Évaluation de l'effet d'ajout du régénérant sur le bitume vieilli et sur les enrobés recyclés à froid

par

Fahd BEN SALEM

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE
AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE DE LA CONSTRUCTION
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 2 MARS 2017

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

©Tous droits réservés, Fahd Ben Salem, 2017

©Tous droits réservés

Cette licence signifie qu'il est interdit de reproduire, d'enregistrer ou de diffuser en tout ou en partie, le présent document. Le lecteur qui désire imprimer ou conserver sur un autre media une partie importante de ce document, doit obligatoirement en demander l'autorisation à l'auteur.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Alan Carter, directeur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Daniel Perraton, codirecteur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

Mme Rola Assi, président du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Luc Pellecuer, membre du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 17 FEVRIER 2017

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

ÉVALUATION DE L'EFFET D'AJOUT DU RÉGÉNÉRANT SUR LE BITUME VIEILLI ET SUR LES ENROBÉS RECYCÉS À FROID

Fahd BEN SALEM

RÉSUMÉ

Le vieillissement du bitume présente l'un des plus grands problèmes dans le recyclage des enrobés bitumineux. Il conduit à un changement dans la structure chimique du bitume et une augmentation de sa viscosité et de sa rigidité. L'utilisation de régénérant est l'un des solutions proposées afin de réactiver le bitume vieilli existant dans les granulats recyclés, de retrouver ses propriétés initiales et permettre en conséquence d'augmenter le pourcentage de recyclé dans la réhabilitation des chaussées.

Ce projet consiste à évaluer l'effet de l'ajout d'un régénérant sur les propriétés rhéologiques du bitume vieilli d'une part et sur les propriétés mécaniques des enrobés bitumineux recyclés à froid d'autre part. Pour ce faire, trois mélanges du bitume vieilli extrait d'un granulat bitumineux recyclé (GBR), bitume vieilli avec l'ajout du 10 % du régénérant (*Slop Wax*) et du bitume extrait d'un mélange de MR-5 avec émulsion régénéré après quinze jours de cure ont été testés. Des essais de BBR et DSR ont été effectués sur les trois mélanges pour déterminer leurs températures hautes (Te) et basses (Tb). Des essais de spectrométrie FTIR utilisés pour voir l'influence du régénérant sur la structure chimique ont également été réalisés. Ensuite, des essais de modules complexes et d'orniérage ont été menés sur des enrobés recyclés à froid de type MR-5 avec et sans régénérant.

Les résultats montrent que l'ajout du 10 % d'un régénérant dans le bitume vieilli permet de diminuer la température haute et la température basse du bitume, l'analyse des résultats de spectrométrie FTIR montre qu'après l'ajout du régénérant l'intensité des pics d'oxydation C=O et S=O est diminué. L'ajout d'un régénérant conduit à une diminution du module complexe E* de l'enrobé recyclé à froid ainsi que sa résistance à l'orniérage. Cela peut être expliqué par la diminution de la viscosité du bitume vieilli et une correction partielle du rapport maltène-asphaltène.

Il est important ensuite d'évaluer l'influence de la période de cure sur l'interaction entre le bitume vieilli, le bitume d'ajout et le régénérant et d'essayer éventuellement d'autres types de régénérant et d'autres pourcentages.

Mots clés : Vieillissement, MR-5, régénérant, enrobé recyclé à froid, bitume vieilli.

EVALUATION OF THE ADDING EFFECT OF THE REGENERANT ON OLD BITUMEN AND ON COOLING RECYCLED

FAHD BEN SALEM

ABSTRACT

The aging of bitumen presents one of the biggest problems in the recycling of bituminous mixtures. It leads to the change in the chemical structure of the bitumen, an increase in its viscosity and rigidity. The use of rejuvenators is one of the solutions proposed to reactivate the existing aged bitumen in recycled aggregates, mainly to retrieve its initial properties and consequently increase the percentage of recycled pavement rehabilitation.

The present research consists of evaluating the effect of the addition of a rejuvenator, primarily on the rheological properties of the aged bitumen and secondly on the mechanical properties of the cold asphalt mixtures. To do this, three blends of the aged bitumen extracted from a GBR, aged bitumen with the addition of the 10% of the rejuvenator (Slop Wax) and the bitumen extracted from a mixture of MR-5 with regenerated emulsion after fifteen days of the cure have been tested. BBR and DSR tests were carried out on the three mixtures to determine their high (Te) and low (Tb) temperatures. FTIR spectrometry tests used to see the influence of the rejuvenator on the chemical structure were also carried out. Then, tests of complex modules and rutting were carried out on MR-5 cold-recycled mixtures with and without the addition of the rejuvenator.

The results show that the addition of the 10% of a rejuvenator to the aged bitumen makes it possible to decrease the high temperature and the low temperature of the bitumen, analysis of the results of FTIR spectrometry shows that after the addition of the rejuvenator, Intensity of the oxidation spikes C = O and S = O is decreased. The addition of a rejuvenator leads to a reduction in the complex modulus E* of the cold-recycled asphalt as well as its resistance to rutting. This can be explained by the reduction in the viscosity of the aged bitumen and a partial correction of the maltene - asphaltene ratio.

It is then important to evaluate the influence of the curing period on the interaction between the aged bitumen, the addition bitumen and the regenerating bitumen and possibly to try other types of rejuvenator and other percentages.

Keywords: Aging, MR-5, Rejuvenator, Cold recycled asphalt mixtures, Aged bitumen.

TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE 3
1.1 Les enrobés bitumineux 3
1.1.1 Introduction..... 3
1.1.2 Différent constituants d'un enrobé bitumineux 4
1.1.2.1 Liants hydrocarbonés 4
1.1.2.2 Granulats 4
1.1.3 Propriétés des enrobés bitumineux 5
1.1.3.1 Résistance à l'orniérage..... 5
1.1.3.2 Module Complexe..... 6
1.2 Les matériaux recyclés.....8
1.2.1 Introduction..... 8
1.2.2 Classification des matériaux recyclés (MR) 8
1.2.3 Les enrobés recyclés 10
1.2.3.1 Les techniques de recyclage à froid 11
1.2.3.2 Avantages et désavantages de recyclage à froid 13
1.3 Le bitume 14
1.3.1 Introduction..... 14
1.3.2 Différentes sources de bitume..... 15
1.3.3 Composition de bitume 15
1.3.3.1 Les asphaltènes 17
1.3.3.2 Les maltènes..... 17
1.3.4 Structure colloïdale du bitume 18
1.3.4.1 Structure gel 19
1.3.4.2 Structure sol 19
1.3.4.3 Structure intermédiaire sol-gel..... 20
1.3.5 Caractéristiques de bitume 20
1.3.6 Essais de caractérisation de bitume..... 21
1.3.6.1 Pénétrabilité (AASHTO T49) 21
1.3.6.2 Point de ramollissement bille et anneau (ASTM D 36-95)..... 22
1.3.6.3 Ductilité du bitume (ASTM D 113)..... 22
1.3.6.4 Viscosité absolue (ASTM D 2171)..... 23
1.3.6.5 Viscosimètre Brookfield (AASHTO TP48)..... 23
1.3.6.6 Essais de caractérisation chimique des bitumes..... 24
1.3.7 Notion de PG (*Performance Grade*)..... 25
1.3.8 Domaine d'utilisation des bitumes..... 25
1.3.9 Émulsion de bitume 25
1.3.9.1 Émulsifiant: les tensioactifs 26
1.3.9.2 Différents tensioactifs types d'émulsion..... 27
1.3.10 Interaction entre le bitume et les granulats 28

1.4 Vieillissement des bitumes 29
1.4.1 Introduction 29
1.4.2 Volatilisation 30
1.4.3 Oxydation 30
1.4.3.1 Définition 30
1.4.3.2 Mécanisme du vieillissement oxydatif 31
1.4.4 Influence des rayons UV sur le vieillissement de l'enrobé 33
1.4.5 Durcissement stérique 34
1.5 Le Régénérant 34
1.5.1 Effets de l'ajout du régénérant 35
1.5.2 Quelques types de régénérant 36
1.5.2.1 Huile végétale usée (*Waste Vegetable Oil, WV Oil*) 36
1.5.2.2 Graisse végétale usée (*Waste Vegetable Grease, WV Grease*) .. 36
1.5.2.3 Huile organique (*Organic oil*) 36
1.5.2.4 Tallol distillé (*Distilled tall oil*) 37
1.5.2.5 Extrait aromatique (*Aromatic Extract*) 37
1.5.2.6 Huile à moteur usée (*Waste Engine Oil, WEO*) 37
1.5.2.7 *Slop wax* 37
1.5.3 Dosage optimal 38
1.5.4 Interaction entre le nouveau bitume et le vieux bitume régénéré 38

CHAPITRE 2 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL 41
2.1 Objectifs du projet 41
2.2 Matériaux utilisés 42
2.2.1 Granulats 42
2.2.1.1 Granulats GBR 43
2.2.1.2 Le MG-20 47
2.2.2 Émulsion 48
2.2.3 La chaux 48
2.2.4 Le Régénérant 49
2.3 Procédures expérimentales 49
2.3.1 Formulation des enrobés bitumineux recyclés à froid 49
2.3.1.1 Détermination du pourcentage d'eau du malaxage (prémix) 52
2.3.1.2 Évaluation du pourcentage d'eau optimal au compactage 54
2.3.1.3 Évaluation de la teneur optimale du bitume résiduel 58
2.3.1.4 Conclusion-Formulation 65
2.3.2 Effets de l'ajout du régénérant sur le bitume du GBR 66
2.3.2.1 Extraction du bitume 66
2.3.2.2 Récupération du bitume 68
2.3.2.3 Procédure d'ajout du régénérant dans le bitume vieilli 68
2.3.2.4 Essai BBR (*Bending Beam Rheometer*) (AASHTO TP1) 69
2.3.2.5 Essai DSR (*Dynamic Shear Rheometer*) (AASHTO TP5) 70
2.3.2.6 Spectrométrie FTIR (*Fourier Transformed Infra-Red spectroscopy*) 72
2.3.3 Effets de l'ajout du régénérant sur l'enrobé recyclé à froid 73

2.3.3.1 Procédure de l'ajout du régénérant dans les enrobés recyclés à froid 73
2.3.3.2 Module complexe 73
2.3.3.3 Orniérage 75
2.3.3.4 Synthèse des essais 77

CHAPITRE 3 PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS 77
3.1 Évaluation de l'effet du régénérant sur le bitume vieilli 77
3.1.1 Influence du régénérant sur les propriétés rhéologiques du bitume vieilli 77
3.1.1.1 Effet sur la température basse du bitume: BBR 77
3.1.1.2 Effet sur la température haute du bitume: DSR 81
3.1.1.3 Effet sur la susceptibilité thermique du bitume 83
3.1.2 Influence du régénérant sur la structure chimique du bitume vieilli 84
3.2 Influence du régénérant sur les propriétés mécaniques des enrobés recyclés 85
3.2.1 Effet du régénérant sur le module complexe de l'enrobé recyclé (E*) 86
3.2.2 Effet du régénérant sur la résistance à l'orniérage 92

CONCLUSION 95

RECOMMANDATIONS 97

ANNEXE I FICHE TECHNIQUE DU GB-20 99

ANNEXE II FICHE TECHNIQUE DE L'ÉMULSION 100

ANNEXE III FICHE TECHNIQUE DE LA CHAUX 101

ANNEXE IV MASSE DE L'ÉCHANTILLON POUR LA DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN BITUME PAR IGNITION 103

ANNEXE V RAPPORT DE LA MASSE VOLUMIQUE DE L'EAU À T °C SUR CELLE À 25°C 105

ANNEXE VI RÉSULTATS D'ESSAI DE STABILITÉ MARSHALL 106

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 107

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 1.1 Exigences particulières pour les matériaux recyclés selon la norme NQ 2560-600 10

Tableau 1.2 Pourcentages des différents constituants du bitume selon sa structure chimique....20

Tableau 2.1 Pourcentage de bitume dans le GBR 45

Tableau 2.2 Analyse granulométrique du GBR avant et après ignition 46

Tableau 2.3 Analyse granulométrique du MR-5 51

Tableau 2.4 Résultats de l'évaluation du pourcentage d'eau prémix....53

Tableau 2.5 Densité brute en fonction de la teneur en bitume résiduel....60

Tableau 2.6 La teneur en eau en fonction de la teneur en bitume résiduel....60

Tableau 2.7 Les valeurs de la densité maximale en fonction du pourcentage de bitume résiduel....62

Tableau 2.8 Caractéristiques de l'enrobé selon la teneur en bitume résiduel 65

Tableau 2.9 Synthèse de formulation 66

Tableau 2.10 Diamètre du moule en fonction du type de vieillissement....71

Tableau 2.11 Plan d'essai sur le bitume 79

Tableau 2.12 Plan d'essai sur les enrobés 80

Tableau 3.1 Valeurs de S60 et m60 du bitume du GBR....78

Tableau 3.2 Valeurs de S_{60} et m_{60} du bitume du GBR après l'ajout d'un régénérant....78

Tableau 3.3 Valeurs de S_{60} et m_{60} du bitume extrait du mélange de MR-5 avec ajout du régénérant confectionné en laboratoire....78

Tableau 3.4 Valeurs finales des températures basses 79

Tableau 3.5 Résultats des essais de DSR sur le bitume du GBR....81

Tableau 3.6 Résultats des essais de DSR sur le bitume du GBR avec 10 % du régénérant81

Tableau 3.7 Résultats des essais de DSR sur le bitume extrait du MR-5 régénéré 81

Tableau 3.8 Écarts de température entre la valeur haute et basse du PG 83

Tableau 3.9 Les paramètres de calibration du 2S2P1D (T_{ref} = 5°C) 89

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Classification des matériaux recyclés 9

Figure 1.2 Enrobés recyclé à froid 12

Figure 1.3 Le procédé de recyclage des enrobés à froid 12

Figure 1.4 Composition du bitume.....17

Figure 1.5 Structure « SOL » et structure « GEL » du bitume.....19

Figure 1.6 Pénétromètre 21

Figure 1.7 Essai de point de ramollissement bille et anneau.....22

Figure 1.8 Essai de ductilité du bitume 23

Figure 1.9 Viscosimètre Brookfield 24

Figure 1.10 Structure du tensioactif 27

Figure 1.11 Les trois phénomènes d'oxydation du bitume 32

Figure 1.12 A) Fragmentation, B) Addition des molécules d'oxygène, ...33

Figure 1.13 Dose minimale et maximale des plusieurs régénérant en fonction des températures haute et basse.....38

Figure 1.14 La structure du mélange d'enrobé avec 100% de recyclé après l'ajout du régénérant.....40

Figure 2.1 Plan d'essai 42

Figure 2.2 Photos du MR-5 et ses constituants 43

Figure 2.3 Granulats bitumineux recyclés (GBR).....43

Figure 2.4 Four ignition.....44

Figure 2.5 Courbes granulométriques du GBR avant et après four ignition.....47

Figure 2.6 MG-20 Bomix.....47

Figure 2.7 Émulsion du bitume CSS-1 de Mc Asphalt 48

Figure 2.8 La chaux 49

Figure 2.9 Courbe granulométrique du MR-5 51

Figure 2.10 Différentes combinaisons pour déterminer le % d'eau prémix 52

Figure 2.11 Mélanges d'enrobé recyclés à froid traités à l'aide d'une émulsion avec différents pourcentages d'eau du malaxage (eau de prémix) 53

Figure 2.12 Différentes combinaisons pour déterminer le % d'eau au compactage 54

Figure 2.13 Marteau Marshall 55

Figure 2.14 Éprouvettes Marshall avant démoulage 56

Figure 2.15 Éprouvettes après la cure 56

Figure 2.16 Pourcentage optimale d'eau au compactage 58

Figure 2.17 Différentes combinaisons pour déterminer la teneur en bitume résiduel 59

Figure 2.18 Densité brute sèche en fonction de la teneur en bitume résiduel 61

Figure 2.19 Pourcentage des vides maximaux en fonction de la teneur en bitume résiduel 63

Figure 2.20 Essai de stabilité Marshall 63

Figure 2.21 Stabilité sèche et humide en fonction de la teneur en bitume résiduel 64

Figure 2.22 Pourcentages de perte de stabilité en fonction de la teneur en bitume résiduel 64

Figure 2.23 Le trichloréthylène 67

Figure 2.24 Centrifugeuse 67

Figure 2.25 Évaporateur rotative 68

Figure 2.26 Essai BBR 69

Figure 2.27 Poutre BBR 70

Figure 2.28 Appareil DSR 71

Figure 2.29 Différentes moules pour le DSR 72

Figure 2.30 Spectromètre de Perkin Elmer 72

Figure 2.31 Compacteur PCG du LCMB 74

Figure 2.32 Compacteur LCPC du LCMB 76

Figure 2.33 Gabarit pour les prises de mesures de la profondeur d'ornières 77

Figure 3.1 Valeurs de T_b pour les différents mélanges 80

Figure 3.2 Valeurs de T_e pour les différents mélanges 82

Figure 3.3 Comparaisons entre l'analyse spectrale de trois mélanges du bitume 84

Figure 3.4 Courbe des isothermes de l'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume 87

Figure 3.5 Courbe des isothermes de l'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume et incorporant un régénérant 87

Figure 3.6 Courbe maîtresse de la norme du module complexe d'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume et celui incorporant un régénérant (T_{ref}=5 °C) 88

Figure 3.7 Courbe maîtresse de φ_E des deux enrobés recyclés traités à froid à l'aide d'une émulsion de bitume avec et sans ajout d'un régénérant (T_{ref} = 5 °C) 89

Figure 3.8 Module complexe dans le plan Cole & Cole pour l'enrobé recyclé à froid avec et sans régénérant 90

Figure 3.9 Valeurs de l'angle de phase pour l'enrobé recyclé à froid avec et sans régénérant 91

Figure 3.10 Variations du pourcentage de la profondeur d'ornière en fonction du nombre des cycles l'enrobé recyclé à froid avec et sans régénérant à 40 °C 93

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AB	Agrégats de béton
AE	Agrégats d'enrobés
BBR	Rhéomètre à flexion du barreau
DSR	Rhéomètre à cisaillement dynamique
GBR	Granulats bitumineux recyclés
GES	Gaz à effet de serre
LCMB	Laboratoire des chaussées et des matériaux bitumineux
MG	Matériaux granulaires
MR	Matériaux recyclés
MTMDET	Ministère des Transports, de la Mobilité durable et de l'Électrification
PCG	Presse à cisaillement giratoire
PETT	Principe d'équivalence temps-température
RAP	*Reclaimed Asphalt Pavement*
SARA	Saturés, Aromatiques, Résines, Asphaltènes
UV	Ultraviolet

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

SYMBOLES

At	Coefficient de translation servant à l'élaboration des courbes maîtresses
E0	Module vitreux (*glassy modulus*), lorsque la pulsation tend vers l'infini
E_∞	Module statique (*static modulus*), lorsque la pulsation tend vers zéro
E1	Partie réelle (ou composante réversible élastique) du module complexe appelée module d'élasticité dynamique ou module de conservation
E2	Partie imaginaire (ou composante irréversible) du module complexe appelée module de perte
E*	Module complexe de l'enrobé
|E*|	Norme du module complexe (module dynamique ou module de rigidité)
G*	Module de rigidité du bitume
m_i	Masse initiale
m_f	Masse finale
m_{60}	La pente après 60 min de conditionnement
S_{60}	Module de rigidité après 60 min de conditionnement
T_b	Température basse
T_e	Température haute
TR	Température de référence
2S2P1D	Modèle rhéologique composé de deux ressorts (2 Springs), deux éléments paraboliques (2 Parabolics) et un amortisseur linéaire (1 Dashpot)
φ	Phi, angle de déphasage (ou angle de phase)
τ	Tau, temps caractéristique (ou de relaxation), dont la valeur varie avec la température, est relatif à la viscosité du matériau (s)
ω	Oméga, pulsation ($= 2 \cdot \pi \cdot Fr$)

UNITÉS DE BASE

Longueur

km	kilomètre
m	mètre
cm	centimètre
mm	millimètre
µm	micromètre

Aire

m2	mètre carré

Volume

m3	mètre cube
m3	centimètre cube
mm3	millimètre cube

UNITÉS DE MASSE

Masse

kg	kilogramme
g	gramme

Masse volumique

g/cm3	gramme par centimètre cube

UNITÉS CALORIFIQUES

Température

°C	degré Celsius
K	Kelvin
°F	degré fahrenheit

UNITÉS MÉCANIQUES

Angle plan

°	degré

UNITÉS DE MESURE DE L'ACIDITÉ

Activité chimique

pH	potentiel hydrogène

UNITÉS DE TEMPS

Temps

h	heure
mn	minute
s	seconde
d	jour
sem	semaine

Contrainte, pression

MPa	mégapascal
kPa	kilopascal
Pa	pascal

Fréquence

Hz	hertz

Force

kN	kilonewton
N	Newton

INTRODUCTION

Les réseaux routiers sont l'un des plus importants éléments dans le développement économique des pays. Ils permettent de rendre plus facile le transport des personnes et des marchandises d'un endroit à un autre et de lier les différentes provinces, villes et villages avec les routes et les autoroutes. Le réseau routier québécois comprend environ 185 000 km de routes (Quebec, 2016).

Après leur construction, ces routes doivent être entretenues pour garder leurs performances et un certain confort. Mais avec l'augmentation de l'ampleur du réseau routier, les dépenses excessives pour leur entretien et la grande consommation des matières premières comme les granulats et le bitume pour leur construction, le recyclage des enrobés devient indispensable. Le recyclage a commencé au Québec dès les années soixante-dix avec des procédures à chaud et continue à évoluer avec le temps. Aujourd'hui, il y a des méthodes de recyclage à froid en place avec mousse ou émulsion du bitume permettant de minimiser la consommation des matières premières ainsi que de l'énergie. Au niveau écologique, ce procédé permet de diminuer le dégagement de gaz à effet de serre.

Plusieurs recherches visent à améliorer les performances des enrobes recyclés et augmenter le pourcentage du recyclé (Gandi et al., 2016; Hugener, Partl et Morant, 2014; Martins, B. et Robert, 2014; Ongel et Hugener, 2015). Le problème principal du matériau recyclé est le vieillissement du bitume durant le cycle de vie de la chaussée sous l'effet des conditions climatiques, des cycles de gel-dégel et du trafic. Le bitume vieilli perd avec le temps ses propriétés: au niveau physique, le bitume devient plus rigide avec une augmentation de sa viscosité (Merbouh, 2010; Vargas et al., 2008). Ensuite, le vieillissement cause un changement au niveau de la structure chimique du bitume (Kai-Fu et al., 2001; Sebben Parahnos, 2007), produit principalement par trois phénomènes: la volatilisation des fractions légères (Airey, 2003), l'oxydation induite par l'oxygène de l'air (Das et al., 2014) et le durcissement stérique (Masson, Collins et Polomark, 2005). Pour réactiver le vieux bitume des granulats bitumineux recyclés (GBR) et remplacer les fractions volatiles perdues, plusieurs types de régénérant sont utilisés (Martins, B. et Robert, 2014; Zaumanis, Mallick et

Frank, 2014; Zaumanis et al., 2014). Ces additifs servent à diminuer la viscosité du bitume du GBR (Boyer, 2000; Ongel et Hugener, 2015) et à corriger sa structure chimique en réglant le ratio Asphaltène/maltène (Chen et al., 2014). L'utilisation d'un régénérant permet d'améliorer en effet les propriétés rhéologiques et physiques de bitume vieilli (Chen et al., 2014).

L'utilisation d'un régénérant est concentrée dans les enrobés bitumineux recyclés à chaud. Le but de notre projet est d'évaluer l'effet de leur utilisation sur les enrobés recyclés à froid. Leur capacité à améliorer les propriétés du bitume vieilli et par la suite les performances mécaniques des enrobés recyclés à froid est donc évalué dans ce projet.

Pour cela, ce projet comporte deux grandes parties. La première partie évalue l'effet de l'ajout du régénérant sur le bitume vieilli extrait du GBR. Le deuxième volet s'intéresse à l'étude du comportement mécanique d'un enrobé recyclé à froid après l'ajout d'un régénérant.

Ce mémoire comporte trois chapitres :

- le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les enrobés recyclés à froid. Une partie importante de ce chapitre porte sur le phénomène de vieillissement du bitume, ses causes et ses influences sur leurs propriétés rhéologiques et chimiques. Il est également question des effets de l'ajout du régénérant sur le bitume vieilli et les enrobés recyclés à chaud;
- le deuxième chapitre décrit la démarche expérimentale effectuée durant ce projet, et les matériaux utilisés, afin d'évaluer l'effet de l'ajout d'un régénérant sur les propriétés rhéologiques d'un bitume vieilli ainsi que d'un enrobé recyclé à froid;
- le chapitre 3 présente une discussion et l'interprétation des résultats trouvés.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre contient une revue bibliographique sur les enrobés bitumineux et le recyclage à froid. La composition du bitume ainsi que l'émulsion du bitume y est également traitée. Ensuite, on traite du problème de vieillissement et de ses effets sur le bitume, et enfin, des projets qui traitent des effets de l'ajout d'un régénérant sur le bitume vieilli et les enrobés recyclés sont présentés.

1.1 Les enrobés bitumineux

1.1.1 Introduction

Un enrobé bitumineux est un matériau complexe évolutif avec le temps en fonction des conditions climatiques ainsi que des sollicitations que subit la chaussée. Les propriétés des enrobés varient en fonction de la formulation: la teneur en bitume, les caractéristiques des granulats utilisés et la procédure de fabrication.

Les granulats ont un caractère élastique, mais le comportement du bitume est viscoélastique et variable en fonction du temps (Carter, 2002). Le comportement du bitume dicte celui de l'enrobé. Avec une bonne formulation, l'enrobé bitumineux doit avoir :

- une quantité du bitume suffisante pour garantir une bonne résistance à la fatigue et à la fissuration, donc le maintien de la durabilité de l'enrobé. La quantité de bitume doit permettre d'entourer les granulats par un film suffisamment épais afin de minimiser l'impact de l'oxydation du bitume durant la phase de fabrication et de la mise en place;
- une rigidité suffisante pour donner au mélange une bonne résistance à l'orniérage à haute température;
- une bonne granularité afin d'éviter une surface lisse dans la couche de roulement et donc le maintien de la sécurité des usagers. Ensuite, il faut avoir un bon contact granulat-granulat qui permet d'augmenter la résistance aux déformations permanentes de la chaussée.

1.1.2 Différent constituants d'un enrobé bitumineux

Un enrobé bitumineux est un matériau composé de granulats et d'un liant bitumineux. Globalement, le squelette granulaire constitue 95 % du mélange (%-massique), tandis que le bitume représente 5 % du mélange (Nguyen, 2009) avec parfois de faibles quantités d'additifs (ciment, chaux, caoutchouc...).

1.1.2.1 Liants hydrocarbonés

Le bitume est un matériau très visqueux, ou solide à température ambiante, caractérisé par sa couleur noire. Il a une structure complexe composée principalement par des molécules d'hydrocarbures ou de dérivés d'hydrocarbures (Diakité, 2014). Le bitume a la fonction d'une colle dans l'enrobé bitumineux et vise à maintenir les granulats entre eux. Une présentation plus détaillée sur les propriétés du bitume et sa compostions chimique est présentée dans la partie 1.3.

1.1.2.2 Granulats

Les granulats utilisés dans la construction routière proviennent généralement de gisements sédimentaires. Ils sont extraits sous forme des grandes roches, qui sont ensuite concassés à différentes tailles (Tarefder et al., 2011). Il y a aussi des granulats artificiels provenant de la démolition des ouvrages : les matériaux recyclés, MR (Diakité, 2014). Le rôle joué par les couches granulaires d'une structure de chaussée est de distribuer les charges vers les couches inférieures (Lelièvre, 1994). Les granulats doivent avoir une bonne résistance aux efforts statiques et dynamiques pour maintenir la structure de la chaussée sous l'effet du trafic. Les granulats doivent aussi résister à la fragmentation, laquelle est mesurée par le coefficient de "Los Angeles". L'essai de Micro Deval quant à lui permet d'évaluer la résistance des granulats à l'attrition et à l'usure. Ensuite, la résistance au polissage est utilisée pour chiffrer leur résistance au polissage. Il est important de prendre en considération la compatibilité chimique entre bitume et granulats afin d'avoir une forte adhésivité entre les deux (Nguyen, 2006).

1.1.3 Propriétés des enrobés bitumineux

Le comportement de l'enrobé est influencé par plusieurs facteurs. Les propriétés de ces composants ont la plus grande influence : la qualité des granulats et leur angularité, ainsi que les propriétés rhéologiques et mécaniques du bitume utilisé. La courbe granulométrique décrit la composition du squelette granulaire, les pourcentages des différents diamètres existant et la quantité des fines dans le mélange. Ensuite, les procédures de fabrication, de compactage, et de mise en place de l'enrobé agissent sur ses performances. Il est pratiquement impossible d'avoir toutes les performances dans un même enrobé. En effet, les propriétés de l'enrobé sont choisies selon les conditions climatiques et l'exigence de chaque projet.

1.1.3.1 Résistance à l'orniérage

La résistance à l'orniérage est l'une des plus importantes propriétés à respecter pour les enrobés bitumineux. L'augmentation du nombre des véhicules lourds circulant sur les routes ainsi que celle de la charge par essieu, nous oblige à améliorer les performances des enrobés et leur résistance à l'orniérage. Les ornières sont des dépressions longitudinales dans les traces des roues. Il y a deux types d'ornière (Lamothe, 2004):

- les déformations permanentes au niveau des couches support caractérisées par des ornières à grand rayon. Elles sont causées par un mauvais compactage, une faible épaisseur des couches ou bien un drainage insuffisant dans les couches structurales;
- les ornières à faible rayon, associées aux couches d'enrobés bitumineux, sont liées à une formulation déficiente de l'enrobé.

La composition de l'enrobé et les sollicitations externes sont les facteurs qui contrôlent l'apparition des ornières. La viscosité du bitume qui a une grande influence sur la maniabilité de l'enrobé et permet le déplacement des granulats. Le mouvement du squelette granulaire cause ainsi des déformations permanentes à l'origine des ornières sur la route. Cela est prouvé par la relation entre la température haute du bitume H et la résistance à l'orniérage; elles sont proportionnelles. Ensuite, la texture et l'angularité des granulats et de la courbe

granulométrique constituent un facteur important dans la résistance à l'orniérage. Cela permet d'avoir un pourcentage de vides optimal.

Les autres facteurs liés aux sollicitations externes comprennent:

- la température, qui a une influence directe sur la viscosité du bitume et son module et, par conséquent, sur la viscosité et le module de l'enrobé;
- la charge due au trafic exercée par les pneus. Le contact entre les pneus et l'enrobé induit des efforts de cisaillements au niveau de la surface de contact qui déplace le matériau;
- la vitesse de la circulation, surtout des poids, lourds exprimée en fréquence de sollicitation. La diminution de la vitesse augmente le temps de chargement de la chaussée, ce qui endommage la structure de la chaussée et favorise l'apparition des ornières.

1.1.3.2 Module Complexe

L'essai du module complexe donne une idée du comportement d'un enrobé sous de petites déformations. Dans ce domaine de sollicitation, l'enrobé se comporte comme un matériau viscoélastique linéaire. Le principe de l'essai est d'appliquer des cycles de sollicitations sinusoïdales, souvent en traction-compression, sur un échantillon d'enrobé. C'est un essai non destructif avec deux paramètres de contrôle: la fréquence et la température. Il permet d'évaluer les propriétés rhéologiques du matériau en fonction de sa déformation (Marcotte, 2013). La rhéologie en petites déformations des matériaux viscoélastique est exprimée par la norme du module complexe (|E*| : module dynamique) et l'angle de phase.

Le module complexe de l'enrobé E* peut être modélisé à l'aide d'un modèle analogique tel que 2S2P1D développé par Olard et Di Benedetto (2003), issu du modèle de Huet-Sayegh. 2S2P1D permet donc de décrire le comportement de l'enrobé bitumineux dans le domaine viscoélastique linéaire (VEL) (Olard et Di Benedetto, 2003). Le module complexe est exprimé dans l'équation 1.1:

$$E^* = E_\infty + \frac{E_0 - E_\infty}{1 + \delta(i\omega\tau)^{-k} + (i\omega\tau)^{-h} + (i\omega\beta\tau)^{-1}} \quad (1.1)$$

Avec :

E* : module complexe (MPa);

τ : temps de relaxation (s);

ω : pulsation (2 πf) (rad/s);

Eo : le module vitreux;

E∞ : le module statique;

h, k : paramètres des éléments paraboliques, tels que 0 < k < h <1 ;

E_∞ présente le module statique de l'enrobé, soit lorsque ωτ tend vers 0. E_0 décrit le comportement de l'enrobé à très basse température et/ou à très grande fréquence. Il représente les valeurs du module quand ωτ tend vers ∞. E_0 est le module vitreux qui permet d'analyser le comportement de l'enrobé à basse température.

Le module complexe peut être présenté aussi sous forme vectoriel selon les équations 1.2 et 1.3 suivantes :

$$E^* = |E^*|\, e^{i\varphi} \tag{1.2}$$

$$E^* = E_1 + i\, E_2 \tag{1.3}$$

Où :

|E*| : norme du module complexe;

φ : l'angle de phase;

E_1 : la partie réelle du module complexe, nommée module réversible élastique;

E_2 : la partie imaginaire du module complexe, nommée module de perte.

La valeur de E_1 décrit la réponse élastique de l'enrobé, c'est le module réversible alors que E_2 représente le caractère visqueux du matériau, c'est le module irréversible. E_2 représente la quantité d'énergie dissipée dans le matériau suite à un chargement.

Les valeurs de l'angle de phase permettent d'avoir une idée sur le comportement du matériau. Quand la valeur de φ est égale à 0 °, alors l'enrobé se comporte comme un matériau purement élastique, et égale à 90 °pour les matériaux purement visqueux.

1.2 Les matériaux recyclés

1.2.1 Introduction

En 1970, suite aux chocs pétroliers et à l'augmentation significative du prix du pétrole, la technique de recyclage a connu un essor pour minimiser le taux de bitume neuf utilisé dans la fabrication des chaussées (Bitume, 2010). La procédure de recyclage peut être à chaud dans les centrales ou en place, à une température proche de 160 à 180 °C, ou bien également en centrale ou en place à température ambiante (25 °C).

Un fraisât d'enrobé ou de béton est un matériau lié décohésionné, foisonné puis récupéré par un processus de fraisage fournissant des granulats de taille variée (<LCPC-SETRA>, 2007). Ces matériaux recyclés, également appelés agrégat d'enrobé (AE), granulats bitumineux recyclés (GBR) au Québec, ou agrégats de béton (AB), sont utilisés depuis plus de quarante ans dans la fabrication d'enrobés ou comme source granulaire dans des applications de génie civil (Yves Brousseaud et St-Jacques, 2014).

1.2.2 Classification des matériaux recyclés (MR)

Procédé largement plébiscités au Québec par le ministère des Transports, Mobilité durable et Électrification des transports (MTMDET) et encadrés par la méthode d'essai LC26-002, la classification des MR est faite selon la proportion et la nature des agrégats constituant leurs squelettes granulaires (Tableau 1.1). La Figure 1.1 propose une représentation schématique de la classification québécoise des MR, du MR-1 au MR-7.

Dans le cadre de notre projet, tous les enrobés sont fabriqués en laboratoire en mélangeant une base granulaire (type MG20) avec un GBR pour ainsi produire un MR-5.

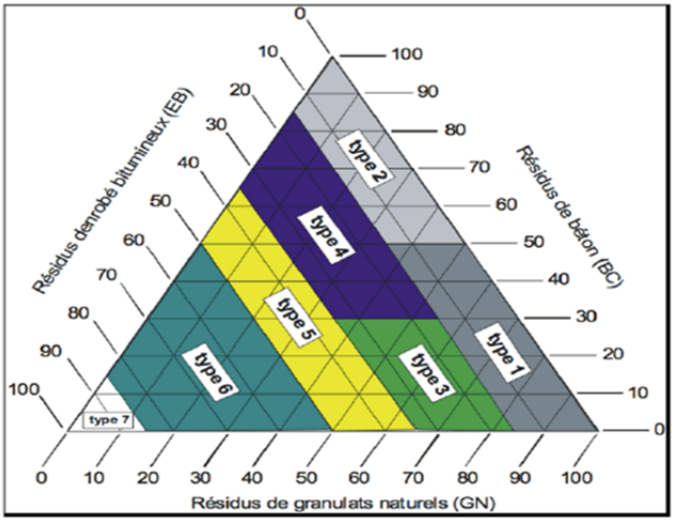


Figure 1.1 Classification des matériaux recyclés
Tirée de Monette (1999)

Le Tableau 1.1 donne les pourcentages des masses des différents granulats pour chaque type de MR.

Tableau 1.1 Exigences particulières pour les matériaux recyclés selon la norme NQ 2560-600
Tiré de Gaonach (2012)

Catégorie de matériaux recyclés	**MR-1**	**MR-2**	**MR-3**	**MR-4**	**MR-5**	**MR-6**	**MR-7**
Constituants	(pourcentage en masse des constituants)						
Résidus de béton (AB)	≤ 50	> 50	≤ 30	> 30	< 65	< 50	< 15
Résidus d'enrobés (AE)	≤ 15	≤ 15	> 15 et ≤ 35	> 15 et ≤ 35	> 35 et ≤ 50	> 50 et ≤ 85	> 85
Granulats naturel (GA)	≥ 35	< 50	> 35 et < 85	< 55	< 65	< 50	< 15
Utilisation	Remblai, transition, couche filtrante, Coussin et enrobement de conduite, fondation, sous-fondation, couche de roulement granulaire et accotement*						Remblai et accotement *
* Les utilisations identifiées sont données à titre informatif.							

1.2.3 Les enrobés recyclés

Avant les années 1970, la valorisation des déchets récupérés de la reconstruction et de la réhabilitation des chaussées n'était que peu pratiquée. En effet, ces déchets étaient stockés dans des sites de dépôts de matériaux secs. Depuis quelques dizaines d'années, ces matériaux recyclés sont stockés dans des carrières pour les réutiliser dans la réhabilitation des chaussées comme matériaux de base ou dans les enrobés recyclés.

Le processus de recyclage a commencé au Québec depuis les années 1970 (Bitume, 2010) par des opérations de recyclages aux centrales. Tandis que le recyclage à froid, spécialement les retraitements en place, a débuté vers les années 1980.

À partir de ces dates, le recyclage des chaussées a subi plusieurs améliorations au niveau des méthodes de formulation, des équipements de recyclage à froid ou à chaud ainsi qu'en centrale ou en place (Cardenas, 2013).

1.2.3.1 Les techniques de recyclage à froid

Les enrobés recyclés à froid sont des matériaux constitués par un squelette granulaire qui contient des granulats recyclés, traités par un liant bitumineux qui peut être une émulsion ou une mousse du bitume. Une faible quantité, environ 1 % de ciment ou de chaux, est ajoutée afin d'accélérer la cure, d'augmenter la résistance au désenrobage, et d'améliorer l'adhérence avec les granulats.

Le recyclage à froid peut se faire en centrale, ce qui implique un transport des matériaux, ou bien il peut être exécuté directement en place.

Recyclage à froid en centrale

Cette méthode se fait selon les étapes suivantes :

1) fragmentation et décohésionnement des matériaux de l'ancienne chaussée : le fraisât;
2) ramassage de revêtement et concassage en centrale au concasseur;
3) malaxage des constituants en ajoutant de l'eau, du liant (mousse ou émulsion) et des granulats vierges pour corriger la granulométrie dans certains cas;
4) transport de l'enrobé et mise en place (Figure 1.2).

Figure 1.2 Enrobés recyclé à froid
Tirée de Bertaud (2010)

Recyclage à froid en place

Cette technique est réalisée à l'aide d'un train de recyclage composé d'une planeuse (décohésioneuse), d'une citerne à émulsion, d'une citerne à eau, d'un malaxeur et d'un finisseur (Figure1.3).

En s'avançant, la planeuse, composée d'un rouleau d'acier muni de dents, décohésionne le revêtement existant et l'envoie vers le malaxeur. Par la suite les granulats recyclés sont mélangés avec du liant et de l'eau. Enfin, une fois bien malaxé, l'enrobé est envoyé vers un finisseur pour sa mise en place exactement comme dans le cas d'un enrobé à chaud.

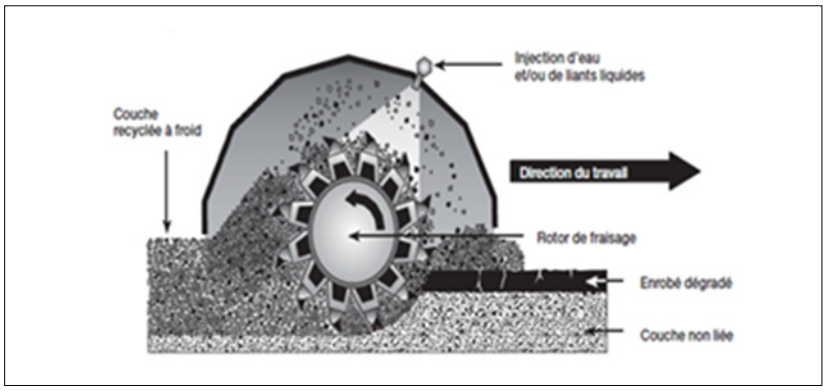


Figure 1.3 Le procédé de recyclage des enrobés à froid
Tirée de Wirtgen Manuel du recyclage à froid (2004)

1.2.3.2 Avantages et désavantages de recyclage à froid

Avantages

L'utilisation des matériaux recyclés en général, et spécialement dans les chaussées bitumineuses, vise principalement à diminuer la consommation des ressources naturelles, et à respecter l'environnement. Le recyclage des enrobés doit aussi garantir un certain niveau de performance technique avec une rentabilité économique.

Sur **le plan environnemental**, le recyclage des enrobés se traduit par:

- une économie des ressources naturelles. Le recyclage permet de diminuer la consommation des granulats vierges ainsi que celle du bitume ajoutée dans les constructions routières. Le recyclage à froid permet également de minimiser la quantité d'enrobés à chaud conventionnels utilisée dans la réhabilitation des chaussées;
- une diminution de la quantité de déchets: la politique québécoise (Bitume, 2010) vise à interdire l'ouverture des nouveaux sites d'enfouissement, et en plus d'ajuster les sites actuels. En effet, le recyclage des enrobés bitumineux permet aux municipalités à sauver le budget destiné pour stocker ces déchets;
- une diminution des gaz à effet de serre (GES): les deux procédés de recyclage (à chaud ou à froid) diminuent la quantité des GES dégagés (Lacombe, 2008) par rapport à une reconstruction;
- une meilleure rentabilité énergétique: en le comparant avec les enrobés à chaud conventionnels, le recyclage à froid permet de minimiser l'énergie (5 fois moins) utilisée lors de la fabrication et de sa mise en place que pour l'enrobé à chaud (Bitume, 2010);

Sur **le plan technique**, plusieurs avantages sont réalisés selon la technique de recyclage utilisée. Le recyclage à froid, permet le renforcement de la structure de la chaussée, le ralentissement de la remontée de la fissure à la surface, et de prolonger la durée de vie de la route (Cardenas, 2013).

Sur **le plan économique**, le pourcentage de recyclés utilisé lors de la fabrication influence la rentabilité du procédé. Cette économie est expliquée par la réduction des coûts du transport des matériaux spécialement dans la procédure de recyclage à froid en place, la diminution de la quantité des matériaux neufs utilisés dans la fabrication de l'enrobé par l'ajout du GBR, et de réduire les dépenses pour se débarrasser des déchets de reconstruction. La rentabilité économique du recyclage des enrobés bitumineux varie en fonction du pourcentage du GBR utilisé, et surtout le coût de la technique de recyclage utilisé (Croteau et al., 2009).

Désavantages

- devant leur hétérogénéité marquée, les enrobés recyclés favorisent l'apparition des fissures longitudinales si les bandes adjacentes ne sont pas bien reliées (Gaonach, 2012);
- cette technique n'est pas conseillée à des températures inférieures à 10°C ou s'il pleut (Gaonach, 2012);
- la viscosité élevée du bitume résiduel existant dans les agrégats d'enrobés peut provoquer la diminution de la cohésion du mélange à basse température. Cela pourrait provoquer des dégradations importantes, telles que la décohésion lors des premières heures de sa mise en service (Davidson et Blais, 2004).

1.3 Le bitume

1.3.1 Introduction

Le bitume est l'un des composants les plus importants d'un enrobé bitumineux. C'est une substance généralement extraite du pétrole. Obtenu après l'élimination des fractions légères (Gaz de Pétrole Liquéfié (GPL), essence, diesel…) contenues dans le pétrole brut lourd lors du raffinage, d'où l'appellation «bitume raffiné» (Eurobitume, 2014). Le bitume est un matériau à forte viscosité, formé essentiellement par des hydrocarbures. Il joue le rôle d'une colle dans les enrobés bitumineux permettant de lier les granulats et conférer à l'enrobé sa consistance, sa flexibilité et son imperméabilité (Diakité, 2014).

1.3.2 Différentes sources de bitume

Il existe deux sources de bitume dans le monde: les sources naturelles et les sources industrielles:

1) le bitume naturel se trouve en nature. Parmi ces sources de bitume naturel, nous pouvons citer: Trinidad, Gard, Auvergne, Ain et de la Haute Savoie en France; centre de l'Irak; Île Buton, Indonésie, etc. Le Canada possède des énormes gisements du sable bitumineux situé dans le nord de Alberta, qui produit environ 95 % de la quantité totale du bitume canadien (Vargas et al., 2008).

2) le bitume industriel est du bitume obtenu au cours du processus de raffinage de pétroles bruts lourds. Il est utilisé spécialement dans les constructions routières. Selon la méthode de fabrication, les différents types et grades de bitume sont définis. La distillation atmosphérique et la distillation sous vide sont les processus de base utilisés dans les raffineries de pétroles bruts pour produire du bitume et d'autres produits utiles. Le pétrole brut est soumis à des opérations de décantation et de dessalage, avant une première distillation qui est faite à la pression atmosphérique à une température qui dépasse 300 °C (Diakité, 2014). La redistillation sous vide du résidu nous permet d'avoir un bitume plus raffiné (Kraus, 2016).

Dans le cas où le bitume obtenu après le processus de la distillation ne répond pas aux caractéristiques souhaitées, un processus de désalphaltage est réalisé afin de raffiner le bitume et avoir les caractéristiques recherchées. Cette opération est basée sur le mécanisme de séparation physique des différents constituants du bitume: les fractions lubrifiantes et celles bitumineuses (Terre, 2016).

1.3.3 Composition de bitume

Le bitume a une composition très complexe. Il est composé principalement par des composés aromatiques ainsi que aliphatiques saturés et insaturés présentant des chaines carbonées ayant

jusqu'à environ 150 atomes de carbone (Kanabar, 2010). La composition du bitume dépend beaucoup du type de pétrole brut à partir duquel il est dérivé.

Il est constitué principalement de 80 à 88 % du carbone et de 8 à 12% d'hydrogène (Fernández-Gómez, Rondón Quintana et Reyes Lizcano, 2013), de 0 à 2 % d'oxygène et de faibles quantités d'azote, de soufre et de divers métaux (W. D. Fernández-Gómez, 2013). Le bitume a une structure colloïdale, dans laquelle les phases dispersées, constituée par des asphaltènes, sont entourées par une couche protectrice de résines. Ce complexe appelé micelle est dispersé dans une phase continue de maltènes qui constituent un mélange de huile aromatique et saturé (Merbouh, 2010).

Le bitume est séparé en quatre groupes génériques, selon leur polarité, comme décrit dans la Figure1.4: Saturées, Aromatiques, Résines et Asphaltènes. On réfère généralement à l'acronyme SARA pour traiter de la composition d'un bitume (Lamothe, 2004). Les asphaltènes (5% à 20% du bitume) sont des solides noirs qui confèrent au bitume ses caractères de cohésion et de dureté, tandis que les maltènes ont un caractère huileux dans lesquels baignent les asphaltènes (Diakité, 2014).

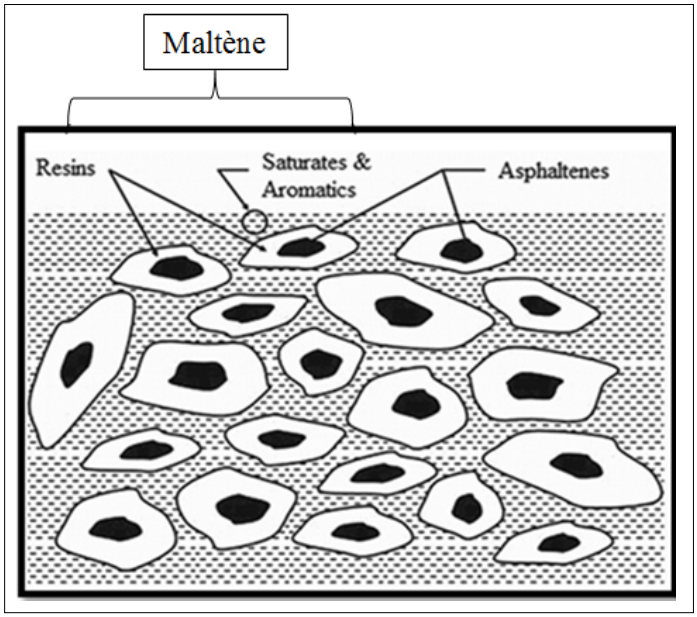


Figure 1.4 Composition du bitume
Adaptée de Moraes et Bahia (2015)

1.3.3.1 Les asphaltènes

Ce sont des solides noirs qui représentent moins de 20% du bitume (Lesueur, 2002). Leur structure est proche de celle des résines mais ils ont un caractère d'aromaticité plus intense. Les asphaltènes sont composés principalement par des atomes de carbone et d'hydrogène, avec une masse molaire qui varie entre 900 et 4 000 g/mole selon la méthode de détermination utilisée (Solomatnikova, 1999). Ces molécules sont responsables du changement de la viscosité du bitume. La rigidité du bitume augmente avec l'augmentation de la concentration en asphaltène.

1.3.3.2 Les maltènes

Les maltènes procurent au bitume ses propriétés de fluidité et de réticulation. Ils sont composées des saturés, des aromatiques et des résines.

Les Saturées

Les saturées sont des molécules paraffiniques obtenues en faisant passer les maltènes en solution dans l'heptane. Elles contiennent des cycles naphténiques et des cycles aromatiques, caractérisées par un rapport atomique qui varie entre 1,9 et 2,0 (Solomatnikova, 1999). Leur masse molaire varie entre 300 et 600 g/mole (Lesueur, 2002). Ces huiles sont les responsables de la faible adhésivité entre le liant et les granulats et elles augmentent la susceptibilité thermique du bitume (Lesueur, Planche et Dumas, 2000). En effet, elles favorisent la fragilisation du matériau à température basse en se cristallisant.

Les huiles aromatiques

Une deuxième élution des maltènes par le toluène permet d'obtenir les huiles aromatiques et naphténo-aromatiques. Elles constituent environ 60% des maltènes qui sont responsables de la transition vitreuse du bitume (Lesueur, 2002). Ensuite, les résines et les asphaltènes contiennent environ 40 % des atomes de carbone qui forment des cycles aromatiques polaires (Solomatnikova, 1999). Les aromatiques sont des liquides du couleur jaune ou rouge, caractérisées par une masse moléculaire d'environ 800 g/mole (Tachon, 2008).

Les résines

Ce sont des solides noirs, composés par plusieurs cycles aromatiques et par des composés polaires. Elles jouent un rôle important dans la stabilité colloïdale du bitume, leur masse molaire varie entre 1000 et 2000 g/mole (Tachon, 2008).

1.3.4 Structure colloïdale du bitume

Le bitume est modélisé par une structure colloïdale dans lequel les micelles d'asphaltènes (phase dispersée) sont plongées dans une phase continue de résines (phase dispersante) (Diakité, 2014). Il y a trois types de structure selon la concentration de résine dans le bitume; la structure gel, la structure sol, et la structure sol-gel (Figure 1.5).

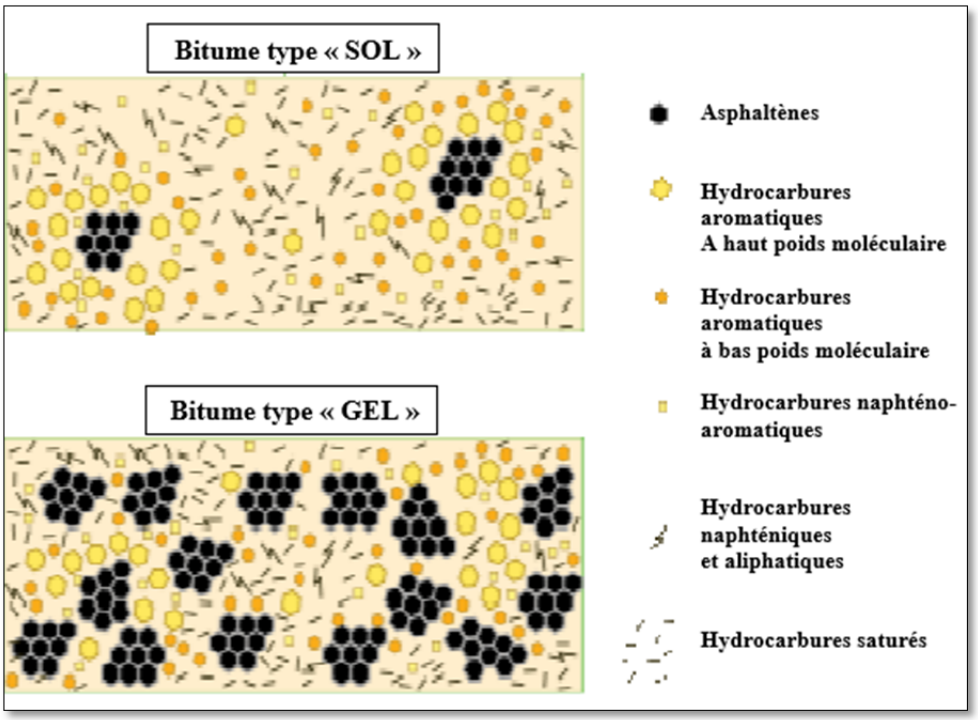


Figure 1.5 Structure « SOL » et structure « GEL » du bitume
Tirée de Diakité (2014)

1.3.4.1 Structure gel

Si la quantité d'aromatiques est réduite dans le liant, alors la liaison entre les molécules d'asphaltènes va être courte. En effet, elles seront très proches, ce qui explique la forte viscosité. Dans ce cas, le bitume a une structure «Gel» et se comporte comme un liquide non newtonien (Merbouh, 2010). Dans cette structure, le caractère élastique domine le caractère visqueux. Le bitume vieilli et oxydé est caractérisé par ce type de structure (Ciochina, 1998).

1.3.4.2 Structure sol

Dans le cas où les asphaltènes baignent dans un milieu dispersant concentré en résines et en huiles aromatiques, le bitume a une structure «Sol» avec des caractéristiques newtoniennes (Samuel, 2005). En effet, la liaison entre les molécules d'asphaltènes devient plus longue d'où vient la flexibilité du bitume et la faible viscosité. Le caractère visqueux l'emporte sur

le caractère élastique dans ce type de structure. Ainsi, ce type du bitume a une forte résistance aux sollicitations à courtes durée, mais une faible résistance aux sollicitations à longues durée et aux variations de température (Tachon, 2008).

1.3.4.3 Structure intermédiaire sol-gel

C'est un état intermédiaire entre les types sol et gel. Généralement les bitumes routiers ont une structure de ce type. Le Tableau 1.2 présente la composition chimique de chaque structure de bitume.

Tableau 1.2 Pourcentages des différents constituants du bitume selon sa structure chimique
Tiré de Tarefder et al (2011)

Type de bitume	% Asphaltènes	% Résines	% Huiles saturées et aromatiques
I : GEL	>25	24	50
II : SOL	<18	36	48
III : SOL-GEL	21 à 23	30 à 34	45 à 49

1.3.5 Caractéristiques de bitume

Le bitume est un mélange d'hydrocarbures qui contient des molécules polaires, des composés hétéro-organiques et des métaux, tels que du nickel, du vanadium et du fer. Le comportement mécanique du bitume est influencé par la température, la vitesse et le temps de chargement. Il est très visqueux à température ambiante (25 °C), et sa viscosité diminue avec l'augmentation de la température. Le bitume est caractérisé par sa couleur noire, sa susceptibilité thermique, son imperméabilité à l'eau, et son pouvoir adhésif (Lesueur, 2009). De plus, le bitume est un très bon isolant thermique et électrique, avec une forte adhérence avec la plupart des matériaux de construction usuels (pierre, béton, bois, métal, verre,..) (Yamamoto, 1983). Ensuite, il est léger, ductile et souple.

À basse température, le bitume neuf a une certaine résistance au retrait thermique et à la fissuration, mais avec le temps et à cause du vieillissement, le bitume s'oxyde, devient rigide à basse température et perd sa ductilité (Diakité, 2014). Pour caractériser le bitume, plusieurs tests peuvent être faits afin d'évaluer ses propriétés rhéologiques et mécaniques. Ces essais sont expliqués dans les prochains paragraphes.

1.3.6 Essais de caractérisation de bitume

1.3.6.1 Pénétrabilité (AASHTO T49)

La pénétrabilité est la profondeur exprimée en 1/10 mm à laquelle une aiguille de forme définie s'enfonce pendant 5 secondes dans un échantillon de bitume, sous l'effet d'un poids de 50 g. La masse totale de l'aiguille et la charge vaut 100 g. L'essai est habituellement effectué à 25 °C (Figure 1.6). À une température donnée, la pénétrabilité diminue avec l'augmentation de la dureté du bitume.

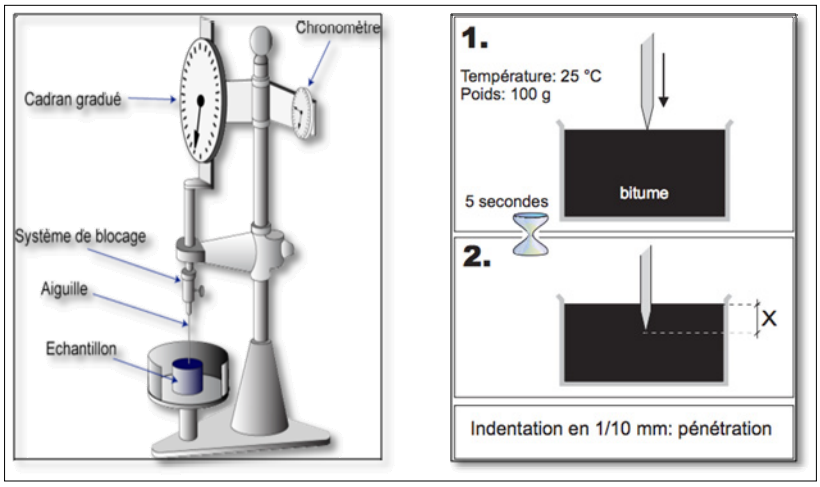


Figure 1.6 Pénétromètre
Tirée de WikiTP (2015)

1.3.6.2 Point de ramollissement bille et anneau (ASTM D 36-95)

Il s'agit d'un essai qui consiste à déterminer la température à laquelle un bitume subit une déformation irréversible dans des conditions de contraintes définies. Ce test donne une indication sur la tendance du matériau à s'écouler à haute température. Dans des températures qui varient entre 30 et 157 °C, un anneau rempli de bitume est chauffé jusqu'à ce que le bitume se déforme sous le poids d'une bille d'acier (Figure 1.7). Il est utile dans la classification des bitumes, comme un élément pour établir l'uniformité des expéditions ou des sources d'approvisionnement (Tarefder et al., 2011).

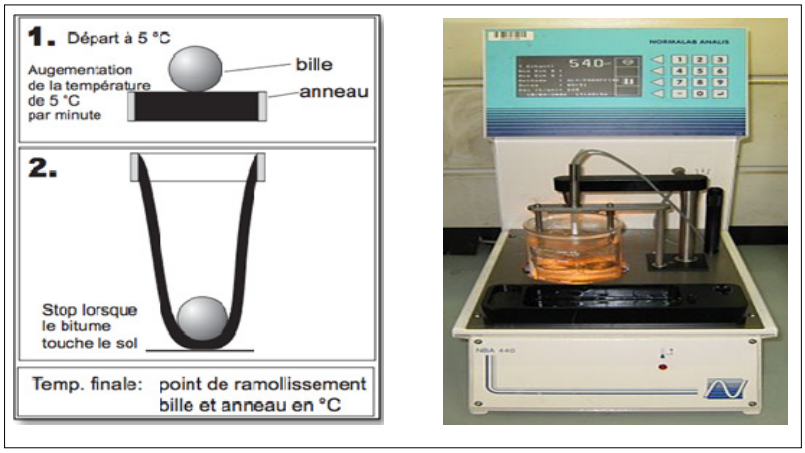


Figure 1.7 Essai de point de ramollissement bille et anneau
Tirée de Wikipédia (2016)

1.3.6.3 Ductilité du bitume (ASTM D 113)

On étire un échantillon de bitume mécaniquement à une vitesse constante de 5 cm/min, à une température de 25 °C, jusqu'à la rupture (Figure 1.8). L'allongement qu'atteint l'éprouvette juste avant de rompre est la mesure de la ductilité. L'essai peut donc donner une idée sur les propriétés de traction du matériau bitumineux.

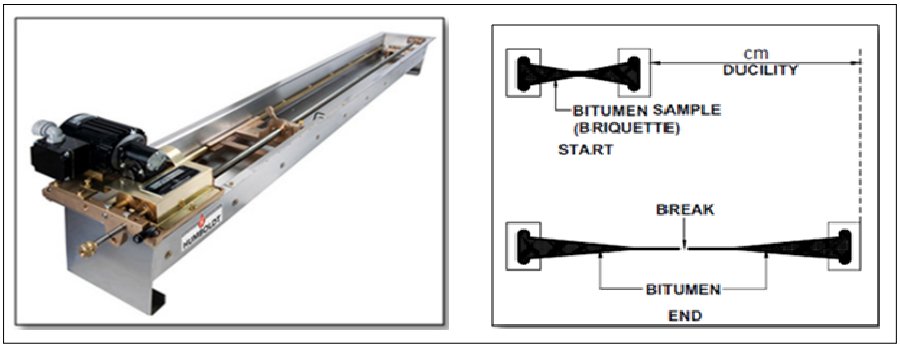


Figure 1.8 Essai de ductilité du bitume
Tirée de Expertsmind (2013)

1.3.6.4 Viscosité absolue (ASTM D 2171)

La mesure de la viscosité est utilisée pour caractériser le comportement d'écoulement et donne idée sur la température de malaxage et de compactage. L'essai consiste à mesurer le temps qu'un volume donné de bitume met à s'écouler à 60°C dans un tube capillaire d'un viscosimètre. Le déplacement se fait verticalement et contre la force de la pesanteur. Il est induit par un vide partiel à fin d'appliquer une pression de 40 kPa (300 mm Hg) dans le système.

1.3.6.5 Viscosimètre Brookfield (AASHTO TP48)

Le but de cet essai est de mesurer la viscosité du bitume à des hautes températures, de 60 à 200 °C. Le principe consiste à mesurer la force nécessaire pour maintenir une vitesse de rotation constante d'une broche circulaire plongée dans échantillon du bitume. L'appareil utilisé est illustré dans la figure 1.9.

Figure 1.9 Viscosimètre Brookfield
Tirée d'El Mansouri (2016)

1.3.6.6 Essais de caractérisation chimique des bitumes

Il est important d'étudier la structure chimique du bitume qui a une grande influence sur son comportement mécanique et ses propriétés rhéologiques. L'analyse chimique nous permet d'anticiper l'influence du vieillissement sur la structure du bitume et spécialement sur les différentes fractions massiques qui le composent.

Habituellement, le bitume est caractérisé par des essais rhéologiques seuls. La caractérisation chimique des bitumes n'est pas effectuée de manière systématique, même si certains essais, comme la mesure des proportions des composantes, par l'essai SARA, donnent de l'information utile sur la composition des bitumes. D'autres essais, comme la spectrométrie FTIR, peuvent être utiles pour évaluer le vieillissement des bitumes. Il est discuté plus en détail à la section 2.3.2.6.

1.3.7 Notion de PG (*Performance Grade*)

Le PG est un système de classification des bitumes qui reflète les plages d'utilisation du bitume. La notion de PG indique la température haute au-delà de laquelle le bitume est susceptible d'avoir des déformations irréversibles (fluage) et la température basse au-dessous de laquelle le bitume risque de se fissurer par retrait thermique (Trudeau, 2012).

Ce système de classification suggère de faire des bonds de 6 °C. Par exemple les températures hautes peuvent être : 76, 70, 64, 58, 52, 46 et les températures basses peuvent être -10, -16, -22, -28, -34, -40, -46.

1.3.8 Domaine d'utilisation des bitumes

Environ 85 % des bitumes sont utilisés dans la construction routière pour les routes, les trottoirs, les stationnements, les aéroports, les pistes cyclables et cours de récréation et les bassins de rétention, etc., et 15 % pour l'étanchéité des toitures et la peinture (Kazziha et Lombardi, 2005). Le bitume est également utilisé dans la protection à la corrosion et à l'abrasion des 450 000 km de câbles sous-marins par lesquels transitent une grande partie des communications mondiales (USIRF, 2013).

1.3.9 Émulsion de bitume

Une émulsion est définie comme étant le mélange de deux liquides non miscibles, comme l'huile et l'eau. Habituellement, c'est de l'huile, phase dispersée, dans de l'eau, phase continue, mais il y a aussi les émulsions inverses, soit de l'eau dans l'huile. En général, la phase dispersée se présente sous forme des gouttelettes dans le deuxième liquide (Gingras, 2006).

Dans le cas des émulsions de bitume, des gouttelettes de bitume sont dispersées dans une phase continue aqueuse. L'émulsion est composée de (Sabine Le Bec, 2012):

- 50 à 70 % de bitume pur;
- 30 à 50 % d'eau;

- 0,2 à 2,5 % d'émulsifiant;
- 0 à 30 % de solvant (parfois);
- 0 à 4 % de Polymères.

Pour former les émulsions du bitume, une énergie mécanique est nécessaire afin de fractionner les gouttelettes de bitume. Pour les stabiliser, il faut une grande énergie chimique qui peut être réduite par l'ajout d'un agent émulsifiant, des tensioactifs, qui crée une force de répulsion entre les gouttelettes de bitume et diminue ainsi la tension interfaciale (Ojeda, 2012). Contrairement à Sabine Le Bec (2012), Cardenas (2013) considère que la teneur en bitume des émulsions varie entre 40 et 75% en pourcentage massique, et il y a également de 0,2 % à 2,5 % en émulsifiant.

Les émulsions sont caractérisées par leur temps de rupture, c'est à dire le temps que prennent les gouttelettes du bitume pour faire coalescence (Muma, 2001). En effet, elles se divisent en trois classes:

- émulsion à rupture rapide RS (*Rapid Setting)*;
- émulsion à rupture moyenne MS (*Medium Setting*);
- émulsion à rupture lente SS (*Slow Setting*).

Ensuite, selon sa viscosité un de deux numéros, 1 ou 2, est attribué. 1 correspond aux émulsions à haute viscosité et 2 pour les émulsions à faible viscosité.

1.3.9.1 Émulsifiant: les tensioactifs

Les tensioactifs sont des agents chimiques utilisés pour stabiliser l'émulsion du bitume. Ils sont composés par une séquence hydrophile, qui constitue la tête polaire, et une séquence hydrophobe qui représente la queue aliphatique (Figure 1.10) (Destribats, 2010). Cette structure amphiphile permet aux gouttelettes du bitume de se mélanger avec l'eau.

En effet, la partie hydrophobe permet au tensioactif de pénétrer dans les gouttelettes du bitume, et d'autre part, la partie polaire en s'ionisant va s'immerger dans l'eau et créer une charge électrique répulsive à la surface des gouttelettes de bitume les empêchant de

s'agglomérer (Gaonach, 2012). Le type d'émulsion bitumineuse varie selon le type du tensioactif utilisé.

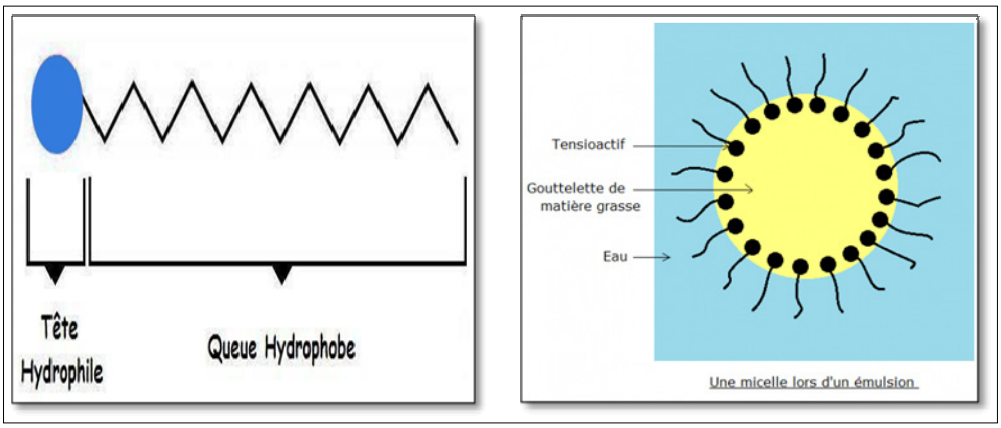


Figure 1.10 Structure du tensioactif
Tirée de Maxime et Caroline (2014)

1.3.9.2 Différents tensioactifs types d'émulsion

Le type de l'émulsion est imposé par la nature des tensioactifs utilisés. On trouve trois familles de tensioactifs:

Il y a les tensioactifs anioniques, avec des charges négatives (anion), qui couvrent les surfaces des gouttelettes de bitume par un film de charge négative. Au contraire, si l'émulsifiant donne aux gouttelettes de bitume une charge positive. Ces tensioactifs forment des molécules d'amines grasses et de l'acide chlorhydrique dans une solution aqueuse (Sabine Le Bec, 2005).

La troisième famille, c'est l'émulsion non ionique, fabriquée avec des tensioactifs neutres qui contiennent une partie hydrophile, mais non ionisable dans l'eau (Glady et al., 2016). Dans une solution aqueuse, ces émulsifiants forment des liaisons hydrogène en présence d'eau.

Le choix d'émulsifiant est fixé selon le type des granulats. En effet, les émulsions acides fonctionnent avec les granulats siliceux, par ailleurs les émulsions basiques sont utilisées avec les granulats calcaires (Muma, 2001). L'ajout d'un émulsifiant cationique acquiert à l'émulsion une charge positive. L'interaction entre ce type du bitume et les granulats siliceux

qui ont des charges négatives est plus forte. Les gouttelettes du bitume sont absorbées en premier lieu par les granulats à cause des forces de Van der Waals, ensuite, puisque les deux matériaux ont deux charges électriques opposées, il se crée une deuxième force d'attraction qui augmente l'adhésion entre l'émulsion et les granulats (Tarefder et al., 2011).

1.3.10 Interaction entre le bitume et les granulats

L'interaction entre le bitume et les granulats est un facteur très important pour avoir un enrobé de bonne qualité et durable. Dans les enrobés à chaud, la teneur en bitume est généralement entre 5 à 6 % de la masse totale de l'enrobé. Il y a plusieurs types de granulats selon les carrières où ils sont extraits, différents par la composition, la chimie, et la morphologie y compris la surface spécifique, les dimensions des particules et la friabilité (Curtis, Ensley et Epps, 1993). Lors de la phase de l'enrobage, le bitume adhère à la surface des granulats et aide à les coller entre eux.

La fabrication de l'enrobé à chaud nécessite le chauffage du bitume. En effet, plusieurs réactions peuvent se produire à haute température, affectant ainsi les propriétés adhésives et cohésives du liant et réduisent la durée de vie du pavage (Solomatnikova, 1998).

Des recherches montrent que la liaison bitume-granulat est principalement de nature chimique. L'adhésion entre le bitume et les matériaux alcalins est plus forte que celle entre le bitume et les matériaux acides. Les alcalins sont plus stables dans les solutions aqueuses, ils ont un caractère hydrophobe ce qui favorise leur réaction avec le bitume (Tarefder et al., 2011).

Les surfaces des granulats contiennent des sites actifs chargés qui attirent les molécules polaires du bitume. En effet, l'interaction entre le film du bitume et la surface de granulat se fait grâce aux forces électrostatiques, aux liaisons d'hydrogènes ou aux interactions de Van der Waals (Ciochina, 1998). Cette interaction est influencée par l'humidité, les conditions climatiques, l'oxydation, les contraintes mécaniques et spécialement la température. La diffusion des molécules du bitume à la surface des granulats est accélérée à haute

température, par contre le mouvement des particules diminue lorsque la température baisse (Liu et Jia, 2011).

D'autre part, un essai de microcalorimétrie isotherme mesuré à 160 °C montre que l'adhésivité entre bitumes et granulat est meilleure lorsque le bitume contient plus de molécules d'asphaltènes (Létoffé et al., 1992). L'adhérence entre le bitume et les granulats est contrôlée par des forces électrostatiques. José et al. (2015) ont trouvé que la force d'adhésion devenue plus forte après un vieillissement à court terme ce qui peut être expliqué par l'augmentation de la polarité du bitume vieilli. Ils ont trouvé qu'après un vieillissement à long terme, l'adhérence peut s'affaiblir à cause du durcissement du bitume (Aguiar-Moya José P et al., 2015).

L'utilisation de l'émulsion du bitume augmente l'interaction entre le bitume et les granulats. Dans le cas d'une émulsion cationique, les charges positives provenant de l'émulsifiant présentent une forte interaction avec les charges négatives provenant de l'ionisation des agrégats acides chargée négativement.

1.4 Vieillissement des bitumes

1.4.1 Introduction

Comme mentionné précédemment, le bitume, est un matériau évolutif dans le temps. Le vieillissement est un phénomène qui influe sur la structure chimique de bitume et donc engendre un changement des propriétés mécaniques des enrobés bitumineux dans le temps (Merbouh, 2010). À partir de la phase de fabrication, les enrobés bitumineux sont mis en contact avec l'air donc ils vont s'oxyder. En effet, le bitume devient plus rigide ce qui affaiblit les liaisons entre le liant et les granulats (Dr. Nathalie Piérard et Vanelstraete, 2009). Le phénomène de durcissement des enrobés bitumineux est un processus irréversible (Miró et al., 2015), qui contribue à une réduction de la durabilité des chaussées. Même si le bitume n'est qu'une composante du mélange, la performance globale de l'enrobé est en grande partie dictée par ses propriétés.

Le vieillissement est un phénomène lié au degré de modification de la structure chimique du bitume. Il s'effectue en deux étapes. D'abord à court terme, lors de la production et le transport des enrobés à des températures élevées dues à la volatilisation et l'oxydation (Morian, 2014), puis à long terme, on observe un phénomène d'oxydation qui se poursuit au cours de la durée de vie de la chaussée, en raison de l'exposition au soleil, des variations de température, des précipitations et de la charge de trafic après l'ouverture de la chaussée à la circulation (Ongel et Hugener, 2014). Le vieillissement du bitume cause la fragilisation de l'enrobé. Suite au vieillissement, le bitume perd son caractère d'imperméabilité à l'eau et devient susceptible au désenrobage, ce qui favorise la détérioration du revêtement (Tarefder et al., 2011).

Plusieurs facteurs sont responsables du vieillissement du bitume. Essentiellement, il y a la volatilisation (évaporation) des fractions légères (température élevée), les rayons ultraviolets, l'oxydation, et le durcissement stérique (Tarefder et al., 2011).

1.4.2 Volatilisation

Durant leur fabrication et leur mise en place, les enrobés bitumineux sont chauffées à haute température (>150 °C) (Miró et al., 2015). En effet, les fractions volatiles à faible masse moléculaire contenues dans le bitume vont s'évaporer. Cela a un grand impact sur sa structure chimique et ses performances (Pei Qiang Cui, 2014). Une augmentation de la température de 10 à 12 °C peut doubler la volatilisation de cette fraction du bitume (W. D. Fernández-Gómez, 2013). Ce phénomène explique le vieillissement à court terme, qui engendre une diminution de la masse moléculaire du bitume et un changement dans sa structure chimique (M. Yu, 2012).

1.4.3 Oxydation

1.4.3.1 Définition

Grâce à un processus de diffusion de l'oxygène atmosphérique à travers la microstructure de l'enrobé, les propriétés viscoélastiques du bitume changent après avoir été oxydées (Lu et

Isacsson, 1998). Ce procédé est souvent appelé vieillissement oxydatif, et conduit à une augmentation de la rigidité globale des matériaux bitumineux. Bien que cela puisse être bénéfique vis-à-vis de la résistance à l'orniérage de l'enrobé, le durcissement peut provoquer ou accélérer plusieurs mécanismes d'endommagement dans la chaussée, telles que la fatigue et la fissuration à basse température, le tout fortement amplifié par la présence d'eau au sein de la microstructure (Dave, Paulino et Buttlar, 2010).

L'oxydation est l'un des problèmes les plus importants qui accélèrent le vieillissement des bitumes. Ce phénomène s'explique par la pénétration des molécules d'oxygène entre les liaisons carbone-carbone du bitume formant par la suite des fonctions oxygénées (M. Sá da Costa, 2010b). L'oxydation du bitume est un facteur prépondérant du vieillissement à long terme des bitumes. Cette oxydation se produit dans tous les types de matériaux bitumineux, que ce soient des enrobés à chaud ou tièdes, ou bien des matériaux traités à l'émulsion de bitume, en autant que ces matériaux aient accès à de l'oxygène (donc en surface).

1.4.3.2 Mécanisme du vieillissement oxydatif

L'oxydation du bitume avec l'air est le phénomène le plus influent dans le processus du vieillissement, et qui affecte le plus la structure chimique. Durant l'oxydation, il y a augmentation de la concentration des molécules polaires dans le bitume, ce qui va réduire la mobilité des molécules et augmenter ainsi la viscosité du liant (Petersen, 2009).

Elle provoque un réarrangement des molécules constituant le bitume en augmentant la fraction et la taille des molécules d'asphaltènes, et diminuant celles des maltènes. Cela va augmenter sa viscosité (Vargas et al., 2008). Contrairement aux résultats trouvés par Létoffé et Claudy (1992) et présentés dans la section 1.3.9, la liaison entre le bitume et les granulats sera affaiblie, fragilisant ainsi l'enrobé et accentuant le risque de fissuration (Yao, Dai et You, 2015). Le phénomène d'oxydation se produit selon trois phases (Figure 1.11), soit la fragmentation, la pénétration des molécules d'oxygène, et la carbonisation ou bien la condensation (Das et al., 2014).

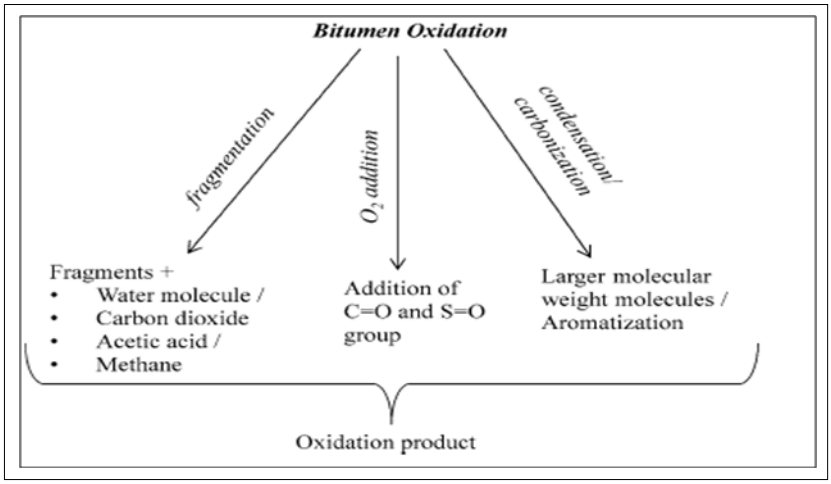


Figure 1.11 Les trois phénomènes d'oxydation du bitume
Tirée de Das et al. (2014)

Dans la phase de fragmentation (Figure 1.12A), les grosses molécules se divisent en petites entités. Il y a formation des molécules d'eau, de dioxyde de carbone, d'acide acétique et de méthane. Ensuite, en pénétrant dans le bitume (Figure 1.12B), les molécules d'oxygène donnent naissance à des groupes carbonyle (C=O) et des groupes sulfinyles (S=O) (Dondi et al., 2016). Enfin, à l'étape de condensation (Figure 1.12C), la masse moléculaire des asphaltènes augmente (Das et al., 2014; Dehouche, Kaci et Mokhtar, 2012), et la distribution des fractions génériques est modifiée par conversion d'une partie de la fraction d'aromatiques en résines et par la suite d'une conversion de résines en asphaltènes (M. Sá da Costa, 2010a). Il y a également formation des sulfoxides et de ketones qui contiennent des molécules d'oxygènes polarisés qui vont se lier avec d'autres entités pour former des nouveaux composants (Wright, 1963). Ce changement explique l'augmentation de la viscosité de bitume après oxydation, la diminution de son indice de pénétrabilité et l'augmentation de la valeur de son point de ramollissement (Asphalt Institute, 2011).

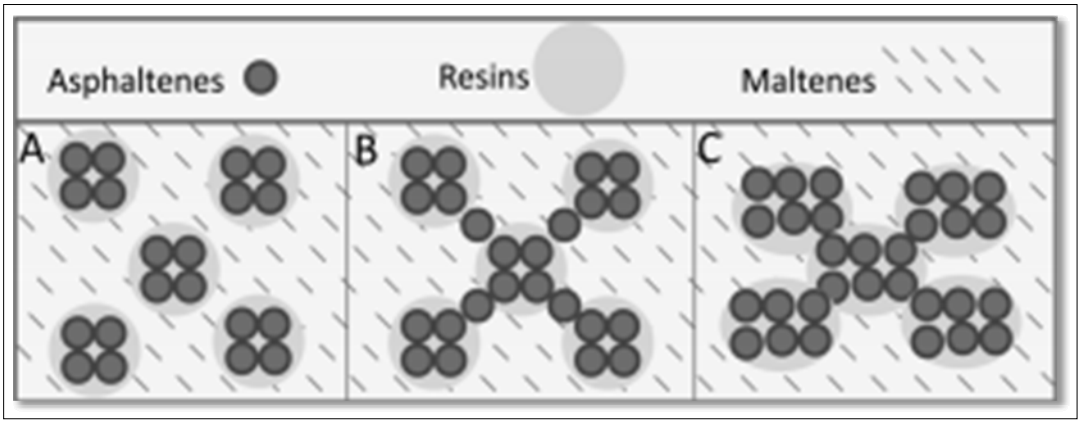


Figure 1.12 A) Fragmentation, B) Addition des molécules d'oxygène,
C) Condensation
Tirée de Merbouh (2010)

La température est un facteur important qui catalyse l'oxydation. À haute température, le bitume va être ramolli et la mobilité de ses molécules devient plus importante. Tarefder et al. (2011) ont constaté qu'il y a une séparation entre les molécules d'asphaltènes et de maltènes avec l'augmentation de la température, ce qui favorise l'oxydation.

1.4.4 Influence des rayons UV sur le vieillissement de l'enrobé

En plus de l'oxygène, un autre facteur important catalyse et aggrave le vieillissement du bitume, et donc des matériaux bitumineux : les rayons ultra-violets (Durrieu, Farcas et Mouillet, 2007). Ces ondes attaquent principalement la couche supérieure de la route conduisant à la fragilisation de la couche du roulement (JIA Xiaojuan, 2014). Un transfert de chaleur de la couche supérieure vers la couche de base est effectué, ce qui accélère l'oxydation de bitume, et influe sur les propriétés rhéologiques de l'enrobé, surtout la ductilité du mélange à basse température et la résistance aux fissurations thermique (Xiao, 2013). Les recherches ont également montré que l'augmentation de la viscosité du bitume est affaiblie lorsque l'intensité du rayonnement UV est inférieure à 20,0 mW / cm^2 (Wu et al., 2010).

Le rayonnement UV augmente le niveau d'énergie dans l'enrobé, ce qui conduit à la rupture des liaisons carbone-carbone et à la formation des liaisons carbone-oxygène. Ce phénomène

se produit naturellement pendant la durée de vie de la chaussée (W. D. Fernández-Gómez, 2013).

1.4.5 Durcissement stérique

Le durcissement stérique est le durcissement de l'enrobé à température ambiante. Il ne s'agit pas d'un vieillissement proprement dit, mais bien d'une rigidification du bitume qui est générée par la réorganisation des molécules d'asphaltènes dans le bitume ainsi que par une augmentation de la viscosité et une légère contraction de volume (Masson, Collins et Polomark, 2004). Ce phénomène est réversible et il peut se produire rapidement (dans une journée) à cause de la variation de la température.

Lors du malaxage et de la mise en place des enrobés à chaud, il y a un chauffage puis un refroidissement des matériaux constituants l'enrobé, dont le bitume. Cette variation de température entraine une modification de la structure chimique du bitume. En effet, une étude effectuée par Masson et al. (Masson, Collins et Polomark, 2005) a montré qu'à haute température, les molécules d'asphaltènes vont se mélanger avec les maltènes. Toutefois, pendant le refroidissement de l'enrobé, un phénomène de ségrégation entraine une séparation entre les maltènes et les asphaltènes qui vont s'éloigner et former une mésophase indépendante.

1.5 Le Régénérant

Le recyclage des enrobés bitumineux devient indispensable. Plusieurs recherches sont faites afin d'augmenter le pourcentage de matériaux recyclés dans les nouvelles constructions routières pour des raisons économiques et environnementales. L'utilisation des matériaux routiers recyclés a pour but aussi de diminuer les dépenses dans la réhabilitation et dans l'entretien des chaussées. C'est dans cette optique que des nombreux organismes ont essayé de trouver des produits qui régénèrent le bitume vieilli existant dans le GBR (Boyer, 2000) : ce sont les régénérants.

1.5.1 Effets de l'ajout du régénérant

L'objectif principal du régénérant est de réactiver le bitume vieilli existant dans le GBR (Martins, B. et Robert, 2014). Ce dernier vise habituellement à remplacer la fraction volatile du bitume perdue durant le cycle de vie de la chaussée (Ongel et Hugener, 2015). En effet, il permet de restaurer les propriétés mécaniques du bitume en corrigeant sa structure chimique, spécialement le ratio entre le pourcentage d'asphaltènes et de maltènes.

L'indice de pénétrabilité permet de nous renseigner sur la consistance et la souplesse du bitume. L'ajout du régénérant diminue la viscosité du bitume vieilli (Juntao Lin, 2013; Zaumanis et al., 2014), et augmente les valeurs de l'indice de pénétrabilité des vieux bitumes par la diminution de leur consistance (Boyer, 2000; Chen et al., 2014). Ces variations vont également influencer le module du bitume. En effet, une baisse des valeurs du module complexe de l'enrobé est remarquée lors de l'ajout de régénérant (Shen, Amirkhanian et Tang, 2007). Par ailleurs, les valeurs de l'angle de phase augmentent. La modification de ces propriétés engendre, par conséquent, une diminution de la résistance à l'orniérage et une hausse de la résistance à la fatigue (Zeng et al., 2014). Zaumanis (2014) a montré que la profondeur d'ornière d'un enrobé recyclé augmente avec l'ajout du régénérant, cependant la résistance à l'orniérage reste meilleure que celle d'un enrobé constitué essentiellement de granulats vierges.

Au niveau chimique, des recherches ont montré que le régénérant a une influence sur la structure chimique du bitume vieilli. Des essais de spectrométrie ont montré que l'ajout du régénérant aide à diminuer les pics des acides carboxyliques et ceux des sulfoxydes apparus lors du phénomène de vieillissement (Juntao Lin, 2013). En effet, il permet de corriger la structure chimique du bitume du GBR (RAP) en régénérant ses propriétés rhéologiques et physiques, et non pas seulement de diluer le bitume vieilli avec un produit à très faible viscosité.

L'ajout du régénérant a également une influence sur le PG du bitume. Il influe sur les différentes températures (température élevée/ température faible) qui caractérisent le bitume vieilli (Zaumanis et al., 2014). En effet, lors du vieillissement, la température haute du

bitume augmente à cause de la dureté et la viscosité élevée du bitume. Il en est de même pour la température basse. Puisque l'apport de régénérant permet de diminuer la rigidité du bitume à toutes les températures, il en résulte de meilleures performances à basse température.

1.5.2 Quelques types de régénérant

Plusieurs types du régénérant industriel sont présentés dans le marché par différents industries et laboratoires. Il y en a des régénérants d'origine végétale et d'autres qui sont des produits chimiques de synthèse. Ces différents types du régénérant sont décrits dans les travaux de Zaumanis et al. (2014), Chen et al. (2014) et Gong et al. (2016)

1.5.2.1 Huile végétale usée (Waste Vegetable Oil, WV Oil)

Ce type d'huile est utilisé pour la production du biodiesel et contient environ 15 % d'acide gras et moins de 2 % de MIU (Humidité, Impuretés, Insaponifiables) (Gong et al., 2016). C'est un dérivé de l'huile de friture de la restauration rapide. Il est aussi appelé "graisse jaune".

1.5.2.2 Graisse végétale usée (Waste Vegetable Grease, WV Grease)

C'est un flux de déchets organiques de l'industrie alimentaire, mais semi-solide à température ambiante en raison de la prédominance des triglycérides laurique et myristique saturés. Pour atteindre la phase liquide, ces graisses doivent être chauffées, la plupart du temps.

1.5.2.3 Huile organique (Organic oil)

C'est un produit conçu par PVS Meridian Technologies, Inc. fabriqué pour être un agent de recyclage et un additif à basse température. Il est un produit de la pyrolyse rapide de biomasse de pin avec d'autres huiles ajoutées pour équilibrer les performances. Le produit est fluide à température ambiante, cependant un léger chauffage peut être nécessaire en cas d'utilisation par temps froid (Hajj et al., 2013).

1.5.2.4 Tallol distillé (Distilled tall oil)

C’est un sous-produit de la fabrication de papier concentré à partir de liqueurs kraft. Le Tallol distillé est disponible soit sous forme brute ou comme produit raffiné. Sa forme brute contient des acides gras, des acides résiniques et des insaponifiables avec différents pourcentages selon le type d'arbre utilisé. Les huiles de grande taille. Ce type d'huile est utilisé depuis longtemps dans la fabrication des enrobés à chaud avec de nombreux émulsifiants, des agents anti-bandes et des additifs de mélange chaud.

1.5.2.5 Extrait aromatique (Aromatic Extract)

C'est un régénérant traditionnel composé par des cycles aromatiques polaires. Il contient environ 75 % d'huiles aromatiques et des composés de résines. Les aromatiques polaires s'associent avec les molécules d'asphaltènes afin de diminuer la fragilité du bitume vieilli, en équilibrant sa composition chimique.

Par contre, des recherches récentes expriment leur inquiétude avec la structure cyclique aromatique polaire insaturée qui est cancérogène (Landvik et al., 2007). Par conséquent, la plupart des industries se détournent vers des produits moins polaires.

1.5.2.6 Huile à moteur usée (Waste Engine Oil, WEO)

C'est une huile du moteur produit à partir d'huiles de base paraffinique avec de petites doses de composés spéciaux ajoutés pour améliorer la viscosité, la stabilité, et l'inflammabilité. L’huile à moteur usée peut également contenir des chaînes courtes de molécules polaires qui se brisent pendant le service de lubrification.

1.5.2.7 Slop wax

Le *slop wax* est un sous-produit de la distillation du pétrole brut. Ce produit est parfois utilisé, comme les résidus de la distillation sous vide, pour ajuster la viscosité du bitume produit. Aucune étude n’a été trouvée sur l’efficacité de ce produit qui est vendu comme régénérant.

1.5.3 Dosage optimal

Selon de nombreuses recherches, les régénérant ont la capacité à diminuer la viscosité du bitume et de corriger sa structure chimique. Mais, la quantité du régénérant utilisée doit être optimisée, car un excès peut entrainer un fort ramollissement du bitume, et par ricochet de l'enrobé engendrant une sensibilité à l'orniérage. D'autre part, un faible dosage en régénérant cause une faible résistance à la fatigue (Zaumanis et al., 2014). La Figure 1.13 présente la zone optimale fixée par Zaumanis et al. (2014) qui représente le pourcentage minimum et le pourcentage maximum de six types de régénérant testés.

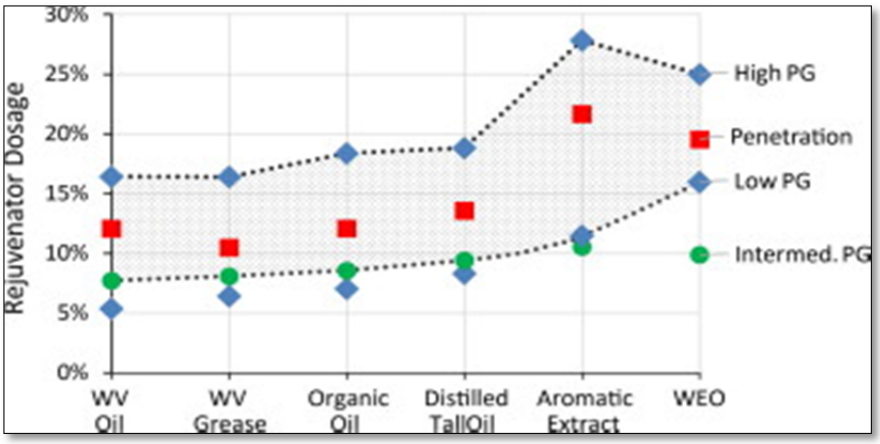


Figure 1.13 Dose minimale et maximale des plusieurs régénérant en fonction des températures haute et basse
Tirée de Zaumanis et al. (2014)

1.5.4 Interaction entre le nouveau bitume et le vieux bitume régénéré

Les particules des GBR sont déjà entourées par un film du bitume vieilli qui peut être réactivé en ajoutant un régénérant. En effet, les granulats seront enrobés par deux films: le vieux bitume du GBR présent dans la première couche, et le bitume régénéré constitue la deuxième (Cygas et al., 2011).

La diffusion du régénérant dans le vieux bitume se fait suivant différentes étapes (Carpenter et Wolosick, 1980). Le régénérant crée d'abord un film mince qui entoure le bitume du GBR

caractérisé par une forte viscosité. Ensuite, il commence à pénétrer dans ce liant et diminue sa viscosité. Avec le temps, la diffusion du régénérant se poursuit et continue à ramollir le vieux bitume en s'approchant des granulats (Karlsson et Isacsson, 2006).

Généralement, les recherches qui étudient l'effet de l'ajout du régénérant sont faites avec des enrobés recyclés à chaud. Les granulats du GBR vont être chauffés, ce qui facilite le mélange entre le vieux et le nouveau bitume (Doyle, 2011). Ensuite, le malaxage de l'enrobé aide à mélanger les deux bitumes et facilite leur interaction (Al-Qadi et al., 2007). D'après Carpenter et Wolosick (1980), il y a un processus de diffusion entre deux liants de différentes viscosités qui cherche à atteindre l'équilibre entre les deux. La période nécessaire pour atteindre l'équilibre est en fonction de l'amplitude de différence des viscosités.

Des recherches faites par Huang et al. (2005) ont permis d'étudier les rigidités des différents films du bitume qui entourent les granulats du GBR. Ils ont montré qu'il y a deux zones d'enrobage comme montré dans la Figure 1.14. Une première couche extérieure qui constitue 40% de l'épaisseur du film semblable à un liant vierge, tandis qu'une deuxième couche intérieure qui présente 60%, caractérisée par une forte viscosité et se comporte comme le bitume du GBR. Ensuite, la viscosité du bitume extrait d'un enrobé recyclé présente des valeurs intermédiaires, elle est plus faible que la viscosité du GBR et plus importante que celle d'un nouveau bitume (Kim et al., 2007), ce qui prouve qu'il existe une interaction entre les deux bitumes. Cette interaction est accélérée par l'ajout d'un régénéra. En effet, il permet de réactiver le bitume vieilli et favorise le mélange entre les deux liants (Doyle, 2011).

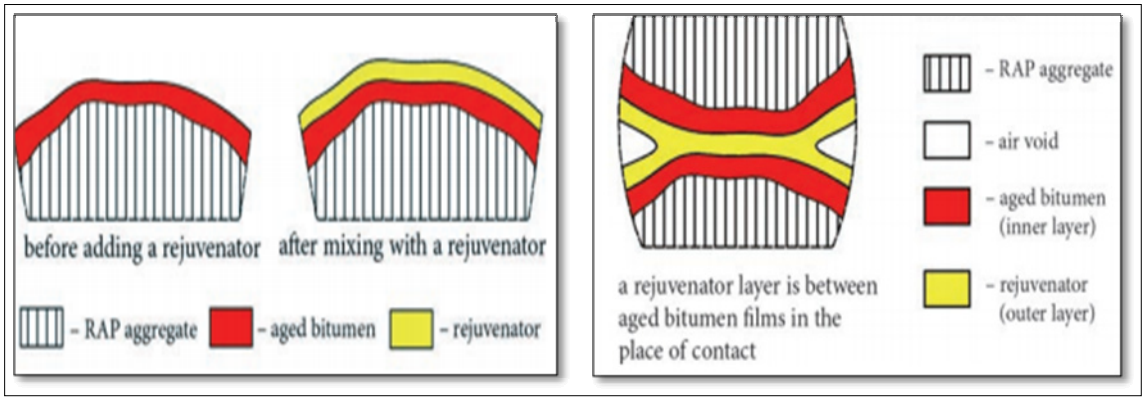


Figure 1.14 La structure du mélange d'enrobé avec 100% de recyclé après l'ajout du régénérant
Tirée de Cygas et al. (2011)

Jolicoeur et Otis (2006) ont constaté que l'interaction entre le bitume du GBR et l'émulsion dans le cas des enrobés recyclé à froid dépend du temps de cure après le compactage.

CHAPITRE 2

PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

2.1 Objectifs du projet

Ce projet de recherche vise principalement à évaluer les effets de l'ajout d'un régénérant sur les propriétés d'un enrobé recyclé à froid. Plus spécifiquement, les buts sont:

- évaluer l'effet de l'ajout du régénérant sur le bitume vieilli extrait du GBR par des essais rhéologiques au rhéomètre à flexion de poutre (BBR) et au rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR);
- étudier les changements dans la structure chimique du bitume vieilli après l'ajout du régénérant;
- étudier l'effet de l'ajout du régénérant sur les propriétés thermomécaniques de l'enrobé bitumineux recyclé à froid avec des essais du module complexe et d'orniérage.

Ce chapitre présente, en premier lieu, une description des différents matériaux étudiés en précisant leur mode de préparation. Ensuite, les techniques expérimentales utilisées dans ce projet pour la fabrication et la caractérisation des enrobés bitumineux seront détaillées en présentant pour chacun le dispositif, le mode opératoire et les procédures d'analyse des données. Le diagramme suivant (Figure 2.1) présente notre plan d'essai:

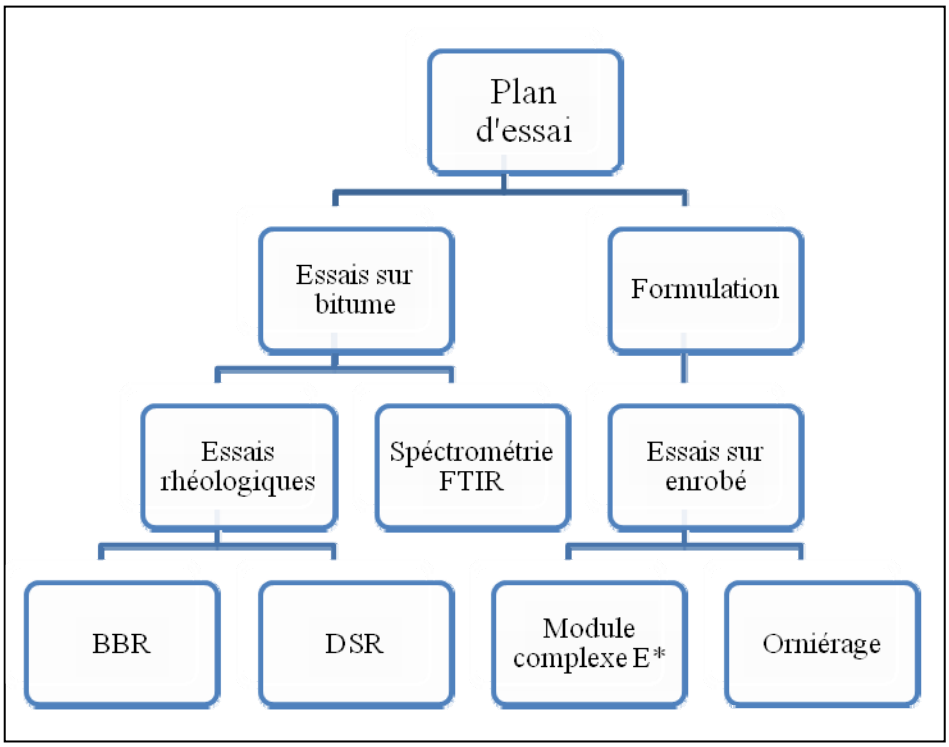


Figure 2.1 Plan d'essai

2.2 Matériaux utilisés

Les enrobés bitumineux recyclés à froid sont constitués, principalement, par un squelette granulaire lié par des liants hydrocarbonés tels que l'émulsion et des additifs comme la chaux et le régénérant.

2.2.1 Granulats

Les granulats utilisés dans ce projet sont de type MR-5. Le squelette granulaire est composé d'un mélange du 50% de GBR et 50% de MG-20 (Figure 2.2). Afin d'assurer une courbe granulométrique suivant les limites du MG20 du MTMDET, une correction au niveau de la granulométrie a été faite avec l'ajout du 3,3%, 1,4% et 5,4% de la masse totale des granulats secs de taille 20, 14 et 10 mm respectivement.

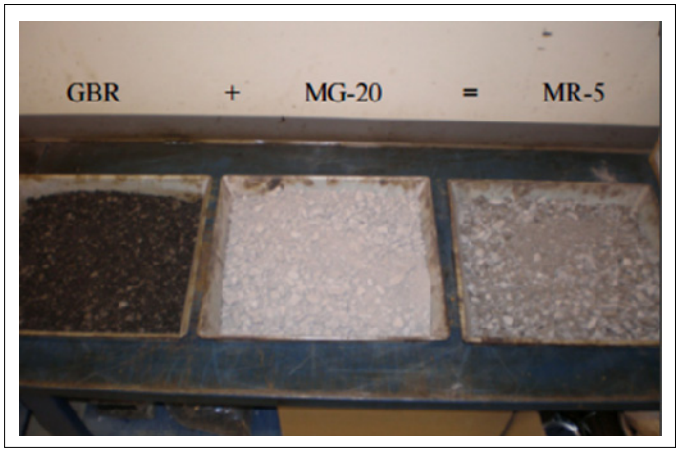


Figure 2.2 Photos du MR-5 et ses constituants
Tirée de Cardenas (2013)

2.2.1.1 Granulats GBR

Le GBR utilisé dans ce projet est issu de la décohésion de plusieurs chaussées à Montréal, stocké à la carrière Saint Patrick (Figure 2.3). À cet effet, nous n'avons pas pu avoir beaucoup d'informations sur les caractéristiques spécifiques et sur la provenance de ce GBR.

Figure 2.3 Granulats bitumineux recyclés (GBR)

Teneur en bitume dans le GBR (norme LC 26-006)

La teneur en bitume dans le GBR est déterminée selon la norme LC 26-006. Un échantillon d'une masse initiale m_i est mis dans un four à ignition (Figure 2.4) à une température de 540 ± 5°C pendant 45 minutes afin de brûler le bitume entourant les agrégats. Cette masse est

déterminée en fonction de la dimension du granulat de l'enrobé (Annexe IV). Ensuite, l'échantillon est retiré du four puis laissé refroidir pendant 20 min pour déterminer sa masse. Pour assurer que toute la quantité du bitume soit brûlée, l'échantillon est réintroduit dans le four pour un autre 15 min et refroidi de nouveau. Ces étapes sont répétées jusqu'à avoir une masse m_f constante. Toutes les mesures de masse ont été effectuées à l'aide d'une balance avec une précision de 0,1 g. L'équation utilisée pour calculer la teneur en bitume existant dans le GBR était comme suit:

$$\text{Teneur en bitume (\%)} = \frac{m_i - m_f}{m_i} \text{ x } 100 \qquad (2.1)$$

m_i : masse initiale de l'échantillon avant l'ignition (g);

m_f : masse finale de l'échantillon après passage au four à ignition (g).

Figure 2.4 Four ignition

Le tableau 2.1 contient les résultats des trois échantillons testés.

Tableau 2.1 Pourcentage de bitume dans le GBR

	Essai #1	**Essai #2**	**Essai #3**	**Moyenne**
Masse initiale de GBR (m_i) (g)	1155,4	1189,1	1069,6	
Masse finale (m_f) (g):	1089,8	1120,6	1009,5	
% du bitume :	5,68	5,76	5,62	**5,69**
Écart type (%)	0,07			

La teneur en bitume dans le GBR présente la différence de masse entre la masse initiale et celle après l'essai. La moyenne de la teneur en bitume du GBR est de 5,69 %.

Analyse granulométrique

Deux analyses granulométriques ont été faites pour caractériser les granulats de GBR, une analyse avant l'ignition (*Black curve*) et une autre après l'ignition (*White curve*). Quatre essais pour chaque échantillon sont faits afin d'avoir une meilleure précision. Une première analyse granulométrique du GBR a été réalisée avant four ignition, et une deuxième après four ignition (Tableau 2.2).

Tableau 2.2 Analyse granulométrique du GBR avant et après ignition

Avant Four ignition *Black curve* (n[1]=4)				**Après Four ignition** *White curve* (n[1]=2)		
Tamis (mm)	**LCMB % passant cumul.**	**Écart type (%)**		**Tamis (mm)**	**LCMB % passant Cumul.**	**Écart type (%)**
28	100	0,00		**28**	100	0,00
20	100	0,00		**20**	100	0,00
14	100	0,00		**14**	100	0,00
10	94	1,73		**10**	98	0,51
5	63	1,91		**5**	72	1,00
2,5	38	0,84		**2,5**	51	0,73
1,25	21	0,75		**1,25**	36	0,50
0,630	10	0,24		**0,630**	25	0,21
0,315	4,0	0,10		**0,315**	16	0,20
0,160	1,0	0,04		**0,160**	8,0	0,25
0,080	0,5	0,05		**0,080**	1,8	0,19

[1]nombre de répétitions

Les courbes granulométriques correspondantes sont présentées à la Figure 2.5. Les résultats montrent que la granularité du GBR tombe hors des limites du MTMDET telles que définies pour le MR-5. En effet, dans le cas de la granulométrie déterminée avant le passage au four ignition (*Black curve*), la courbe granulométrique sort des limites de MTMDET au niveau des granulats fins (≤0,315) et des gros granulats (≥5 mm). Par contre, les résultats après four ignition (*White curve*) montrent moins de non-conformité.

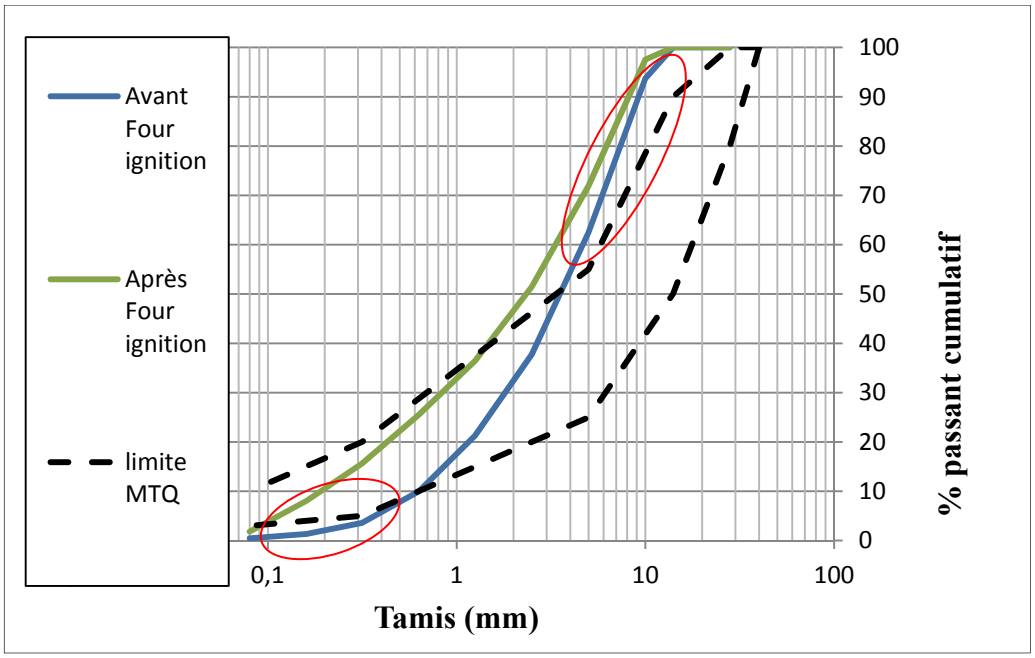


Figure 2.5 Courbes granulométriques du GBR avant et après four ignition

2.2.1.2 Le MG-20

Le MG-20 est un produit de la compagnie Bomix (Fiche technique Annexe I), obtenue par le concassage d'une pierre de calcaire existant en différentes grosseurs. Dans notre cas, on travaille avec des pierres nettes de grosseur nominale de 0-20 mm (Figure 2.6).

Figure 2.6 MG-20 Bomix

2.2.2 Émulsion

L'émulsion utilisée dans ce projet est une émulsion cationique avec une lente rupture CSS-1 (Figure 2.7). Elle est composée de 62% du bitume et 38% d'eau. C'est un produit de la compagnie « Mc Asphalt ». La fiche technique du produit est présentée dans l'Annexe II.

Figure 2.7 Émulsion du bitume
CSS-1 de Mc Asphalt

2.2.3 La chaux

La chaux a été utilisée comme catalyseur pour accélérer le temps de cure de l'enrobé. C'est une fine poudre blanche calcique éteinte provenant de compagnie Graymont Inc (Figure 2.8). Elle est fabriquée par une réaction entre 95 % de chaux vives ($Ca(OH)_2$) et une certaine quantité d'eau à des températures qui dépassent le 1100 °C. Les propriétés de la chaux sont présentées dans l'annexe III.

Figure 2.8 La chaux

2.2.4 Le Régénérant

Le régénérant utilisé est un produit de la compagnie SUNCOR commercialisé sous le nom "*Slop Wax*". C'est un produit récupéré durant la fabrication du bitume dans la tour sous vide et qui correspond à du gasoil souillé par du bitume (Suncor, 2016). Malheureusement, nous n'avons pas trouvé plusieurs informations sur les propriétés et la composition chimique de ce régénérant.

2.3 Procédures expérimentales

Ce projet contient trois volets principaux: 1) La première partie porte sur la formulation des enrobés bitumineux recyclés à froid traités à l'émulsion suivant la méthode LC 26-002, 2) la deuxième partie sert à étudier l'effet de l'ajout du régénérant sur le bitume vieilli extrait du GBR, et 3) enfin, la dernière partie permet d'évaluer l'influence du régénérant sur les enrobés recyclés à froid de type MR-5.

2.3.1 Formulation des enrobés bitumineux recyclés à froid

Cette étape est effectuée pour déterminer les quantités optimales d'eau et d'émulsion qui devront être ajoutées pour traiter les granulats recyclés. La formulation est basée sur la méthode Marshall. Une bonne formulation permet de donner au mélange une bonne

résistance aux charges de compression, de flexion répétée, à la fatigue et une bonne tenue à l'eau.

Les différentes étapes de la formulation sont:

1) caractérisation des granulats du GBR par une analyse granulométrique suivant la méthode LC 21-040 et détermination de la teneur en bitume résiduel selon la méthode LC 26-006;
2) détermination du pourcentage d'eau pour le malaxage (eau prémix);
3) détermination de la quantité optimale d'eau pour le compactage;
4) évaluation de la teneur en bitume total optimale.

Dans la phase de formulation, nous avons essayé de suivre les recommandations citées dans la méthode d'essai LC 26-002, on a choisi les mêmes pourcentages du bitume et d'eau.

Granulométrie du MR-5

Le Tableau 2.3 présente l'analyse granulométrique du MR-5. Il contient les pourcentages du passant cumulatif pour chaque tamis. Une correction a été faite dans le cas des tamis 20, 14, et 10 pour avoir une courbe granulométrique située dans les limites du MTMDET. Il est à noter que la granulométrie ne respecte pas la limite du MTMDET au 80µm. Ceci est dû principalement aux matériaux disponible au LCMB. Puisque tous les enrobés ont la même granulométrie, nous considérons que cette non-conformité n'a pas d'effet sur nos résultats.

Tableau 2.3 Analyse granulométrique du MR-5

Matériaux	MR-5		Limites du MTMDET	
Tamis Mm	% passant cumulatif	% passant cumulatif corrigé	% passant cumulatif min	% passant cumulatif max
112	100	100	100	100
80	100	100	100	100
56	100	100	100	100
40	100	100	100	100
31,5	100	100	n/a	n/a
28	100	100	80	100
20	98	95	n/a	n/a
14	90	89	50	90
10	79	74	n/a	n/a
5	48	48	25	55
2,5	29	29	n/a	n/a
1,25	23	23	n/a	n/a
0,630	12	12	n/a	n/a
0,315	6,4	6,4	5,0	20
0,160	3,7	3,7	n/a	n/a
0,080	2,3	2,3	3,0	10,0

La Figure 2.9 montre que la courbe granulométrique corrigée du MR-5 se trouve entre les limites fixées par le MTMDET.

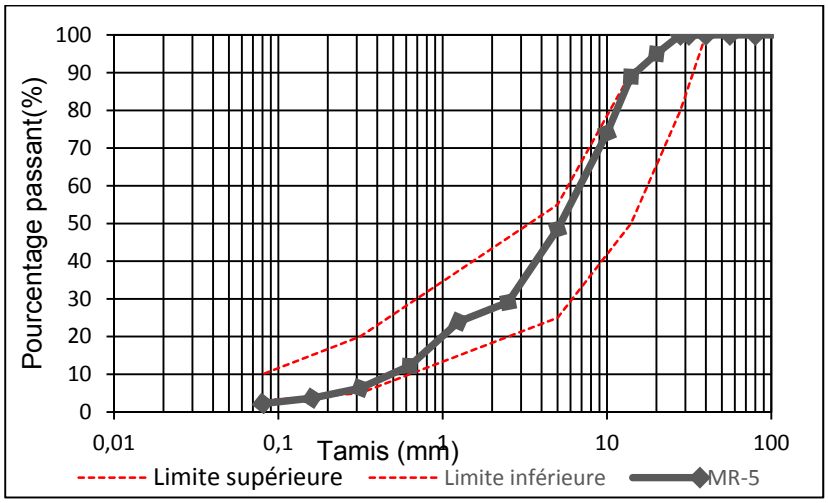


Figure 2.9 Courbe granulométrique du MR-5

L'analyse granulométrique du GBR montre que ce dernier contient des granulats de grandeur maximale de 10 mm, mais à des faibles quantités. Pour cette raison, nous avons choisi de faire la correction granulaire en utilisant seulement des granulats provenant du MG-20.

2.3.1.1 Détermination du pourcentage d'eau du malaxage (prémix)

L'eau prémix permet d'humidifier les granulats afin d'éviter les agglomérations des particules fines et aide l'émulsion à recouvrir la totalité des granulats. Pour le faire, huit combinaisons ont été préparées en fonction de deux pourcentages du bitume résiduel et quatre pourcentages d'eau différents (Figure 2.10). La masse de chaque échantillon est environ 1100 g de granulat séché.

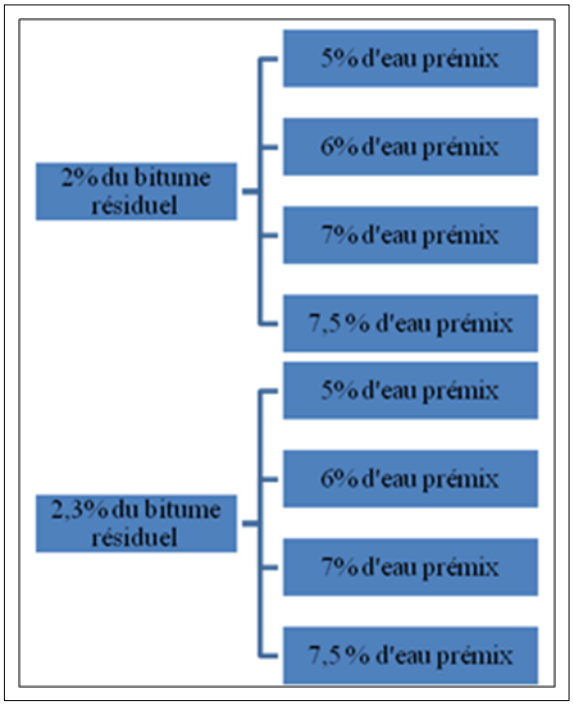


Figure 2.10 Différentes combinaisons pour déterminer le % d'eau prémix

La première étape consiste à sécher les granulats dans l'étuve, il est préférable de travailler avec des granulats à 0 % d'humidité pour faciliter les calculs des différentes quantités des matériaux utilisés. Les granulats de GBR ont été laissés à 50 °C pendant 24 h, tandis que ceux de MG-20 ont été laissés à 150 °C pendant 24 h.

Le mélange d'enrobé a été fait en ajoutant la quantité d'eau calculée suivi d'une minute de malaxage manuelle dans notre cas. Après, l'émulsion a été ajoutée aux granulats avec 2 minutes de malaxage. Ensuite, chaque mélange est étalé dans un récipient et séché à l'aide d'un ventilateur (température de séchage ne doit pas dépasser 50 °C) pendant 6 à 10 h pour curer (Figure 2.11). L'évaluation du pourcentage optimal d'eau prémix se fait visuellement. Le pourcentage retenu doit permettre un minimum de 80% d'enrobage avec le minimum d'eau possible. Les résultats sont présentés au Tableau 2.4.

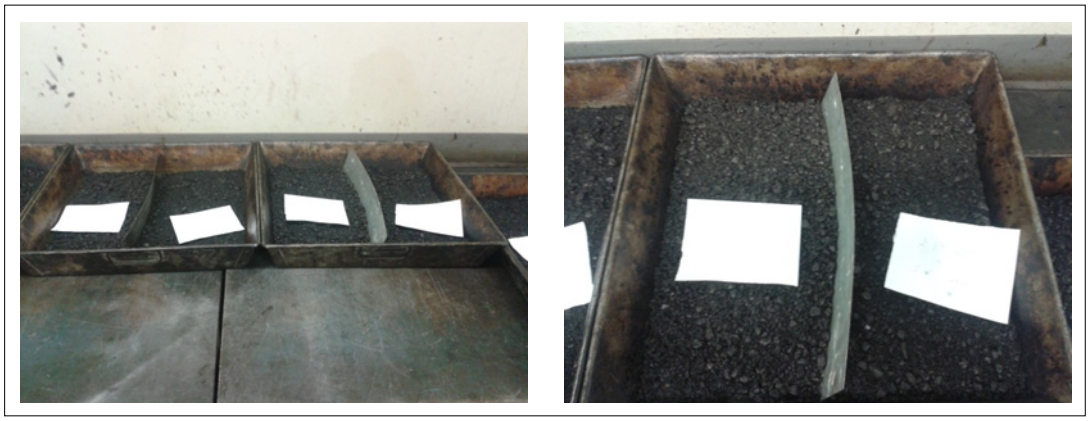


Figure 2.11 Mélanges d'enrobé recyclés à froid traités à l'aide d'une émulsion avec différents pourcentages d'eau du malaxage (eau de prémix)

Tableau 2.4 Résultats de l'évaluation du pourcentage d'eau prémix

Combinaison	**% bit. total**	**% eau**	**% enrobage : > 80 %**
1	2,0	5	Non
2		6	Oui
3		7	Oui
4		8	Oui
5	2,3	5	Non
6		6	Oui
7		7	Oui
8		8	Oui

Comme montre les résultats du Tableau 2.4, la plupart des mélanges obtenus présentent plus que 80 % d'enrobage. La combinaison 2 est retenue vu qu'elle présente un pourcentage d'eau prémix minimal (6%) et un pourcentage du bitume le plus faible (2%).

2.3.1.2 Évaluation du pourcentage d'eau optimal au compactage

Préparation de l'enrobé

Dans cette étape il y a quatre combinaisons à préparer. Un seul pourcentage du bitume résiduel (recommandé par la norme) et quatre pourcentages d'eau de compactage comme montré à la Figure 2.12. La masse de chaque échantillon est entre 1100 et 1200 g.

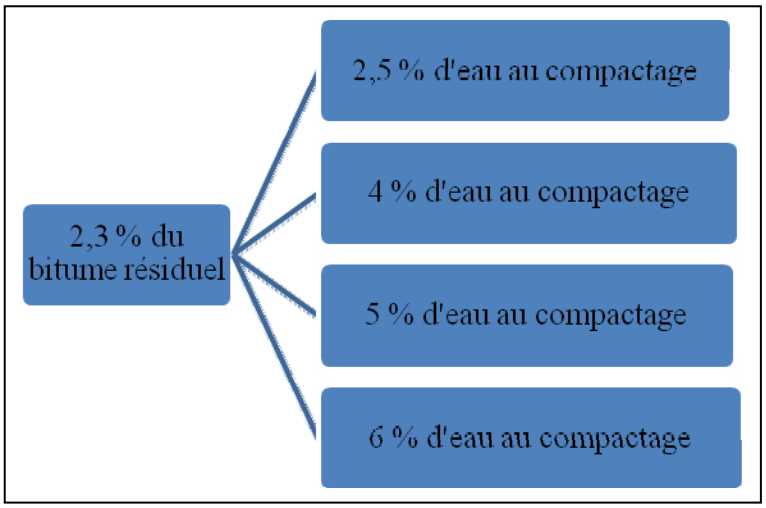


Figure 2.12 Différentes combinaisons pour déterminer le % d'eau au compactage

Le pourcentage d'eau au compactage est évalué en fonction de la densité optimale. Pour cela, trois éprouvettes Marshall ont été préparées pour chaque combinaison. Le pourcentage d'eau prémix utilisé est celui trouvé dans l'étape précédente. Ensuite, chaque mélange a été laissé sécher afin d'avoir le pourcentage d'eau désiré. Dès qu'on atteint la masse d'eau désirée, l'enrobé est mis dans un moule pour fabriquer des éprouvettes Marshall.

Compactage des éprouvettes (LC 26-020)

Le compactage des éprouvettes d'essais est réalisé à l'aide du marteau Marshall (Figure 2.13) selon la norme LC 26-020. La quantité d'enrobé préparée pour chaque éprouvette est déposée dans un moule. Deux disques du papier sont introduits au fond du moule et à la face supérieure de l'enrobé pour faciliter le démoulage. Après avoir introduit le matériau dans le moule, à l'aide d'une spatule, on applique 15 coups sur les côtés du moule et 10 coups au centre permettant le montage du marteau. Le compactage des éprouvettes se fait en appliquant une série de 50 coups sur chaque face du moule. Les éprouvettes fabriquées sont laissée curer.

Figure 2.13 Marteau Marshall

La cure des éprouvettes

Après compactage, les éprouvettes Marshall sont conservées dans les moules pendant 24 h à la température ambiante de façon à permettre une ventilation égale de deux côtés de l'éprouvette comme montre la Figure 2.14.

Figure 2.14 Éprouvettes Marshall
avant démoulage

Après démoulage, les éprouvettes ont été pesées dans l'air et dans l'eau pour déterminer la densité brute de l'enrobé avant d'être laissées pendant une autre 24 h dans l'étuve à 38 °C afin de compléter leur cure (Figure 2.15). Le démoulage est fait à l'aide d'un piston hydraulique.

Figure 2.15 Éprouvettes après la cure

Densité brute : G (LC 26-040)

La valeur de la densité brute est utilisée pour déterminer le pourcentage des vides dans un enrobé. Le principe de l'essai consiste à peser l'éprouvette dans l'air et dans l'eau, afin de connaitre sa masse et son volume. La valeur de la densité brute est calculée selon l'équation 2.2 :

$$\text{Densité brute} = G = \frac{D}{F-E} \times \frac{d_w}{0{,}99704} \tag{2.2}$$

Avec:

D : masse dans l'air de l'éprouvette sèche (g);

E : masse de l'éprouvette dans l'eau (g);

F : masse dans l'air de l'éprouvette saturée à surface sèche (g);

d_w : masse volumique de l'eau à la température de l'essai (g/cm^3).

Les valeurs de $\frac{d_w}{0{,}99704}$ pour des températures qui varient, entre 20 et 25 °C sont présentées à l'annexe V.

Teneur en eau

Une fois la pesée dans l'air et dans l'eau effectuée, les éprouvettes sont défaites en petits morceaux et séchées dans un four à une température de 93 ± 6 °C pendant 24 h. Elles sont pesées après refroidissement. Ces valeurs servent pour déterminer la teneur en eau des éprouvettes selon l'équation 2.3:

$$\text{Teneur en eau} = K = \left(\frac{D-I}{I}\right) \times (100 + A) \tag{2.3}$$

Avec:

D : masse de l'éprouvette dans l'air (g);

I : masse de l'éprouvette après séchage (g);

A : pourcentage du bitume total dans l'éprouvette (g).

Densité brute sèche

La densité brute sèche est calculée en utilisant l'équation 2.4. Une courbe de la densité brute sèche en fonction de la teneur en eau au compactage permet de choisir la teneur optimale. La teneur retenue est celle qui donne la densité brute sèche la plus importante.

$$\text{Densité brute sèche} = G \times \frac{(100+A)}{(100+A+K)} \tag{2.4}$$

G : la densité brute de l'éprouvette;

A : pourcentage du bitume total dans l'éprouvette (g);

K : la teneur en eau mesurée selon l'équation 2.3.

La courbe de la densité brute sèche en fonction du pourcentage d'eau au compactage (à 25 °C) est présentée à la Figure 2.16 :

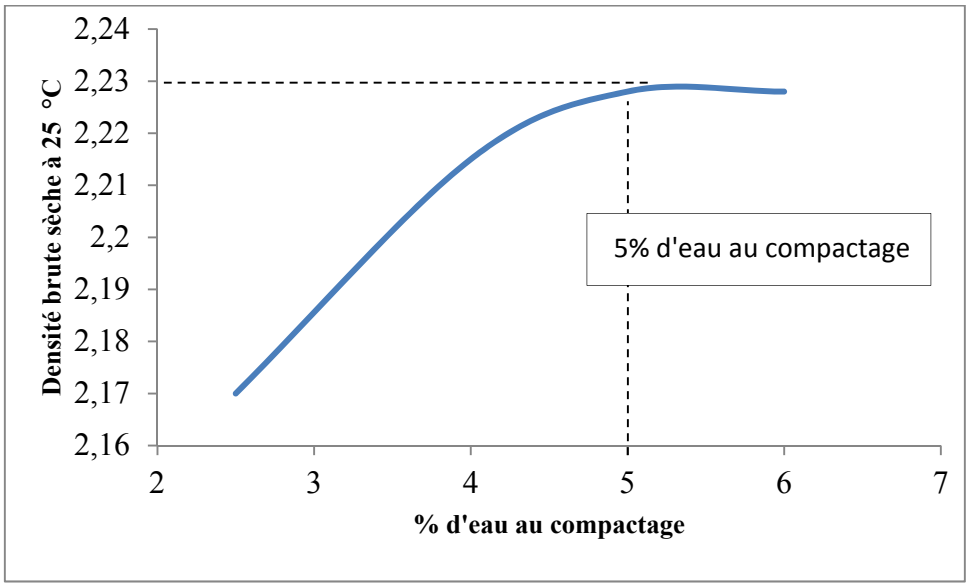


Figure 2.16 Pourcentage optimale d'eau au compactage

Le pourcentage d'eau au compactage retenue est 5% pour une valeur maximale de la densité brute sèche.

2.3.1.3 Évaluation de la teneur optimale du bitume résiduel

La teneur optimale du bitume total permet d'avoir des meilleurs caractéristiques pour l'enrobé. Trois mélanges ont été fabriqués en fonction des trois pourcentages du bitume résiduel et des pourcentages d'eau du malaxage et du compactage trouvés précédemment (Figure 2.17). La quantité du bitume totale existant dans notre mélange est la somme de la quantité du bitume résiduel ajouté avec la quantité du bitume qui provient des matériaux recyclés.

La méthode de formulation LC 26-002 nous recommande de tester quatre pourcentage du bitume résiduel. Par contre nous avons choisi de fixer juste trois, car d'après les formulations faites avant dans notre laboratoire (LCMB), les pourcentages qui sont moins de 3 % ou bien au-delà de 6% ne va pas donner des bons résultats.

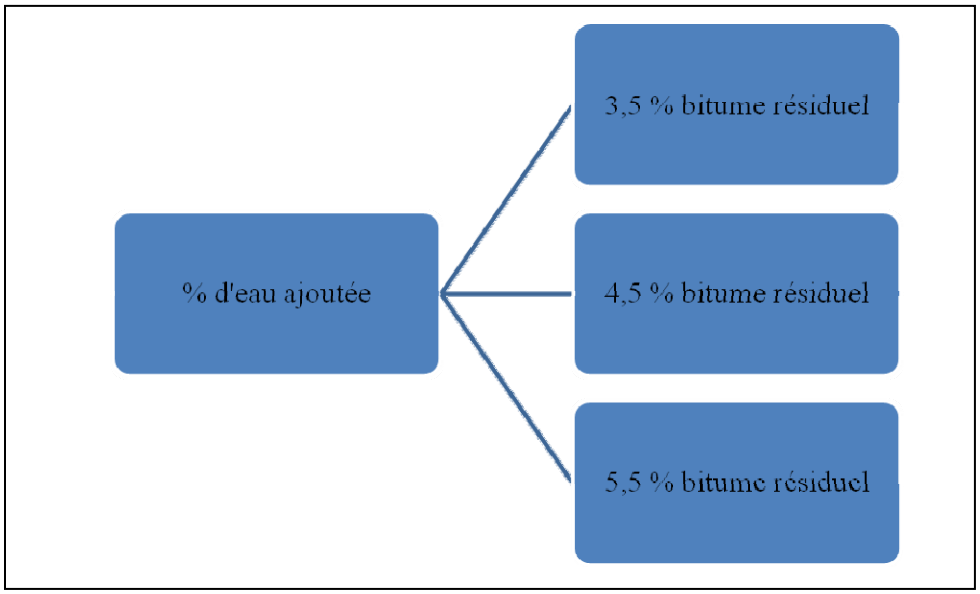


Figure 2.17 Différentes combinaisons pour déterminer la teneur en bitume résiduel

Six éprouvettes Marshall ont été préparées pour chaque combinaison. Les trois premières éprouvettes sont utilisées pour calculer la densité brute, la stabilité modifiée initiale, la densité brute sèche, la teneur en eau, la densité maximale (décrites au paragraphe 2.3.1.3) et les pourcentages des vides dans l'éprouvette. Les trois éprouvettes restantes sont utilisées pour calculer la stabilité modifiée initiale après saturation et immersion sous vide.

Les Tableaux 2.5 et 2.6 présentent respectivement les valeurs des densités brutes et la teneur en eau en fonction de la teneur en bitume résiduel. La Figure 2.18 présente la courbe de la densité brute sèche en fonction de la teneur en bitume résiduel.

Tableau 2.5 Densité brute en fonction de la teneur en bitume résiduel

	3,5%			**4,5%**			**5,5%**		
	Essai1	**Essai2**	**Essai3**	**Essai1**	**Essai2**	**Essai3**	**Essai1**	**Essai2**	**Essai3**
D (g)	1093,1	1127,5	1159,9	1105,6	1092,8	1079,7	1095,5	1026,3	1038,0
F (g)	1096,4	1131,9	1164,0	1109,8	1095,9	1081,9	1101,7	1030,1	1040,6
E (g)	608,1	631,4	647,4	611,4	610,7	601,7	599,9	563,6	572,9
G	2,24	2,25	2,25	2,22	2,25	2,25	2,18	2,20	2,22
G_{moy}	2,25			2,24			2,20		

D= masse de l'éprouvette dans l'air; E= masse de l'éprouvette dans l'eau; F= masse dans l'air de l'éprouvette saturée à surface sèche; G= densité brute.

Tableau 2.6 La teneur en eau en fonction de la teneur en bitume résiduel

	Essai1	**Essai2**	**Essai3**	**Essai1**	**Essai2**	**Essai3**	**Essai1**	**Essai2**	**Essai3**
D (g)	1093,1	1127,5	1159,9	1105,6	1092,8	1079,7	1095,5	1026,3	1038,0
I (g)	1363,0	1385,3	1443,8	1356,6	1340,4	1368,0	1395,0	1321,3	1327,8
J (g)	279,2	277,3	294,6	291,4	262,4	279,4	304,1	298,8	294,4
A (%)	3,5			4,5			5,5		
K	0,89	1,76	0,93	3,96	1,37	-0,82	0,44	0,37	0,45
K_{moy}	1,19			2,67			0,41		

I= masse de l'éprouvette après séchage; J= masse du récipient; A= pourcentage de bitume total dans l'éprouvette.

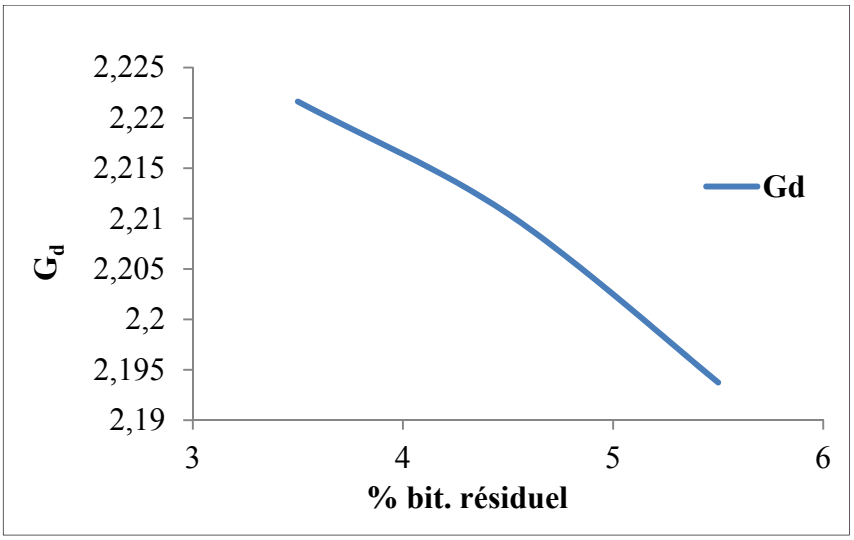


Figure 2.18 Densité brute sèche en fonction de la teneur en bitume résiduel

Densité maximale (LC 26-045)

La densité maximale permet de calculer le pourcentage des vides dans l'enrobé et la masse nécessaire pour fabriquer une éprouvette de PCG et une plaque de LCPC. Elle peut être déterminée en mettant le mélange d'enrobé sous un vide partiel pour chasser l'air emprisonné dans l'échantillon. Ensuite, on mesure cette masse et celle d'un égal volume d'eau. La densité maximale est calculée en utilisant l'équation 2.5:

$$D_{mm} = \frac{A}{A+D-E} \tag{2.5}$$

Où :

A : masse de l'échantillon sec dans l'air (g).

D : masse du récipient rempli d'eau à 25 °C (g.).

E : masse de l'échantillon + récipient rempli d'eau à 25 °C (g.)

Le Tableau 2.7 contient les valeurs de la densité maximale en fonction de la teneur en bitume résiduel.

Tableau 2.7 Les valeurs de la densité maximale en fonction du pourcentage de bitume résiduel

	3,5%			**4,5%**			**5,5%**		
	Essai1	**Essai2**	**Essai3**	**Essai1**	**Essai2**	**Essai3**	**Essai1**	**Essai2**	**Essai3**
A (g)	1084,7	1108,3	1150,5	1066,5	1079,9	1090,5	1094,5	1024,7	1036,5
D (g)	5686,1	5678,8	5677,7	5682,4	5682,4	5678,8	5686,3	5682,4	5686,3
E (g)	6364,1	6347,8	6391,6	6334,6	6343,5	6346,2	6307,0	6347,1	6304,1
D_{mm}	2,6	2,5	2,6	2,5	2,5	2,5	2,3	2,8	2,4
Moyenne	2,6			2,5			2,5		
Ecart type	0,035								

A= masse de l'échantillon sec dans l'air; D= masse du récipient rempli d'eau à 25 °C; E= masse de l'échantillon + masse de récipient rempli d'eau à 25 °C.

Détermination du pourcentage des vides

Le pourcentage des vides est calculé en fonction de la valeur de la densité brute et la densité maximale selon l'équation 2.6:

$$\% \text{ vides} = [1 - \frac{\text{densité brute}}{\text{densité maximale}}] \times 100 \qquad (2.6)$$

La Figure 2.19 présente la variation de pourcentage des vides en fonction de la teneur en bitume résiduel.

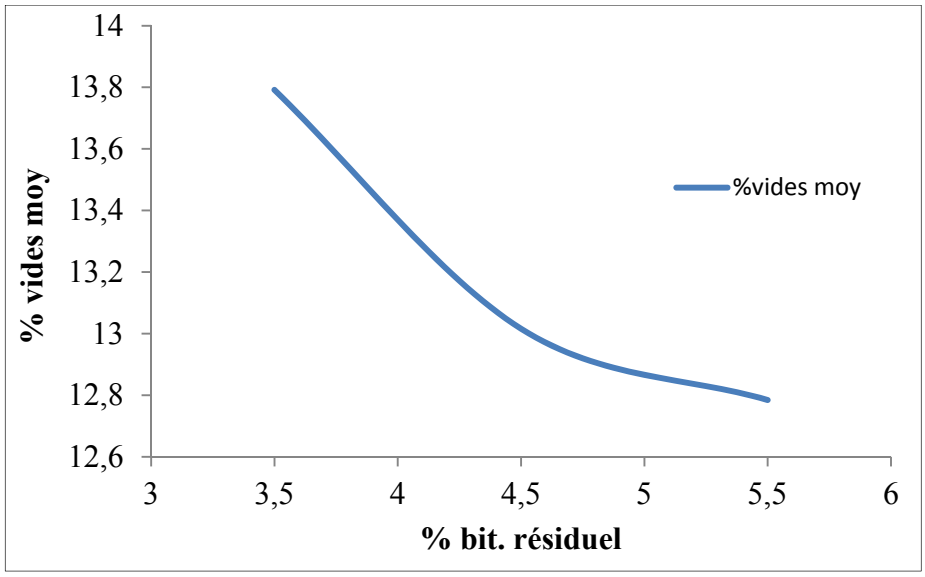


Figure 2.19 Pourcentage des vides maximaux en fonction de la teneur en bitume résiduel

Détermination de la stabilité Marshall (LC 26-006)

Cet essai est utilisé afin de déterminer la résistance à la déformation d'un enrobé bitumineux. Le test est réalisé en exerçant une force de compression à l'aide d'un vérin, sur des éprouvettes placées dans une mâchoire (Figure 2.20). Ensuite, un tableau Excel contient les déformations en fonction de la charge appliquée au cours du temps (Annexe VII).

Figure 2.20 Essai de stabilité Marshall

L'essai de stabilité est appliqué sur des éprouvettes sèches et d'autres, humides, afin de calculer le pourcentage de la perte de stabilité après trempage dans l'eau. La Figure 2.21 présente les courbes de stabilité Marshall sèche et humide en fonction de la teneur en bitume résiduel.

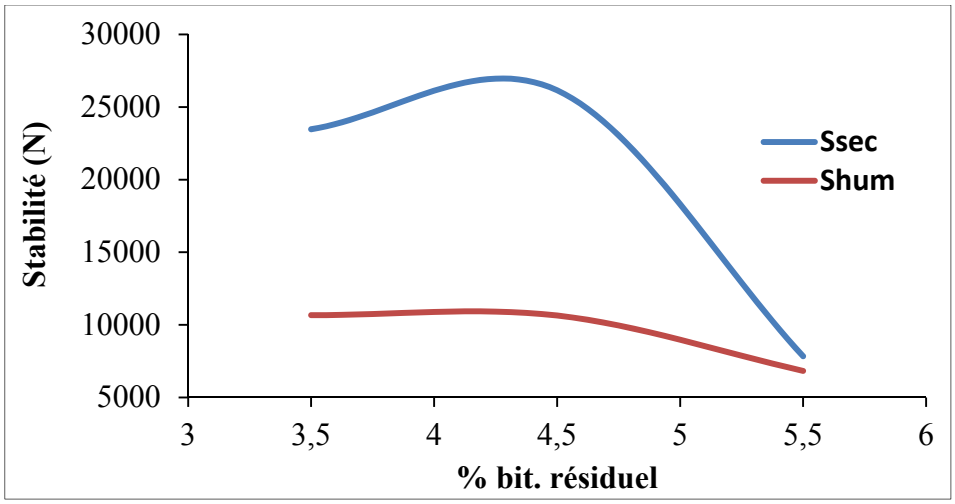


Figure 2.21 Stabilité sèche et humide en fonction de la teneur en bitume résiduel

La perte de stabilité en fonction de la teneur en bitume résiduel est décrite à la Figure 2.22 suivant:

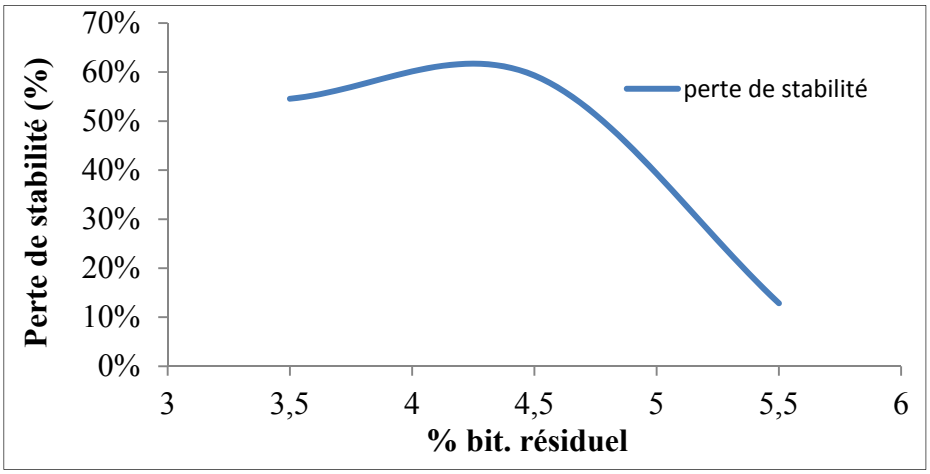


Figure 2.22 Pourcentages de perte de stabilité en fonction de la teneur en bitume résiduel

La teneur en bitume résiduel optimale est choisie en analysant les différentes courbes trouvées. La procédure d'analyse est décrite dans la norme LC 26-002. Le pourcentage du bitume trouvé est égal à 5%.

2.3.1.4 Conclusion-Formulation

Pour les pourcentages d'eau, prémix et de compactage, l'interprétation des résultats est simple. D'autre part, le pourcentage du bitume résiduel optimal est déterminé en fonction des courbes de stabilité sèche et humide ainsi que la courbe de perte de stabilité.

Nous avons trouvé que la courbe de stabilité à sec contient un sommet, pourtant que celle de stabilité humide ne l'a pas. Dans ce cas et d'après la norme LC 26-002, le pourcentage de bitume optimal est celui qui garantit le minimum de perte de stabilité et le maximum de stabilité sec et humide. Les Tableau 2.8 et 2.9 contiennent une synthèse de la formulation:

Tableau 2.8 Caractéristiques de l'enrobé selon la teneur en bitume résiduel

Échantillon	**A**	**B**	**C**
% bitume résiduel	3,5	4,5	5,5
Densité brute	2,25	2,24	2,20
Densité brute sèche	2,22	2,21	2,19
Stabilité sèche (N)	23 470	26 152	16 824
Stabilité humide (N)	10 666	10 642	14 108
% Perte de stabilité	55,0	59,0	16,0
Teneur en eau	1,19	2,66	0,40
Teneur en eau après saturation	9,22	6,65	6,55
% humidité absorbée	8,0	4,0	6,14
% vides totaux maximaux	13,8	13,0	12,8

Tableau 2.9 Synthèse de formulation

Pourcentage d'eau prémix (%)	Pourcentage d'eau de compactage (%)	Pourcentage optimal du bitume résiduel (%)
6	5	5

2.3.2 Effets de l'ajout du régénérant sur le bitume du GBR

L'évaluation de l'effet d'ajout du régénérant sur les propriétés rhéologiques et chimiques du bitume vieilli a été réalisée sur un bitume extrait et récupéré du GBR.

2.3.2.1 Extraction du bitume

L'extraction et la récupération du bitume vieilli du GBR sont réalisées suivant la méthode LC 25-001 à partir du trichloréthylène (Figure 2.23).

Pour 2 kg d'enrobé on ajoute 800 ml de trichloréthylène pour recouvrir la totalité du mélange. La procédure d'extraction doit être faite dans un milieu aéré. L'utilisation d'un masque et d'un aspirateur est recommandée pendant l'essai. Ensuite les déchets des granulats après l'extraction sont mis dans un four avec un système d'aspiration pour dégager l'odeur toxique avant de les jeter. La procédure d'extraction ne doit pas dépasser deux heures pour éviter le risque de modification des propriétés du bitume par le trichloréthylène.

Figure 2.23 Le trichloréthylène

Le mélange du GBR et du trichloréthylène est mis dans un agitateur mécanique pendant 10 min. Ensuite, le mélange est filtré à l'aide de deux tamis de différents diamètres. Le liquide récupéré de l'agitation mécanique est introduit dans une centrifugeuse (Figure 2.24) pendant 10 min à une vitesse de 2000 tr/min pour sédimenter la quantité de fines existante dans le mélange. Ensuite le liquide est introduit dans un ballon afin de commencer la phase de distillation.

Figure 2.24 Centrifugeuse

2.3.2.2 Récupération du bitume

La récupération du bitume se fait à l'aide d'un évaporateur rotatif (Figure 2.25), composé d'un bain à huile pour chauffer le mélange, d'une pompe à vide pour maintenir une pression dans le système inférieure à 10 mm Hg, et d'un refroidisseur maintenu à 4 °C. Le ballon qui contient le liquide tourne (à partir de 35 tr/min) dans le bain d'huile dont la température est fixée au début de l'essai à 50 °C. Après un certain temps, quand les bulles disparaissent dans le ballon, la température du bain est augmentée à 140 °C pour finaliser la procédure.

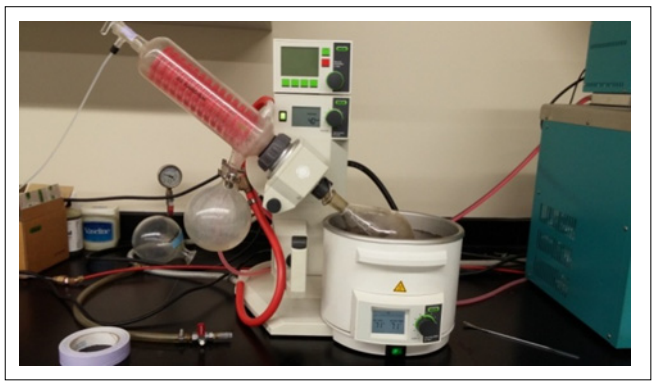


Figure 2.25 Évaporateur rotative

La procédure de récupération est poursuivie jusqu'à la récupération de la totalité du trichloréthylène dans le mélange. Pour vérifier son existence, un essai de spectrométrie FTIR d'une goutte du mélange est recommandé. Si le pic de trichloréthylène (930 cm^{-1}) apparait dans la courbe alors le processus de la récupération n'est pas encore terminé. On peut aussi arrêter la procédure quand on ne voit plus d'écoulement des gouttes du trichloréthylène évaporé.

2.3.2.3 Procédure d'ajout du régénérant dans le bitume vieilli

Le bitume du GBR récupéré est mis dans l'étuve pendant 30 min à 150 °C. Ensuite, 10% du régénérant a été ajouté au bitume en essayant de bien mélanger les deux composants. Ils ont remis de nouveau dans l'étuve pendant 10 à 15 min afin de rediminuer la viscosité du

mélange. Finalement, le coulage du bitume régénéré dans les poutres BBR et les moules DSR doit être le plus rapide possible avant le durcissement du bitume.

2.3.2.4 Essai BBR (Bending Beam Rheometer) (AASHTO TP1)

L'essai BBR (Figure 2.26) est utilisé pour déterminer la température basse du bitume. Il permet de mesurer le module de rigidité S d'une poutre de bitume soumise à une charge constante pendant 60 secondes. En effet, ce test permet d'estimer la température de fissuration du bitume à basse température. L'appareil est composé d'un bain qui contient l'éthanol, un système de refroidissement, une cellule de charge et un système d'acquisition de données.

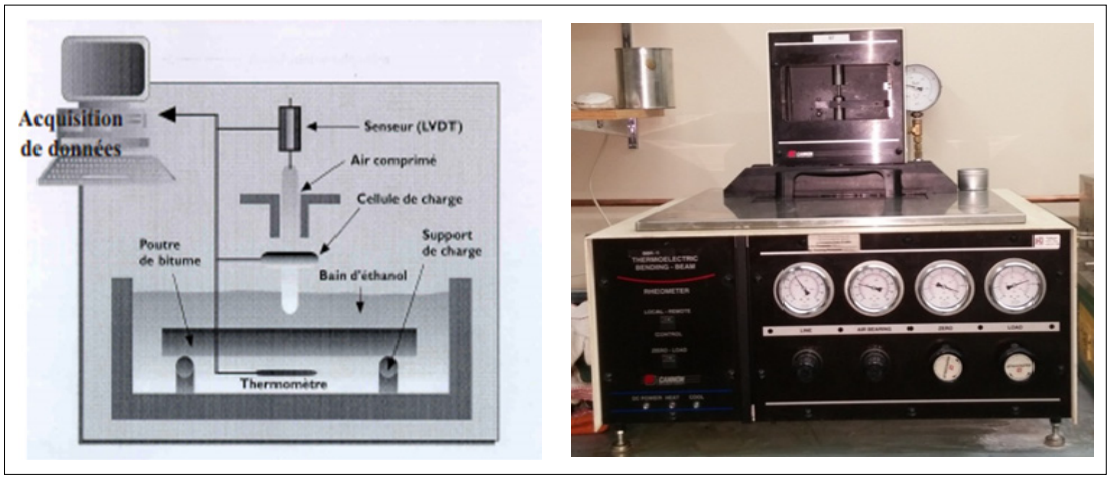


Figure 2.26 Essai BBR

Le bitume est chauffé pendant 20 min à 150 °C, puis coulé dans les moules et laissé refroidir pendant 45 min. Ensuite, les surfaces des poutres sont arasées avec une spatule chaude et laissées pendant 60 min à température ambiante. Avant de commencer le test, les éprouvettes sont plongées dans un bain d'éthanol pendant 60 min à la température d'essai. Les dimensions du moule sont 6,25x12,5x127 mm (Figure 2.27).

Une charge est appliquée au centre de la poutre dans un bain maintenu à la température désirée pour voir la courbure subie par l'échantillon. Pour considérer que notre bitume passe

à certaine température, la valeur de rigidité (*Stiffness*) doit être inférieure à 300 MPa: S ≤ 300 MPa. Et la valeur de la pente de la courbe m, qui représente la vitesse à laquelle le liant bitumineux soulage le stress grâce à l'écoulement plastique, doit être supérieure à 0,300. Ces valeurs sont prises à t= 60 s.

Figure 2.27 Poutre BBR

2.3.2.5 Essai DSR (Dynamic Shear Rheometer) (AASHTO TP5)

L'essai de DSR permet de déterminer la température haute du bitume, c'est-à-dire la température maximale à laquelle le bitume résiste à l'orniérage. Une force de cisaillement est exercée sur un échantillon circulaire du bitume de diamètre 8 mm. Cet appareil (Figure 2.28) nous permet aussi de déterminer le module complexe G* et l'angle de phase δ du bitume.

Figure 2.28 Appareil DSR

La température est fixée à l'aide d'un système d'échauffement de l'eau qui peut atteindre jusqu'à 80 °C. Après la fixation de l'échantillon, un plastique est mis sur la plaque oscillante et déclenche ainsi la pénétration de l'eau chaude pour recouvrir l'échantillon et le maintenir par la suite la température désirée.

Pour fabriquer la pastille de bitume testée au DSR, le bitume est placé dans l'étuve pendant 30 min à une température de 150 °C afin de le ramollir. Ensuite, il est coulé dans un moule de silicone. Dans notre cas nous avons utilisé un moule de 8 mm de diamètre (Tableau 2.10). La géométrie du moule est choisie selon le type de vieillissement (Figure 2.29).

Tableau 2.10 Diamètre du moule en fonction du type de vieillissement

État du bitume	**Diamètre du moule**
original	25 mm
Après vieillissement RTFOT (court terme)	25 mm
Après vieillissement PAV (long terme)	8 mm

Figure 2.29 Différentes moules pour le DSR

Un réglage de l'appareil est fait avant de commencer les tests. La mise à zéro se fait en déplaçant le vérin mobile vers le bas jusqu'à ce qu'il touche la plaque fixe. À cette position, le système détecte le point zéro. Ensuite, l'échantillon a été fixé au-dessous de la plaque supérieure. Dès qu'elle atteint la base, une spatule chaude est utilisée pour araser l'excès du bitume. Les paramètres d'essai comme la fréquence, la température, le nombre d'oscillations et le temps, etc., ont été fixés à l'aide d'un système d'acquisition des données.

2.3.2.6 Spectrométrie FTIR (Fourier Transformed Infra-Red spectroscopy)

L'essai FTIR a été réalisé à l'aide d'un spectromètre de Perkin Elmer (Figure 2.30). Le principe de cet essai est basé sur l’absorption d’un rayonnement infrarouge par le matériau analysé.

Figure 2.30 Spectromètre de Perkin Elmer

Chaque liaison chimique a une vibration caractéristique qui permet d'identifier les groupements fonctionnels présents dans le matériau. Dans le cas du bitume, les pics les plus importants sont 1030 cm^{-1} et 1700 cm^{-1} qui représentent respectivement les groupes S=O et C=O. L'existence de ces deux groupes prouve le vieillissement du bitume.

Trois mélanges sont testés, le bitume vieilli extrait de GBR, le bitume de GBR avec l'ajout de 10 % d'un régénérant, et le bitume extrait d'un mélange de MR-5 stabilisé à l'émulsion avec l'ajout de 10 % du régénérant.

2.3.3 Effets de l'ajout du régénérant sur l'enrobé recyclé à froid

Dans cette partie, des essais mécaniques ont été réalisés afin de mettre en évidence l'influence du régénérant sur les enrobés recyclés à froid.

2.3.3.1 Procédure de l'ajout du régénérant dans les enrobés recyclés à froid

La quantité du régénérant (10 %) est ajoutée aux granulats et puis mélangée pendant 1 min. Une faible quantité de chaux (1%) a été ajoutée afin d'accélérer le temps de cure. Ensuite, la quantité d'eau calculée est ajoutée au mélange suivi d'une minute de malaxage. Finalement, on ajoute l'émulsion du bitume de la même façon. On doit assurer un bon enrobage des granulats sinon on augmente le temps de malaxage. Le processus de cure est un facteur important qui peut influencer sur la réaction entre le régénérant et le bitume vieilli des GBR.

2.3.3.2 Module complexe

Préparation des éprouvettes

Des cylindres d'enrobés recyclés à froid traités à l'aide d'une émulsion de bitume sont fabriqués à l'aide de la PCG (Figure 2.31) afin d'obtenir le même pourcentage des vides dans les différentes éprouvettes de chaque mélange, dans notre cas on a gardé le même nombre des girations (140 girations) pour chaque éprouvette. Ensuite, après la cure du mélange, quatre échantillons de diamètre 80 mm et de 140 mm de hauteur ont été prélevés à partir des

quatre éprouvettes PCG. La surface des éprouvettes doit être bien plane afin d'avoir une bonne qualité du signal lors de l'essai, une scie peut être utilisée dans ce cas.

L'étape de formulation est basée sur la méthode Marshall en utilisant des éprouvettes Marshall. C'est la méthode la plus utilisée au Québec car elle est facile et demande moins de matériaux. Par contre, les échantillons du module complexe E* ont été préparé à l'aide d'un PCG car les éprouvettes Marshall sont trop petites, ce qui présente une grande difficulté pour faire le carottage.

Figure 2.31 Compacteur PCG du LCMB

Ensuite, les éprouvettes sont conservées dans un bac de sable pendant deux semaines à température ambiante du laboratoire (Température = 25 °C, Humidité = 69 %). Cette étape vise à éliminer les risques du fluage de l'éprouvette avant l'essai. La dernière étape est de coller des casques en aluminium aux extrémités de chaque éprouvette à l'aide d'une quantité bien précise d'époxy. Les casques sont utilisés pour la fixation de l'éprouvette dans la presse MTS 810. La quantité d'enrobé nécessaire pour la fabrication d'un échantillon du PCG est calculée en fonction de la densité maximale du notre enrobé selon l'équation 2.7 suivante:

$$M = D_{mm} \times 1\frac{g}{cm^3} \times \frac{\pi \times \emptyset^2 \times h}{4 \times 1000\ mm^3/cm^3} \tag{2.7}$$

Avec:

D_{mm} : la densité maximale du mélange;

h : la hauteur minimale de l'éprouvette;

Ø : le diamètre de l'éprouvette.

Essai du module complexe

Le module complexe E* décrit la réponse d'un matériau viscoélastique (l'enrobé bitumineux) suite à des chargements cycliques. La déformation générée est en fonction du temps de chargement et est différée dans le temps, ensuite la valeur du module complexe varie en fonction de la température.

La détermination du module complexe se fait à l'aide d'une presse MTS 810 du LCMB (Traction-Compression directe), sur des éprouvettes cylindriques fabriquées suivant la norme LC 26-690 «Fabrication d'éprouvettes cylindriques d'enrobé pour les essais en traction-compression directe». Le principe de l'essai est d'appliquer une contrainte axiale en traction et compression directe cyclique. Ensuite, la déformation est mesurée en trois points à l'aide des trois extensomètres placés à 120 ° l'un par rapport à l'autre tout autour de l'éprouvette cylindrique. La moyenne de ces trois valeurs, obtenue par chaque extensomètre, est retenue par la suite. Six températures et cinq fréquences ont été utilisées dans notre essai : -25, -15, -5, +5, +15, +25 °C et 3, 1, 0,3, 0.1, 0.03 Hz. Les résultats obtenus permettent de tracer la courbe de Black et la courbe maîtresse de E*.

2.3.3.3 Orniérage

Fabrication des plaques d'orniérages

La fabrication de ces plaques est faite à l'aide d'un compacteur LCPC (Figure 2.32) suivant la norme LC 26-400. Une quantité précise d'enrobé, calculée en fonction de la densité maximale de l'enrobé utilisé, est compactée dans une moule rectangulaire à l'aide d'une roue avec une charge pneumatique par des mouvements de va-et-vient sur le côté gauche, droit, et au centre afin d'obtenir une plaque d'enrobé d'épaisseur de 100 mm pour les enrobés recyclés.

La quantité d'enrobé nécessaire pour fabriquer une plaque d'orniérage se calcule en fonction de la densité maximale du notre mélange et les dimensions de la plaque selon l'équation 2.8 suivante:

$$M = \frac{L \times l \times h \times D_{mm} \times \%_{vides}}{100} \times \frac{1\ g}{cm^3} \tag{2.8}$$

Avec:

L : longueur de la plaque;

l : largeur de la plaque;

h : épaisseur de la plaque;

Dmm : densité maximale du mélange;

% vides : pourcentage des vides dans l'enrobé.

Figure 2.32 Compacteur LCPC du LCMB

Test d'orniérage

Cet essai est fait pour évaluer la résistance à la déformation permanente d'un enrobé à haute température. Deux plaques sont préparées pour chaque mélange. L'essai est réalisé dans une chambre fermée à température constante à l'aide d'une charge roulante de 5000 N. Dans notre cas, le test est fait à 40 °C pour éviter les déformations dans les granulats de GBR. Une prise des hauteurs initiales (avant essai) dans chaque plaque à 15 points différents, ont été

prélevées (Figure 2.33). Les profondeurs d'ornière sont prélevées pour différent nombre de cycles, afin de tracer la courbe décrivant la déformation en fonction du nombre de cycles.

Ensuite, une moyenne de ces mesures est calculée. Ces valeurs seront présentées sous forme du pourcentage de profondeur d'ornière en fonction du nombre de cycles. La première étape est d'appliquer 1000 cycles à froid. Un cycle comporte un aller et retour de la charge pneumatique sur la surface de la plaque. Les valeurs seront par la suite prises après 1 000, 3 000, et 30 000 cycles à 40 °C. Ces mesures permettent de comprendre l'évolution de la résistance à l'orniérage d'un enrobé bitumineux. L'essai est adapté à la norme LC 26-410 «Résistance à la déformation des enrobés à l'essai d'orniérage».

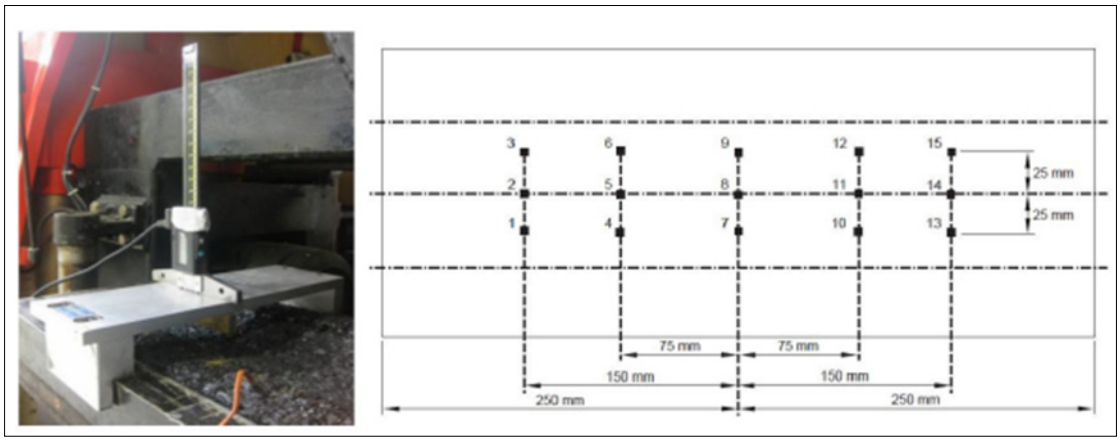


Figure 2.33 Gabarit pour les prises de mesures de la profondeur d'ornières
Tirée de Marcotte (2013)

2.3.3.4 Synthèse des essais

La partie expérimentale a consisté en une réalisation d'une série d'essais sur deux échelles: le liant seul et sur l'enrobé bitumineux. Les différents tests effectués sont récapitulés dans les deux tableaux les suivants:

Tableau 2.11 Plan d'essai sur le bitume

Essai sur le bitume									
Chauffage du bitume		essai	Préparation des poutres et des pastilles pour l'essai de DSR						
			Durée des principales étapes						
Temps (min)	T (°C)		Coulage	Refroidis-sement	Arrage	Attente	Congélation	Démoulage	Bain[1]
30	150	BBR	Après chauffage	45 min	oui	60 min	10 min	A la sortie du congélo	60 min
		DSR	Après chauffage	20 min	n/a	0 min	8 min	n/a	Commencer l'essai

Procédure d'ajout du régénérant dans le bitume					
Chauffage		Ajout	chauffage		Coulage
Temps	T°C	10% de régénérant ajout dans le bitume chaud tout en malaxant	Temps	T°C	Préparation des poutres et des pastilles pour l'essai DSR
30 min	150		10 min	150	

[1] Conditionnement dans un bain à la température d'essai

Tableau 2.12 Plan d'essai sur les enrobés

<table>
<tr><th colspan="12">Essai sur l'enrobé</th></tr>
<tr><th colspan="2">Malaxage</th><th>Essai</th><th colspan="3">Compactage</th><th colspan="3">Cure</th><th colspan="2">Essai module</th></tr>
<tr><td>étape</td><td>Temps</td><td rowspan="4">Module complexe</td><td colspan="3" rowspan="4">éprouvettes PCG avec 140 girations</td><td>Temps (jrs)</td><td>Température (°C)</td><td>Humidité (%)</td><td>Température (°C)</td><td>Fréquence</td></tr>
<tr><td>Ajout de 10% de régénérant</td><td>1 min</td><td rowspan="3">30</td><td rowspan="3">25</td><td rowspan="3">69</td><td rowspan="3">25; 15; 5; -5; -15; -25</td><td rowspan="3">3,0; 1,0; 0,3; 0,1; 0,03</td></tr>
<tr><td>1% de la chaux</td><td>1 min</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Ajout de 6% d'eau</td><td rowspan="2">1 min</td></tr>
<tr><td rowspan="4">Orniérage</td><td colspan="3">Plaques d'orniérage</td><td>temps (h)</td><td colspan="2">Température (°C)</td><td colspan="2">Essai d'orniérage</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Ajout de 5% du bitume total</td><td rowspan="2">2 min</td><td>H (mm)</td><td>L (mm)</td><td>l (mm)</td><td>24</td><td colspan="2">25</td><td>température d'essai</td><td>Nbre des cycles</td></tr>
<tr><td>100</td><td>500</td><td>180</td><td>24</td><td colspan="2">38</td><td>40 °C</td><td>30 000</td></tr>
</table>

CHAPITRE 3

PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux. Ces résultats sont ensuite analysés afin de comprendre l'effet de l'ajout du régénérant sur la rhéologie du bitume vieilli et sur les enrobés recyclés à froid traités à l'aide d'une émulsion de bitume.

3.1 Évaluation de l'effet du régénérant sur le bitume vieilli

Le régénérant est utilisé pour diminuer la viscosité du bitume vieilli et pour lui redonner ses caractéristiques initiales. À cet effet, l'objectif de cette partie consiste à évaluer l'influence de l'ajout du régénérant sur les propriétés mécaniques et chimiques du bitume vieilli.

3.1.1 Influence du régénérant sur les propriétés rhéologiques du bitume vieilli

Dans cette section, on présente l'influence de l'ajout du régénérant sur les propriétés mécaniques (BBR et DSR) du bitume vieilli. Pour présenter les résultats, une comparaison entre les propriétés du bitume vieilli, le bitume avec 10 % de régénérant et le bitume extrait d'un mélange de MR-5 régénéré que nous avons confectionné en laboratoire sera introduite. Le pourcentage du régénérant a été choisi en se basant sur la littérature (Zaumanis et al., 2014a) qui prouvent que le pourcentage optimal est entre 10 et 15%.

3.1.1.1 Effet sur la température basse du bitume: BBR

Deux essais sont effectués pour chaque température d'essais, et trois mélanges ont été testés: bitume vieilli extrait du GBR, bitume vieilli avec l'ajout de 10 % du régénérant et enfin un bitume extrait d'un enrobé de MR-5 régénéré.

Les Tableaux 3.1, 3.2 et 3.3 présentent, respectivement, les valeurs du module de rigidité (S_{60}) ainsi que la pente m_{60} pour le bitume du GBR, le bitume du GBR avec 10% du régénérant et le bitume extrait d'un mélange de MR-5 régénéré.

Tableau 3.1 Valeurs de S60 et m60 du bitume du GBR

	S_{60} (MPa)			**m_{60}**		
Température d'essai (°C)	**Essai#1**	**Essai#2**	**Moyen**	**Essai#1**	**Essai#2**	**Moyen**
-12	55,8	61,6	58,7	0,408	0,397	0,403
-18	133	121	127	0,367	0,357	0,362
-24	301	n/a	301	0,292	n/a	0,292

Tableau 3.2 Valeurs de S_{60} et m_{60} du bitume du GBR après l'ajout d'un régénérant

	S_{60} (MPa)			**m_{60}**		
Température d'essai (°C)	**Essai#1**	**Essai#2**	**Moyen**	**Essai#1**	**Essai#2**	**Moyen**
-24	109	146	127,5	0,325	0,333	0,329
-30	248	298	273	0,329	0,277	0,303
-36	814	789	801,5	0,191	0,2	0,1955

Tableau 3.3 Valeurs de S_{60} et m_{60} du bitume extrait du mélange de MR-5 avec ajout du régénérant confectionné en laboratoire

	S_{60} (MPa)			**m_{60}**		
Température d'essai (°C)	**Essai#1**	**Essai#2**	**Moyen**	**Essai#1**	**Essai#2**	**Moyen**
-24	218	224	221	0,346	0,342	0,344
-30	451	459	455	0,271	0,277	0,274

La valeur exacte de la température basse du bitume est déterminée selon les équations 3.1 et 3.2

$$T_b\ (S_{60}) = T1 + ((T2-T1)*((\log(300)-\log(S1))/(\log(S2)-\log(S1)))) \quad (3.1)$$

$$T_b\ (m_{60}) = T1 + ((T2-T1)*((0{,}3-m_1)/(m_2-m_1))) \quad (3.2)$$

Avec T1 et T2 qui sont les températures maximales et minimales pour chaque mélange et (S1; m1) et (S2; m2) qui sont les couples de rigidité et de la pente corresponds. Le Tableau 3.4 présente les résultats du calcul pour chaque température.

La valeur de la température basse T_b finale est égale au minimum de valeur absolu des deux valeurs trouvées en retranchant 10 °C (Figure 3.1).

Tableau 3.4 Valeurs finales des températures basses

Mélange	**T_b(S60) (°C)**	**T_b(m60) (°C)**	**$T_b$final (°C)**
Bitume du GBR	-24,0	-23,3	- 33,3
Bitume du GBR + 10% régénérant	-30,5	-30,2	- 40,2
Bitume extrait du MR-5 régénéré	-26,5	-27,8	- 37,8

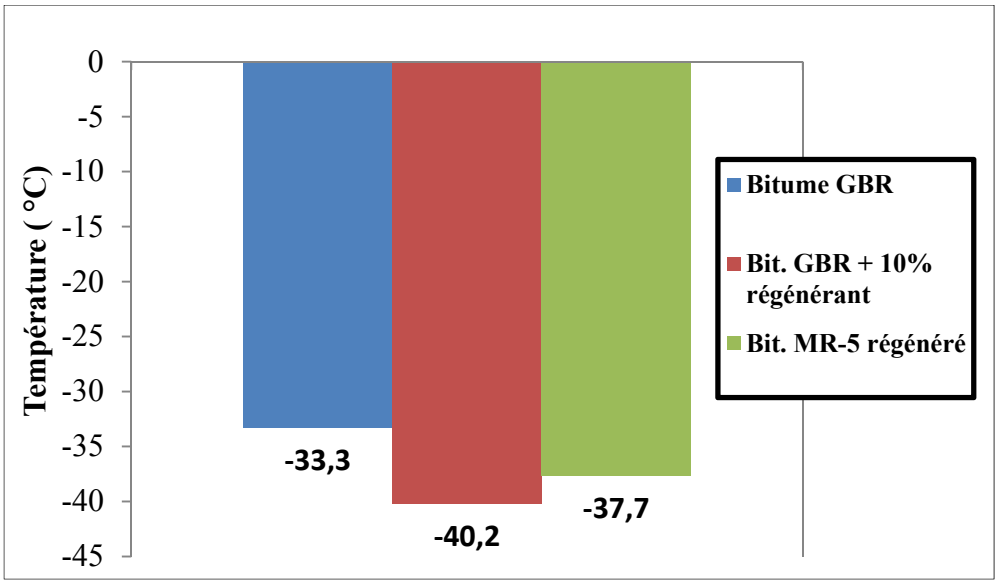


Figure 3.1 Valeurs de T_b pour les différents mélanges

En observant les résultats de T_b présentés à la Figure 3.1, on peut constater que le bitume vieilli du GBR présente la valeur de température la plus élevée (-33,3 °C), dû à sa forte rigidité et sa grande viscosité. L'ajout de 10% du régénérant au bitume vieilli permet de réduire sa viscosité aux basses températures. En effet, la valeur de Tb (-40,2°C) du bitume de GBR avec l'ajout d'un régénérant est baissée d'environ 20 % par rapport à celle du bitume du GBR.

D'autre part, la comparaison des Tb entre le bitume du GBR incorporant 10 % d'un régénérant et le bitume extrait de MR-5 régénéré montre que ce dernier présente une valeur de température légèrement plus élevée (-37,7°C). Ce résultat peut être expliqué en partie par l'oxydation subie par le mélange d'enrobé régénéré lors de période de la cure. En effet, le mélange a été exposé à l'air libre pendant environ trois semaines à la température ambiante avant de faire l'extraction. Par contre, dans le cas du bitume vieilli avec 10 % du régénérant les tests sont effectués directement. Une autre explication peut conduire à ce résultat présenté. Il est possible qu'il n'y ait que de faibles interactions entre le bitume vieilli régénéré et le nouveau bitume ajouté.

3.1.1.2 Effet sur la température haute du bitume: DSR

L'essai de DSR permet d'évaluer la résistance du bitume à haute température. Avec le BBR, ces deux tests sont utilisés pour déterminer la zone utile de température où le bitume présente des propriétés mécaniques acceptables (PG : le grade de performance).

Les Tableaux 3.5, 3.6 et 3.7 présentent les valeurs de G*/sinδ en fonction de la température des trois mélanges testés. Trois essais ont été faits pour chaque mélange afin d'avoir une meilleure précision.

Tableau 3.5 Résultats des essais de DSR sur le bitume du GBR

Température (°C)	G*/sinδ (kPa)	δ (°)	% def
70	6,86	69,6	10,0
76	3,57	71,7	10,0
82	1,87	74,1	10,0

Tableau 3.6 Résultats des essais de DSR sur le bitume du GBR avec 10 % du régénérant

Température (°C)	G*/sinδ (kPa)	δ (°C)	% def
70	2,96	73,1	10,0
76	1,70	74,7	10,0

Tableau 3.7 Résultats des essais de DSR sur le bitume extrait du MR-5 régénéré

Température (°C)	G*/sinδ (kPa)	δ (°C)	% def
60	2,92	80,4	7,7
66	1,36	82,6	16,4

La valeur exacte de la température haute du bitume est déterminée selon l'équation 3.3:

$$T_e = T1 + ((T2-T1)*((\log(2,2)-\log(G1^*/\sin\delta 1))/(\log(G2^*/\sin\delta 2)-\log(G1^*/\sin\delta 1))) \quad (3.3)$$

Avec T1 et T2 sont les températures maximales et minimales pour chaque mélange et (G1*/sinδ1; G2*/sinδ2) sont les rapports entre le module G* et l'angle de phase δ qui corresponds. La Figure 3.2 présente les résultats de calcul de température pour chaque mélange.

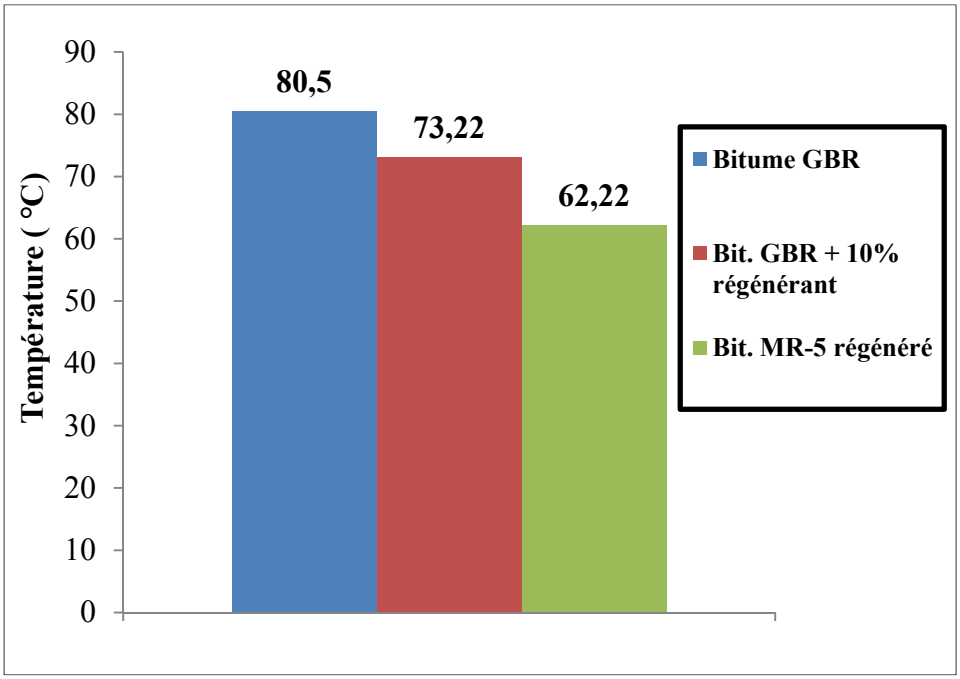


Figure 3.2 Valeurs de T_e pour les différents mélanges

La comparaison entre les différents résultats présentés à la Figure 3.2 montre que le bitume de GBR résiste à plus haute température (80,5 °C). À cause de l'oxydation, le bitume vieilli présente une forte viscosité et une grande rigidité. L'ajout du régénérant provoque une diminution de la résistance du bitume au cisaillement à haute température. Cette variation est expliquée par la diminution de la viscosité du bitume vieilli suite à l'ajout du régénérant. En effet le bitume retrouve une partie de son caractère viscoélastique

Par ailleurs, la différence trouvée entre le bitume du GBR après l'ajout de 10% d'un régénérant et le bitume extrait d'un mélange de MR-5 régénéré est expliquée par les faibles interactions entre le vieux bitume et le régénérant d'une part et le nouveau bitume provenant

de l'émulsion d'autre part. En effet, la viscosité de nouveau bitume sera la plus faible atteignant 62 °C.

Ensuite, en se référant aux chartes de mélange (Carter, 2005), le PG final d'un mélange de deux bitumes différents peut être obtenu en effectuant une itération linéaire entre les PG des deux bitumes. Dans ce cas si, le PG du GBR avant régénération est de 80,5 ^{o}C, et celui du bitume de l'émulsion est de 58 ^{o}C ce qui donne un PG final de 69,7 ^{o}C. En comparant cette valeur avec celle du MR5 régénéré (62.2 ^{o}C selon la Figure 3.2), il est clair que le régénérant fonctionne. Il est également intéressant de noter que l'impact du régénérant est similaire pour les deux manières de l'ajouter. En effet, lors de l'ajout du régénérant au bitume extrait du GBR, une baisse du PG de 7,3 ^{o}C a été noté, et dans le cas de l'ajout du régénérant au MR5 avant extraction, la baisse du PG est de 7,5 ^{o}C.

3.1.1.3 Effet sur la susceptibilité thermique du bitume

L'écart entre la température haute et basse du grade de performance des bitumes peut être considéré comme une évaluation de sa sensibilité thermique. Plus cette plage est grande, plus l'étendue des températures auxquelles ce bitume se comporte comme souhaité est grande. Le Tableau 3.8 montre l'écart entre la température haute et basse pour les trois bitumes testés.

Tableau 3.8 Écarts de température entre la valeur haute et basse du PG

Mélange	**Écart (H-L) ^{o}C**
Bitume du GBR	113,8
Bitume du GBR + 10% régénérant	113,4
Bitume extrait du MR-5 régénéré	100,0

Les résultats du Tableau 3.8 montrent bien que le régénérant est plus efficace directement sur le bitume des GBR que lorsqu'introduit dans les MR-5. Il est aussi intéressant de constater

que l'ajout de régénérant ne change pas l'écart des valeurs du grade de performance, mais que cet écart est décalé vers des températures plus basses (73,2°C à -40,2°C comparativement à 80,5°C à -33,3°C).

3.1.2 Influence du régénérant sur la structure chimique du bitume vieilli

La spectrométrie FTIR est un essai permettant d'identifier les groupements chimiques existant dans les matériaux testés. L'analyse chimique du bitume vieilli et du bitume avec régénérant consiste à déterminer l'influence du régénérant sur la structure chimique du bitume vieilli et sa capacité à réduire les pics d'oxydation. Les courbes spectrométriques du bitume de GBR, du bitume vieilli avec régénérant et du régénérant sont présentés dans la Figure 3.3.

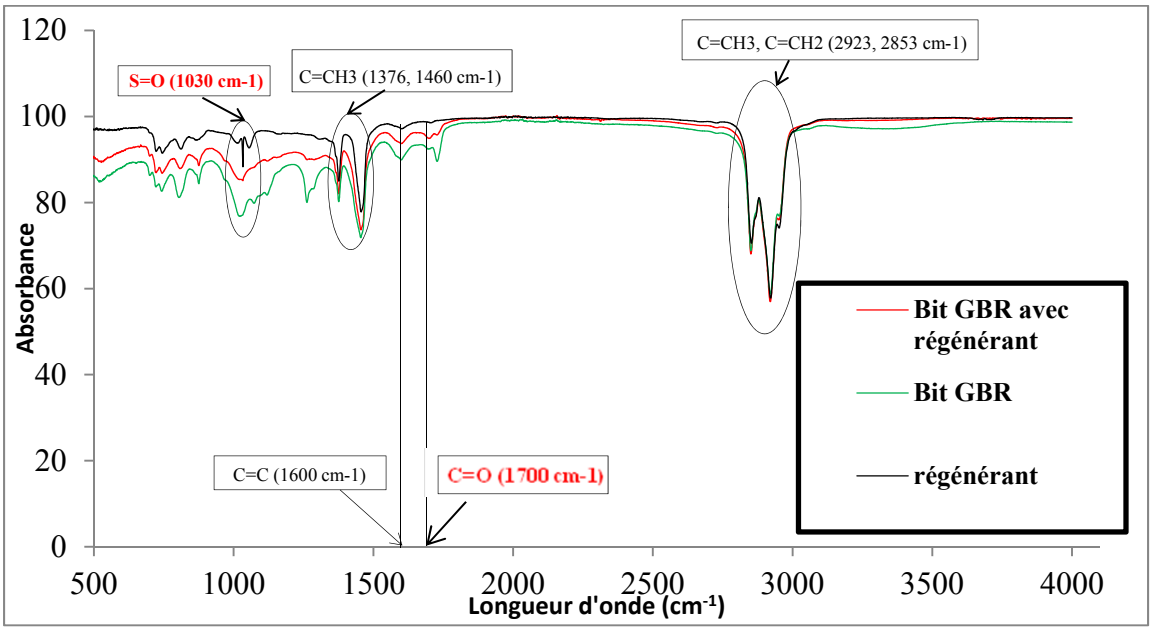


Figure 3.3 Comparaisons entre l'analyse spectrale de trois mélanges du bitume

Les résultats présentés à la Figure 3.3 montrent la présence des pics des groupements carbonyles et sulfoxydes dans le cas du bitume vieilli de GBR. L'intensité et la largeur de ces pics décrivent le degré d'oxydation du bitume.

Les pics d'Aromatiques C=C (1600 cm^{-1}) indiquent la présence des aromatiques naphténiques et les particules lourdes telles que les résines et les asphaltènes. L'aromaticité du bitume augmente avec le vieillissement dans les conditions du laboratoire comme dans celles du chantier (Lamontagne et al., 2001; Mouillet et al., 2008). Les pics d'aliphatiques (2923 et 2853 cm^{-1}) sont presque les mêmes pour les trois mélanges. Les aliphatiques asymétriques (1376 et 1460 cm^{-1}) sont faiblement influencés par le vieillissement.

Ces résultats montrent que le bitume du GBR présente les pics d'oxydations les plus intenses et les plus larges par rapport au régénérant et au bitume régénéré. Après l'ajout de 10 % du régénérant, on peut observer clairement une diminution de l'intensité des groupes carbonyle (1376 cm^{-1}) et sulfoxyde (1030 cm^{-1}) et donc une réduction de degré d'oxydation et de la viscosité du bitume vieilli.

La composition du bitume est un autre facteur très important qui peut influencer sur la réaction entre le bitume et le régénérant. Normalement il y aura toujours une réaction, mais c'est le degré de compatibilité qui diffère selon la structure chimique du bitume. Même chose si on change le pourcentage du régénérant ajouté, par contre un fort pourcentage peut causer une dilution du bitume avec une très faible viscosité.

La littérature montre que la concentration d'asphaltènes dans le bitume est la responsable de la rigidité du bitume. Par contre, les résultats trouvés peut être expliqué par la formation des molécules de maltène et non pas d'une transformation des asphaltènes en maltènes. En effet, cela permet de corriger le ratio asphaltène/maltène. Un essai de fractionnement SARA peut aider à vérifier cette hypothèse.

3.2 Influence du régénérant sur les propriétés mécaniques des enrobés recyclés

Les propriétés mécaniques de l'enrobé sont principalement influencées par les propriétés mécaniques du bitume. En effet, le comportement viscoélastique et la structure chimique du bitume sont responsables de la résistance aux déformations de l'enrobé. Toutefois, les interactions entre le bitume et les granulats constituent un facteur important qui devrait être pris en considération dans l'analyse mécanique des enrobés bitumineux recyclés. Dans cette

section, nous allons traiter l'influence de l'ajout du régénérant sur les propriétés mécaniques de l'enrobés (module complexe et orniérage).

Le contrainte qu'on peut trouver avec les enrobés à froid c'est la faible température de fabrication. À cette température, la réaction entre le régénérant et le bitume vieilli de GBR peut être faible car ce dernier reste solide. Par contre dans le cas des enrobés recyclés à chaud, la grande température de chauffage facilite le mélange entre le bitume et le régénérant.

3.2.1 Effet du régénérant sur le module complexe de l'enrobé recyclé (E*)

Le module complexe (E*) donne une idée quant à la rigidité de l'enrobé sous l'action d'un chargement cyclique en petites déformations. Des tests de traction-compression d'un enrobé recyclé et d'un enrobé recyclé avec régénérant tous deux traités à l'aide d'une émulsion de bitume ont été effectués en utilisant une presse MTS du LCMB de l'ÉTS. Les Figures 3.4 et 3.5 présentent les courbes d'isothermes des deux enrobés testés. Il est à noter qu'une seule éprouvette a été testée pour chacun des deux enrobés. Les indices de qualité, soit les indicateurs qui permettent d'évaluer si l'essai s'est déroulé correctement et si on peut se fier aux résultats, ont tous été acceptables, soit en dessous de la limite maximale qui est établie à 15% au LCMB.

Pour réaliser l'essai des éprouvettes PCG ont été préparés en gardant le même nombre de giration afin de garantir le même pourcentage des vides dans nos échantillons. Après, une carotte de diamètre 80 mm a été pris à partir de chaque cylindre PCG préparé.

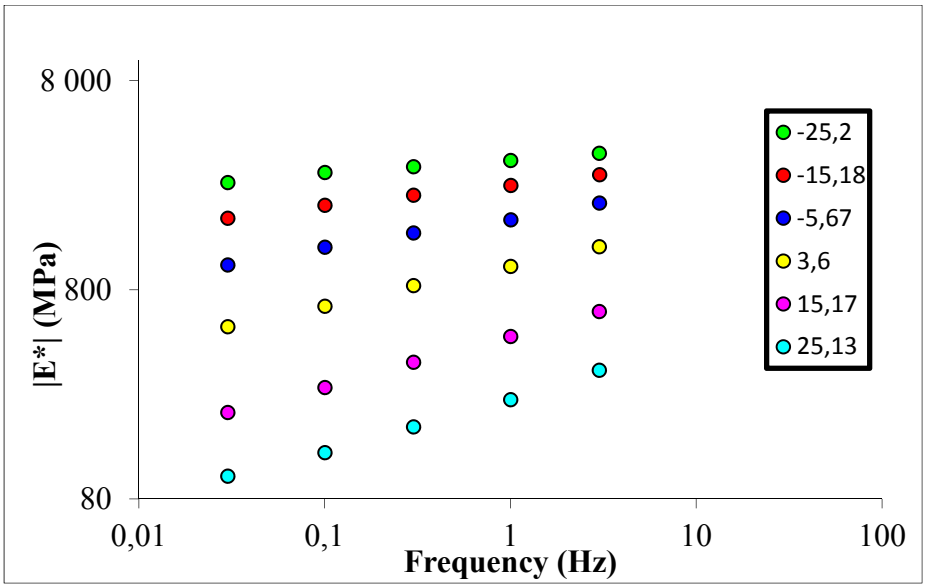


Figure 3.4 Courbe des isothermes de l'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume

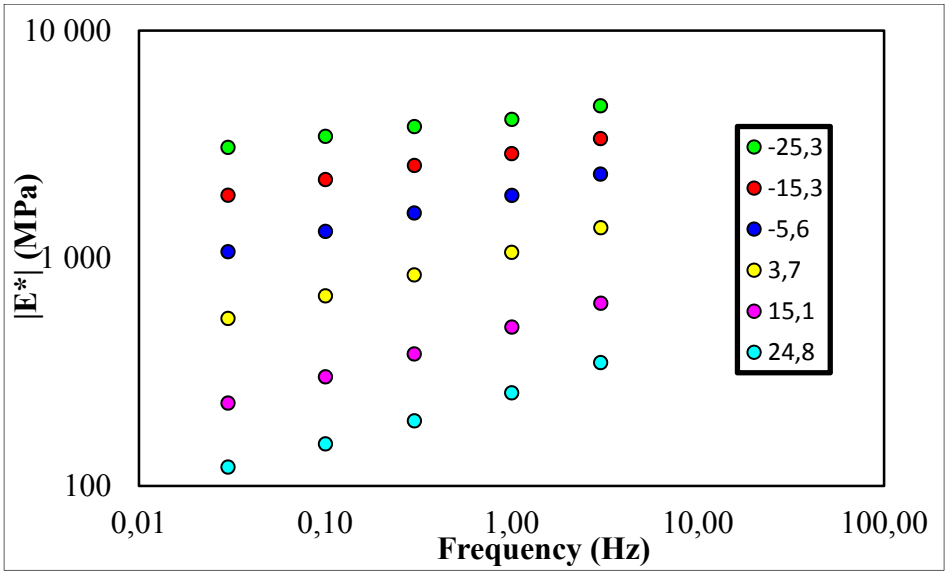


Figure 3.5 Courbe des isothermes de l'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume et incorporant un régénérant

Il est important de comparer les résultats du module selon les courbes maîtresses. Elles permettent de présenter les valeurs de la norme du module complexe en fonction de la fréquence à une température de référence (5 °C). Pour tracer les courbes maîtresses, on se

base sur les courbes des isothermes (Figure 3.4 et Figure 3.5). Une translation des différentes résultats du module complexe en fonction des fréquences vers une température de référence T_R (= 5 °C dans notre cas) en les multipliant par un coefficient de translation a_T (variable avec T). Cela nous permet d'avoir une courbe unique du module E* en fonction de la fréquence. La Figure 3.6 montre les courbes maîtresses pour les deux types d'enrobés testés.

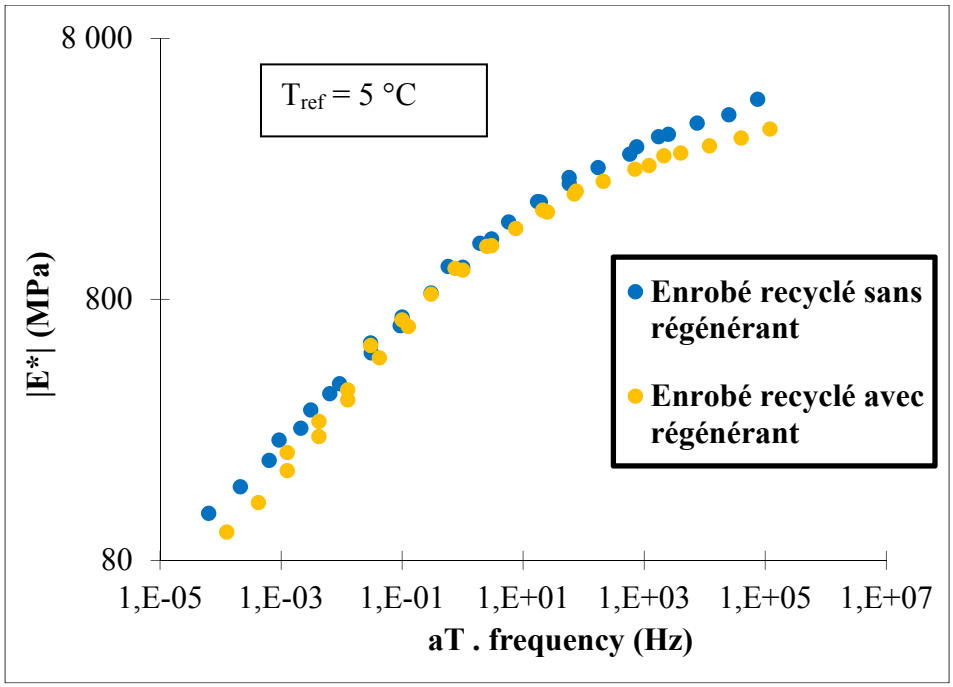


Figure 3.6 Courbe maîtresse de la norme du module complexe d'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume et celui incorporant un régénérant (T_{ref}=5 °C)

La courbe maîtresse de l'angle de phase (Figure 3.7) montre que les valeurs de $\boldsymbol{\varphi_E}$ passent de 25 ° à 5 ° pour l'enrobé recyclé et de 28 ° à 4 ° dans le cas d'enrobé recyclé avec régénérant. Ceci montre que l'ajout du régénérant augmente les valeurs de l'angle de phase à haute température, donc, il augmente la viscosité du bitume vieilli et réduit la rigidité de l'enrobé recyclé. À basse température, les valeurs de φ_E sont relativement similaires.

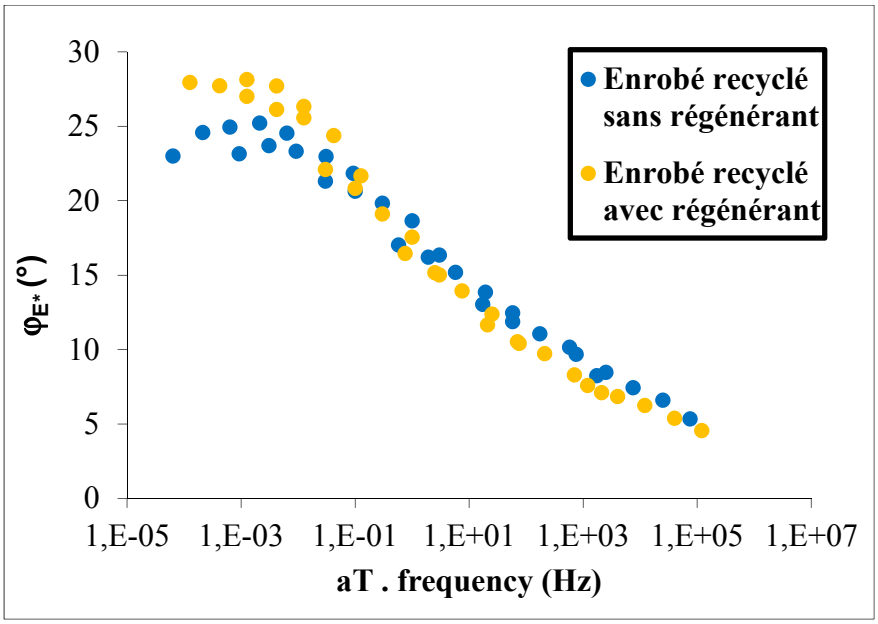


Figure 3.7 Courbe maîtresse de φ_E des deux enrobés recyclés traités à froid à l'aide d'une émulsion de bitume avec et sans ajout d'un régénérant (T_{ref} = 5 °C)

Le modèle de 2S2P1D est utilisé pour modéliser le comportement viscoélastique de ces deux enrobés. Le Tableau 3.9 contient les paramètres de calibration du modèle pour une température de 5 °C.

Tableau 3.9 Les paramètres de calibration du 2S2P1D (T_{ref} = 5°C)

Enrobés	E_∞ (MPa)	E_0 (MPa)	k	h	δ	τ_{0E} (s)	β	ν_0	ν_∞	$\gamma_{E\nu}$	$\tau_{0\nu}$ (s)
Sans régénérant	100	7100	0,17	0,41	2,85	0,026	320	0,40	0,30	0,00	236,36
Avec régénérant	50	5150	0,16	0,42	2,50	0,050	500	0,43	0,24	0,00	454,55

Les Figures 3.8 et 3.9 présentent les courbes du module complexe dans le plan Cole-Cole et dans l'espace de Black. Les valeurs trouvées pour chacun des deux enrobés testées forment

une courbe unique. Les résultats de la Figure 3.9 permettent d'infirmer que les matériaux respectent en partie le principe d'équivalence temps-température (PETT).

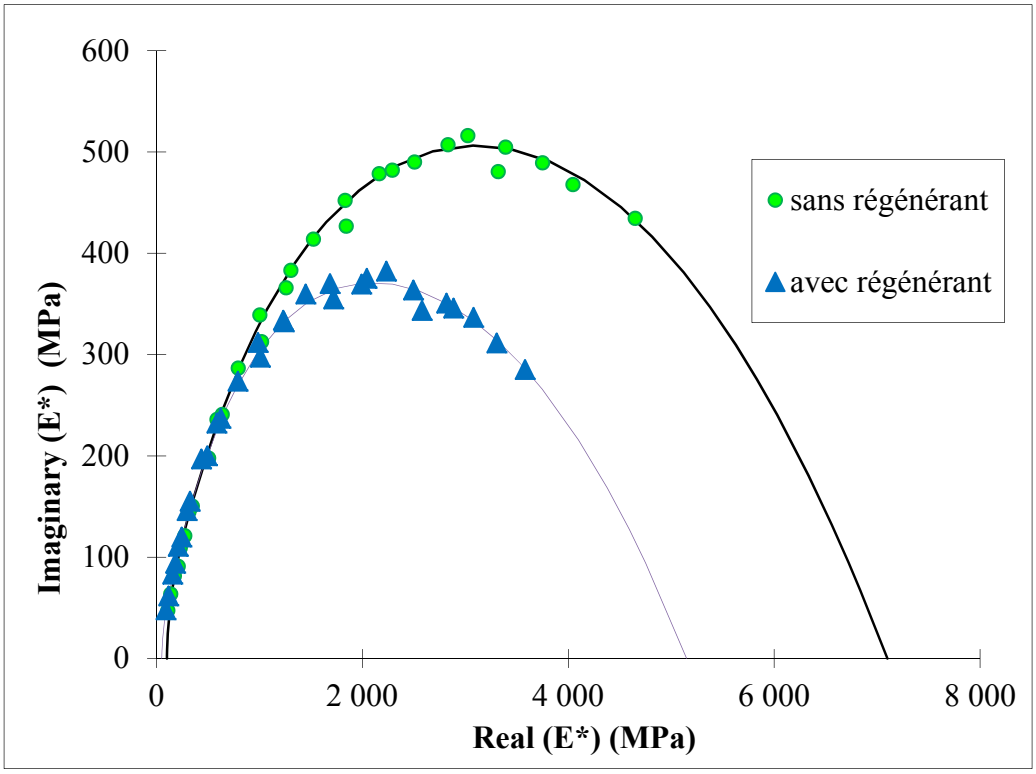


Figure 3.8 Module complexe dans le plan Cole & Cole pour l'enrobé recyclé à froid avec et sans régénérant

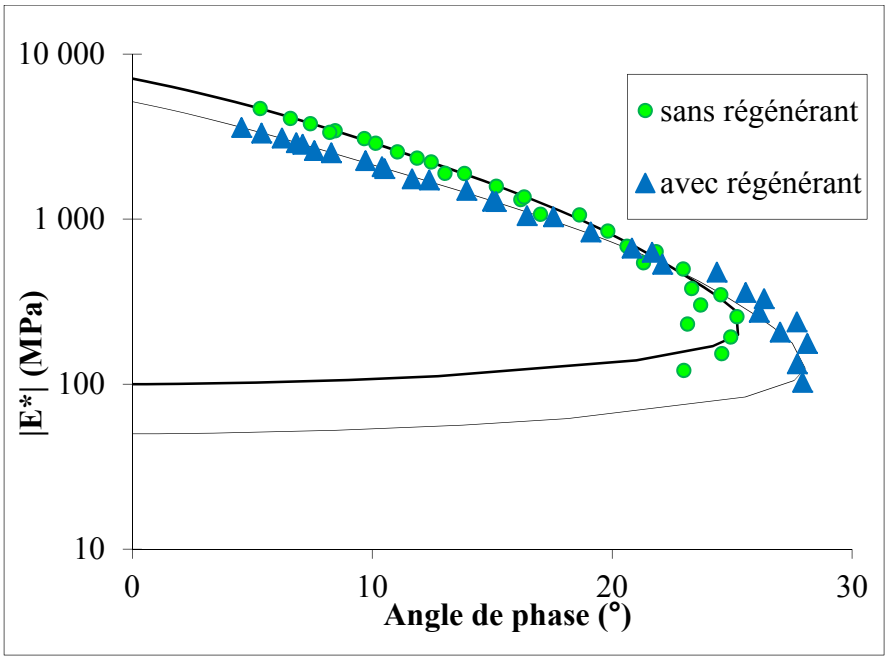


Figure 3.9 Valeurs de l'angle de phase pour l'enrobé recyclé à froid avec et sans régénérant

Sur le plan Cole-Cole, l'enrobé recyclé à froid sans régénérant et celui avec l'ajout d'un régénérant ont la même allure. Les valeurs de E_{00} (module statique), qui sont proches de l'axe d'ordonnée, sont presque le même pour les deux enrobés. Elles reflètent la rigidité de l'enrobé à très haute température, très basses fréquences. Les valeurs de E_{∞} passent de 100 MPa à 50 MPa suite à l'ajout du régénérant. Par contre, il y a une grande différence entre les deux enrobés au niveau de la valeur de E_0 (module vitreux) qui passe de 7100 à 5150 MPa. Ce module (E_0) caractérise la rigidité du mélange à très basse température, hautes fréquences. Dans cette zone les enrobés ont un caractère plus élastique.

La Figure 3.9 montre la diminution de la valeur du module en fonction de l'angle de phase pour les deux enrobés. Lorsque l'angle de déphasage avoisine la valeur de 90°, le matériau tend à se comporter comme un matériau visqueux (Carter et Perraton, 2002). Comme montré à la Figure 3.9, l'enrobé incorporant le régénérant présente des modules plus bas dans la zone élastique (basses températures et/ou hautes fréquences) et des modules largement supérieurs dans la zone visqueuse (hautes températures et/ou basses fréquences).

D’autre part, d’après la Figure 3.9, l'enrobé recyclé traité à froid à l’aide d’une émulsion de bitume et incorporant un régénérant ne respecte pas le principe d’équivalence temps-température (PETT). Par contre, le deuxième mélange présente une allure qui suit le PETT. Ces résultats peuvent être expliqués en partie par la présence d’une forte teneur en asphaltènes et en paraffines dans l’enrobé de référence, sans ajout de régénérant (Lesueur, 1996; Champion, 1999; Olard, 2003). En effet, cet enrobé est constitué à 50 % de GBR (bitume très oxydé). Par contre, l’ajout du régénérant a la capacité de corriger la structure chimique du vieux bitume en diminuant le pourcentage d’asphaltènes et optimisant le ratio asphaltènes / maltènes. Ensuite, si le bitume vieilli extrait du GBR contient des polymères alors ça peut être le raison du changement dans l'allure de la courbe de l'angle des phases. Dans ce cas il y avait une réaction entre le régénérant les polymères du bitume.

Finalement après les essais, nous avons déterminé les pourcentages des vides dans chaque éprouvette, avec et sans régénérant, nous avons trouvé une baisse d’environ 1 % en ajoutant le régénérant (de 13,6 à 12,8). Les résultats du module complexe viennent confirmer les résultats trouvés sur bitume et prouve la capacité du régénérant à diminuer la viscosité du bitume vieilli, même si une partie du changement est dû à la différence de teneur en air.

3.2.2 Effet du régénérant sur la résistance à l'orniérage

La résistance à l'orniérage de l'enrobé a été déterminée en utilisant l’orniéreur du type MLPC selon la norme LC 26-410. Les deux enrobés ont été testés afin d'évaluer l'effet de l'ajout du régénérant sur la résistance à l'orniérage de l’enrobé recyclé traité à froid à l'aide d’une émulsion. Dans notre cas, nous avons diminué la température d'essai par rapport à ce qui est recommandé dans la norme (60 °C). Ce choix est fait car au-delà de 60 °C les propriétés des matériaux recyclés qui constituent notre squelette granulaires peuvent être affecté.

La Figure 3.10 montre la variation du pourcentage de la profondeur d'ornière en fonction du nombre des cycles de sollicitations pour les deux enrobés considérés dans cette étude (avec et sans régénérant).

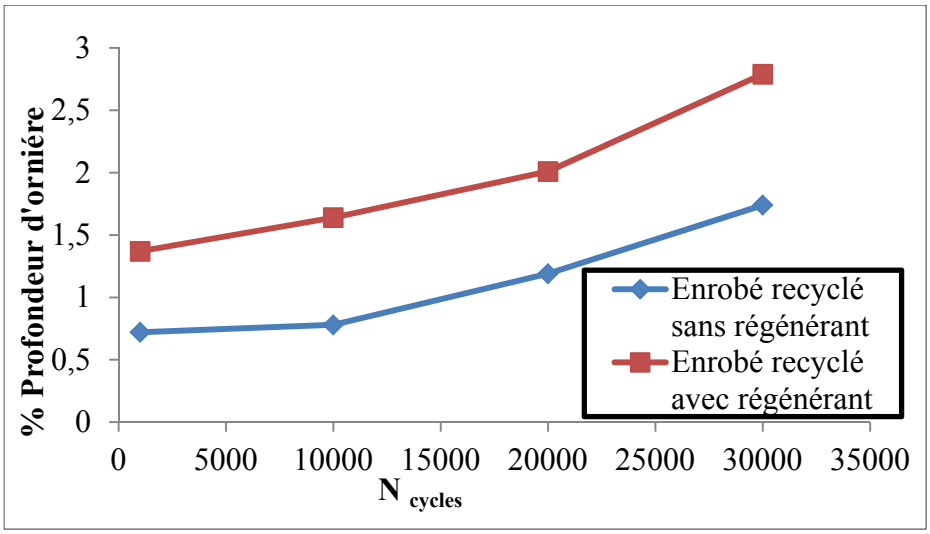


Figure 3.10 Variations du pourcentage de la profondeur d'ornière en fonction du nombre des cycles l'enrobé recyclé à froid avec et sans régénérant à 40 °C

Les résultats montrent qu'il y a une différence entre le comportement à l'orniérage des deux enrobés testés. Avec l'ajout de 10 % du régénérant, les pourcentages de la profondeur d'ornière passent après 1000 cycles à froid de 0,7 % à 1,4 %. Après 30 000 cycles cumulatifs à une température de 40 °C, les valeurs passent de 1,7 % à 2,8. On peut, donc, conclure que l'ajout du régénérant réduit la viscosité du bitume et conduit à augmentation de l'orniérage et la diminution de la rigidité de l'enrobé.

CONCLUSION

Le but de ce projet est de prouver la capacité du régénérant à réactiver le bitume vieilli du GBR et améliorer les performances du bitume vieilli ainsi que l'enrobé recyclé à froid. Les résultats montrent bien que l'ajout d'un régénérant dans un enrobé recyclé à froid, MR5, change les caractéristiques thermomécaniques de ce dernier. Plus spécifiquement, les résultats expérimentaux montrent que :

- l'ajout d'un 10 % du régénérant (type : *Slop Wax*) permet de diminuer la température haute et la température basse d'un bitume vieilli. Cela est expliqué par la diminution de la viscosité du bitume vieilli et de sa rigidité;
- les résultats de spectrométrie FTIR prouve la capacité du régénérant à changer partiellement la structure chimique du bitume vieilli en réduisant l'intensité des pics d'oxydation C=O et S=O. En effet, il permet de corriger le ratio Asphaltène / Maltène qui a la plus grande influence sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du bitume;
- l'ajout du régénérant a réduit les valeurs du module complexe de l'enrobé recyclé traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume et augmente l'angle de phase. Ces résultats sont expliqués par la diminution de la viscosité du bitume du GBR;
- pour les essais d'orniérage, on a trouvé que la résistance est diminuée suite à l'ajout de 10 % du régénérant dû à la diminution de la viscosité;
- les courbes de l'angle de phase montrent que l'enrobé recyclé de type MR-5, traité à froid à l'aide d'une émulsion de bitume sans ajout du régénérant ne respecte pas le principe d'équivalence temps-température (PETT), cela est expliqué par la forte concentration des asphaltènes dans le bitume vieilli. Par contre, l'ajout de 10 % de régénérant (*Slop Wax*) a pu corriger cette anomalie ce qui donne une courbe du module unique dans l'espace de Black. Ces résultats montrent que le régénérant agit sur la structure chimique du bitume et permet de diminuer la concentration en asphaltènes dans le bitume.

RECOMMANDATIONS

Notre projet est considéré comme une étude exploratoire quant à l'utilisation d'un régénérant dans les enrobés recyclés traités à froid à l'aide d'une émulsion de bitume. Nous avons concentré notre travail sur un seul dosage et un seul type de régénérant. Il est important d'aller plus loin et d'essayer d'autres sources de régénérant et d'autres dosages.

La période de cure est l'un des paramètres le plus importants dans les enrobés recyclés traités à froid à l'aide d'une émulsion de bitume. En effet, pour la suite de ce projet, il est recommandé de varier la période de cure afin de voir son influence sur l'interaction entre le bitume vieilli, le nouveau bitume et le régénérant.

ANNEXE I

FICHE TECHNIQUE DU GB-20

bomix

FICHE TECHNIQUE GRANULAT

2026V30 0-3/4

Calibre: 0-20 mm TV

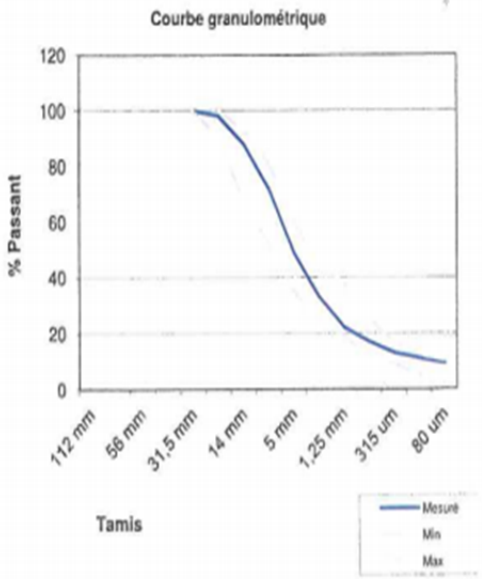
Produit : 3020

Type: Granulats concassés

Granulométrie

Tamis	Mesuré**	Exigences	
		Min	Max
112 mm			
80 mm			
56 mm			
40 mm			
31,5 mm	100	100	
20 mm	98	90	100
14 mm	88	68	93
10 mm	72		
5 mm	49	35	60
2,50 mm	33		
1,25 mm	22	19	38
630 um	17		
315 um	13	9	17
160 um	11		
80 um	9.2	2	10

** % total passant



Caractéristiques physiques

Micro-Deval LC 21-070	42.0%
*Los Angeles LC 21-400	33.0%
*MD + LA Norme 2101	75.0%
Fragmentation LC 21-100	100%

ANNEXE II

FICHE TECHNIQUE DE L'ÉMULSION

Les Industries McAsphalt Ltée.
11451, rue Sherbrooke Est
Montréal-Est (Québec) H1B 1C2
Téléphone : (514) 645-1691
Télécopieur : (514) 645-4401

ATTESTATION DE CONFORMITÉ

N° de l'attestation de conformité

INFORMATIONS GÉNÉRALES				EXPÉDITION			
Identification du fabricant et le lieu de fabrication Les Industries McAsphalt Ltée. - Montréal-Est				Nom du centre de service			
Identification du distributeur et le lieu de distribution Les Industries McAsphalt Ltée. - Montréal-Est				Nom du transporteur			
Type de produit	Tank	Date fabrication	N° de lot	N° de la citerne	Date chargement		Quantité livrée
					jj	mm	aaaa
CSS-1	346	14-May-2015	120682				

ESSAIS	RÉSULTATS	Spécifications		Méthode d'essai
		Min	Max	
Date d'essais	2015-05-14			
Tamis, 850 µm (% masse)	0.01	---	0.10	ASTM D6933
Stabilité au stockage 24 heures (%)	0.1	---	1	ASTM D6930
Viscosité Saybolt-Furol à 25 °C (sec)	25.2	20	100	ASTM D7496
Résidu de distillation à 260°C (%)	62.0	57	---	ASTM D6997
Pénétration, 25°C,100g, 5s (0,1 mm)	133	100	250	ASTM D5
Charge des particules	POSITIVE	Positive		ASTM D7402

Notes:

TEMPÉRATURE D'UTILISATION RECOMMANDÉE		
	Minimale	Maximale
Entreposage	20°C (68 °F)	85°C (185 °F)
Application	20°C (68 °F)	90°C (194 °F)
Air ambiant	10°C (50 °F)	-----

AUTORISATION	
Préparée par J. Bema, Tech.	Approuvée par R. Balba, Ing.

ESPACE RÉSERVÉ AU MINISTÈRE DES TRANSPORTS	
Nom de l'échantillonneur	Date d'échantillonnage
Numéro du centre de gestion de l'échantillonneur	

ANNEXE III

FICHE TECHNIQUE DE LA CHAUX

FICHE TECHNIQUE
CHAUX

GRAYMONT

Produits de chaux et granulats calcaires/Lime and Limestone products
GRAYMONT (QC) INC. 25 de Lauzon, Boucherville (Québec) J4B 1E7 (450) 449-2262 TéléFax: (450) 449-2256

PRODUIT : CHAUX CALCIQUE ÉTEINTE

EXPLOITATION : Joliette, Québec

DESCRIPTION DU PRODUIT :

Fine poudre blanche obtenue de la réaction de la chaux vive et d'une quantité suffisante d'eau pour transformer l'oxyde de calcium (CaO) en hydroxyde de calcium ($Ca(OH)_2$).

COMPOSITION ET PROPRIÉTÉS CHIMIQUES TYPIQUES :

Hydroxyde de calcium disponible ($Ca(OH)_2$), (%)	92.8
Oxyde de calcium total (CaO), (%)	72.6
Oxyde de calcium disponible (CaO), (%)	70.3
Oxyde de magnésium (MgO), (%)	0.8
Silice (SiO_2), (%)	1.3
Oxyde ferrique (Fe_2O_3), (%)	0.2
Alumine (Al_2O_3), (%)	0.3
Soufre total (S), (%)	0.1
Perte au feu, (%)	24.1
Carbonates, ($CaCO_3$), (%)	1.3
Humidité (H_2O), (%)	0.5
Pouvoir neutralisant ($CaCO_3$ = 100), (NQ 0419 - 090 / 1997), (%)	130
Facteur de basicité (CaO = 1) (ASTM C 911), (%)	0.7
Coefficient de neutralisation (pH 9 @ 15 min) (ASTM C 400), (ppm)	12200

PROPRIÉTÉS PHYSIQUES TYPIQUES :

Masse volumique (ASTM C 110), (kg/m^3)	320 – 510
Surface spécifique Blaine (ASTM C 204), (cm^2/g)	22550
Taux de sédimentation (ASTM C 110), (h/h_0=0.6), (cm/min)	0.1

DONNÉES DE REFERENCE : (CRC Handbook of Chemistry and Physics)

a. Densité	2.24
b. Solubilité dans l'eau (0 °C), (g/l)	1.85
c. pH à saturation (25 °C)	12.454

GRANULOMÉTRIE :

TAMIS (mm)	% PASSANT
0.630	100
0.160	96 – 100
0.045	86 – 96

EMBALLAGE :

Vrac (2080), sacs semi-vrac (1000 kg) (2087) et sacs (22.7 kg) (2083).

EMPLOI :

La chaux éteinte est utilisée pour le traitement et l'épuration des eaux domestiques et industrielles.. Elle sert également à stabiliser les sols argileux lors de la construction de routes. Elle entre aussi dans la composition de produits calciques et a de nombreux autres usages dans l'industrie de la construction et de l'agriculture.

AVIS :

* Les renseignements que contient ce bulletin sont dignes de foi et sont donnés à titre d'information seulement. Ils sont basés sur les résultats moyens d'échantillons de production. Les expéditions de produit sont sujettes à la variation normale. En conséquence, ces données ne peuvent pas être pris pour établir des caractéristiques maximum ou minimum.

ANSI / NSF 60
ADDITIFS POUR LE TRAITEMENT DE L'EAU POTABLE
< 44 Y 4 >
DOSAGE MAXIMUM : 650 mg/l.

Services Techniques **5 avril 2005**

ANNEXE IV

MASSE DE L'ÉCHANTILLON POUR LA DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN BITUME PAR IGNITION

Dimension de grosseur nominale maximale du granulat de l'enrobé (mm)	Masse de l'échantillon (g)
5	1100 ± 100
10	1100 ± 100
14	1600 ± 100
20	2100 ± 100
28	3100 ± 100
40	4100 ± 100

ANNEXE V

RAPPORT DE LA MASSE VOLUMIQUE DE L'EAU À T °C SUR CELLE À 25°C : $\frac{d_w}{0{,}997044}$

T°C		T°C		T°C		T°C		T°C	
15,0	1,002061	18,0	1,001555	21,0	1,000950	24,0	1,000252	27,0	0,999466
15,1	1,002046	18,1	1,001536	21,1	1,000928	24,1	1,000227	27,1	0,999439
15,2	1,002031	18,2	1,001518	21,2	1,000906	24,2	1,000202	27,2	0,999411
15,3	1,002016	18,3	1,001499	21,3	1,000884	24,3	1,000177	27,3	0,999383
15,4	1,001999	18,4	1,001480	21,4	1,000862	24,4	1,000152	27,4	0,999355
15,5	1,001984	18,5	1,001461	21,5	1,000840	24,5	1,000127	27,5	0,999327
15,6	1,001968	18,6	1,001442	21,6	1,000818	24,6	1,000102	27,6	0,999298
15,7	1,001952	18,7	1,001423	21,7	1,000795	24,7	1,000076	27,7	0,999270
15,8	1,001936	18,8	1,001404	21,8	1,000773	24,8	1,000051	27,8	0,999242
15,9	1,001920	18,9	1,001384	21,9	1,000750	24,9	1,000025	27,9	0,999214
16,0	1,001904	19,0	1,001365	22,0	1,000728	25,0	1,000000	28,0	0,999185
16,1	1,001887	19,1	1,001345	22,1	1,000705	25,1	0,999973	28,1	0,999157
16,2	1,001871	19,2	1,001324	22,2	1,000682	25,2	0,999947	28,2	0,999128
16,3	1,001854	19,3	1,001304	22,3	1,000658	25,3	0,999922	28,3	0,999100
16,4	1,001838	19,4	1,001284	22,4	1,000635	25,4	0,999896	28,4	0,999071
16,5	1,001821	19,5	1,001264	22,5	1,000612	25,5	0,999869	28,5	0,999042
16,6	1,001804	19,6	1,001244	22,6	1,000589	25,6	0,999843	28,6	0,999013
16,7	1,001787	19,7	1,001224	22,7	1,000565	25,7	0,999817	28,7	0,998984
16,8	1,001770	19,8	1,001203	22,8	1,000542	25,8	0,999791	28,8	0,998954
16,9	1,001753	19,9	1,001183	22,9	1,000518	25,9	0,999764	28,9	0,998925
17,0	1,001735	20,0	1,001162	23,0	1,000495	26,0	0,999738	29,0	0,998896
17,1	1,001718	20,1	1,001142	23,1	1,000471	26,1	0,999711	29,1	0,99886
17,2	1,001700	20,2	1,001121	23,2	1,000447	26,2	0,999684	29,2	0,998837
17,3	1,001683	20,3	1,001100	23,3	1,000423	26,3	0,999657	29,3	0,998807
17,4	1,001664	20,4	1,001079	23,4	1,000399	26,4	0,999630	29,4	0,998778
17,5	1,001646	20,5	1,001058	23,5	1,000375	26,5	0,999603	29,5	0,998748
17,6	1,001628	20,6	1,001037	23,6	1,000351	26,6	0,999575	29,6	0,998718
17,7	1,001610	20,7	1,001015	23,7	1,000326	26,7	0,999548	29,7	0,998688
17,8	1,001592	20,8	1,000993	23,8	1,000301	26,8	0,999521	29,8	0,998658
17,9	1,001573	20,9	1,000971	23,9	1,000276	26,9	0,999494	29,9	0,998627

ANNEXE VI

RÉSULTATS D'ESSAI DE STABILITÉ MARSHALL

% bit résiduel	3,5%			4,5%			5,5%		
	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3
S_{sec}(N)	23065,00	23715,00	24859,20	35731,10	21582,60	21142,10	15700,80	17290,80	17516,40
$F_{correction}$			0,95				1,00		
$S_{sec\ corrigée}$(N)			23630,74				15665,90		
Moy(N)	23470,25			26151,93			16824,37		
$Déf_{sec}$(mm)	12,60	11,30	12,60	20,20	14,60	14,60	11,60	12,70	14,40
Moy(mm)	12,17			16,47			12,90		
S_{hum}(N)	11349,90		11307,00	9819,10	12558,50	11290,80	13960,50	14110,90	17016,80
$F_{correction}$	0,96	0,95	0,92		0,96	0,89	0,92		0,90
$S_{hum\ corrigée}$(N)	10906,36		10426,29		12023,15	10084,32	12909,77		15303,12
Moy(N)	10666,32			10642,19			14107,93		
$Déf_{hum}$(mm)	11,80		7,80	7,60	9,80	9,00	12,50	14,10	14,90
Moy(mm)	9,80			8,80			13,83		
Perte de stabilité(%)	55%			59%			16%		

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Aguiar-Moya, J. P., Salazar-Delgado, J., Baldi-Sevilla, A., Leiva-Villacorta, F., & Loria-Salazar, L. (2015). Effect of aging on adhesion properties of asphalt mixtures with the use of bitumen bond strength and surface energy measurement tests. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, (2505), 57-65.

Airey, G. D. 2003. « State of the Art Report on Ageing Test Methods for Bituminous Pavement Materials ». *International Journal of Pavement Engineering,* vol. 4, n° 3, p. 165-176.

Al-Qadi, I. L., Elseifi, M., & Carpenter, S. H. (2007). *Reclaimed asphalt pavement—a literature review*.

Asphalt Institute, Eurobitume. 2011. *Production, chemistry, use, specification and occupational exposure*. Coll. « The bitumen industry ».

Boyer, R. E., & Engineer, P. S. D. (2000). Asphalt rejuvenators "fact, or fable". *Transportation systems*.

Cardenas, J. A. (2013). Évaluation de l'effet de la température de cure sur le comportement des matériaux bitumineux de type MR-5 traités à la mousse de bitume. (Mémoire de maîtrise, École de technologie supérieure, Montréal, Qc).

Caroline, G. M.; Tchilinguirian. « Impact d'un tensioactif sur les propriétés de mouillage ».<http://physique.unice.fr/sem6/2014-2015/PagesWeb/PT/Bioinspire/tensioactif.html>. Consulté le 31-08-2016.

Carpenter, S. H., & Wolosick, J. R. (1980). Modifier influence in the characterization of hot-mix recycled material. *Transportation Research Record*, (777).

Carter, A. (2002). *Rhéologie en petite déformation des enrobés bitumineux et mesure de leur résistance à basse température à partir de l'essai TSRSTS* (Mémoire de maîtrise, École de technologie supérieure, Montréal, Qc).

Carter, A. (2005). *Development of a Non-solvent Based Test Method for Evaluating Reclaimed Asphalt Pavement Mixes* (Thèse de doctorat, Université d'Auburn, Alabama, U.S.A).

Carter, A., & Perraton, D. (2002). La mesure du module complexe des enrobés bitumineux. In *2e Conférence spécialisée en génie des matériaux de la Société canadienne de génie civil* (p. 10).

Chen, M., Leng, B., Wu, S., & Sang, Y. (2014). Physical, chemical and rheological properties of waste edible vegetable oil rejuvenated asphalt binders. *Construction and Building materials*, *66*, 286-298.

Ciochina, O. G. (1998). *Incorporation dans les bitumes petroliers des residus de la distillation des huiles provenant de la pyrolyse sous vide de pneus uses, de bois et des rebuts de broyage d'automobiles* (Mémoire de maîtrise, Universite Laval, Québec City, Qc).

Curtis, C. W., Ensley, K., & Epps, J. (1993). *Fundamental properties of asphalt-aggregate interactions including adhesion and absorption* (No. SHRP-A-341). Washington, DC, USA: National Research Council.

Cygas, D., Mucinis, D., Sivilevicius, H., & Abukauskas, N. (2011). Dependence of the recycled asphalt mixture physical and mechanical properties on the grade and amount of rejuvenating bitumen/Regeneruoto asfalto misinio fiziniu ir mechaniniu rodikliu priklausomybe nuo ji atnaujinancio bitumo rusies ir kiekio/Recikleta asfalta maisijuma fizikalo un mehanisko ipasibu atkariba no pievienota bitumena daudzuma un markas/Taaskasutatava.... *The Baltic Journal of Road and Bridge Engineering*, *6*(2), 124-124.

Das, P. K., Balieu, R., Kringos, N., & Birgisson, B. (2015). On the oxidative ageing mechanism and its effect on asphalt mixtures morphology. *Materials and Structures*, *48*(10), 3113-3127.

Dave, E. V., Paulino, G. H., & Buttlar, W. G. (2010). Asphalt pavement aging and temperature dependent properties through a functionally graded viscoelastic model, Part-I: Development, implementation and verification. In *Materials Science Forum* (Vol. 631, pp. 47-52). Trans Tech Publications.

Dehouche, N., Kaci, M., & Mokhtar, K. A. (2012). Influence of thermo-oxidative aging on chemical composition and physical properties of polymer modified bitumens. *Construction and Building Materials*, *26*(1), 350-356.

Destribats, M. (2010). *Emulsions stabilisées par des particules colloïdales stimulables: propriétés fondamentales et matériaux* (Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I, Bordeaux, France).

Diakité, I. S. (2014). *Caractérisation d'un enrobé bitumineux haute performance et évaluation de son utilisation en couche de base en remplacement d'une grave bitume.* (Mémoire de maîtrise, École de technologie supérieure, Montréal, Qc).

Dondi, G., Mazzotta, F., Simone, A., Vignali, V., Sangiorgi, C., & Lantieri, C. (2016). Evaluation of different short term aging procedures with neat, warm and modified binders. *Construction and Building Materials*, *106*, 282-289.

Doyle, J. D. 2011. *Characterization of reclaimed asphalt and performance based evaluation of its use in recycled mixtures*. Mississippi State University.

Durrieu, F., Farcas, F., & Mouillet, V. (2007). The influence of UV aging of a styrene/butadiene/styrene modified bitumen: comparison between laboratory and on site aging. *Fuel*, *86*(10), 1446-1451.

Eurobitume. 2014. « Qu'est-ce que le bitume? ». < http://www.eurobitume.eu/fr/national /benelux/qu%E2%80%99est-ce-que-le-bitume >. Consulté le 01-02-2016.

Expertsmind. 2013. « Ductility test, Civil Engineering ». < http://www.expertsmind.com/ questions/ductility-test-30129393.aspx >. Consulté le 31-08.

Fernández-Gómez, W. D., Rondón Quintana, H., & Reyes Lizcano, F. (2013). A review of asphalt and asphalt mixture aging: Una revisión. *Ingenieria e investigacion*, *33*(1), 5-12.

Union des syndicats de l'industries routiére Française. (2013). « Le bitume : historique d'un matériaux bitumineux ». vol. USIRF,Routes de France.

Gandi, A, Fahd B. S., Sara B., Alan C. et Nicolas B. (2016). « Double Coating of Full Depth Reclamation Materials ». In *Eurasphalt & Eurobitume Congress*. (Prague). Vol. 6.

Gaonach, M. (2012). *Mesure in-situ de la teneur en eau avec sondes dans les matériaux recyclés traités à froid avec une émulsion de bitume* (Mémoire de maîtrise, École de technologie supérieure, Montréal, Qc).

Gingras, J-P. 2006. « Émulsification de bitume en phase concentrée ». Montréal, École Polytechnique.

Glady, E. A., Kemalov, R. A., Kemalov, A. F., & Kornetova, O. M. (2016). Obtaining of bitumen emulsions using nonionic surface-active substances. *Indian Journal of Science and Technology*, *9*(18).

GmbH, Wirtgen. 2004. *Wirtgen Manuel du recyclage à froid*.

Gong, M., Yang, J., Zhang, J., Zhu, H., & Tong, T. (2016). Physical–chemical properties of aged asphalt rejuvenated by bio-oil derived from biodiesel residue. *Construction and Building Materials*, *105*, 35-45.

Hajj, E., Souliman, M., Alavi, M., & Loría Salazar, L. (2013). Influence of hydrogreen bioasphalt on viscoelastic properties of reclaimed asphalt mixtures. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, (2371), 13-22.

Huang, B., Li, G., Vukosavljevic, D., Shu, X., & Egan, B. (2005). Laboratory investigation of mixing hot-mix asphalt with reclaimed asphalt pavement. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, (1929), 37-45.

Hugener, M., Partl, M. N., & Morant, M. (2014). Cold asphalt recycling with 100% reclaimed asphalt pavement and vegetable oil-based rejuvenators. *Road Materials and Pavement Design*, *15*(2), 239-258.

iDrop2. 2015a. « Essai bille anneau ». < http://idrop2.weebly.com/classement-des-bitumes/essai-bille-anneau >. Consulté le 31-08-2016.

iDrop2. 2015b. « Essais de pénétrabilité ». < http://idrop2.weebly.com/classement-des-bitumes/qualite-du-bitume >. Consulté le 26-08-2016.

Jia, X. J., Yu, J. Y., Xu, S., Dan, W., & Xue, L. H. (2014). Investigation of Anti-UV Aging of Bitumen Modified with Layered Double Hydroxides. In *Key Engineering Materials* (Vol. 599, pp. 187-192). Trans Tech Publications.

Jolicoeur, C., Natalie, O. (2006). Étude du mécanisme d'adhésion entre un liant bitumineux et un granulat (Rapport réalisé pour le compte du ministère des transports du Québec). Sherbrooke: Université de Sherbrooke.

Lin, J., Guo, P., Xie, J., Wu, S., & Chen, M. (2012). Effect of rejuvenator sealer materials on the properties of aged asphalt binder. *Journal of Materials in Civil Engineering*, *25*(7), 829-835.

Kai-Fu, H., Yu-Chun, Z., Ke-Jian*, L., Peng, Y., Feng, Y., & Yi, W. (2001). A study on change of family composition and properties of Liaoshu paving asphalt on aging. *Petroleum science and technology*, *19*(5-6), 651-660.

Kanabar, A. (2010). *Physical and Chemical Aging Behavior of Asphalt Cements from Two Northern Ontario Pavement Trials* (Mémoire de maîtrise, Queen's University, Kingston, Ontario, Canada).

Karlsson, R., & Isacsson, U. (2006). Material-related aspects of asphalt recycling—state-of-the-art. *Journal of Materials in Civil Engineering*, *18*(1), 81-92.

Kazziha, Samir, et Bernard Lombardi. (2005). « Bitume.info ».

Kim, K. W., Amirkhanian, S. N., Jung, J., & Doh, Y. S. (2007). Reducing Stiffness of Oxidized Binder in Recycled Asphalt Mixture by Stage Mixing (With Discussion). *Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists*, *76*.

LACHAMBRE, S. (2011). *Formulation d'enrobé semi-tièdes utilisant des pourcentages élevés de granulats bitumineux recyclés* (Mémoire de projet de fin d'études, INSA de Strasbourg, Strasbourg, France).

Lacombe, J. S. (2008). *Caractérisation des enrobés recyclés à froid et dimensionnement de la couche de roulement*. (Mémoire de maîtrise, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, Canada).

Lamontagne, J., Durrieu, F., Planche, J. P., Mouillet, V., & Kister, J. (2001). Direct and continuous methodological approach to study the ageing of fossil organic material by infrared microspectrometry imaging: application to polymer modified bitumen. *Analytica chimica acta*, *444*(2), 241-250.

Lamothe, S. (2004). *Enrobé grenu: influence du dosage en filler et et de l'ajout d'un sable roulé sur le couple ouvrabilité-orniérage* (Mémoire de maîtrise, École de technologie supérieure, Montréal, Qc).

Landvik, N. E., Gorria, M., Arlt, V. M., Asare, N., Solhaug, A., Lagadic-Gossmann, D., & Holme, J. A. (2007). Effects of nitrated-polycyclic aromatic hydrocarbons and diesel exhaust particle extracts on cell signalling related to apoptosis: possible implications for their mutagenic and carcinogenic effects. *Toxicology*, *231*(2), 159-174.

Le Bec, Sabine. (2005). « Les émulsions de bitume: généralités, composition et applications ». In. (Montréal).

Le Bec, Sabine. (2012). « Les émulsions de bitume Formulation et Fabrication selon leur usage ».

Lelièvre, André. 1994. *Les enrobés bitumineux*. Sainte-Foy, Québec: Édtions Le Griffon d'argile.

Lesueur, D. (2002). La rhéologie des bitumes: principes et modification. *Rhéologie*, *2*, 1-30.

Lesueur, D. (2009). The colloidal structure of bitumen: consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. *Advances in colloid and interface science*, *145*(1), 42-82.

Lesueur, D., Planche, J. P., & Dumas, P. (2000). Détermination de la teneur en paraffines des bitumes. *BULLETIN-LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES*, 3-12.

Létoffé, J. M., Claudy, P., Planche, J. P., & Germanaud, L. (1992). Caractérisation de l'interaction bitume-agrégat par microcalorimétrie isotherme. *Thermochimica acta*, *210*, 27-40.

Liu, H. Y., & Jia, Y. Q. (2011). Study on the Action Mechanism of Bitumen Emulsion and Aggregate. In *Advanced Materials Research* (Vol. 250, pp. 3039-3043). Trans Tech Publications..

Lu, X., & Isacsson, U. (1998). Chemical and rheological evaluation of ageing properties of SBS polymer modified bitumens. *Fuel*, *77*(9-10), 961-972.

Sá da Costa, M., Farcas, F., Santos, L. F., Eusébio, M. I., & Diogo, A. C. (2010). Chemical and thermal characterization of road bitumen ageing. In *Materials Science Forum* (Vol. 636, pp. 273-279). Trans Tech Publications.

Yu, M., Wu, S. P., & Chen, M. Z. (2012). Experimental investigation of the volatilization of asphalts under different conditions. In *Advanced Materials Research* (Vol. 463, pp. 69-75). Trans Tech Publications.

Marcotte, T. (2013). *Évaluation de l'effet de la teneur en eau sur le comportement à l'orniérage et sur le module complexe des enrobés semi-tièdes comportant des enrobés recyclés* (Mémoire de maîtrise, École de technologie supérieure, Montréal, Qc).

Masson, J. F., Collins, P., & Polomark, G. (2005). Steric hardening and the ordering of asphaltenes in bitumen. *Energy & fuels*, *19*(1), 120-122.

Merbouh, M. H. (2010). *Contribution à la modélisation du comportement rhéologique des enrobés bitumineux: influence des conditions extrêmes de température et de trafic en fatigue* (Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, Bordeaux, France).

Mikhailenko, P., Bertron, A., & Ringot, E. (2016). Methods for analyzing the chemical mechanisms of bitumen aging and rejuvenation with FTIR spectrometry. In *8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials* (pp. 203-214). Springer Netherlands.

Miró, R., Martínez, A. H., Moreno-Navarro, F., & del Carmen Rubio-Gámez, M. (2015). Effect of ageing and temperature on the fatigue behaviour of bitumens. *Materials & Design*, *86*, 129-137.

Monette, C. (1999). SÉCURITÉ DE L'INFORMATION: L'AUTOROUTE DE L'INFORMATION. *INNOVATION*.

Morian, N. E. (2014). *Influence of mixture characteristics on the oxidative aging of asphalt binders*.

Mouillet, V., Lamontagne, J., Durrieu, F., Planche, J. P., & Lapalu, L. (2008). Infrared microscopy investigation of oxidation and phase evolution in bitumen modified with polymers. *Fuel*, *87*(7), 1270-1280.

MUMA, M. (2001). *PROPRIETES PHYSIQUES ET HYDRAULIQUES D'UN MG-20 GRANITIQUE STABILISE A L'EMULSION DE BITUME (FRENCH TEXT)* (Mémoire de maîtrise,Université de Laval, Québec City, Qc).

Nguyen, D. T. (2006). *Prédiction des déformation permanentes des couches de surface des chaussées bitumineuses* (Thèse de doctorat, Ecole des Ponts ParisTech, Paris, France).

Nguyen, M. L. (2009). *Etude de la fissuration et de la fatigue des enrobés bitumineux* (Thèse de doctorat, INSA de Lyon, Lyon, France).

Mercado Ojeda, R. A. (2012). *Alternatives de rupture d'une émulsion cationique par hétérofloculation ou par changement de pH* (Thèse de doctorat, Université de Lorraine, France).

Olard, F. (2003). *Comportement thermomécanique des enrobés bitumineux à basses températures. Relations entre les propriétés du liant et de l'enrobé* (Thèse de doctorat, INSA de Lyon, Lyon, France).

Olard, F., & Di Benedetto, H. (2003). General "2S2P1D" model and relation between the linear viscoelastic behaviours of bituminous binders and mixes. *Road materials and pavement design*, *4*(2), 185-224.

Ongel, A., & Hugener, M. (2014). Aging of bituminous mixes for rap simulation. *Construction and Building Materials*, *68*, 49-54.

Ongel, A., & Hugener, M. (2015). Impact of rejuvenators on aging properties of bitumen. *Construction and Building Materials*, *94*, 467-474.

Cui, P. Q., Zhang, H. H., & Wu, S. P. (2014). Influence of High-Temperature Volatilization on Performance of Bituminous Binder. In *Key Engineering Materials* (Vol. 599, pp. 164-167). Trans Tech Publications.

Petersen, J. C. (2009). A review of the fundamentals of asphalt oxidation: chemical, physicochemical, physical property, and durability relationships. *Transportation Research E-Circular*, (E-C140).

Gouvernement du Québec 2016. « Information sur le réseau routier ». < https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/projets-infrastructures/info-reseau-routier/pages/information-sur-le-reseau-routier.aspx >. Consulté le 08-08-2016.

Samuel, M. (2005). Fissuration et autoreparation des liants bitumineux - Apport de l'essai de rupture locale repetée sur bitume. (Thèse de doctorat, École centrale de Nantes et l'université de Nantes, Nantes, France).

Sebben Parahnos, R. (2007). *Approche multi-échelles des émissions d'un procédé d'élaboration des enrobés à chaud* (Thèse de doctorat,Université de Rouen, France).

Shen, J., Amirkhanian, S., & Tang, B. (2007). Effects of rejuvenator on performance-based properties of rejuvenated asphalt binder and mixtures. *Construction and Building Materials*, *21*(5), 958-964.

Solomatnikova, O. (1998). Comportement rhéologique et propriétés cohésives et adhésives des liants bitumineux.(Mémoire de maîtrise, Université Laval,Québec City, Qc).

Suncore. (2016). *Régénérant du bitume*.

Tachon, N. (2008). *Nouveaux types de liants routiers à hautes performances, à teneur en bitume réduite par addition de produits organiques issus des agroressources* (Thèse de doctorat, École Doctorale Sciences de la Matière (Toulouse); 154236152).

Tarefder, R. A., & Arisa, I. (2011). Molecular dynamic simulations for determining change in thermodynamic properties of asphaltene and resin because of aging. *Energy & Fuels*, *25*(5), 2211-2222.

Terre, Laisse. 2016. « Qu'est-ce que désasphaltage? ». < http://laisseterre.com/article/qu-est-ce-que-dsasphaltage >. Consulté le 03-08-2016.

Trudeau, S. (2012). « Introduction aux bitumes ». vol. Formation technique de bitume Québec 2012.

Vargas, X. A., Afanasjeva, N., Alvarez, M., Marchal, P. H., & Choplin, L. (2008). Asphalt rheology evolution through thermo-oxidation (aging) in a rheo-reactor. *Fuel*, *87*(13), 3018-3023.

Fernández-Gómez, W. D., Rondón Quintana, H., & Reyes Lizcano, F. (2013). A review of asphalt and asphalt mixture aging: Una revisión. *Ingenieria e investigacion*, *33*(1), 5-12.

Campbell, P. G., & Wright, J. R. (1964). Infrared spectra of asphalts: some aspects of the changes caused by photooxidation. *Journal of Research of the National Bureau of Standars*.

Xiao, F. P., Chen, M. Z., Wu, S. P., & Amirkhanian, S. N. (2013). A long-term ultraviolet aging effect on rheology of WMA binders. *International Journal of Pavement Research and Technology*, *6*(5), 496-504.

Yao, H., Dai, Q., & You, Z. (2015). Fourier Transform Infrared Spectroscopy characterization of aging-related properties of original and nano-modified asphalt binders. *Construction and Building Materials*, *101*, 1078-1087.

Brosseaud, Y., & St-Jacques, M. (2014). Le recyclage des enrobés: bilan de 30 ans d'éxpériences, les spécificités du milieu urbain. Communication lors de la conférence INFRA 2014, Montréal, QC.

Zaumanis, M., Mallick, R. B., & Frank, R. (2014). Determining optimum rejuvenator dose for asphalt recycling based on Superpave performance grade specifications. *Construction and Building Materials*, *69*, 159-166.

Zaumanis, M., Mallick, R. B., & Frank, R. (2015). Evaluation of different recycling agents for restoring aged asphalt binder and performance of 100% recycled asphalt. *Materials and Structures*, *48*(8), 2475-2488.

Zaumanis, M., Mallick, R. B., Poulikakos, L., & Frank, R. (2014). Influence of six rejuvenators on the performance properties of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) binder and 100% recycled asphalt mixtures. *Construction and Building Materials*, *71*, 538-550.

Zeng, W. B., Wan, L., Peng, Z. Q., Cui, P. Q., & Wu, S. P. (2014). Effects of Various Rejuvenator Sealer Materials on Rheological Properties of Aged SBS Modified Asphalt. In *Key Engineering Materials* (Vol. 599, pp. 155-158). Trans Tech Publications.

Wu, S., Pang, L., Liu, G., & Zhu, J. (2010). Laboratory study on ultraviolet radiation aging of bitumen. *Journal of Materials in Civil Engineering*, *22*(8), 767-772.