intermédiaire de particules de silice monodisperses afin de profiter de la flexibilités de la couche interne qui puisse maintenir la couche externe lors de dégâts ou qui puisse augmenter leur tolérance à l'impact. Ce nouveau type de microcapsules est censé être capable de fournir la stabilité mécanique requise pendant le mélange de l'asphalte.